共沸蒸馏法制备表面化学改性氢氧化镁纳米颗粒

李宾杰[a,b]*　徐翔民[b]　张予东[b]　丁　涛[b]
（河南大学[a]医学院；[b]河南省高校阻燃材料工程技术研究中心　开封 475004）

摘　要　首次将表面改性剂如硬脂酸、硬脂酸锌或稀土偶联剂加入到传统的共沸蒸馏体系中，使$Mg(OH)_2$纳米颗粒的表面改性和干燥过程同时完成。通过 XRD、TEM、FT-IR、TG 和 CAM（接触角测试）等技术手段对样品的结构、形貌和性质进行了表征。结果表明，表面改性剂不但能够和$Mg(OH)_2$纳米颗粒的表面的OH^-离子发生化学反应形成表面修饰层，减少硬团聚现象，而且还使纳米颗粒表面由亲水性变为疏水性。另外，对共沸蒸馏法制备表面改性纳米颗粒的机理进行了讨论，为纳米颗粒表面改性提供了一种新思路。

关键词　共沸蒸馏，表面改性，氢氧化镁，制备
中图分类号：O614.2　　文献标识码：A　　文章编号：1000-0518(2014)08-0971-06
DOI：10.3724/SP.J.1095.2014.30453

为解决纳米颗粒的团聚问题，常常对纳米颗粒进行表面改性，这一直是纳米材料领域的研究热点[1-3]。液相法制备纳米颗粒，虽然合成工艺较为简单、成本较为低廉[4-5]、工业应用价值高，但纳米颗粒间存在的大量羟基和水分子，往往会引起颗粒团聚长大，形成尺寸较大的硬团聚体[6-7]。为此，在液相反应体系中直接加入表面活性剂、偶联剂和聚合物单体等，在纳米颗粒生成的同时，在其表面生成修饰层，形成的空间位阻，可以增加纳米颗粒的稳定性，也可以改变颗粒的表面性质，如由亲水性改为亲油性[8-10]。另外，通过控制纳米颗粒的干燥手段，减少或杜绝由于毛细管和氢键的桥联作用引起纳米颗粒间硬团聚体的形成。如超临界干燥法[11]、冷冻干燥法[12]和共沸蒸馏干燥法[13]。然而采用超临界干燥法或冷冻干燥法需要高温或高压，条件较为苛刻。而共沸蒸馏法方法简便易行、效果理想。这是由于在共沸蒸馏过程中，氢氧化物沉淀可以和适当量的正丁醇混合形成均匀的悬浊液，加热悬浊液至 93 ℃，在此温度下，水在共沸物的蒸气中的含量达到 44.5%。随着蒸馏的进行，水逐渐被蒸出来，直到正丁醇的沸点 117 ℃。用共沸蒸馏工艺，含水的氧化物可以被有效地脱水，能阻止硬团聚的产生[14]。

氢氧化镁（$Mg(OH)_2$）是一种绿色环保型无机阻燃剂，其使用量近年来呈现逐年上升趋势[15]。由于纳米材料独特的特点，所以纳米 $Mg(OH)_2$颗粒的制备也成为了研究热点。文献报道中有水热法[16]、沉淀法[17]和微波辅助法[18]等方法。关于 $Mg(OH)_2$纳米颗粒的表面改性方法也有原位修饰法[19]、干包覆法[20]以及超声法等[21]。本文首次在共沸蒸馏干燥体系中引入表面改性剂（硬脂酸、硬脂酸锌、稀土偶联剂），在共沸蒸馏干燥 $Mg(OH)_2$纳米颗粒的同时成功实现了表面改性剂在纳米颗粒表面上的修饰，得到了不同表面修饰的 $Mg(OH)_2$纳米颗粒。

1　实验部分

1.1　试剂和仪器

六水合氯化镁（$MgCl_2\cdot 6H_2O$，天津市科密欧科技有限公司）；氨水（$NH_3\cdot H_2O$，开封化肥厂）；正丁醇（C_4H_9OH，天津市科密欧化学试剂开发中心）；硬脂酸（$C_{17}H_{35}COOH$，郑州化学试剂二厂）；硬脂酸锌（$(C_{17}H_{35}COO)_2Zn$，天津市津科精细化工研究所）。以上试剂均为分析纯，未经处理。稀土偶联剂 WOT 商品（广东炜林纳功能材料有限公司）。

