



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106801335 A

(43)申请公布日 2017.06.06

(21)申请号 201611136532.3

G22B 3/40(2006.01)

(22)申请日 2016.12.12

D06M 101/40(2006.01)

(71)申请人 东莞市佳乾新材料科技有限公司

地址 523000 广东省东莞市松山湖高新技术
产业开发区创新科技园11号楼2楼

(72)发明人 王海燕

(74)专利代理机构 北京众合诚成知识产权代理
有限公司 11246

代理人 连平

(51)Int.Cl.

D06M 11/83(2006.01)

G23C 18/36(2006.01)

G23C 18/18(2006.01)

G22B 7/00(2006.01)

G22B 23/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书7页

(54)发明名称

一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,包括以下步骤:首先将碳纤维通过高温煅烧除去表面的胶,然后中和处理;将处理后的碳纤维浸泡在浓硝酸中进行粗化处理;然后将粗化后的碳纤维浸泡在氯化钡、氯化铵、硫氰酸钠和去离子水组成的活化液中活化处理;将硫酸镍、次亚磷酸钠、醋酸铵、硫脲、柠檬酸、酒石酸、氨水和去离子水混合均匀制得化学镀液,并对活化后的碳纤维表面进行镀镍处理,并收集化学镀过程中的废液,并对废液进行处理并回收镍。该方法制得的表面镀镍碳纤维导电性能好,力学性能优异,耐蚀性能佳,且镀层与碳纤维表面结合力好,对环境无污染。

1. 一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将碳纤维进行高温灼烧10-30min,然后置于10%氢氧化钠溶液中,100-400W功率下超声20-50min,然后取出用去离子水清洗至中性,80-90℃下干燥,待用;

(2) 将步骤(1)得到的碳纤维浸泡在浓硝酸中,密封,在80-100℃水浴、800-1500转/分的转速下处理10-40min,取出后用去离子水洗涤至中性,然后干燥,得到粗化后的碳纤维;

(3) 将氯化钡、氯化铵和去离子水混合搅拌均匀,然后向溶液中加入硫氰酸钠,300W功率超声10-30min,制得活化液;将粗化后的碳纤维浸泡在活化液中,30-40℃,200-300W的功率下超声2-5min,取出,用去离子水清洗至中性,烘干待用;

(4) 将硫酸镍溶于水,然后依次向溶液中加入次亚磷酸钠、醋酸铵、硫脲、柠檬酸、酒石酸混合搅拌均匀后,最后向溶液中逐滴加入氨水调节溶液pH至5.5-6,制得化学镀液;

(5) 将步骤(3)得到的碳纤维浸泡在化学镀液中,100-300W功率、80-95℃下,处理10-30min,然后取出碳纤维用去离子水洗涤碳纤维3-5次,并收集化学镀镍中的废水,洗涤后的碳纤维80-90℃下干燥得到高性能表面镀镍碳纤维;

(6) 调节步骤(5)收集的化学镀镍废液的pH值至4-6,将复合萃取剂经稀释剂稀释后,对上述化学镀镍废液进行逆流萃取,得到富镍有机相;

(7) 将上述富镍有机相用无机酸反萃取,得到有机相和无机相,将有机相中的复合萃取剂回收利用,水相经蒸发浓缩、结晶、离心脱水,得到金属镍。

2. 如权利要求1所述的一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,其特征在于:步骤(1)中,所述高温灼烧的温度为350-550℃。

3. 如权利要求1所述的一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,其特征在于:步骤(3)活化液中,氯化钡、氯化铵和硫氰酸钠的浓度分别为:氯化钡0.1-0.5g/L、氯化铵0.1-0.3g/L、硫氰酸钠1-4g/L。

4. 如权利要求1所述的一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,其特征在于:步骤(4)化学镀镍中,各组分浓度分别为硫酸镍10-20g/L、次亚磷酸钠8-17g/L、醋酸铵15-22mg/L、硫脲10-30mg/L、柠檬酸1-3g/L、酒石酸0.5-2.2g/L、氨水25-35ml/L。

