



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117777765 A

(43) 申请公布日 2024. 03. 29

(21) 申请号 202311572991.6

C09K 5/14 (2006.01)

(22) 申请日 2023.11.23

C09K 5/16 (2006.01)

(71) 申请人 绍兴喜美新材料科技有限公司

C09K 3/00 (2006.01)

地址 312030 浙江省绍兴市柯桥区华舍街
道中国轻纺城跨境电商产业园8幢403
室

H05K 9/00 (2006.01)

(72) 发明人 缪国华 江芳 李雨涛 杨雷
沈一峰

(74) 专利代理机构 绍兴市寅越专利代理事务所
(普通合伙) 33285

专利代理师 易士贵

(51) Int. Cl.

C09C 1/40 (2006.01)

C09C 3/06 (2006.01)

C09C 3/04 (2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种自发热纳米锗电气石复合粉的制备方法

(57) 摘要

本发明属于材料与化工领域,具体涉及一种自发热纳米锗电气石复合粉的制备方法,先将纳米锗粉和电气石粉末物理复配,得到复配混合物,然后利用光热转换材料对复配混合物进行功能化改性,得到具有高光热转换、远红外发射功能的自发热功能性纳米锗电气石复合粉。本发明在不改变纳米锗粉和电气石粉末特性的情况下,利用氢键-粒子插层作用将光热转换材料负载在纳米锗电气石复合粉表面,使得功能化的纳米锗电气石复合粉具备光热转换性能。

1. 一种自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,其特征在于:先将纳米锆粉和电气石粉末物理复配,得到复配混合物,然后利用光热转换材料对复配混合物进行功能化改性,得到具有高光热转换、远红外发射功能的自发热功能性纳米锆电气石复合粉。

2. 根据权利要求1所述的自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,其特征在于:所述纳米锆电气石复合粉中的电气石含量为1-40wt%。

3. 根据权利要求1所述的自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,其特征在于:所述纳米锆电气石复合粉中的光热转换材料含量为1-20wt%。

4. 根据权利要求1所述的自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,其特征在于:所述自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法为:首先将纳米锆粉和电气石粉末在球磨仪和高速搅拌机进行辅助混合,制备出初级纳米锆电气石复合粉,然后将其分散在乙醇溶剂中,并加入光热转换材料搅拌,利用氢键作用以及插层功能成功将光热转换材料负载在纳米锆电气石复合粉表面。

5. 根据权利要求4所述的自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,其特征在于:所述光热转换材料采用碳化钛粉末或石墨烯粉末。

6. 根据权利要求5所述的自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,其特征在于:所述自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,包括如下步骤:

步骤1,将1-10g电气石粉末与1-10g纳米锆粉放置在球磨仪中球磨,得到混合粉末,然后将所述混合粉末放入高速搅拌机中搅拌1-5h,使其充分混合,得到初级纳米锆电气石复合粉;

步骤2,将上述的初级纳米锆电气石复合粉1-10g分散在10-100mL的乙醇溶液中搅拌,超声得到初级纳米锆电气石复合粉分散液;

步骤3,将1-20wt%当量的碳化钛粉末加入至初级纳米锆电气石复合粉分散液中,并滴加浓度为10-50mg/mL的硝酸银溶液,得到混合分散液;

步骤4,将混合分散液加入至高速搅拌机中搅拌1-5h,取出后进行超声处理,得到功能化纳米锆电气石复合粉分散溶液,然后将上述的功能化纳米锆电气石复合粉分散溶液冷冻干燥后,得到功能化的纳米锆电气石复合粉。

一种自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于材料与化工领域,具体涉及一种自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法。

背景技术

[0002] 自发热是运用外界材料散发的电场或磁场,与人体磁场形成共振共鸣。通过人体自身能量可连续释放热能,负离子,远红外而产生由人体内部从内而外的深度热效应。自发热技术的成功应用,在医学保健、生物理疗等相关领域具有广泛前景。

[0003] 碳化钛、石墨烯材料具有高效的光热转换能力,在近年来被科学界广泛关注,但目前为止,碳化钛、石墨烯等材料的光热转换能力还停留在海水、污水的清洗工作。

[0004] 电气石具有压电性、热释电性、导电性、远红外辐射和释放负离子性等独特性能,通过物理或化学方法与其他材料复合,制得多种功能材料,被应用于环保、电子、医药、化工、轻工、建材等领域,但是其在自发热材料中的报道较为匮乏。