用 X′Pert Philips XRD 衍射仪（英国 KRATOS ANALYTICAL 公司，Cu$K\alpha$ 0.15406 nm）、JEM-2010EX/S 型透射电子显微镜（日本 JEOL 公司，工作电压 200 kV）、AVATAR 360 FT-IR system（FI-IR）红

2013-09-06 收稿，2013-12-18 修回，2014-03-03 接受
河南省教育厅重点攻关项目（082102270003），河南省产学研合作项目（高性能阻燃抗静电聚甲醛的研究开发，132107000006）
通讯联系人：李宾杰，副教授；Tel/Fax：0371-28380585；E-mail：lbj821@aliyun.com；研究方向：纳米材料制备和性能

外光谱仪(德国 BTUKER OPTICS 公司)和 EXSTAR 6000 型热分析系统(瑞士 METTLER-TOLEDO INSTRUMENTS CO. 公司)对表面改性$Mg(OH)_2$纳米颗粒的组成、结构、形貌、修饰基团以及热重性能进行分析,用 Dropmaster 300 型液/固界面分析仪(日本 KYOWA INTERFACE SCIENCE CO. 公司)对表面改性 $Mg(OH)_2$纳米颗粒的疏水性能进行表征。

1.2 表面改性 $Mg(OH)_2$纳米晶的合成

首先将 10 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 溶解到 50 mL 水中,在一定的温度时,用蠕动泵以2 mL/min的滴速将 2 mol/L $NH_3 \cdot H_2O$ 慢慢加入到上述溶液中,直至 pH 值到 10 为止,保持快速搅拌。反应结束后,用蒸馏水洗涤除去杂质离子,得到滤饼再用超声分散到预制备的正丁醇溶液中(不同的表面改性剂分别分散到正丁醇中)。然后将均匀的浆状物转移到圆口烧瓶中进行共沸蒸馏。当体系温度升至 93 ℃(水-正丁醇共沸温度)全部的水份和部分的正丁醇蒸馏出来。当温度升至117 ℃(正丁醇的沸点),剩余的正丁醇也逐渐蒸出,最后得到表面修饰的 $Mg(OH)_2$纳米晶。为除去游离的物理吸附的表面改性剂,将制得样品通过索氏抽提器,用无水乙醇抽提 4 h,最后将样品在 90 ℃烘箱中烘干 6 h,得到表面化学改性的 $Mg(OH)_2$纳米颗粒。

2 结果与讨论

2.1 XRD 分析

图 1 中的曲线 *a*、*b*、*c* 和 *d* 分别为制备得到的 $Mg(OH)_2$纳米颗粒($Mg(OH)_2$ nps)、硬脂酸修饰的纳米颗粒($Mg(OH)_2$-St)、硬脂酸锌修饰的纳米颗粒($Mg(OH)_2$-ZnSt)以及稀土偶联剂修饰的纳米颗粒($Mg(OH)_2$-WOT)的 X 射线粉末衍射图。比较 4 条曲线,没有发现明显的区别,这说明 3 种修饰剂和 $Mg(OH)_2$之间的反应仅仅发生在表面上,且只有少量的表面修饰层形成,未对 $Mg(OH)_2$纳米颗粒本体产生影响,3 种表面改性样品基本组成仍是 $Mg(OH)_2$。由 X 射线粉末衍射图谱看出,4 种样品的均是六方晶型 $Mg(OH)_2$,晶格常数与国际标准卡 JCPDS 7-239 相一致。由 XRD 图谱可以看出,样品呈现多重强衍射峰,说明所得样品具有很好的结晶性。依据 011 衍射峰的半峰宽和峰高,由 Scherrer 公式可以计算出 $Mg(OH)_2$ 晶粒的平均尺寸为 15.8 nm,说明得到的晶粒尺度较小。

