

# 正交设计优化制备高分散性纳米银粉研究

Optimization for Synthesis of High  
Dispersion Nanosized Silver  
Powder by Orthogonal Design

张小敏<sup>1</sup>, 张振忠<sup>1,2</sup>, 赵芳霞<sup>1</sup>, 丘 泰<sup>1</sup>

(1 南京工业大学 材料科学与工程学院, 南京 210009;

2 桂林矿产地质研究院 国家特种矿物材料工程技术研究中心, 广西 桂林 541004)

ZHANG Xiao-min<sup>1</sup>, ZHANG Zhen-zhong<sup>1,2</sup>, ZHAO Fang-xia<sup>1</sup>, QIU Tai<sup>1</sup>

(1 College of Material Science and Engineering, Nanjing University of  
Technology, Nanjing 210009, China; 2 National Special Mineral  
Materials Engineering Research Center, Guilin Research Institute  
of Geology for Mineral Resources, Guilin 541004, Guangxi, China)

**摘要:** 以  $\text{AgNO}_3$  为银源, 水合肼 ( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) 为还原剂, 化学还原制备了高分散性纳米银粉。通过 TEM, XRF 和 XRD 分别对其形貌、组成和结构进行了表征。在单因素实验确定了溶液 pH 值、分散剂种类的基础上, 结合正交实验考察了  $\text{AgNO}_3$  浓度、分散剂用量及反应温度对纳米银粉的分散性的影响。研究表明, 制备纳米银粉的优化条件: 溶液 pH 值为 8,  $\text{AgNO}_3$  浓度为  $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , 水合肼浓度为  $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , 聚乙烯吡咯烷酮 (PVP) 为分散剂, PVP/ $\text{AgNO}_3$  (质量比) 为 9 : 100, 反应温度为  $30^\circ\text{C}$ 。

**关键词:** 纳米银粉; 高分散; 制备; 正交设计

**doi:** 10.3969/j.issn.1001-4381.2013.11.007

**中图分类号:** TB383 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2013)11-0038-05

**Abstract:** The Hydrazine hydrate ( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) as the reducing agent,  $\text{AgNO}_3$  as the source of Ag, the silver nanopowders with good dispersity were prepared by liquid phase reduction method. The morphology, composition and structure of the particles were investigated by transmission electron microscopy (TEM), X-ray fluorescence (XRF), and X-Ray diffraction (XRD), respectively. Single factor experiments were taken by studying the pH value and the selection of dispersers. Using the orthogonal design method, the optimal conditions to prepare the silver nanopowders were obtained by studying the effects of following factors, such as the concentration of  $\text{AgNO}_3$ , the doses of disperser and the temperature on the dispersion of the silver powder. The results show that under optimization conditions, the pure silver nanopowders with near-spherical shapes are synthesized using the  $\text{AgNO}_3$  ( $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ),  $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ( $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ), PVP as disperser, PVP/ $\text{AgNO}_3$  mass ratio of 9 : 100, pH=8 at  $30^\circ\text{C}$ .

**Key words:** silver nanopowder; high dispersion; preparation; orthogonal design

银粉在导电银浆料中有广泛的应用, 纳米银粉与普通银粉相比, 具有比表面积大、表面原子数多、表面能高, 且存在大量的表面缺陷和悬键, 具有高度的不饱和性及很高的化学反应活性<sup>[1]</sup>。因此, 纳米银粉在力学、电学、抗菌、磁性、催化等方面具有许多传统材料不具备的奇异特性。随着导电浆料的在电子产品中的广泛应用, 作为导电浆料的导电相, 纳米银粉能降低烧结温度, 因此, 球形纳米银粉的需求与日俱增。

目前制备纳米银粉主要有, 在高分子保护下电解

法<sup>[2]</sup>、喷雾热分解法<sup>[3]</sup>、微波等离子体法<sup>[4]</sup>、直流电弧热等离子法<sup>[5]</sup>、机械化学合成法<sup>[6]</sup>、电子束照射法<sup>[7]</sup>和液相化学还原法<sup>[8,9]</sup>制备银胶。然而, 纳米颗粒之间存在吸附力, 使得制备的纳米金属粉体极易发生团聚<sup>[10]</sup>。由于化学还原法成本低, 易操作, 电子浆料用的银粒子通常通过化学还原制造。球形银粉的分散性和粒径大小直接影响到电极厚膜的致密性和均匀性, 从而影响到其导电性能, 因此获得高分散的球状纳米银粉是提高电池性能的关键因素之一<sup>[11]</sup>。