发明内容

[0005] 针对现有技术中的问题,本发明提供一种自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,在不改变纳米锆粉和电气石粉末特性的情况下,利用氢键-粒子插层作用将光热转换材料负载在纳米锆电气石复合粉表面,使得功能化的纳米锆电气石复合粉具备光热转换性能。

[0006] 为实现以上技术目的,本发明的技术方案是:

[0007] 一种自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,先将纳米锆粉和电气石粉末物理复配,得到复配混合物,然后利用光热转换材料对复配混合物进行功能化改性,得到具有高光热转换、远红外发射功能的自发热功能性纳米锆电气石复合粉。

[0008] 所述纳米锆电气石复合粉中的电气石含量为1-40wt%。

[0009] 所述纳米锆电气石复合粉中的光热转换材料含量为1-20wt%。

[0010] 所述自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法为:首先将纳米锆粉和电气石粉末在球磨仪和高速搅拌机进行辅助混合,制备出初级纳米锆电气石复合粉,然后将其分散在乙醇溶剂中,并加入光热转换材料搅拌,利用氢键作用以及插层功能成功将光热转换材料负载在纳米锆电气石复合粉表面。

[0011] 所述光热转换材料采用碳化钛粉末或石墨烯粉末。

[0012] 进一步的,所述自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,包括如下步骤:

[0013] 步骤1,将1-10g电气石粉末与1-10g纳米锆粉放置在球磨仪中球磨,得到混合粉末,然后将所述混合粉末放入高速搅拌机中搅拌1-5h,使其充分混合,得到初级纳米锆电气石复合粉;

[0014] 步骤2,将上述的初级纳米锆电气石复合粉1-10g分散在10-100mL的乙醇溶液中搅拌,超声得到初级纳米锆电气石复合粉分散液;

[0015] 步骤3,将1-20wt%当量的碳化钛粉末加入至初级纳米锆电气石复合粉分散液中,并滴加浓度为10-50mg/mL的硝酸银溶液,得到混合分散液;

[0016] 步骤4,将混合分散液加入至高速搅拌机中搅拌1-5h,取出后进行超声处理,得到功能化纳米锆电气石复合粉分散溶液,然后将上述的功能化纳米锆电气石复合粉分散溶液冷冻干燥后,得到功能化的纳米锆电气石复合粉。

[0017] 从以上描述可以看出,本发明具备以下优点:

[0018] 1.本发明在不改变纳米锆粉和电气石粉末特性的情况下,利用氢键-粒子插层作用将光热转换材料负载在纳米锆电气石复合粉表面,使得功能化的纳米锆电气石复合粉具备光热转换性能。

[0019] 2.本发明采用碳化钛负载在初级纳米锆电气石复合粉表面,为纳米锆电气石复合粉表面提供更多的活性官能团,对高分子材料更具亲和力,有助于提高其与高分子材料的结合。

[0020] 3.本发明利用功能化修饰材料碳化钛自带的高热传导效果和电磁屏蔽特性,能够有效的将光热转换产生的热量向内传递,与纳米锆电气石复合粉形成协同作用。

[0021] 4.本发明具有较好的可变性与包容性,能够广泛应用于大多数常规织物。

具体实施方式

[0022] 结合实施例详细说明本发明,但不对本发明的权利要求做任何限定。

[0023] 对比例1

[0024] 一种纳米锆电气石复合粉末的制备方法,利用行星球磨仪将纳米锆粉和电气石粉末充分混合,其具体步骤包括:

[0025] 步骤1,将2g纳米锆粉和2g电气石粉末混合均匀,将混合粉末放入行星球磨机中进行球磨,利用无水乙醇作为球磨介质,混合物与球磨介质的重量比为1.5:1,球磨速度为600r/min,时间为3h,得到初级纳米锆电气石复合粉;

[0026] 步骤2,将2g初级纳米锆电气石复合粉分散在20mL的乙醇溶液中,搅拌,超声处理30min,得到初级纳米锆电气石复合粉分散液;

[0027] 步骤3,将上述的初级纳米锆电气石复合粉分散液放入高速搅拌机中搅拌1h,取出后进行超声处理20min,得到纳米锆电气石复合粉末分散溶液,然后将上述纳米锆电气石复合粉末分散溶液冷冻干燥,得到纳米锆电气石复合粉末。

[0028] 对本实施例制备的纳米锆电气石复合粉末进行测试,在与天然棉织物接枝测试中发现,纳米锆电气石复合粉末在棉织物表面的负载量仅具有10%以上的增长,同时对纳米锆电气石复合粉末的棉织物在特定条件下(25℃、无风、空气湿度60%)对志愿者手心进行红外温度检测,与原布样进行对比,发现接枝了纳米锆/电气石复合粉的棉织物具有较高的温度表现。