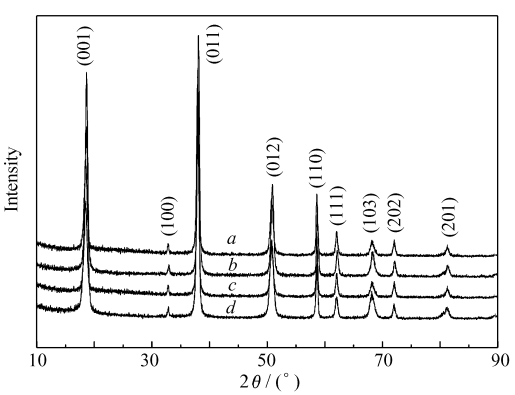


图 1 $Mg(OH)_2$ 纳米颗粒表面改性前后的 XRD 图谱

Fig. 1 XRD patterns of $Mg(OH)_2$ NPs before and after surface modification

a. $Mg(OH)_2$; *b*. $Mg(OH)_2$-St; *c*. $Mg(OH)_2$-ZnSt; *d*. $Mg(OH)_2$-WOT

2.2 TEM 分析

$Mg(OH)_2$、$Mg(OH)_2$-St、$Mg(OH)_2$-ZnSt 和 $Mg(OH)_2$-WOT 在透射电子显微镜下观察的照片分别如图 2*A*、2*B*、2*C* 和 2*D* 所示。从图中可以明显看出,$Mg(OH)_2$纳米颗粒为片状形貌,但大小不均匀。改性剂没有对其形貌产生明显影响。这是由于表面改性的过程是在纳米颗粒形成后在其表面进行,没有对本体晶体结构产生影响。但是改性剂对颗粒的空间位阻作用,却使得颗粒在氯仿中的分散情况有了明显的改善,尤其是 $Mg(OH)_2$-St、$Mg(OH)_2$-ZnSt。而 $Mg(OH)_2$-WOT 较差,但是 $Mg(OH)_2$在氯仿中就根本无法用超声分散开。

2.3 FT-TR 分析

为了研究表面改性 $Mg(OH)_2$纳米颗粒的表面组成和形成机理,对 3 种表面改性的 $Mg(OH)_2$纳米颗粒进行了红外光谱的分析。图 3 中的曲线 *a* ~ *d* 分别为 $Mg(OH)_2$纳米颗粒、$Mg(OH)_2$-St、$Mg(OH)_2$-ZnSt、$Mg(OH)_2$-WOT 的红外吸收曲线。在所有曲线中的 3698 cm^{-1}位置的强吸收峰是 $Mg(OH)_2$晶体结构中 O—H 的特征吸收峰[22]。在曲线 *b*、*c* 和 *d* 上的均有 2850 和 2920 cm^{-1}的吸收峰,而在曲线 *a* 上没有出现,这是 C—H 的伸缩振动所引起的,说明脂肪碳链连到了 $Mg(OH)_2$上面[23]。曲线 *b* 和 *c* 上 1570

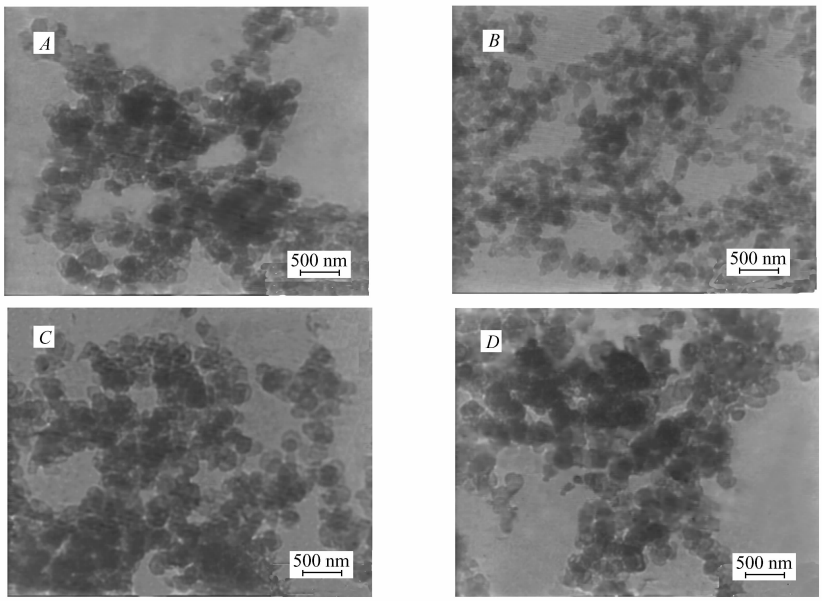


图 2　$Mg(OH)_2$(*A*)、$Mg(OH)_2$-St(*B*)、$Mg(OH)_2$-ZnSt(*C*)和 $Mg(OH)_2$-WOT(*D*)纳米颗粒的 TEM 照片

