



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110240823 A

(43)申请公布日 2019.09.17

(21)申请号 201910311466.6

(22)申请日 2019.04.18

(71)申请人 东莞中科华立信息科技有限公司
地址 523000 广东省东莞市松山湖高新技术
产业开发区科汇路1号中科院云计算
中心大楼1811-1812室

(72)发明人 付汉勇 文卫星

(51) Int. Cl.
C09D 7/61(2018.01)
C01B 32/184(2017.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种单层碳烯纳米复合材料的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种单层碳烯纳米复合材料的制备方法,先通过纳米研磨将玛瑙石墨原石C研磨成粉末,然后将KMnO₄溶液和Mn(AC)₂溶液直接混合,加入表面活性剂聚乙二醇,KMnO₄溶液和Mn(AC)₂溶液反应制备得到石墨粉,然后利用改进的Hummer方法制备氧化石墨,接着对氧化石墨进行高温加热得到石墨烯,研磨粉碎后分布于水中。本发明利用改性Hummer方法制备氧化石墨,接着对氧化石墨进行高温加热得到石墨烯,将石墨烯研磨粉碎后混入CuMn₂O₄、RuO₂、Pb₂Ru₂O₆和Bi₂O₃并分布于水中,利用钨系和钼系之间的化学特性与纳米物理共性,实现比现有的碳晶涂装更高的电热效率和热传导系数,发热稳定快捷均衡,使用载体多,领域更宽广,而且无衰减,便于自动化生产。

1. 一种单层碳烯纳米复合材料的制备方法,其特征在于,将 KMnO_4 溶液和的 $\text{Mn}(\text{AC})_2$ 溶液直接混合,加入表面活性剂聚乙二醇,强烈搅拌反应,将沉淀产物用去离子水多次洗涤,进行过滤,然后用无水乙醇洗涤二次,过滤,在真空干燥箱中进行烘干,而后通过纳米研磨将玛瑙石墨原石C研磨成粉末,得到棕黑色的粉末采用改进的Hummer方法制备氧化石墨,将石墨粉加入浓硫酸中,再加入高锰酸钾,将以上混合物用水浴加热,接着对氧化石墨进行高温加热得到石墨烯,与 CuMn_2O_4 、 RuO_2 、 $\text{Pb}_2\text{Ru}_2\text{O}_6$ 和 Bi_2O_3 混合研磨粉碎后分布于水中。

2. 根据权利要求1所述的单层碳烯纳米复合材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1、将浓度为 28.60mol/L 的 KMnO_4 溶液和浓度为 18mol/L 的 $\text{Mn}(\text{AC})_2$ 溶液直接混合,加入 $500\text{--}800\text{ml}$ 的表面活性剂,强烈搅拌反应 $8\text{--}12\text{h}$ 后提取沉淀物,将沉淀物进行两重洗涤过滤后在 110°C 真空干燥箱中进行烘干,而后用玛瑙研钵充分研磨,得到石墨粉;

S2、将石墨粉通过采用改进的Hummer方法制备氧化石墨;

S3、将氧化石墨放入密封的坩埚中,然后放入 1000°C 的高温炉中加热,将加热后的产物超声、干燥,即得到石墨烯;

S4、将石墨烯、 CuMn_2O_4 、 RuO_2 、 $\text{Pb}_2\text{Ru}_2\text{O}_6$ 和 Bi_2O_3 加入研钵中充分研磨,然后加入 500ml 的纯水中充分搅拌 $1\text{--}4\text{h}$,即得单层碳烯纳米复合材料。

3. 根据权利要求2所述的单层碳烯纳米复合材料的制备方法,其特征在于,步骤S1中,所述表面活性剂为聚乙二醇。

4. 根据权利要求3所述的单层碳烯纳米复合材料的制备方法,其特征在于,步骤S1中,两重洗涤过滤的步骤为:先将沉淀产物用去离子水多次洗涤,进行过滤,然后用无水乙醇洗涤二次,进行过滤。

5. 根据权利要求4所述的单层碳烯纳米复合材料的制备方法,其特征在于,步骤S2中,改进的Hummer方法制备氧化石墨的步骤为:

S21、将 12g 石墨粉加入浓硫酸中,再加入 25g 高锰酸钾,水浴加热并保持温度在 20°C 以下,搅拌均匀后将逐渐升温至 35°C ,并持续搅拌 $30\text{--}60\text{min}$,得到混合物;

S22、向混合物中缓慢加入 420mL 去离子水,并将水浴升温到 98°C ,持续搅拌 15min 后加入 1260mL 去离子水,再加入 90mL 双氧水,持续反应至混合物颜色变为亮黄色;

