



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110372409 A

(43)申请公布日 2019.10.25

(21)申请号 201910728187.X

(22)申请日 2019.08.08

(71)申请人 苏州山人纳米科技有限公司

地址 221000 江苏省苏州市吴中区太湖东路9号澹台湖大厦(武珞科技园)1707室

(72)发明人 周晖雨 贾建平

(51)Int.Cl.

C04B 35/83(2006.01)

C04B 35/622(2006.01)

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法

(57)摘要

本发明纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法,具体步骤如下:1)将纳米纤维素分散在乙醇水溶液中,然后加入高纯超细石墨粉,放入超声水浴中进行超声振荡混合,形成前驱体浆料;2)将前驱体浆料倒入布氏漏斗,进行抽滤,形成滤饼;3)将滤饼真空干燥,制备成坯体;4)将原料坯体放入石墨模具,置于直流热压烧结装置中,电极在两侧加以压力和直流电压,控制电流,获得合适的反应温度,完成反应;5)降温,得到纳米纤维素增强石墨材料。

1. 一种纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法,其特征在于:

具体步骤如下:

1) 将纳米纤维素分散在乙醇水溶液中,然后加入高纯超细石墨粉,放入超声水浴中进行超声振荡混合,形成前驱体浆料;

2) 将前驱体浆料倒入布氏漏斗,进行抽滤,形成滤饼;

3) 将滤饼真空干燥,制备成坯体;

4) 将原料坯体放入石墨模具,置于直流热压烧结装置中,电极在两侧加以压力和直流电压,控制电流,获得合适的反应温度,完成反应;

5) 降温,得到纳米纤维素增强石墨材料。

2. 根据权利要求1所述的一种纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法,其特征在于:步骤1)中,纳米纤维素的含量按照5~30wt.%控制。

3. 根据权利要求1或2所述的一种纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法,其特征在于:步骤4)具体为:控制电流强度,使其快速加热到1800~2000℃,同时加压50~100MPa,保温5~10分钟。

4. 根据权利要求3所述的一种纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法,其特征在于:步骤2)中,烧结电极和模具的优选材料为高纯石墨。

5. 根据权利要求4所述的一种纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法,其特征在于:步骤2)中,反应时间不超过20分钟。

## 纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及石墨材料制备技术,具体的,其展示一种纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法。

### 背景技术

[0002] 实纤维及其织物增强的碳基体复合材料具有低密度( $<2.0\text{g}/\text{cm}^3$ )、高强度、高比模量、高导热性、低膨胀系数、摩擦性能好,以及抗热冲击性能好、尺寸稳定性高等优点,是如今在 $1650^\circ\text{C}$ 以上应用的少数备选材料,最高理论温度更高达 $2600^\circ\text{C}$ ,因此被认为是最有发展前途的高温材料之一。纤维增强型石墨复合材料由于其独特的性能,已广泛应用于航空航天、汽车工业、医学等领域,如火箭发动机喷管及其喉衬、航天飞机的端头帽和机翼前缘的热防护系统、飞机刹车盘等。目前市场上较为成熟的材料是碳纤维增强型碳-碳复合材料,一般采用化学气相沉积法制备,其工艺流程时间长,加热温度高,能耗巨大,导致生产成本高,价格居高不下。

[0003] 因此,有必要提供一种纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法来解决上述问题。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法,利用纳米纤维素作为添加剂,超声振荡法进行混合,快速热压烧结法进行致密化,提升生产效率和产品性能,同时降低成本。

[0005] 技术方案如下:

一种纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法,具体步骤如下:

1)将纳米纤维素分散在乙醇水溶液中,然后加入高纯超细石墨粉,放入超声水浴中进行超声振荡混合,形成前驱体浆料;

2)将前驱体浆料倒入布氏漏斗,进行抽滤,形成滤饼;

3)将滤饼真空干燥,制备成坯体;

4)将原料坯体放入石墨模具,置于直流热压烧结装置中,电极在两侧加以压力和直流电压,控制电流,获得合适的反应温度,完成反应;

5)降温。得到纳米纤维素增强石墨材料。

[0006] 进一步的,步骤1)中,纳米纤维素的含量按照 $5\sim 30\text{wt.}\%$ 控制。

[0007] 进一步的,步骤4)具体为:控制电流强度,使其快速加热到 $1800\sim 2000^\circ\text{C}$ ,同时加压 $50\sim 100\text{MPa}$ ,保温 $5\sim 10$ 分钟。

[0008] 进一步的,步骤2)中,烧结电极和模具的优选材料为高纯石墨。

[0009] 进一步的,步骤2)中,反应时间不超过20分钟。

[0010] 与现有技术相比,本发明的有益效果在于:

1)采用纳米纤维素作为增强体,成本大幅下降。纳米纤维素与石墨之间存在化学相互作用,增强增韧效果非常明显;

- 2) 与传统的高温固相反应工艺相比,使用的烧结温度下降了100~200℃;
- 3) 烧结时间不超过20分钟,从而提高了生产效率,显著节约能源;
- 4) 制备产品力学性能好,产品质量高。

### 具体实施方式

#### [0011] 实施例:

本实施例展示一种纳米纤维素增强石墨材料快速制备方法,具体步骤如下:

- (1) 称取纳米纤维素50克,分散于200毫升30%乙醇水溶液中进行超声振荡;
- (2) 称取粒度约1微米的高纯石墨粉100克加入步骤1所述溶液中继续进行超声振荡约10分钟,容器中逐渐形成黑色浆料;
- (3) 取出容器后迅速将浆料倒入内径为80毫米的布氏漏斗中进行真空抽滤,抽滤完成后小心取出,得到厚度约30毫米的滤饼;
- (4) 将滤饼放入真空烘箱中,取真空度为1000Pa,温度为60℃烘干2小时;
- (5) 将步骤4所得原料装入直径80毫米的圆柱形石墨模具中,压实;
- (6) 将模具置于直流热压烧结装置中,程序控制电流强度约10000A,可以在15分钟内加热至1900℃,同时加压50MPa,保温5分钟;
- (7) 关掉电源,随炉降温,得到纳米纤维素增强的石墨复合材料。

#### [0012] 其中:

纳米纤维素的含量按照5~30wt.%控制。

[0013] 步骤(3)仅为本实施例的一展现形式,其加热温度范围可在1800~2000℃,加压范围可在50~100MPa,保温时间可在5~10分钟。

[0014] 烧结电极和模具的优选材料为高纯石墨。

[0015] 同时烧结时间不超过20分钟。

[0016] 与现有技术相比,本发明的有益效果在于:

- 1) 采用纳米纤维素作为增强体,成本大幅下降。纳米纤维素与石墨之间存在化学相互作用,增强增韧效果非常明显;
- 2) 与传统的高温固相反应工艺相比,使用的烧结温度下降了100~200℃;
- 3) 烧结时间不超过20分钟,从而提高了生产效率,显著节约能源;
- 4) 制备产品力学性能好,产品质量高。

[0017] 以上所述的仅是本发明的一些实施方式。对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明创造构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。