Fig. 2　TEM images of pure $Mg(OH)_2$(*A*), $Mg(OH)_2$-St(*B*), $Mg(OH)_2$-ZnSt(*C*) and $Mg(OH)_2$-WOT(*D*)

和 1460 cm^{-1}吸收峰是硬脂酸镁双齿对称和非对称伸缩吸收峰,也是硬脂酸镁的特征吸收峰[24]。说明了硬脂酸或硬脂酸锌和 $Mg(OH)_2$颗粒表面的 Mg^{2+}离子发生了化学反应,在其表面生成了少量的硬脂酸镁。稀土偶联剂可能在 $Mg(OH)_2$表面上形成较牢固的 Re—O 键,包覆在其表面,经无水乙醇抽提后,脂肪碳链仍然在颗粒表面上。

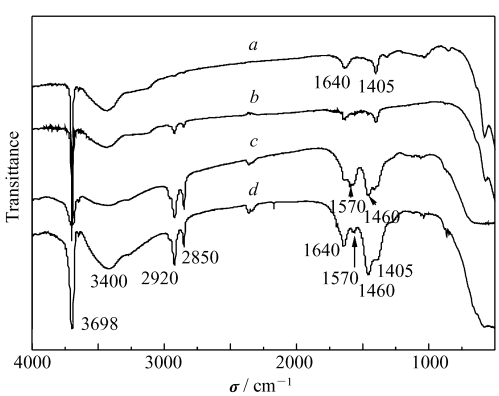


图 3　$Mg(OH)_2$ 纳米颗粒表面改性前后的 FT-IR 图谱

Fig. 3　FT-IR spectra of $Mg(OH)_2$ NPs before and after surface modification

a. $Mg(OH)_2$; *b*. $Mg(OH)_2$-St; *c*. $Mg(OH)_2$-ZnSt; *d*. $Mg(OH)_2$-WOT

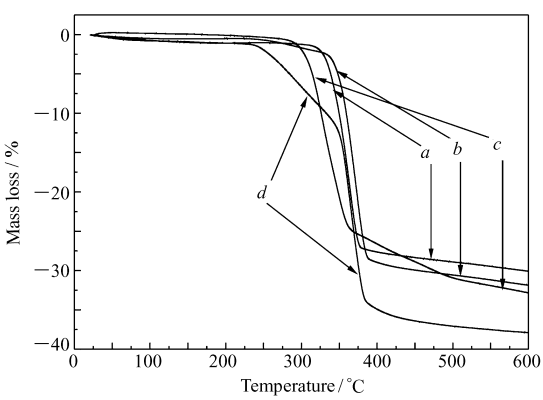


图 4　$Mg(OH)_2$ 纳米颗粒表面改性前后的 TG 曲线

Fig. 4　TG curves of $Mg(OH)_2$ NPs before and after surface modification

a. $Mg(OH)_2$; *b*. $Mg(OH)_2$-St; *c*. $Mg(OH)_2$-ZnSt; *d*. $Mg(OH)_2$-WOT

2.4　TG 分析

图 4 为空气气氛中 $Mg(OH)_2$、$Mg(OH)_2$-St、$Mg(OH)_2$-ZnSt、$Mg(OH)_2$-WOT 粉末样品的热重曲线。$Mg(OH)_2$的 TG 曲线(如曲线 *a*)上发生失重的温度范围在 315 ~ 380 ℃,原因是 $Mg(OH)_2$受热分解生成 MgO 和 H_2O,水份挥发失去所致,这也就是 $Mg(OH)_2$是一种优良阻燃剂的原因。在曲线 *b* 中,样品开始慢慢发生失重的温度提前到 250 ℃,可能是因为其表面修饰的硬脂酸开始发生热氧化分解所致,在 340 ~ 390 ℃温度之间的明显失重,是本体的 $Mg(OH)_2$发生了热分解。在曲线 *c* 中,$Mg(OH)_2$发生明显分解失重的温度在 285 ~ 365 ℃之间,分解温度向低温迁移;与之类似,在曲线 d 中,经稀土偶联剂修饰