[0029] 对比例2

[0030] 一种银处理的纳米锆电气石复合粉末的制备方法,将纳米锆粉和电气石粉末混合后加入乙醇溶剂中,并与少量硝酸银充分混合,其具体步骤包括:

[0031] 步骤1,将2g纳米锆粉和2g电气石粉末混合均匀,将混合粉末放入行星球磨机中进行球磨,利用无水乙醇作为球磨介质,混合物与球磨介质的重量比为1.5:1,球磨速度为

600r/min,时间为3h,得到初级纳米锆电气石复合粉;

[0032] 步骤2,将2g初级纳米锆电气石复合粉分散在20mL的乙醇溶液中,搅拌,超声处理30min,得到初级纳米锆电气石复合粉分散液;

[0033] 步骤3,在初级纳米锆电气石复合粉分散液中滴加5mL浓度为10mg/mL的硝酸银溶液,得到混合液;

[0034] 步骤4,将上述的混合液放入高速搅拌机中搅拌1h,取出后进行超声处理20min,得到纳米锆电气石复合粉末分散溶液,然后将上述纳米锆电气石复合粉末分散溶液冷冻干燥,得到银处理的纳米锆电气石复合粉末。

[0035] 对本实施例制备的银处理的纳米锆电气石复合粉末进行测试,在与天然棉织物接枝测试中发现,银处理纳米锆电气石复合粉末在棉织物表面的负载量仅具有10%以上的增长,同时对纳米锆电气石复合粉末的棉织物在特定条件下(25℃、无风、空气湿度60%)对志愿者手心进行红外温度检测,与实施例1的负载棉织物进行对比,发现接枝了银处理的纳米锆电气石复合粉末的棉织物具有较高的温度表现。

[0036] 实施例1

[0037] 一种自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,将纳米锆粉和电气石粉末混合后加入乙醇溶剂中,并加入碳化钛粉末搅拌,利用氢键作用以及插层功能成功将碳化钛材料负载在纳米锆电气石复合粉表面,其具体步骤包括:

[0038] 步骤1,将2g纳米锆粉和2g电气石粉末混合均匀,将混合粉末放入行星磨机中进行球磨,利用无水乙醇作为球磨介质,混合物与球磨介质的重量比为1.5:1,球磨速度为600r/min,时间为3h,得到初级纳米锆电气石复合粉;

[0039] 步骤2,将2g初级纳米锆电气石复合粉分散在20mL的乙醇溶液中,搅拌,超声处理30min,得到初级纳米锆电气石复合粉分散液;

[0040] 步骤3,在初级纳米锆电气石复合粉分散液中加入6wt%当量的碳化钛粉末,并滴入5mL浓度为10mg/mL的硝酸银溶液,得到混合分散液;

[0041] 步骤4,将上述的混合分散液放入高速搅拌机中搅拌1h,取出后进行超声处理20min,得到功能化纳米锆电气石复合粉末分散溶液,然后将上述纳米锆电气石复合粉末分散溶液冷冻干燥,得到功能化纳米锆电气石复合粉。

[0042] 对本实施例制备的功能化纳米锆电气石复合粉进行测试,在与天然棉织物接枝测试中发现,功能化纳米锆电气石复合粉在棉织物表面的负载量具有30%以上的增长。同时对本实施例的负载棉织物、实施例1的负载棉织物进行光热转换性能进行测试,发现在 $1.10\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{nm})$ 光源条件下5h,功能化纳米锆电气石复合粉负载的棉织物表面温度同比升高约2℃。在特定条件下(25℃、无风、空气湿度60%)对志愿者手心进行红外温度检测,与实施例1的棉织物和实施例2的棉织物进行对比,发现接枝了功能化纳米锆电气石复合粉末的棉织物具有更高的温度表现。

[0043] 实施例2

[0044] 一种自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,将纳米锆粉和电气石粉末混合后加入乙醇溶剂中,并加入石墨烯粉末搅拌,利用氢键作用以及插层功能成功将碳化钛材料负载在纳米锆电气石复合粉表面,其具体步骤包括:

[0045] 步骤1,将2g纳米锆粉和2g电气石粉末混合均匀,将混合粉末放入行星磨机中进

行球磨,利用无水乙醇作为球磨介质,混合物与球磨介质的重量比为1.5:1,球磨速度为600r/min,时间为3h,得到初级纳米锆电气石复合粉;

[0046] 步骤2,将2g初级纳米锆电气石复合粉分散在20mL的乙醇溶液中,搅拌,超声处理30min,得到初级纳米锆电气石复合粉分散液;