目前,多数研究<sup>[12,13]</sup>根据单因素实验选择最优条件,这往往没有考察各因素之间的相互影响。本工作提出以 pH-zeta 电位图为指导选择分散剂的种类及合适的 pH 值,这种方法还鲜见报道。化学还原制备的性能对导电浆料的电性能有重大的影响,但多数研究没有从导电填料的角度测试制备的银粉导电性能,本工作将考察制备出纳米银粉的导电性能。

本研究以硝酸银为银源,用水合肼作还原剂,实验中采用单因素结合正交设计优化银粉制备的条件。探讨了不同实验参数对银粉的分散性和粒度的影响,确定了较优的反应工艺条件,成功制备出高分散、近球形纳米银粉,并制备出了导电性能优异的银导体浆料。

## 1 实验

### 1.1 试剂

本实验中所使用的主要试剂(均为分析纯)有:硝酸银,水合肼,聚乙烯吡咯烷酮 K30,聚乙二醇-200、油酸,氨水,硝酸。

### 1.2 实验方法

称取定量的  $\text{AgNO}_3$  用 50mL 去离子水溶解在烧杯中,用浓氨水或浓硝酸调节 pH 值到一定值,配成溶液 A。另称取一定量的水合肼用 50mL 去离子水溶解在烧杯中,配成溶液 B。接着,称取一定量的分散剂用 100mL 去离子水溶解在烧杯中,用浓氨水或浓硝酸调节 pH 值到一定值,配成溶液 C。将 C 溶液放入磁力搅拌器中。将 A,B 溶液倒入滴液漏斗中,以 2 滴/秒的速率逐滴加入到正在磁力搅拌 C 溶液中,用水浴锅保持温度恒定为一值,滴完后继续搅拌 5min,制得银溶胶,取样品用紫外-可见分光光度计测银溶胶的紫外吸收光谱。接着,将实验中制备的银溶胶经过离心分离出银粒子,用去离子水清洗 3 次,酒精清洗 1 次。最后真空干燥,得到纯净的银粉,测其 XRD 及 XRF。

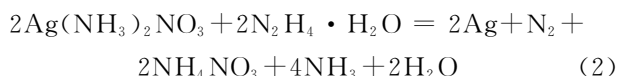
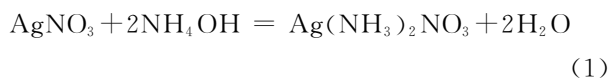
### 1.3 银粉的表征

采用 Tecnai 20 透射电子显微镜测定制备的颗粒的形貌,用 Simple PCI 软件测试其平均粒径;采用 ARL X'TRA 型 X 射线衍射仪对样品进行物相分析;采用 ADVANT'XP 型 X 射线荧光光谱仪对样品进行纯度分析;采用 UV1900 紫外可见光双光束分光光度计对粉体的分散性进行研究。

## 2 结果与讨论

### 2.1 还原反应原理

碱性条件下,硝酸银与氨水先络合生成  $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{NO}_3$ ,接着水合肼还原  $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{NO}_3$ ,具体反应方程式如下:



### 2.2 pH 值-Zeta 电位测量

纳米银粉通常在水中进行化学反应,因此选用水作为分散介质来研究纳米银粉的分散稳定性。表面活性剂的种类很多,通过测量粉体的 Zeta 电位,选择合适的表面活性剂。研究不同 pH 值悬浮液的分散性能对了解粉体的表面电势具有重要意义。实验通过研究银粉在不同 pH 值下于水中的 Zeta 电位,并得出其峰值,根据峰值选取合适的分散剂,研究其对粉体在水介质中分散性能的影响。