后，$Mg(OH)_2$热分解的温度向低温发生了明显的迁移，在230 ℃就开始发生了失重。这些均是由于$Mg(OH)_2$纳米颗粒表面覆盖上了有机修饰剂所致。从各个曲线的对比来看，由于表面改性剂对$Mg(OH)_2$进行了表面包覆，导致它们的失重量均比本体$Mg(OH)_2$纳米颗粒有不同程度地增大。

2.5 疏水性能分析

通常，人们用测量接触角的办法来定量评价表面改性粉体的疏水性能[25]，效果直观。将洗净干燥好的载玻片垂直浸入到均匀分散有纳米粉体的介质中，停留5 s后，慢慢拉出，待液体基本干燥后，再重复进行两次，最后将于室温干燥好的载玻片在100 ℃干燥2 h后取出放到干燥器中冷却至室温开始进行测试。图5*A*为未经表面改性的$Mg(OH)_2$粉体的接触角照片，当水滴滴到上面时，很快出现了浸润现象，接触角仅约有30°。与之相比，经过表面改性后的$Mg(OH)_2$纳米粉体接触角则大为增加，均大于90°，图5*B*为$Mg(OH)_2$-St，图5*C*为$Mg(OH)_2$-ZnSt；图5*D*为$Mg(OH)_2$-WOT的接触角照片，其中$Mg(OH)_2$-St的接触角最大，可达135°左右，$Mg(OH)_2$-ZnSt接触角最小也有100°左右，$Mg(OH)_2$-WOT接触角约有120°。由接触角的大小可明显看出，由共沸干燥表面改性法处理后，$Mg(OH)_2$纳米颗粒表面性质由亲水性变为了疏水性，这样在聚合物等非极性和极性小的分散介质中能实现较好地分散，减少由于纳米材料的团聚对材料性能的影响。