S23、用体积分数为 5% 的盐酸对混合物进行洗涤,抽滤干燥后即得氧化石墨。

6. 根据权利要求5所述的单层碳烯纳米复合材料的制备方法,其特征在于,步骤S21中,浓硫酸的温度为 0°C ,体积为 200mL 。

7. 根据权利要求5所述的单层碳烯纳米复合材料的制备方法,其特征在于,步骤S22中,双氧水的浓度为 30% 。

一种单层碳烯纳米复合材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及新材料技术领域,具体是一种单层碳烯纳米复合材料的制备方法。

背景技术

[0002] 新材料是指新近发展或正在发展的具有优异性能的结构材料和有特殊性质的功能材料。结构材料主要是利用它们的强度、韧性、硬度、弹性等机械性能,如新型陶瓷材料,非晶态合金(金属玻璃)等。功能材料主要是利用其所具有的电、光、声、磁、热等功能和物理效应。近几年,世界上研究、发展的新材料主要有新金属材料,精细陶瓷和光纤等等。

[0003] 现有技术中的碳晶涂装有衰减,高温区不稳定,使用载体的局限性较大,因此,针对以上现状,迫切需要开发一种单层碳烯纳米复合材料的制备方法,以克服当前实际应用中的不足。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种单层碳烯纳米复合材料的制备方法,以解决上述背景技术中提出的技术问题。

[0005] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:

一种单层碳烯纳米复合材料的制备方法,将 KMnO_4 溶液和的 $\text{Mn}(\text{AC})_2$ 溶液直接混合,加入表面活性剂聚乙二醇,强烈搅拌反应,将沉淀产物用去离子水多次洗涤,进行过滤,然后用无水乙醇洗涤二次,过滤,在真空干燥箱中进行烘干,而后通过纳米研磨将玛瑙石墨原石C研磨成粉末,得到棕黑色的粉末采用改进的Hummer方法制备氧化石墨,将石墨粉加入浓硫酸中,再加入高锰酸钾,将以上混合物用水浴加热,接着对氧化石墨进行高温加热得到石墨烯,与 CuMn_2O_4 、 RuO_2 、 $\text{Pb}_2\text{Ru}_2\text{O}_6$ 和 Bi_2O_3 混合研磨粉碎后分布于水中。

[0006] 作为本发明进一步的方案:包括以下步骤:

S1、将浓度为 28.60mol/L 的 KMnO_4 溶液和浓度为 18mol/L 的 $\text{Mn}(\text{AC})_2$ 溶液直接混合,加入 $500\text{--}800\text{ml}$ 的表面活性剂,强烈搅拌反应 $8\text{--}12\text{h}$ 后提取沉淀物,将沉淀物进行两重洗涤过滤后在 110°C 真空干燥箱中进行烘干,而后用玛瑙研钵充分研磨,得到石墨粉;

S2、将石墨粉通过采用改进的Hummer方法制备氧化石墨;

S3、将氧化石墨放入密封的坩埚中,然后放入 1000°C 的高温炉中加热,将加热后的产物超声、干燥,即得到石墨烯;

S4、将石墨烯、 CuMn_2O_4 、 RuO_2 、 $\text{Pb}_2\text{Ru}_2\text{O}_6$ 和 Bi_2O_3 加入研钵中充分研磨,然后加入 500ml 的纯水中充分搅拌 $1\text{--}4\text{h}$,即得单层碳烯纳米复合材料。

[0007] 作为本发明再进一步的方案:步骤S1中,所述表面活性剂为聚乙二醇。

[0008] 作为本发明再进一步的方案:步骤S1中,两重洗涤过滤的步骤为:先将沉淀产物用去离子水多次洗涤,进行过滤,然后用无水乙醇洗涤二次,进行过滤。

[0009] 作为本发明再进一步的方案:步骤S2中,改进的Hummer方法制备氧化石墨的步骤为:

S21、将12g石墨粉加入浓硫酸中,再加入25g高锰酸钾,水浴加热并保持温度在20℃以下,搅拌均匀后将逐渐升温至35℃,并持续搅拌30-60min,得到混合物;

S22、向混合物中缓慢加入420mL去离子水,并将水浴升温到98℃,持续搅拌15min后加入1260mL去离子水,再加入90mL双氧水,持续反应至混合物颜色变为亮黄色;

S23、用体积分数为5%的盐酸对混合物进行洗涤,抽滤干燥后即得氧化石墨。

[0010] 作为本发明再进一步的方案:步骤S21中,浓硫酸的温度为0℃,体积为200mL。

[0011] 作为本发明再进一步的方案:步骤S22中,双氧水的浓度为30%。

[0012] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:本发明利用改性Hummer方法制备氧化石墨,接着对氧化石墨进行高温加热得到石墨烯,将石墨烯研磨粉碎后混入CuMn₂O₄、RuO₂、Pb₂Ru₂O₆和Bi₂O₃并分布于水中,利用钨系和钼系之间的化学特性与纳米物理共性,实现比现有的碳晶涂装更高的电热效率和热传导系数,发热稳定快捷均衡,使用载体多,领域更宽广,而且无衰减,便于自动化生产。