5. 如权利要求1所述的一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,其特征在于:步骤(6)中,所述复合萃取剂是由有机磷酸萃取剂和醛肟类萃取剂组成,有机萃取剂和醛肟类萃取剂的体积比为(1-5):1。

6. 如权利要求5所述的一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,其特征在于:所述有机萃取剂为P204、P507和C272,所述醛肟类萃取剂为lix63和N902。

7. 如权利要求1所述的一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,其特征在于:步骤(6)中,所述稀释剂为磺化煤油、航空煤油中的一种,稀释后有机磷酸萃取剂的体积百分比为20-50%。

8. 如权利要求1所述的一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,其特征在于:步骤(7)中,所述无机酸为0.5-4mol/L的硫酸或盐酸。

一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法

技术领域：

[0001] 本发明涉及碳纤维表面改性领域，具体的涉及一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法。

背景技术：

[0002] 碳纤维是通过高温热解制备出来的，其特殊的形貌和结构具有比强度高、比模量高、耐高温、耐腐蚀、导电、传热和热膨胀系数小等一系列优异性能。但未经处理的碳纤维表面极性基团的含量较少，表面能低，反应活性低，与基体的粘结性差，界面中存在较多的缺陷直接影响了复合材料的力学性能，限制了碳纤维高性能的发挥。为了改善界面性能，可以通过对碳纤维进行表面改性的办法来提高其对基体的浸润性和粘结性，碳纤维表面金属化后改变表面的状态和结构，实现对碳纤维表面的控制，改善碳纤维的分散性，提高表面活性，使表面产生新的功能改善碳纤维与其它物质的相容性获得了各种新型的功能材料。

[0003] 目前，碳纤维表面金属化的方法分为物理方法和化学方法。物理方法包括溅射法、离子镀膜法和金属粉末喷涂等。化学法主要采用化学镀和电镀法，化学镀与电镀相比最大的优点是镀层厚度均匀、针孔率低。化学镀镍具有优良的均镀和深镀能力，且设备简单，操作方便，是一种十分有效的表面处理方法。

[0004] 化学镀是利用还原剂与金属盐在同一化学镀液中所进行的自催化氧化还原的反应，在固体的表面沉积金属镀层的技术，如何提高镀层与基体的结合力以及提高镀层的力学性能和耐蚀性能是化学镀技术的研究关键。

发明内容：

[0005] 本发明公开了一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法，该方法制得的镀镍纤维导电性能好，力学性能优异，镀层与碳纤维基体结合力好，耐蚀性能优异，且该制备方法简单，对环境无二次污染。

[0006] 为实现上述目的，本发明采用以下技术方案：

[0007] 一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法，包括以下步骤：

[0008] (1) 将碳纤维进行高温灼烧10-30min，然后置于10%氢氧化钠溶液中，100-400W功率下超声20-50min，然后取出用去离子水清洗至中性，80-90℃下干燥，待用；

[0009] (2) 将步骤(1)得到的碳纤维浸泡在浓硝酸中，密封，在80-100℃水浴、800-1500转/分的转速下处理10-40min，取出后用去离子水洗涤至中性，然后干燥，得到粗化后的碳纤维；

[0010] (3) 将氯化钯、氯化铵和去离子水混合搅拌均匀，然后向溶液中加入硫氰酸钠，300W功率超声10-30min，制得活化液；将粗化后的碳纤维浸泡在活化液中，30-40℃，200-300W的功率下超声2-5min，取出，用去离子水清洗至中性，烘干待用；

[0011] (4) 将硫酸镍溶于水，然后依次向溶液中加入次亚磷酸钠、醋酸铵、硫脲、柠檬酸、酒石酸混合搅拌均匀后，最后向溶液中逐滴加入氨水调节溶液pH至5.5-6，制得化学镀液；