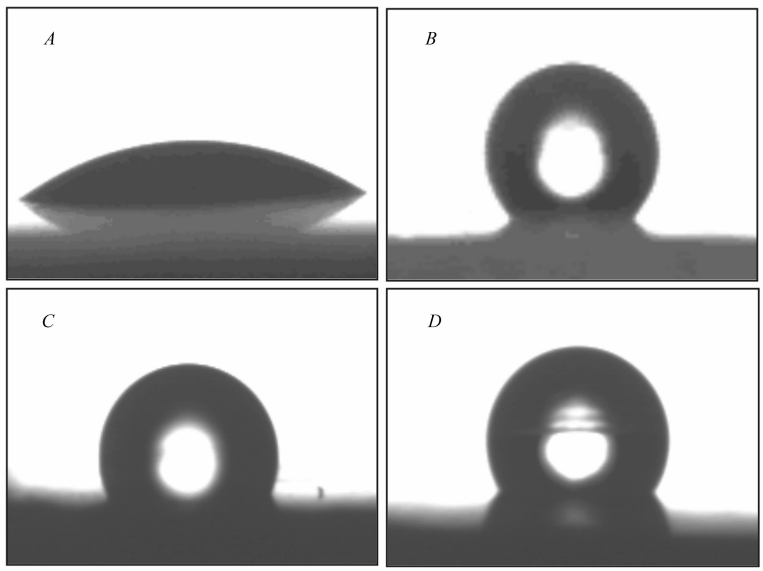


图5 $Mg(OH)_2$纳米颗粒改性前后的接触角照片

Fig. 5 CA images of $Mg(OH)_2$ NPs before and after surface modification

A. $Mg(OH)_2$; *B*. $Mg(OH)_2$-St; *C*. $Mg(OH)_2$-ZnSt; *D*. $Mg(OH)_2$-WOT

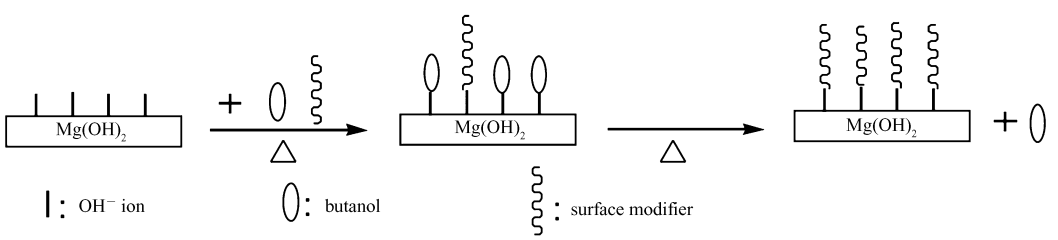


图6 表面改性$Mg(OH)_2$纳米颗粒形成示意图

Fig. 6 The schematic illustration of the formation mechanism of surface modified $Mg(OH)_2$ NPs

2.6 共沸蒸馏表面改性机理分析

图6为正丁醇共沸干燥表面改性形成机理的示意图。在水中制备好并经抽滤后的$Mg(OH)_2$胶体颗粒表面上有许多OH^-根离子，它们之间或它们与体系中残留的水分子之间可以形成氢键，如果直接将其烘干，颗粒间会生成化学键形成硬团聚体。如果将$Mg(OH)_2$胶体与正丁醇和表面改性剂混合，随着温度的不断升高，正丁醇和表面改性剂则替代水分子通过氢键与胶体颗粒表面的OH^-根离子结合。当体系达到共沸温度(93 ℃)时，体系中部分的水和正丁醇以共沸物形式被蒸馏出去。由于液相体系中滤饼含水量很少，而正丁醇却是大量的，所以在共沸蒸馏过程中，体系中的水会逐渐被蒸馏殆尽，这样，正丁醇和硬脂酸会完全替代胶体颗粒表面的水分子与OH^-根离子结合。随后正丁醇温度体会继续升高，

当体系温度上升到正丁醇的沸点(117 ℃)时,随着剩余正丁醇的完全蒸馏,$Mg(OH)_2$胶体颗粒表面以氢键结合的正丁醇也逐渐被表面改性剂所代替,继续在其表面上生成化学键,结果在干燥的$Mg(OH)_2$粉体表面上生成了表面修饰层。由前面的红外分析可以看出,对于硬脂酸来说,整个过程中在$Mg(OH)_2$表面上实际发生了化学反应(1):

$$Mg(OH)_2 + 2C_{17}H_{35}COOH \longrightarrow (C_{17}H_{35}COO)_2\,Mg + 2H_2O \quad (1)$$

对硬脂酸锌,在干燥的 $Mg(OH)_2$粉体表面上也生成了一薄层硬脂酸镁化学修饰层,在 $Mg(OH)_2$表面上实际发生了化学反应(2):

$$Mg(OH)_2 + (C_{17}H_{35}COO)_2Zn \longrightarrow (C_{17}H_{35}COO)_2\,Mg + ZnO + H_2O \quad (2)$$

稀土偶联剂是一种配位型稀土有机聚合物,其结构类似于硬脂酸镁,可以通过类似于 Mg—O 键的 Re—O 键键合在 $Mg(OH)_2$纳米颗粒表面上,生成了稀土偶联剂表面改性的 $Mg(OH)_2$纳米颗粒。

3　结　论

首次在正丁醇共沸蒸馏体系中引入表面改性剂硬脂酸、硬脂酸锌以及稀土偶联剂,成功实现了$Mg(OH)_2$纳米颗粒的干燥和表面改性一步完成,使其表面由亲水性变为了疏水性。由表面改性样品的红外、热重分析结果看出,表面改性剂对 $Mg(OH)_2$纳米颗粒的改性是通过形成化学键,并提出了共沸干燥表面改性机理。用水和正丁醇的共沸蒸馏过程对纳米颗粒表面进行改性,方法简单,可操作性强,是一种新颖的纳米颗粒表面改性方法,具有一定的应用推广价值。

参　考　文　献

[1] Queffeélec C, Petit M, Janvier P, *et al*. Surface Modification Using Phosphonic Acids and Esters[J]. *Chem Rev*, 2012, **112**(7): 3777-3807.