具体实施方式

[0013] 下面结合具体实施方式对本发明的技术方案作进一步详细地说明。

[0014] 实施例1

一种单层碳烯纳米复合材料的制备方法,将KMnO₄溶液和的Mn(AC)₂溶液直接混合,加入表面活性剂聚乙二醇,强烈搅拌反应,将沉淀产物用去离子水多次洗涤,进行过滤,然后用无水乙醇洗涤二次,过滤,在真空干燥箱中进行烘干,而后通过纳米研磨将玛瑙石墨原石C研磨成粉末,得到棕黑色的粉末采用改进的Hummer方法制备氧化石墨,将石墨粉加入浓硫酸中,再加入高锰酸钾,将以上混合物用水浴加热,接着对氧化石墨进行高温加热得到石墨烯,与CuMn₂O₄、RuO₂、Pb₂Ru₂O₆和Bi₂O₃混合研磨粉碎后分布于水中。

[0015] 具体的,本实施例中,包括以下步骤:

S1、将浓度为28.60mol/L的KMnO₄溶液和浓度为18mol/L的Mn(AC)₂溶液直接混合,加入500ml的表面活性剂,强烈搅拌反应8h后提取沉淀物,将沉淀物进行两重洗涤过滤后在110℃真空干燥箱中进行烘干,而后用玛瑙研钵充分研磨,得到石墨粉;

S2、将石墨粉通过采用改进的Hummer方法制备氧化石墨;

S3、将氧化石墨放入密封的坩埚中,然后放入1000℃的高温炉中加热,将加热后的产物超声、干燥,即得到石墨烯;

S4、将石墨烯、CuMn₂O₄、RuO₂、Pb₂Ru₂O₆和Bi₂O₃加入研钵中充分研磨,然后加入500ml的纯水中充分搅拌1h,即得单层碳烯纳米复合材料。

[0016] 具体的,本实施例步骤S1中,所述表面活性剂为聚乙二醇。

[0017] 具体的,本实施例步骤S1中,两重洗涤过滤的步骤为:先将沉淀产物用去离子水多次洗涤,进行过滤,然后用无水乙醇洗涤二次,进行过滤。

[0018] 具体的,本实施例步骤S2中,改进的Hummer方法制备氧化石墨的步骤为:

S21、将12g石墨粉加入浓硫酸中,再加入25g高锰酸钾,水浴加热并保持温度在20℃以下,搅拌均匀后将逐渐升温至35℃,并持续搅拌30min,得到混合物;

S22、向混合物中缓慢加入420mL去离子水,并将水浴升温到98℃,持续搅拌15min后加入1260mL去离子水,再加入90mL双氧水,持续反应至混合物颜色变为亮黄色;

S23、用体积分数为5%的盐酸对混合物进行洗涤,抽滤干燥后即得氧化石墨。

[0019] 具体的,本实施例步骤S21中,浓硫酸的温度为0℃,体积为200mL。

[0020] 具体的,本实施例步骤S22中,双氧水的浓度为30%。

[0021] 实施例2

一种单层碳烯纳米复合材料的制备方法,将 KMnO_4 溶液和的 $\text{Mn}(\text{AC})_2$ 溶液直接混合,加入表面活性剂聚乙二醇,强烈搅拌反应,将沉淀产物用去离子水多次洗涤,进行过滤,然后用无水乙醇洗涤二次,过滤,在真空干燥箱中进行烘干,而后通过纳米研磨将玛瑙石墨原石C研磨成粉末,得到棕黑色的粉末采用改进的Hummer方法制备氧化石墨,将石墨粉加入浓硫酸中,再加入高锰酸钾,将以上混合物用水浴加热,接着对氧化石墨进行高温加热得到石墨烯,与 CuMn_2O_4 、 RuO_2 、 $\text{Pb}_2\text{Ru}_2\text{O}_6$ 和 Bi_2O_3 混合研磨粉碎后分布于水中。

[0022] 具体的,本实施例中,包括以下步骤:

S1、将浓度为28.60mol/L的 KMnO_4 溶液和浓度为18mol/L的 $\text{Mn}(\text{AC})_2$ 溶液直接混合,加入800ml的表面活性剂,强烈搅拌反应12h后提取沉淀物,将沉淀物进行两重洗涤过滤后在110℃真空干燥箱中进行烘干,而后用玛瑙研钵充分研磨,得到石墨粉;

S2、将石墨粉通过采用改进的Hummer方法制备氧化石墨;

S3、将氧化石墨放入密封的坩埚中,然后放入1000℃的高温炉中加热,将加热后的产物超声、干燥,即得到石墨烯;