[0012] (5) 将步骤(3)得到的碳纤维浸泡在化学镀液中,100-300W功率、80-95℃下,处理10-30min,然后取出碳纤维用去离子水洗涤碳纤维3-5次,并收集化学镀镍中的废水,洗涤后的碳纤维80-90℃下干燥得到高性能表面镀镍碳纤维;

[0013] (6) 调节步骤(5)收集的化学镀镍废液的pH值至4-6,将复合萃取剂经稀释剂稀释后,对上述化学镀镍废液进行逆流萃取,得到富镍有机相;

[0014] (7) 将上述富镍有机相用无机酸反萃取,得到有机相和无机相,将有机相中的复合萃取剂回收利用,水相经蒸发浓缩、结晶、离心脱水,得到金属镍。

[0015] 作为上述技术方案的优选,步骤(1)中,所述高温灼烧的温度为350-550℃。

[0016] 作为上述技术方案的优选,步骤(3)活化液中,氯化钬、氯化铵和硫氰酸钠的浓度分别为:氯化钬0.1-0.5g/L、氯化铵0.1-0.3g/L、硫氰酸钠1-4g/L。

[0017] 作为上述技术方案的优选,步骤(4)化学镀镍中,各组分浓度分别为硫酸镍10-20g/L、次亚磷酸钠8-17g/L、醋酸铵15-22mg/L、硫脲10-30mg/L、柠檬酸1-3g/L、酒石酸0.5-2.2g/L、氨水25-35ml/L。

[0018] 作为上述技术方案的优选,步骤(6)中,所述复合萃取剂是由有机磷酸萃取剂和醛肟类萃取剂组成,有机萃取剂和醛肟类萃取剂的体积比为(1-5):1。

[0019] 作为上述技术方案的优选,所述有机萃取剂为P204、P507和C272,所述醛肟类萃取剂为lix63和N902。

[0020] 作为上述技术方案的优选,步骤(6)中,所述稀释剂为磺化煤油、航空煤油中的一种,稀释后有机磷酸萃取剂的体积百分比为20-50%。

[0021] 作为上述技术方案的优选,步骤(7)中,所述无机酸为0.5-4mol/L的硫酸或盐酸。

[0022] 本发明具有以下有益效果:

[0023] 本发明通过合理选择活化液的组分和含量,将氯化钬、氯化铵和硫氰酸钠组成活化液,其稳定性好,与现有的氧化亚锡溶液作为敏化剂,氯化钬盐酸溶液作为活化剂处理相比,避免了碳纤维表面吸附亚锡离子而影响镀层的均匀性以及镀层与基体的结合力;

[0024] 另一方面,本发明在化学镀液中加入适量的醋酸铵、硫脲作为缓蚀剂,加入柠檬酸、酒石酸作为络合剂,斌合理控制氨水的滴加速度,使得制得的化学镀液稳定性好,镀层与基体的结合力好。

具体实施方式:

[0025] 为了更好的理解本发明,下面通过实施例对本发明进一步说明,实施例只用于解释本发明,不会对本发明构成任何的限定。

[0026] 实施例1

[0027] 一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0028] (1) 将碳纤维在350℃下进行高温灼烧10min,然后置于10%氢氧化钠溶液中,100W功率下超声20min,然后取出用去离子水清洗至中性,80-90℃下干燥,待用;

[0029] (2) 将步骤(1)得到的碳纤维浸泡在浓硝酸中,密封,在80℃水浴、800转/分的转速下处理10min,取出后用去离子水洗涤至中性,然后干燥,得到粗化后的碳纤维;

[0030] (3) 将氯化钬、氯化铵和去离子水混合搅拌均匀,然后向溶液中加入硫氰酸钠,300W功率超声10min,制得活化液;其中,各组分浓度为:氯化钬0.1g/L、氯化铵0.1g/L、硫氰