[0047] 步骤3,在初级纳米锆电气石复合粉分散液中加入6wt%当量的石墨烯浆料,并滴入5mL浓度为10mg/mL的硝酸银溶液,得到混合分散液;

[0048] 步骤4,将上述的混合分散液放入高速搅拌机中搅拌1h,取出后进行超声处理20min,得到功能化纳米锆电气石复合粉末分散溶液,然后将上述纳米锆电气石复合粉末分散溶液冷冻干燥,得到功能化纳米锆电气石复合粉。

[0049] 对本实施例制备的功能化纳米锆电气石复合粉进行测试,在与天然棉织物接枝测试中发现,功能化纳米锆电气石复合粉在棉织物表面的负载量具有26%以上的增长。同时对本实施例的负载棉织物和实施例1的负载棉织物进行光热转换性能进行测试,发现在 $1.10\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{nm})$ 光源条件下5h,功能化纳米锆电气石复合粉负载的棉织物表面温度同比升高约 1.6°C 。在特定条件下(25°C 、无风、空气湿度60%)对志愿者手心进行红外温度检测,与实施例1的棉织物进行对比,发现接枝了功能化纳米锆电气石复合粉末的棉织物具有更高的温度表现。

[0050] 实施例3

[0051] 一种自发热纳米锆电气石复合粉的制备方法,将纳米锆粉和电气石粉末混合后加入乙醇溶剂中,并加入石墨烯粉末搅拌,利用氢键作用以及插层功能成功将碳化钛材料负载在纳米锆电气石复合粉表面,其具体步骤包括:

[0052] 步骤1,将2g纳米锆粉和2g电气石粉末混合均匀,将混合粉末放入行星球磨机中进行球磨,利用无水乙醇作为球磨介质,混合物与球磨介质的重量比为1.5:1,球磨速度为600r/min,时间为3h,得到初级纳米锆电气石复合粉;

[0053] 步骤2,将2g初级纳米锆电气石复合粉分散在20mL的乙醇溶液中,搅拌,超声处理30min,得到初级纳米锆电气石复合粉分散液;

[0054] 步骤3,在初级纳米锆电气石复合粉分散液中加入10wt%当量的碳化钛粉末,并滴入10mL浓度为10mg/mL的硝酸银溶液,得到混合分散液;

[0055] 步骤4,将上述的混合分散液放入高速搅拌机中搅拌1h,取出后进行超声处理20min,得到功能化纳米锆电气石复合粉末分散溶液,然后将上述纳米锆电气石复合粉末分散溶液冷冻干燥,得到功能化纳米锆电气石复合粉。

[0056] 对本实施例制备的功能化纳米锆电气石复合粉进行测试,在与天然棉织物接枝测试中发现,功能化纳米锆电气石复合粉在棉织物表面的负载量具有35%以上的增长。同时对本实施例的负载棉织物和实施例1的负载棉织物进行光热转换性能进行测试,发现在 $1.10\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{nm})$ 光源条件下5h,功能化纳米锆电气石复合粉负载的棉织物表面温度同比升高约 13°C 。在特定条件下(25°C 、无风、空气湿度60%)对志愿者手心进行红外温度检测,与实施例1的棉织物进行对比,发现接枝了本实施例功能化纳米锆电气石复合粉末的棉织物具有更高的温度表现。

[0057] 综上所述,本发明具有以下优点:

[0058] 1. 本发明在不改变纳米锆粉和电气石粉末特性的情况下,利用氢键-粒子插层作

用将光热转换材料负载在纳米锗电气石复合粉表面,使得功能化的纳米锗电气石复合粉具备光热转换性能。

[0059] 2.本发明采用碳化钛负载在初级纳米锗电气石复合粉表面,为纳米锗电气石复合粉表面提供更多的活性官能团,对高分子材料更具亲和力,有助于提高其与高分子材料的结合。

[0060] 3.本发明利用功能化修饰材料碳化钛自带的高热传导效果和电磁屏蔽特性,能够有效的将光热转换产生的热量向内传递,与纳米锗电气石复合粉形成协同作用。

[0061] 4.本发明具有较好的可变性与包容性,能够广泛应用于大多数常规织物。

[0062] 可以理解的是,以上关于本发明的具体描述,仅用于说明本发明而并非受限于本发明实施例所描述的技术方案。本领域的普通技术人员应当理解,仍然可以对本发明进行修改或等同替换,以达到相同的技术效果;只要满足使用需要,都在本发明的保护范围之内。