图 1 为经超声的纳米银粉在水介质中的 pH 值-Zeta 电位测试结果。悬浮液的 pH 电位值对其粉体制备过程中分散稳定性有着强烈的影响。由图 1 可见,当 pH 值等于 5 时,Ag 表面的 Zeta 电位等于零(即等电位处)时,颗粒间的吸引力大于双电层之间的排斥力,颗粒易团聚沉降。随 pH 值增加,纳米银粉表面带负电,电位的绝对值先增大后减小。当 pH 值等于 8 时,Zeta 电位最大,双电层表现为最大斥力,此时颗粒分散性最好。由此选取了阳离子型和非离子型表面活性剂,以发挥静电及位阻效应,使颗粒分散。阳离子型分散剂选择十六烷基二甲基溴化铵(CTAB),而非离子型分散剂选择聚乙烯吡咯烷酮(PVP)、油酸(OA)、聚乙二醇(PEG)。

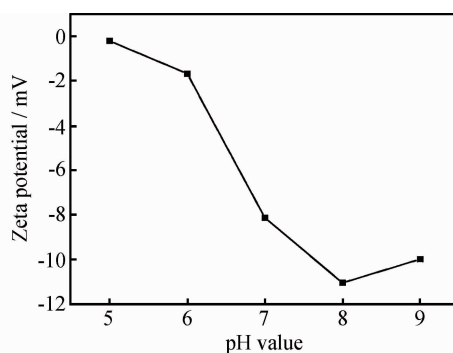


图 1 纳米银粉在水介质中的 pH 值-Zeta 电位图

Fig. 1 The relationship between Zeta potential and pH value of the nanometer Ag powders in water solvent

2.3 分散剂的种类对分散性的影响

分别称量硝酸银质量的 6% 的油酸、聚乙二醇、PVP 进行制备分散性能优异的银粉,使制备的粉体在溶液中有很好的分散性能,并分析其对粉体粒径的影响。分析发现,PVP 保护条件下制备的银粉分散性能明显优于其他分散剂保护条件下制备的银粉,并且能有效的抑制颗粒的进一步长大,防止团聚。图 2 为不

同分散剂制得纳米银粉的 TEM 像,反应控制其温度 50℃,pH 值为 8,比较发现 PVP 的分散性由于其他分散剂。研究表明,PVP 通过 N 原子与纳米银粒子的配位,留下 C—H 长链伸向四周阻止了纳米银粒子之间的相互团聚。表面保护剂分子之间存在的位阻效应也增大了颗粒间的距离,使颗粒接触不再紧密,同时也防止了颗粒的进一步长大,有利于生成纳米级的银粉。

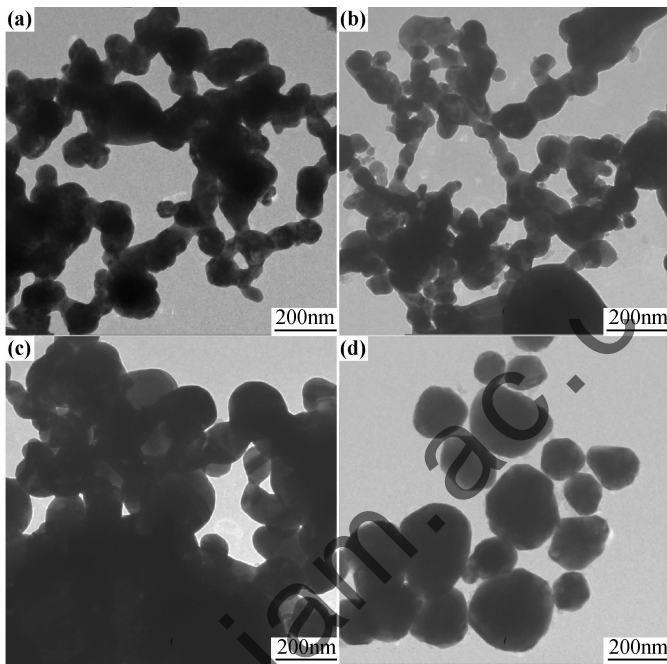


图 2 不同分散剂制得纳米银粉的 TEM 照片 (a)OA;(b)PEG-200;(c)CTAB;(d)PVP

Fig. 2 TEM image of nanometer silver powders with different dispersers  
(a)OA;(b)PEG-200;(c)CTAB;(d)PVP