酸钠1g/L,将粗化后的碳纤维浸泡在活化液中,30-40℃,200W的功率下超声2min,取出,用去离子水清洗至中性,烘干待用;

[0031] (4)将硫酸镍溶于水,然后依次向溶液中加入次亚磷酸钠、醋酸铵、硫脲、柠檬酸、酒石酸混合搅拌均匀后,最后向溶液中逐滴加入氨水调节溶液pH至5.5-6,制得化学镀液;其中,各组分浓度分别为:硫酸镍10g/L、次亚磷酸钠8g/L、醋酸铵15mg/L、硫脲10mg/L、柠檬酸1g/L、酒石酸0.5g/L、氨水25ml/L;

[0032] (5)将步骤(3)得到的碳纤维浸泡在化学镀液中,100W功率、80℃下,处理10min,然后取出碳纤维用去离子水洗涤碳纤维3-5次,并收集化学镀镍中的废水,洗涤后的碳纤维80-90℃下干燥得到高性能表面镀镍碳纤维;

[0033] (6)调节步骤(5)收集的化学镀镍废液的pH值至4-6,将复合萃取剂经磺化煤油稀释后,对上述化学镀镍废液进行逆流萃取,得到富镍有机相;其中,复合萃取剂是由有机磷酸萃取剂和醛肟类萃取剂组成,有机萃取剂和醛肟类萃取剂的体积比为1:1,稀释后有机磷酸萃取剂的体积百分比为20%;

[0034] (7)将上述富镍有机相用0.5mol/L的硫酸反萃取,得到有机相和无机相,将有机相中的复合萃取剂回收利用,水相经蒸发浓缩、结晶、离心脱水,得到金属镍。

[0035] 实施例2

[0036] 一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0037] (1)将碳纤维在550℃下进行高温灼烧30min,然后置于10%氢氧化钠溶液中,400W功率下超声50min,然后取出用去离子水清洗至中性,80-90℃下干燥,待用;

[0038] (2)将步骤(1)得到的碳纤维浸泡在浓硝酸中,密封,在100℃水浴、1500转/分的转速下处理40min,取出后用去离子水洗涤至中性,然后干燥,得到粗化后的碳纤维;

[0039] (3)将氯化钡、氯化铵和去离子水混合搅拌均匀,然后向溶液中加入硫氰酸钠,300W功率超声30min,制得活化液;其中,各组分浓度为:氯化钡0.5g/L、氯化铵0.3g/L、硫氰酸钠4g/L,将粗化后的碳纤维浸泡在活化液中,30-40℃,200-300W的功率下超声5min,取出,用去离子水清洗至中性,烘干待用;

[0040] (4)将硫酸镍溶于水,然后依次向溶液中加入次亚磷酸钠、醋酸铵、硫脲、柠檬酸、酒石酸混合搅拌均匀后,最后向溶液中逐滴加入氨水调节溶液pH至5.5-6,制得化学镀液;其中,各组分浓度分别为:硫酸镍20g/L、次亚磷酸钠17g/L、醋酸铵22mg/L、硫脲30mg/L、柠檬酸3g/L、酒石酸2.2g/L、氨水35ml/L;

[0041] (5)将步骤(3)得到的碳纤维浸泡在化学镀液中,300W功率、95℃下,处理30min,然后取出碳纤维用去离子水洗涤碳纤维3-5次,并收集化学镀镍中的废水,洗涤后的碳纤维80-90℃下干燥得到高性能表面镀镍碳纤维;

[0042] (6)调节步骤(5)收集的化学镀镍废液的pH值至4-6,将复合萃取剂经航空煤油稀释后,对上述化学镀镍废液进行逆流萃取,得到富镍有机相;其中,复合萃取剂是由有机磷酸萃取剂和醛肟类萃取剂组成,有机萃取剂和醛肟类萃取剂的体积比为5:1,稀释后有机磷酸萃取剂的体积百分比为20-50%;

