



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106119816 A

(43)申请公布日 2016.11.16

---

(21)申请号 201610486853.X

(22)申请日 2016.08.19

(71)申请人 华东理工大学

地址 200237 上海市徐汇区梅陇路130号

申请人 圣诺盟(浙江)聚氨酯家居用品有限公司

(72)发明人 赵崇军 蔡云霄 张小军 王威  
唐小林 邓丽娟 钱秀珍

(51)Int.Cl.

C23C 18/36(2006.01)

C23C 18/28(2006.01)

C08J 9/40(2006.01)

C08L 75/04(2006.01)

---

权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54)发明名称

一种制备金属钴/石墨烯复合泡沫材料的方法

(57)摘要

本发明公开了一种制备金属钴/石墨烯复合泡沫材料的方法。以多孔聚氨酯作为支撑体和模板，通过化学镀的方法，在聚氨酯的表面制备金属钴/石墨烯复合镀层。该金属钴/石墨烯复合泡沫材料在储能、水处理、隔音等方面都具有广泛的应用。该方法制备过程简单易控、成本低、合成条件温和，材料大小可控。

1.一种制备金属钴/石墨烯复合泡沫材料的方法,其特征在于包括如下步骤:

(1)将聚氨酯泡沫放于45 °C浓度为1g/L的酸性高锰酸钾水溶液中浸泡5分钟,取出并冲洗干净;然后将洗净的聚氨酯泡沫放于45 °C浓度为10g/L的草酸水溶液中浸泡5分钟后,取出并冲洗干净;接着,将洗净的聚氨酯泡沫放入含有0.1g/L氯化钯、5g/L氯化亚锡和100g/L氯化钠的1000 mL水溶液中浸泡10分钟后,取出并冲洗干净,再放于3.7%浓盐酸水溶液中浸泡5分钟后,取出并冲洗干净;

(2)分别称取一定量的硫酸钴、柠檬酸钠、次磷酸钠、硼酸并依次溶于去离子水中,搅拌混合均匀,再加入氧化石墨烯溶液,超声分散均匀,制得镀液;

(3)称取一定量次磷酸钠溶解于水,再加入氧化石墨烯溶液,超声分散,制成预浸液;然后将经过步骤(1)处理得到的聚氨酯泡沫挤干,放入预浸液浸泡10min;

(4)将经过步骤(3)浸泡的聚氨酯泡沫再放于步骤(2)制得的镀液中,并通过稀氢氧化钠溶液调节镀液的pH值为8.5~8.8;然后控制反应温度为80 °C~90 °C在聚氨酯泡沫上进行化学镀钴反应30min~120min;取出冲洗干净并晾干,得到金属钴/石墨烯复合泡沫材料。

2.根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述的镀液中硫酸钴浓度为10~25g/L;次磷酸钠浓度为15~25g/L;硼酸浓度为25~35g/L,柠檬酸钠浓度为55~65g/L,氧化石墨烯浓度为0.1~1g/L。

3.根据权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤(3)所述的预浸溶液中次磷酸钠浓度为30g/L;氧化石墨烯浓度为0.4~2g/L。

## 一种制备金属钴/石墨烯复合泡沫材料的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种制备金属钴/石墨烯复合泡沫材料的方法,具体涉及利用聚氨酯泡沫作为支撑体和模板,利用化学镀技术制备金属钴/石墨烯复合泡沫材料,主要涉及储能材料、水处理材料和隔音材料等技术领域。

### 背景技术

[0002] 泡沫金属具有良好的导电性能和一定的自支撑能力,具有质量轻、孔隙率高、比表面积大等特点,是制备各种电极的理想材料,适用于各种蓄电池、燃料电池、空气电池盒太阳能电池以及各类电化学过程电极。

[0003] 在先技术中在泡沫镍基体上沉积从而制备了泡沫钴:王殿龙,王崇以泡沫镍为基体经过滚压、活化、电沉积制备了泡沫钴,并通过热处理制得了三维泡沫钴氧化物负极材料。然而这种方法受限于泡沫镍的形态,无法更加灵活地控制泡沫钴孔隙比、直径等性能。此外,纳米技术得到日益广泛的应用,而金属材料在尺寸达到纳米级后,其导电性会受到显著影响,因此能够与高导电性的材料复合,将有利于这类纳米泡沫钴材料的应用。

### 发明内容

[0004] 基于在先技术的不足,本发明选用聚氨酯泡沫作为支撑体和模板,通过引入氧化石墨烯,利用化学镀技术制备了金属钴/石墨烯复合泡沫材料。

[0005] 为实现上述目的,本发明的技术解决方案如下:

一种制备金属钴/石墨烯复合泡沫材料的方法,包括如下步骤:

(1)将聚氨酯泡沫放于45 °C浓度为1g/L的酸性高锰酸钾水溶液中浸泡5分钟,取出并冲洗干净;然后将洗净的聚氨酯泡沫放于45 °C浓度为10g/L的草酸水溶液中浸泡5分钟后,取出并冲洗干净;接着,将洗净的聚氨酯泡沫放入含有0.1g/L氯化钯、5g/L氯化亚锡和100g/L氯化钠的1000 mL水溶液中浸泡10分钟后,取出并冲洗干净,再放于3.7%浓盐酸水溶液中浸泡5分钟后,取出并冲洗干净;

(2)分别称取一定量的硫酸钴、柠檬酸钠、次磷酸钠、硼酸并依次溶于去离子水中,搅拌混合均匀,再加入氧化石墨烯溶液,超声分散均匀,制得镀液;

(3)称取一定量次磷酸钠溶解于水,再加入氧化石墨烯溶液,超声分散,制成预浸液;然后将经过步骤(1)处理得到的聚氨酯泡沫挤干,放入预浸液浸泡10min;

(4)将经过步骤(3)浸泡的聚氨酯泡沫再放于步骤(2)制得的镀液中,并通过稀氢氧化钠溶液控制镀液的pH值为8.5~8.8;然后控制反应温度为80 °C~90 °C在聚氨酯泡沫上进行化学镀钴反应30min~120min;取出冲洗干净并晾干,得到金属钴/石墨烯复合泡沫材料。

[0006] 进一步,步骤(2)所述的镀液中硫酸钴浓度为10~25g/L;次磷酸钠浓度为15~25g/L;硼酸浓度为25~35g/L,柠檬酸钠浓度为55~65g/L,氧化石墨烯浓度为0.1~1g/L。

[0007] 进一步,步骤(3)所述的预浸液中次磷酸钠浓度为30g/L;氧化石墨烯浓度为0.4~2g/L。

[0008] 本发明利用化学镀方法直接在聚氨酯泡沫基体上生长获得金属钴/石墨烯复合泡沫材料。其中聚氨酯泡沫充当泡沫金属骨架。镀液中的钴盐作为形成泡沫钴的钴源，镀液中的氧化石墨烯作为石墨烯来源。在化学镀过程中钴盐和氧化石墨烯被还原并同时沉积到聚氨酯表面形成金属钴/石墨烯复合泡沫材料。该方法制备过程简单易控、成本低、合成条件温和。

## 附图说明

[0009] 图1实施例1制备的金属钴/石墨烯复合泡沫材料

图2实施例2制备的金属钴/石墨烯复合泡沫材料

图3实施例3制备的金属钴/石墨烯复合泡沫材料

## 具体实施方式

[0010] 下面结合实施例对本发明做进一步说明，但本发明的保护范围并不限于此。

### [0011] 实施例1

称取1.5g CoSO<sub>4</sub>, 2.1g NaH<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>, 30g H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, 5.8g 柠檬酸钠，依次溶解于水，混合均匀，定容至100mL，取其中10mL放入小烧杯中，加入4g/L氧化石墨烯2mL，超声分散均匀，作为镀液。

[0012] 称取次磷酸钠0.3g，溶解于水，再加入4g/L氧化石墨烯2.5mL，加水至10mL，超声处理10min，作为预浸液。将经过步骤(1)处理过的聚氨酯泡沫，挤干放入预浸液，浸泡10min。

[0013] 将经过预浸的聚氨酯片放入镀液，固定在液面下，氢氧化钠控制镀液pH为8.5~8.8，油浴控制镀液温度为86 °C~88 °C。反应60min后，取出，去离子水洗净，风干，即获得金属钴/石墨烯复合泡沫材料。结果如说明书附图中图1所示。

### [0014] 实施例2

称取1.5g CoSO<sub>4</sub>, 2.1g NaH<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>, 30g H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, 5.8g 柠檬酸钠，依次溶解于水，混合均匀，定容至100mL，取其中10mL放入小烧杯中，加入4g/L氧化石墨烯3.3mL，超声分散均匀，作为镀液。

[0015] 称取次磷酸钠0.3g，溶解，加入4g/L氧化石墨烯5mL，加水至10mL，超声处理10min，作为预浸液。将经过步骤(1)处理过的聚氨酯泡沫，挤干放入预浸液，浸泡10min。

[0016] 将经过预浸的聚氨酯片放入镀液，固定在液面下，氢氧化钠控制镀液pH为8.5~8.8，油浴控制镀液温度为86 °C~88 °C。反应60min后，取出，去离子水洗净，风干，即获得金属钴/石墨烯复合泡沫材料。结果如说明书附图中图2所示。