2.4 制备参数对分散性及粒度的影响

本研究在单因素实验的基础上,探讨硝酸银浓度、分散剂用量、反应温度因素对银粉的分散性和粒度的影响。按 3 因素 3 水平的  $L_9(3^3)$  正交实验方案(见表 1),在不同的实验条件下分别进行 9 次实验。制备出的纳米银粉采用 TEM 进行观察分析,实验 1 到实验 9 得到纳米银粉的 TEM 照片分别与图 3(a)~(i)一一对应。

制备的银粉以分散性和平均粒度为标准,通过直观分析法来判断不同因素对实验结果的影响,其直观分析结果如表 2 所示。从表 2 中可以看出,在所选定的 3 个因素中对纳米银粉粒度影响最大的因素为温度 C,其次是硝酸银的浓度反应 A,最后是保护剂的加入量 B,即 3 个因素对实验结果的影响程度依次为  $C>A>B$ 。在所选定的 3 个因素中对纳米银粉分散性影响最大的因素为温度 C,其次是保护剂的加入量 B,最后

是硝酸银的浓度反应 A,即 3 个因素对实验结果的影响程度依次为  $C>B>A$ 。温度的极差 R 值显著高于其他两个因素,说明温度对纳米银粉分散性影响都比较显著。当反应温度升高时,布朗运动加剧,增加了颗粒之间碰撞的几率,银原子被还原的速度加快,粒子迅

表 1  $L_9(3^3)$  正交实验方案及结果

Table 1 Projects and results of orthogonal design of  $L_9(3^3)$

No	AgNO <sub>3</sub> / (mol · L <sup>-1</sup> )	PVP/ AgNO <sub>3</sub> / %	Temperature / °C	Absorbance	Average particle size / nm
1	0.05	3	30	2.651	92
2	0.05	6	40	0.863	125
3	0.05	9	50	1.373	221
4	0.5	3	40	1.909	123
5	0.5	6	50	1.587	106
6	0.5	9	30	2.548	103
7	1	3	50	0.572	142
8	1	6	30	2.568	97
9	1	9	40	2.663	83

响程度依次为  $C>B>A$ 。温度的极差 R 值显著高于其他两个因素,说明温度对纳米银粉分散性影响都比较显著。当反应温度升高时,布朗运动加剧,增加了颗粒之间碰撞的几率,银原子被还原的速度加快,粒子迅