[0043] (7)将上述富镍有机相用4mol/L的盐酸反萃取,得到有机相和无机相,将有机相中的复合萃取剂回收利用,水相经蒸发浓缩、结晶、离心脱水,得到金属镍。

[0044] 实施例3

[0045] 一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0046] (1) 将碳纤维在400℃下进行高温灼烧15min,然后置于10%氢氧化钠溶液中,200W功率下超声30min,然后取出用去离子水清洗至中性,80-90℃下干燥,待用;

[0047] (2) 将步骤(1)得到的碳纤维浸泡在浓硝酸中,密封,在85℃水浴、900转/分的转速下处理20min,取出后用去离子水洗涤至中性,然后干燥,得到粗化后的碳纤维;

[0048] (3) 将氯化钡、氯化铵和去离子水混合搅拌均匀,然后向溶液中加入硫氰酸钠,300W功率超声15min,制得活化液;其中,各组分浓度为:氯化钡0.2g/L、氯化铵0.15g/L、硫氰酸钠2g/L,将粗化后的碳纤维浸泡在活化液中,30-40℃,200-300W的功率下超声3min,取出,用去离子水清洗至中性,烘干待用;

[0049] (4) 将硫酸镍溶于水,然后依次向溶液中加入次亚磷酸钠、醋酸铵、硫脲、柠檬酸、酒石酸混合搅拌均匀后,最后向溶液中逐滴加入氨水调节溶液pH至5.5-6,制得化学镀液;其中,各组分浓度分别为:硫酸镍13g/L、次亚磷酸钠10g/L、醋酸铵17mg/L、硫脲15mg/L、柠檬酸1.5g/L、酒石酸1g/L、氨水27ml/L;

[0050] (5) 将步骤(3)得到的碳纤维浸泡在化学镀液中,150W功率、85℃下,处理15min,然后取出碳纤维用去离子水洗涤碳纤维3-5次,并收集化学镀镍中的废水,洗涤后的碳纤维80-90℃下干燥得到高性能表面镀镍碳纤维;

[0051] (6) 调节步骤(5)收集的化学镀镍废液的pH值至4-6,将复合萃取剂经磺化煤油稀释后,对上述化学镀镍废液进行逆流萃取,得到富镍有机相;其中,复合萃取剂是由有机磷酸萃取剂和醛肟类萃取剂组成,有机萃取剂和醛肟类萃取剂的体积比为2:1,稀释后有机磷酸萃取剂的体积百分比为30%;

[0052] (7) 将上述富镍有机相用1mol/L的硫酸反萃取,得到有机相和无机相,将有机相中的复合萃取剂回收利用,水相经蒸发浓缩、结晶、离心脱水,得到金属镍。

[0053] 实施例4

[0054] 一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0055] (1) 将碳纤维在450℃下进行高温灼烧20min,然后置于10%氢氧化钠溶液中,300W功率下超声40min,然后取出用去离子水清洗至中性,80-90℃下干燥,待用;

[0056] (2) 将步骤(1)得到的碳纤维浸泡在浓硝酸中,密封,在90℃水浴、1100转/分的转速下处理30min,取出后用去离子水洗涤至中性,然后干燥,得到粗化后的碳纤维;

[0057] (3) 将氯化钡、氯化铵和去离子水混合搅拌均匀,然后向溶液中加入硫氰酸钠,300W功率超声20min,制得活化液;其中,各组分浓度为:氯化钡0.3g/L、氯化铵0.2g/L、硫氰酸钠3g/L,将粗化后的碳纤维浸泡在活化液中,30-40℃,200-300W的功率下超声4min,取出,用去离子水清洗至中性,烘干待用;