S4、将石墨烯、 CuMn_2O_4 、 RuO_2 、 $\text{Pb}_2\text{Ru}_2\text{O}_6$ 和 Bi_2O_3 加入研钵中充分研磨,然后加入500ml的纯水中充分搅拌4h,即得单层碳烯纳米复合材料。

[0023] 具体的,本实施例步骤S1中,所述表面活性剂为聚乙二醇。

[0024] 具体的,本实施例步骤S1中,两重洗涤过滤的步骤为:先将沉淀产物用去离子水多次洗涤,进行过滤,然后用无水乙醇洗涤二次,进行过滤。

[0025] 具体的,本实施例步骤S2中,改进的Hummer方法制备氧化石墨的步骤为:

S21、将12g石墨粉加入浓硫酸中,再加入25g高锰酸钾,水浴加热并保持温度在20℃以下,搅拌均匀后将逐渐升温至35℃,并持续搅拌60min,得到混合物;

S22、向混合物中缓慢加入420mL去离子水,并将水浴升温到98℃,持续搅拌15min后加入1260mL去离子水,再加入90mL双氧水,持续反应至混合物颜色变为亮黄色;

S23、用体积分数为5%的盐酸对混合物进行洗涤,抽滤干燥后即得氧化石墨。

[0026] 具体的,本实施例步骤S21中,浓硫酸的温度为0℃,体积为200mL。

[0027] 具体的,本实施例步骤S22中,双氧水的浓度为30%。

[0028] 实施例3

一种单层碳烯纳米复合材料的制备方法,将 KMnO_4 溶液和的 $\text{Mn}(\text{AC})_2$ 溶液直接混合,加入表面活性剂聚乙二醇,强烈搅拌反应,将沉淀产物用去离子水多次洗涤,进行过滤,然后用无水乙醇洗涤二次,过滤,在真空干燥箱中进行烘干,而后通过纳米研磨将玛瑙石墨原石C研磨成粉末,得到棕黑色的粉末采用改进的Hummer方法制备氧化石墨,将石墨粉加入浓硫酸中,再加入高锰酸钾,将以上混合物用水浴加热,接着对氧化石墨进行高温加热得到石墨烯,与 CuMn_2O_4 、 RuO_2 、 $\text{Pb}_2\text{Ru}_2\text{O}_6$ 和 Bi_2O_3 混合研磨粉碎后分布于水中。

[0029] 具体的,本实施例中,包括以下步骤:

S1、将浓度为28.60mol/L的 KMnO_4 溶液和浓度为18mol/L的 $\text{Mn}(\text{AC})_2$ 溶液直接混合,加入

650ml的表面活性剂,强烈搅拌反应10h后提取沉淀物,将沉淀物进行两重洗涤过滤后在110℃真空干燥箱中进行烘干,而后用玛瑙研钵充分研磨,得到石墨粉;

S2、将石墨粉通过采用改进的Hummer方法制备氧化石墨;

S3、将氧化石墨放入密封的坩埚中,然后放入1000℃的高温炉中加热,将加热后的产物超声、干燥,即得到石墨烯;

S4、将石墨烯、 CuMn_2O_4 、 RuO_2 、 $\text{Pb}_2\text{Ru}_2\text{O}_6$ 和 Bi_2O_3 加入研钵中充分研磨,然后加入500ml的纯水中充分搅拌2h,即得单层碳烯纳米复合材料。

[0030] 具体的,本实施例步骤S1中,所述表面活性剂为聚乙二醇。

[0031] 具体的,本实施例步骤S1中,两重洗涤过滤的步骤为:先将沉淀产物用去离子水多次洗涤,进行过滤,然后用无水乙醇洗涤二次,进行过滤。

[0032] 具体的,本实施例步骤S2中,改进的Hummer方法制备氧化石墨的步骤为:

S21、将12g石墨粉加入浓硫酸中,再加入25g高锰酸钾,水浴加热并保持温度在20℃以下,搅拌均匀后将逐渐升温至35℃,并持续搅拌32min,得到混合物;

S22、向混合物中缓慢加入420mL去离子水,并将水浴升温到98℃,持续搅拌15min后加入1260mL去离子水,再加入90mL双氧水,持续反应至混合物颜色变为亮黄色;

S23、用体积分数为5%的盐酸对混合物进行洗涤,抽滤干燥后即得氧化石墨。

[0033] 具体的,本实施例步骤S21中,浓硫酸的温度为0℃,体积为200mL。

[0034] 具体的,本实施例步骤S22中,双氧水的浓度为30%。

[0035] 上面对本发明的较佳实施方式作了详细说明,但是本发明并不限于上述实施方式,在本领域的普通技术人员所具备的知识范围内,还可以在不脱离本发明宗旨的前提下作出各种变化。