### [0017] 实施例3

称取1.5g CoSO<sub>4</sub>, 2.1g NaH<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>, 30g H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, 5.8g 柠檬酸钠，依次溶解于水，混合均匀，定容至100mL，取其中10mL放入小烧杯中，加入4g/L氧化石墨烯1mL，超声分散均匀，作为镀液。

[0018] 称取次磷酸钠0.3g，溶解，加入4g/L氧化石墨烯1mL，加水至10mL，超声处理10min，作为预浸液。将经过步骤(1)处理过的聚氨酯泡沫，挤干放入预浸液，浸泡10min。

[0019] 将经过预浸的聚氨酯片放入镀液，固定在液面下，氢氧化钠控制镀液pH为8.5~8.8，油浴控制镀液温度为86 °C~88 °C。反应60min后，取出，去离子水洗净，风干，即获得金属

钴/石墨烯复合泡沫材料。结果如说明书附图中图3所示。

[0020]

#### 实施例4

称取1.5g CoSO<sub>4</sub>, 2.1g NaH<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>, 30g H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, 5.8g 柠檬酸钠, 依次溶解于水, 混合均匀, 定容至100mL, 取其中10mL放入小烧杯中, 加入4g/L氧化石墨烯2mL, 超声分散均匀, 作为镀液。

[0021] 称取次磷酸钠0.3g, 溶解, 加入4g/L氧化石墨烯2.5mL, 加水至10mL, 超声处理10min, 作为预浸液。将经过步骤(1)处理过的聚氨酯泡沫, 挤干放入预浸液, 浸泡10min。

[0022] 将经过预浸的聚氨酯片放入镀液, 固定在液面下, 氢氧化钠控制镀液pH为8.5~8.8, 油浴控制镀液温度为86 °C~88 °C。反应30min后, 取出, 去离子水洗净, 风干, 即获得金属钴/石墨烯复合泡沫材料。

[0023]

#### 实施例5

称取1.5g CoSO<sub>4</sub>, 2.1g NaH<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>, 30g H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, 5.8g 柠檬酸钠, 依次溶解于水, 混合均匀, 定容至100mL, 取其中20mL放入小烧杯中, 加入4g/L氧化石墨烯3mL, 超声分散均匀, 作为镀液。

[0024] 称取次磷酸钠0.3g, 溶解, 加入4g/L氧化石墨烯2.5mL, 加水至10mL, 超声处理10min, 作为预浸液。将经过步骤(1)处理过的聚氨酯泡沫, 挤干放入预浸液, 浸泡10min。

[0025] 将经过预浸的聚氨酯片放入镀液, 固定在液面下, 氢氧化钠控制镀液pH为8.5~8.8, 油浴控制镀液温度为86 °C~88 °C。反应120min后, 取出, 去离子水洗净, 风干, 即获得金属钴/石墨烯复合泡沫材料。