[2] Bagwe R P, Hilliard L R, Tan W. Surface Modification of Silica Nanoparticles to Reduce Aggregation and Nonspecific Binding[J]. *Langmuir*, 2006, **22**(9): 4357-4362.

[3] MA Chengyin, WU Yuanxiong, TANG Pingsheng, *et al*. Preparation and Surface Modification of Nano-SnO_2[J]. *Chinese J Appl Chem*, 2009, **26**(2): 198-201(in Chinese).
马承银,吴元雄,唐平生,等. SnO_2纳米粒子的制备与表面改性[J]. 应用化学, 2009, **26**(2): 198-201.

[4] Li B J, Xu X M, Zhao Y B, *et al*. Fabrication of Sb_2O_3 Nanobelt Bundles *via* a Facile Ultrasound-assisted Room Temperature Liquid Phase Chemical Route and Evaluation of Their Optical Properties[J]. *Mater Res Bull*, 2013, **48**(3): 1281-1287.

[5] Kowlgi K N, Koper G J, Picken S J, *et al*. Synthesis of Magnetic Noble Metal (Nano) Particles[J]. *Langmuir*, 2011, **27**(12): 7783-7787.

[6] LI Binjie, ZHOU Jingfang, LI Yadong, *et al*. Preparation and Property of Sb_2O_3 Nanoparticles[J]. *Chinese J Inorg Chem*, 2004, **20**(4): 407-411(in Chinese).
李宾杰,周静芳,李亚东,等. 纳米 Sb_2O_3的制备与性能研究[J]. 无机化学学报, 2004, **20**(4): 407-411.

[7] Tsantilis S, Pratsinis S E. Soft- and Hard-agglomerate Aerosols Made at High Temperatures[J]. *Langmuir*, 2004, **20**(14): 5933-5939.

[8] Xie Y, Xue J, Wang L, *et al*. Surface Modification of Single Track-Etched Nanopores with Surfactant CTAB[J]. *Langmuir*, 2009, **25**(16): 8870-8874.

[9] Fang X Y, Wang T J, Wu H X, *et al*. Surface Chemical Modification of Nanosized Oxide Particles with a Titanate Coupling Reagent in Isopropanol[J]. *Ind Eng Chem Res*, 2008, 47(5): 1513-1517.

[10] Qiang W, Wang Y, He P, *et al*. Synthesis of Asymmetric Inorganic/Polymer Nanocomposite Particles *via* Localized Substrate Surface Modification and Miniemulsion Polymerization[J]. *Langmuir*, 2008, 24(3): 606-608.

[11] Tyagi B, Sidhpuria K, Shaik B, *et al*. Synthesis and Characterization of Nano-Crystalline Mesoporous Zirconia Using Supercritical Drying[J]. *J Nanosci Nanotech*, 2006, **6**: 1-10.

[12] Chen G, Wang W. Role of Freeze Drying in Nanotechnology[J]. *Drying Technol*, 2007, **25**(1): 29-35.

[13] Yang F, Zhang X, Mao X, *et al*. Synthesis and Characterization of Highly Dispersed Antimony-Doped Stannic Hydroxide Nanoparticles: Effects of the Azeotropic Solvents to Remove Water on the Properties and Microstructures of the Nanoparticles[J]. *J Am Ceram Soc*, 2007, **90**(4): 1019-1028.

[14] Zheng G J, Cui X M, Zhang W P, *et al*. Preparation of Nano-sized Al_2O_3-$2SiO_2$ Powder by Sol-gel Plus Azeotropic Distillation Method[J]. *Particuology*, 2012, **10**: 42-45.

[15] Huang N H, Chen Z J, Yi C H, *et al*. Synergistic Flame Retardant Effects Between Sepiolite and Magnesium Hydroxide in

