

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶

C01G 15/00



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 98111306.0

[43]公开日 1998年11月18日

[11] 公开号 CN 1199018A

[22]申请日 98.5.14

[71]申请人 中国科学院固体物理研究所

地址 230031安徽省合肥市1129信箱

[72]发明人 朱勇 费广涛 陈国胜 张立德

[74]专利代理机构 中国科学院合肥专利事务所

代理人 周国城

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 超声波震荡法制备纳米材料

[57]摘要

本发明公开了一种用超声震荡法制备纳米材料的方法：将材料 A 和材料 B 一起加热至全部熔化，保持熔融状态，用超声震荡粉碎到材料 A 的纳米液滴分散在材料 B 中，后固化成纳米固体颗粒和纳米复合材料，反应生成物纳米材料。本发明方法材料成本低，制备方法简单，易于生产，对原材料的选择性小，易于人为控制制备出各种反应生成物纳米材料，是一种简单、方便的制备纳米材料的方法。

(BJ)第 1456 号

权 利 要 求 书

1. 一种超声波震荡法制备纳米材料，其特征在于，将材料A和材料B放在一起加热至材料A的熔点以上材料B的沸点以下，使材料A、B全部熔化，保持熔融状态，同时用超声波震荡粉碎到材料A为所需粒径的纳米液滴分散在材料B中：

a、制备材料A的纳米材料时，则需降低温度至室温，如果此时材料B为固体，则至材料B固化后停止超声震荡，得到材料A为纳米固体颗粒均匀分布在材料B中的复合纳米固体材料；如果室温时材料B为液体，则在材料A固化后停止超声波震荡，这样就得到材料A为纳米固体颗粒分散在液体材料B中；

b、制备材料A的反应生成物纳米材料，则是将材料A粉碎为纳米液滴后，通入气体或液体，所通气体或液体能与材料A反应而不与材料B反应，将材料A反应成反应生成物，然后按a的步骤进行，即可制得材料A的反应生成物的纳米颗粒均匀分布在材料B中的复合纳米固体材料或纳米固体颗粒材料。

2、如权利要求1所述的方法制备纳米材料，其特征在于，所述材料A和材料B是两种熔点不同的材料，室温下，材料A为固体，材料B为固体或液体；材料A不溶或微溶于材料B，且要求材料A的熔点高于材料B，材料B的沸点必须高于材料A的熔点；材料A的凝固点高于材料B。

3、如权利要求1所述的方法制备纳米材料，其特征在于，所述材料A在粒径为所需纳米尺寸后，一定要凝结成固体纳米颗粒；材料A的分子链长小于所需颗粒的纳米尺度。

4、如权利要求1所述的方法制备纳米材料，其特征在于，先将无水乙醇50cc，金属镓1克一起放入玻璃瓶中，在CSF-1A型超声波清洗器的清洗槽中加入30℃以上的水，将玻璃瓶放入清洗槽中，待金属镓和无水乙醇升温至金属镓熔融后，启动超声波发生器，调节频率和功率至电流指针约400mA，超声震荡20分钟后，降低清洗槽中水温接近10℃，使金属镓颗粒凝固，停止超声震荡，得到直径约50nm的分散在无水乙醇中的纳米镓。

说 明 书

超声波震荡法制备纳米材料

本发明涉及纳米材料的制备方法。

到目前为止，制备纳米材料的方法已有很多种，对纳米粉体、分散在液体中的纳米固体颗粒体的制备，有气体冷凝法，活性氢——熔融金属反应法，溅射法，流动液面上真空蒸镀法，通电加热蒸发法，混合等离子法，激光诱导化学气相沉积法、沉淀法、喷雾法、水热法、溶剂挥发分解法、溶胶——凝胶法等。对纳米固体(块体)的制备有：惰性气体蒸发原位加压法；高能球磨法；非晶晶化法；无压力烧结法；压力有助烧结法等。

一般来说，使用物理方法容易获得高纯材料，但成本高，不易实现工业生产和应用；而使用化学方法的优缺点正好与使用物理方法相反，也就是说各种方法都有优、缺点，且对原材料都有一定的要求。

本发明目的是提供一种成本低，制备方法简单，可以获得分散在液体中的纳米固体颗粒材料，纳米复合材料，反应生成物纳米材料的超声波震荡法。

下面详述本发明方法：

将材料A和材料B放在一起加热至材料A的熔点以上材料B的沸点以下，使A、B材料全部熔化，保持熔融状态，同时用超声波震荡粉碎到材料A为所需粒径的纳米液滴分散在材料B中：

1. 制备材料A的纳米材料时，则需降低温度至室温(材料A、B为固体时，温度为B的凝固点以下；A为固体，B为液体时，温度为A的凝固点以下)，如果此时材料B为固体，则至材料B固化后停止超声震荡(A在B前固化)，得到材料A为纳米固体颗粒均匀分布在材料B中的复合纳米固体

材料；如果室温时材料B为液体，则在材料A固化后停止超声波震荡，这样就得到材料A为纳米固体颗粒分散在液体材料B中；

2. 制备材料A的反应生成物纳米材料，则是将材料A粉碎为纳米液滴后，通入气体或液体（所通气体或液体要能与材料A反应而不与材料B反应），将材料A反应成反应生成物，然后按1的步骤进行，即可制得材料A的反应生成物的纳米颗粒均匀分布在材料B中的复合纳米固体材料或纳米固体颗粒材料。

本发明方法中的材料A和材料B是两种熔点不同的材料，室温下，材料A为固体，材料B为固体或液体；材料A与材料B在室温至全部熔化温度范围内相互不反应；材料A不溶或微溶于材料B，且要求材料A的熔点高于材料B，材料B的沸点必须高于材料A的熔点，材料A的凝固点高于材料B；材料A的分子链长小于所需颗粒的纳米尺度。

材料A在粒径为所需纳米尺寸后，一定要凝结成固体纳米颗粒。

本发明的优点是，材料成本低，制备方法简单，易于生产，对原材料的选择性较小，易于人为控制制备出各种反应生成物纳米材料。当材料B在室温范围为液相时，制备出的纳米材料易于进行不同粒径的纳米粒子分离，纳米粒子可被控制不与空气接触而发生氧化等反应，纳米材料易于储存，运输和后加工使用；当材料B在室温范围内为固体时，可以一步制备出纳米复合材料，若在模具中直接制备，可以一次成型成所需形状的纳米复合材料，也就是说可以达到材料制备和加工一步完成。

实施例：

1. 将无水乙醇50cc，金属镓1克一起放入玻璃瓶；在CSF-1A型超声波清洗器清洗槽中加入30℃以上的水，将玻璃瓶放入清洗槽中，待金属镓和无水乙醇升温至金属镓熔融后，启动超声波发生器，调节频率和功率至电流指示为的400mA，超声震荡20分钟后，降低清洗槽中水温接近10℃的室温（金属镓的熔点为29℃，但使镓纳米颗粒在无水乙醇中固化，需11℃以下），使金属镓颗粒凝固，停止超声震荡，即可得直径约50nm的分散在无水乙醇中的纳米固体颗粒镓。