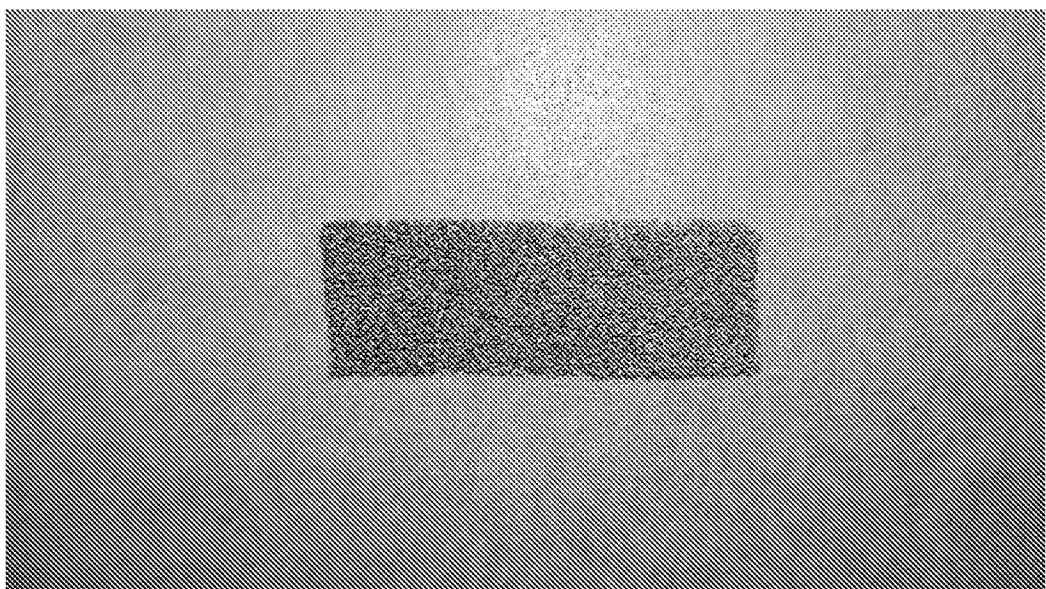


图1

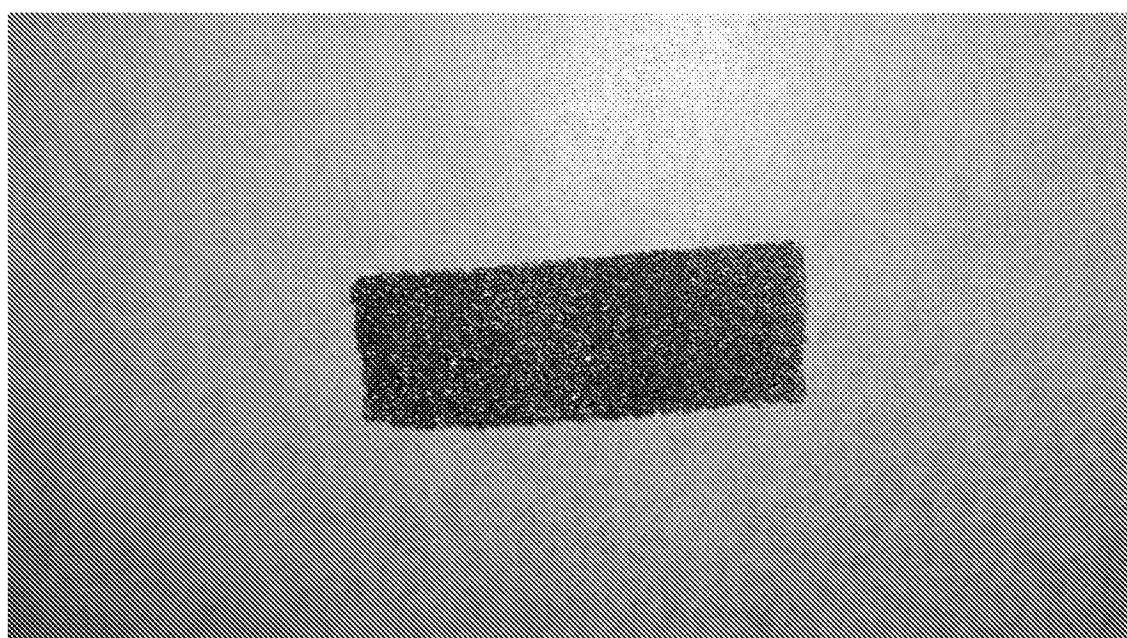


图2

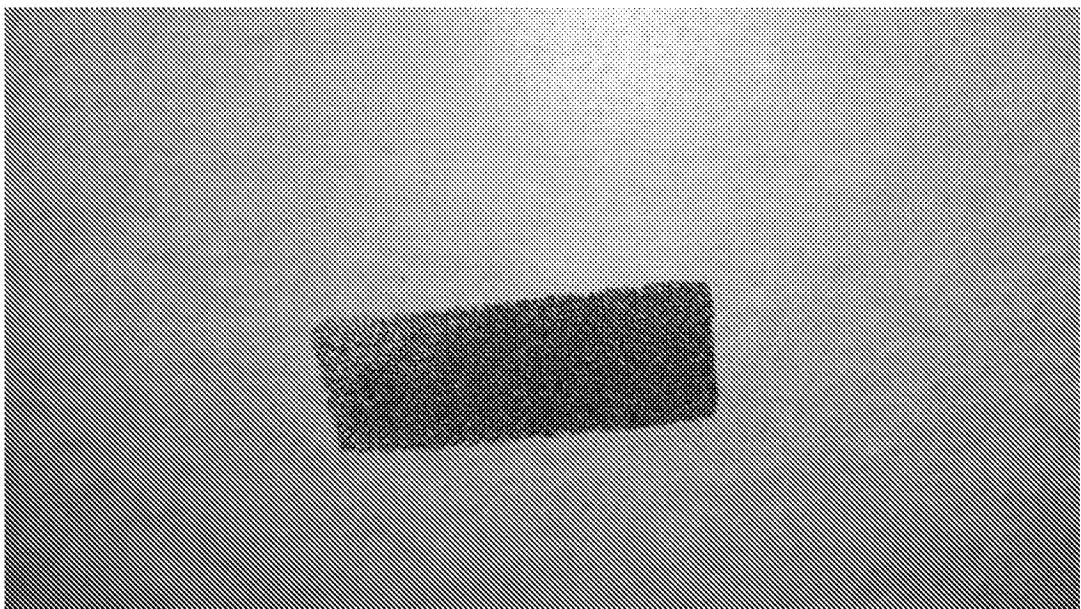


图3