Ethylene-vinyl Acetate(EVA) matrix[J]. *Express Polym Lett*,2010,**4**(4):227-233.
[16] Dhaouadi H,Chaabane H,Touati F. $Mg(OH)_2$ Nanorods Synthesized by a Facile Hydrothermal Method in the Presence of CTAB[J]. *Nano-Micro Lett*,2011,**3**(3):153-159.
[17] Jin D L,Gu X Y,Yu X J,*et al*. Hydrothermal Synthesis and Characterization of Hexagonal $Mg(OH)_2$ Nano-flake as a Flame Retardant[J]. *Mater Chem Phys*,2008,**112**:962-965.
[18] Wu H Q,Shao M W,Gu J S,*et al*. Microwave-assisted Synthesis of Fibre-like $Mg(OH)_2$ Nanoparticles in Aqueous Solution at Room Temperature[J]. *Mater Lett*,2004,**58**(16):2166-2169.
[19] An D M,Wang L L,Zheng Y H,*et al*. *In Situ* Preparation and Surface Modification of Magnesium Hydroxide Nanoparticles [J]. *Colloids Surf A*:*Physicochem Eng Aspects*,2009,**348**:9-13.
[20] Huang H H,Tian M,Yang J,*et al*. Stearic Acid Surface Modifying $Mg(OH)_2$:Mechanism and Its Effect on Properties of Ethylene Vinyl Acetate/$Mg(OH)_2$ Composites[J]. *J Appl Polym Sci*,2008,**107**:3325-3331.
[21] Zhang F Z,Zhang H,Su Z X. Surface Treatment of Mmagnesium Hydroxide to Improve Its Dispersion in Organic Phase by the Ultrasonic Technique[J]. *Appl Sur Sci*,2007,**253**(18):7393-7397.
[22] Qiu L Z,Xie R C,Ding P,*et al*. Preparation and Characterization of $Mg(OH)_2$ Nanoparticles and Flame-retardant Property of Its Nanocomposites with EVA[J]. *Compos Struct*,2003,**62**:391-395.
[23] Traina C A,Schwartz J. Surface Modification of Y_2O_3 Nanoparticles[J]. *Langmuir*,2007,**23**(18):9158-9161.
[24] Egerton T A,Everall N J,Tooley I R. Characterization of TiO_2 Nanoparticles Surface Modified with Aluminum Stearate[J]. *Langmuir*,2005,**21**(7):3172-3178.
[25] SHI Yanlong,FENG Xiaojuan,YANG Wu,*et al*. Superhydrophobicity of ZnO Microrod Films Induced by Surface Silane Modification[J]. *Chinese J Appl Chem*,2011,**28**(4):402-407(in Chinese).
石彦龙,冯晓娟,杨武,等. 硅烷表面修饰引发的ZnO微米棒膜的超疏水性[J]. 应用化学,2011,**28**(4):402-407.

Preparation of Surface Chemical Modified Magnesium Hydroxide Nanoparticles *via* Azeotropic Distillation Method

LI Binjie[a,b*], XU Xiangmin[b], ZHANG Yudong[b], DING Tao[b]
([a]*Medical College*;[b]*Engineering Technology Research Center of Flame Retardant Materials*,*University of Henan*,*Kaifeng* 475004,*China*)

Abstract In conventional azeotropic distillation process, surface modifiers such as stearic acid(St), zinc stearate(ZnSt) and rare earth coupling agent(WOT) were firstly introduced to realize simultaneous drying and surface modification of $Mg(OH)_2$ nanoparticles(NPs). The structure, morphologies and properties of surface-modified $Mg(OH)_2$ NPs were characterized by XRD, TEM, FT-IR, TG, CAM(contact angle measurement). The results indicate that surface modifiers not only react with the exterior hydroxyls of $Mg(OH)_2$ NPs to form surface modified layer *via* chemical bond to weaken the possibility of hard agglomeration, but also change the surface character of $Mg(OH)_2$ NPs from hydrophilicity to hydrophobicity. In addition, the surface modification mechanism in azeotropic distillation was also discussed. This study provides a novel surface modified route for other nanoparticles.

Keywords azeotropic distillation,surface modified,magnesium hydroxide,preparation

Reveived 2013-09-06; Revised 2013-12-18; Accepted 2014-03-03
Supported by Foundation of Henan Educational Committee(No. 08210227000), Production-Study-Research Cooperative Project of He′nan Scientific Committee(High Performance of a Flame Retardant Antistatic Polyoxymethylene, No. 132107000006)
Corresponding author:LI Binjie, associate professor; Tel/Fax:0371-28380585; E-mail:lbj821@aliyun.com; Research interests:preparation and properties of nanomaterials