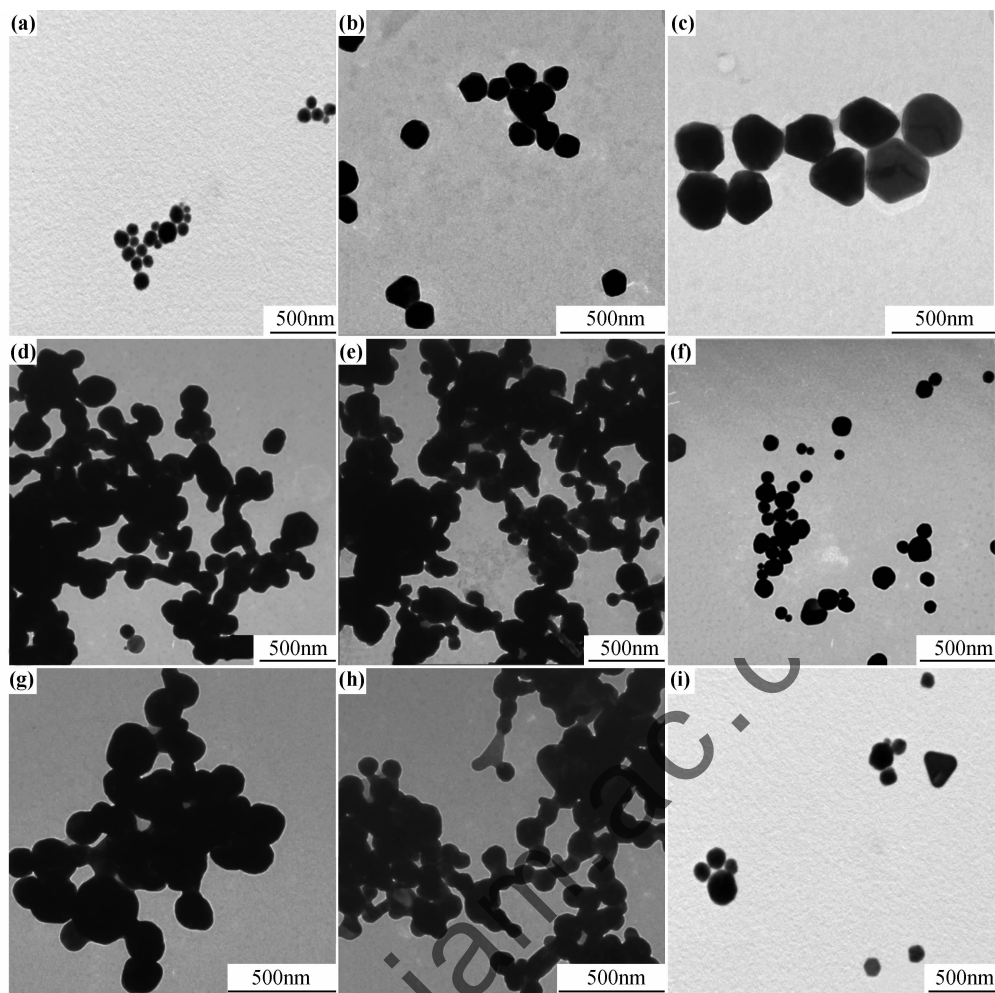


图 3 正交实验中各组超细 Ag 粉的 TEM 图

(a) No. 1; (b) No. 2; (c) No. 3; (d) No. 4; (e) No. 5; (f) No. 6; (g) No. 7; (h) No. 8; (i) No. 9

Fig. 3 TEM micrographs of ultrafine silver powders in the orthogonal experiments

(a) No. 1; (b) No. 2; (c) No. 3; (d) No. 4; (e) No. 5; (f) No. 6; (g) No. 7; (h) No. 8; (i) No. 9

表 2 正交实验的极差分析

Table 2 Range analysis of the  $L_9(3^3)$  orthogonal experiment

	Absorbance			Average particle size/nm		
	AgNO <sub>3</sub>	PVP/ AgNO <sub>3</sub>	Temperature	AgNO <sub>3</sub>	PVP/ AgNO <sub>3</sub>	Temperature
$K_1$	1.629	1.711	2.589	146	119	97
$K_2$	2.015	1.673	1.812	111	109	110
$K_3$	1.934	2.195	1.177	107	136	156
$R$	0.386	0.484	1.412	39	27	59

$K_1, K_2, K_3$  is the average value corresponding to the levels in table 2, respectively.  $R$  stands for the range between the maximum and the minimum values of  $K_1, K_2, K_3$

速增长。但是由于 PVP 对纳米银颗粒起着包覆作用，防止了团聚现象的发生，分散性却提高了。

综合考察纳米银粉粒度及分散性，同时考虑试剂用量，得到纳米银粉的最佳制备条件为 A2B3C1，即  $\text{AgNO}_3$  的浓度为  $0.5\text{mol/L}$ ，PVP/ $\text{AgNO}_3$  质量比为

9 : 100，反应温度为  $30^\circ\text{C}$ 。在最佳条件下制备得到的纳米银粉的 TEM 照片如图 3(f)所示。从图 3(f)中可以看出，纳米银粉呈球形或类球形，分散性比较好，并且粒度分布比较窄，即粒度分布均匀，主要集中在  $90\sim 110\text{nm}$  之间。进一步研究发现，将制备的 6 号纳米银粉应用于导体浆料（银含量为  $80\%$ ，玻璃粉  $3.5\%$ ，有机载体  $16.5\%$ ，质量分数），导电性能优异。

一定粒径的银金属纳米粒子对光的吸收是由价电子与电磁场的相互作用产生的连续振动即表面等离子体共振而产生的，这是小粒子尺寸效应的表现。纳米粒子吸收峰的位置、半高宽和峰值强度与粒子尺寸、粒度分布和产物浓度有很大关系。因此，研究银胶的紫外可见光吸收谱图对分析银胶的分散性有重要的意义。

图 4 所示为正交实验制备的纳米银溶胶的紫外可见吸收光谱图。由图 4 可得，在  $415\text{nm}$  附近出现了强的吸收峰，此峰对应于球形银纳米粒子的表面等离子

共振的特征吸收,且其最大半峰宽为 90nm,这是由于银纳米粒子被 PVP 所包覆。同时在 300nm 处也存在一个比较弱的吸收峰,这是由硝酸银产生的等离子共振吸收峰。由图可见,正交实验 6 得到的纳米银粉的吸收强度大,吸收峰对称性好,半高宽最窄,说明得到分散性好,粒度分布窄。

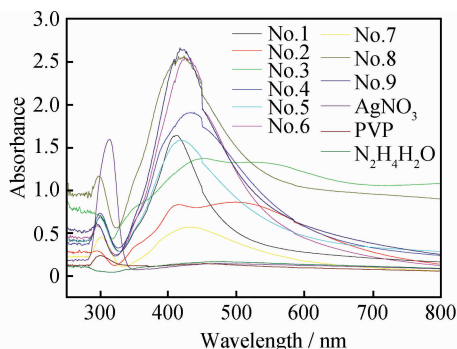


图 4 正交实验中所制备的纳米银胶紫外-可见光谱图

Fig. 4 UV-Vis spectra of the nanometer silver sols prepared by orthogonal experiments

## 2.5 XRD 分析

实验中制备的银粉的 XRD 衍射峰比较相似,图 4 中的紫外-可见光谱图的吸收峰高度在几个的峰值平均值左右。因此,用 4 号样品作为代表。图 5 所示为 4 号样品 Ag 粉的 XRD 谱,与 65-2871 银的标准卡片几乎完全相同,没有其他物质的衍射峰,这说明本方法制备的是纯净的纳米银粉。进一步 XRF 的测试表明银粉纯度高达 99.92%,且在导体浆料中有很好的导电性。图中衍射角在  $38.241^\circ$ ,  $44.458^\circ$ ,  $64.561^\circ$ ,  $77.519^\circ$  处的衍射峰分别归属于立方晶系银的 (111), (200), (220), (311) 面。由衍射峰的位置可知其晶胞参数为  $a=b=c=0.407525\text{nm}$ ,与标准卡片 65-2871 参数  $a=b=c=0.40861\text{nm}$  相比,在三个方向上收缩了 0.266%,晶胞体积缩小了 0.792%,这是由于纳米

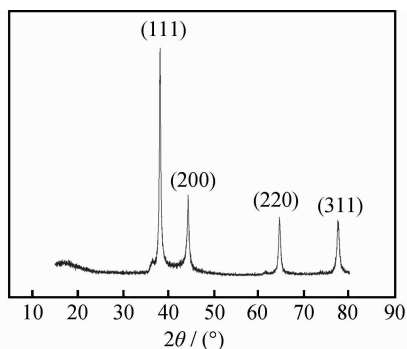


图 5 纳米银粉(4 号样品)的 XRD 谱

Fig. 5 XRD pattern of nanometer silver powders (sample No. 4)

银粉为颗粒形态,受到表面张力的作用,表面张力压缩颗粒使其晶格收缩,而表面张力的大小随着晶粒尺寸的减小而变大,所以随着颗粒粒度的减小,晶格收缩加剧。

## 3 结论

(1)采用原位分散可以制备出分散性能更加优异的银粉。当选取阳离子型和非离子型表面活性剂,pH 值等于 8 时,纳米银粉在去离子水介质中的 Zeta 电位最大,颗粒分散性最好。

(2)通过正交实验得出制备纳米银粉的最佳条件为:AgNO<sub>3</sub> 的浓度为 0.5mol/L,PVP/AgNO<sub>3</sub> 质量比为 9:100,反应温度为 30℃。

(3)制备的银粉类球形、分散均匀、纯度高达 99.92%,且在导体浆料中有很好的导电性。

## 参考文献

- [1] 李芝华,王炎伟,于倩倩. 正交设计优化纳米银粉制备的研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2009, 38(2):327-330.  
LI Z H, WANG Y W, YU Q Q. Synthesis of nanosized silver powder by orthogonal design[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2009, 38(2):327-330.
- [2] SI M Z, KANG Y P, LIU R M. Surface-enhanced Raman scattering (SERS) spectra of three kinds of azo-dye molecules on silver nanoparticles prepared by electrolysis[J]. Applied Surface Science, 2012, 258: 5533-5537.
- [3] 刘志宏,刘智勇,李启厚,等. 喷雾热分解法制备超细银粉及其形貌控制[J]. 中国有色金属学报, 2007, 17(1):149-155.  
LIU Z H, LIU Z Y, LI Q H, et al. Morphology control of micro-sized spherical silver powder prepared by spray pyrolysis[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2007, 17(1):149-155.
- [4] CHAU J L H, HSU M K, HSIEH C C, et al. Microwave plasma synthesis of silver nanopowders[J]. Materials Letters, 2005, 59: 905-908.
- [5] SHINDE M, PAWAR A, KARMAKAR S, et al. Uncapped silver nanoparticles synthesized by DC arc thermal plasma technique for conductor paste formulation[J]. Journal of Nanoparticle Research, 2009, 11: 2043-2047.
- [6] KESKINEN J, RUUSKANEN P, KARTTUNEN M, et al. Synthesis of silver powder using a mechanochemical process[J]. Applied Organometallic Chemistry, 2001, 15: 393-395.
- [7] XIN L H, ZHOU R M, GRACIEN E B, et al. Synthesis of silver nano-particles by EB irradiation[J]. Journal of Radiation Research and Radiation Processing, 2004, 22(2):69-72.
- [8] ZAHEER K, SHAEEL A T, ABDULLAH Y O, et al. Preparation and characterization of silver nanoparticles by chemical reduction method[J]. Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, 2011, 82: 513-517.

(下转第 49 页)

- [9] 谢兴华, 姚泽坤, 宁永权, 等. FGH4096 合金的动态再结晶与晶粒细化研究[J]. 航空材料学报, 2011, 31(1): 20—24.  
XIE Xing-hua, YAO Ze-kun, NING Yong-quan, et al. Dynamic recrystallization and grain refining of superalloy FGH4096[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2011, 31(1): 20—24.
- [10] 赵军普, 陶宇, 袁守谦, 等. 粉末冶金高温合金中的原始粉末颗粒边界(PPB)问题[J]. 粉末冶金工业, 2010, 20(4): 43—49.  
ZHAO Jun-pu, TAO Yu, YUAN Shou-qian, et al. The problem of prior particle boundary precipitation in P/M superalloys[J]. Powder Metallurgy Industry, 2010, 20(4): 43—49.
- [11] YANG W H, MAO J, WANG W X, et al. Effects of heat treatment on prior particle boundary precipitation in a powder metallurgy nickel base superalloy[J]. Advanced Performance Materials, 1995, 2(1): 269—279.
- [12] 赵军普, 袁守谦, 陶宇, 等. 高温扩散退火处理对 FGH96 粉末高温合金 PPB 的影响[J]. 材料导报, 2010, 24(9): 65—68.  
ZHAO Jun-pu, YUAN Shou-qian, TAO Yu, et al. Effect of sub-solidus diffusion annealing on prior particle boundary precipitation of P/M superalloy FGH96[J]. Materials Review, 2010, 24(9): 65—68.
- [13] 曹腊梅, 李相辉, 陈晶阳, 等. 固溶温度对第三代镍基单晶高温合金 DD10 组织的影响[J]. 材料工程, 2011, (10): 23—27.  
CAO La-mei, LI Xiang-hui, CHEN Jing-yang, et al. Influence of solution heat treatment temperature on the microstructure of the third generation Ni-based single crystal superalloy DD10[J]. Journal of Materials Engineering, 2011, (10): 23—27.
- [14] 张义文, 张凤戈, 张莹, 等. 一种消除粉末高温合金中 PPB 的方法[J]. 钢铁研究学报, 2003, 15(7): 513—518.  
ZHANG Yi-wen, ZHANG Feng-ge, ZHANG Ying, et al. Method of elimination PPB in P/M superalloy[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2003, 15(7): 513—518.
- [15] 余永宁, 刘国权. 体视学-组织定量分析的原理和应用[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1989. 35—75.
- [16] 田高峰, 贾成厂, 刘建涛, 等. 固溶冷却介质对 FGH96 合金  $\gamma'$  相和性能的影响[J]. 材料工程, 2006, (12): 24—27.  
TIAN Gao-feng, JIA Cheng-chang, LIU Jian-tao, et al. Effect of cooling medium on  $\gamma'$  precipitates and properties in FGH96 alloy[J]. Journal of Materials Engineering, 2006, (12): 24—27.
- [17] SUN W R, LEE J H, SEO S M, et al. The eutectic characteristic of MC-type carbide precipitation in a DS nickel-base superalloy[J]. Materials Science and Engineering A, 1999, 271(1): 143—149.
- [18] 胡本芙, 陈焕铭, 宋锋, 等. 预热处理对 FGH95 高温合金粉末中碳化物的影响[J]. 金属学报, 2003, 39(5): 470—475.  
HU Ben-fu, CHEN Huan-ming, SONG Feng, et al. The effect of pre-heating on carbide precipitates in FGH95 superalloy powders prepared by PREP[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2003, 39(5): 470—475.
- [19] 马文斌, 吴凯, 刘国权, 等. PREP FGH4096 粉末凝固组织和碳化物研究[J]. 钢铁研究学报, 2011, 23(增刊 2): 490—493.  
MA Wen-bin, WU Kai, LIU Guo-quan, et al. Effect of cooling rate on microstructure of PREP FGH4096 powders[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2011, 23(S2): 490—493.
- [20] 胡本芙, 陈焕铭, 李慧英, 等. 等离子旋转电极雾化 FGH95 高温合金原始粉末颗粒中碳化物研究[J]. 材料工程, 2003, (1): 6—9.  
HU Ben-fu, CHEN Huan-ming, LI Hui-ying, et al. Research on the carbides in FGH95 superalloy powders prepared by prep during solidification[J]. Journal of Materials Engineering, 2003, (1): 6—9.
- [21] DAHLÉN M, WINBERRG L. The influence of  $\gamma'$ -precipitation on the recrystallization of a nickel base superalloy[J]. Acta Metallurgica, 1980, 28(1): 41—50.

基金项目:国家重点基础研究发展计划(973)资助项目(2010CB631204)

收稿日期:2012-07-04;修订日期:2013-07-18

作者简介:马文斌(1986—),男,博士研究生,粉末高温合金热处理及组织控制研究,E-mail:mawenbin138@163.com

通讯作者:刘国权(1952—)男,教授,博士,主要从事主要研究方向为高性能钢铁材料与航空发动机涡轮盘用粉末高温合金研究,联系地址:北京市海淀区学院路30号北京科技大学材料科学与工程学院主楼221室(100083),E-mail:g.liu@ustb.edu.cn

\*\*\*\*\*  
(上接第42页)

- [9] XIA N X, CAI Y R, JIANG T, et al. Green synthesis of silver nanoparticles by chemical reduction with hyaluronan[J]. Carbohydrate Polymers, 2011, 86: 956—961.
- [10] JIGNASA N. SOLANKI. Highly monodisperse and sub-nano silver particles synthesis via microemulsion technique[J]. Colloids and Surfaces A: Physicochem Eng Aspects, 2010, 359: 31—38.
- [11] 郭桂全, 甘卫平, 罗贱向, 等. 正交设计法优化高分散超细银粉的制备工艺[J]. 稀有金属材料与工程, 2011, 40(10): 1827—1831.  
GUO G Q, GAN W P, LUO J X, et al. Optimization for preparation technique of highly dispersive ultrafine silver powders by orthogonal design[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2011, 40(10): 1827—1831.
- [12] 宋永辉, 梁工英, 张秋利, 等. 球形纳米银粉的制备研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2007, 36(4): 709—712.

SONG Y H, LIANG G Y, ZHANG Q L, et al. Research on preparation of spherical nanosized silvery powder[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2007, 36(4): 709—712.

- [13] 印万忠, 李先学, 韩跃新, 等. 液相化学还原法制备纳米银粉[J]. 矿冶, 2003, 12(4): 48—51.  
YIN W Z, LI X X, HAN Y X, et al. Preparation of nanometric Ag powder by solution chemical reduction method[J]. Mining Metallurgy, 2003, 12(4): 48—51.

基金项目:高品质纳米功能粉体开发项目(桂科攻11107003-8);江苏省高校优势学科建设工程项目(苏政办发2011-6)

收稿日期:2012-09-08;修订日期:2013-08-10

作者简介:张小敏(1988—),女,硕士研究生,从事纳米金属材料方面研究工作,联系地址:江苏南京市新模范马路5号68分箱,南京工业大学材料科学与工程学院(210009),E-mail:zhangxiaominde@126.com