[0058] (4) 将硫酸镍溶于水,然后依次向溶液中加入次亚磷酸钠、醋酸铵、硫脲、柠檬酸、酒石酸混合搅拌均匀后,最后向溶液中逐滴加入氨水调节溶液pH至5.5-6,制得化学镀液;其中,各组分浓度分别为:硫酸镍16g/L、次亚磷酸钠12g/L、醋酸铵19mg/L、硫脲20mg/L、柠檬酸2g/L、酒石酸1.5g/L、氨水29ml/L;

[0059] (5) 将步骤(3)得到的碳纤维浸泡在化学镀液中,200W功率、90℃下,处理20min,然后取出碳纤维用去离子水洗涤碳纤维3-5次,并收集化学镀镍中的废水,洗涤后的碳纤维80-90℃下干燥得到高性能表面镀镍碳纤维;

[0060] (6) 调节步骤(5)收集的化学镀镍废液的pH值至4-6,将复合萃取剂经航空煤油稀释后,对上述化学镀镍废液进行逆流萃取,得到富镍有机相;其中,复合萃取剂是由有机磷酸萃取剂和醛肟类萃取剂组成,有机萃取剂和醛肟类萃取剂的体积比为3:1,稀释后有机磷酸萃取剂的体积百分比为40%;

[0061] (7) 将上述富镍有机相用2mol/L的盐酸反萃取,得到有机相和无机相,将有机相中的复合萃取剂回收利用,水相经蒸发浓缩、结晶、离心脱水,得到金属镍。

[0062] 实施例5

[0063] 一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0064] (1) 将碳纤维在500℃下进行高温灼烧25min,然后置于10%氢氧化钠溶液中,350W功率下超声45min,然后取出用去离子水清洗至中性,80-90℃下干燥,待用;

[0065] (2) 将步骤(1)得到的碳纤维浸泡在浓硝酸中,密封,在95℃水浴、1400转/分的转速下处理35min,取出后用去离子水洗涤至中性,然后干燥,得到粗化后的碳纤维;

[0066] (3) 将氯化钡、氯化铵和去离子水混合搅拌均匀,然后向溶液中加入硫氰酸钠,300W功率超声25min,制得活化液;其中,各组分浓度为:氯化钡0.4g/L、氯化铵0.25g/L、硫氰酸钠3.5g/L,将粗化后的碳纤维浸泡在活化液中,30-40℃,200-300W的功率下超声4min,取出,用去离子水清洗至中性,烘干待用;

[0067] (4) 将硫酸镍溶于水,然后依次向溶液中加入次亚磷酸钠、醋酸铵、硫脲、柠檬酸、酒石酸混合搅拌均匀后,最后向溶液中逐滴加入氨水调节溶液pH至5.5-6,制得化学镀液;其中,各组分浓度分别为:硫酸镍18g/L、次亚磷酸钠13g/L、醋酸铵20mg/L、硫脲25mg/L、柠檬酸2.5g/L、酒石酸2.0g/L、氨水30ml/L;

[0068] (5) 将步骤(3)得到的碳纤维浸泡在化学镀液中,250W功率、95℃下,处理25min,然后取出碳纤维用去离子水洗涤碳纤维3-5次,并收集化学镀镍中的废水,洗涤后的碳纤维80-90℃下干燥得到高性能表面镀镍碳纤维;

[0069] (6) 调节步骤(5)收集的化学镀镍废液的pH值至4-6,将复合萃取剂经磺化煤油稀释后,对上述化学镀镍废液进行逆流萃取,得到富镍有机相;其中,复合萃取剂是由有机磷酸萃取剂和醛肟类萃取剂组成,有机萃取剂和醛肟类萃取剂的体积比为4:1,稀释后有机磷酸萃取剂的体积百分比为45%;

[0070] (7) 将上述富镍有机相用3mol/L的硫酸反萃取,得到有机相和无机相,将有机相中的复合萃取剂回收利用,水相经蒸发浓缩、结晶、离心脱水,得到金属镍。

[0071] 对比例1

[0072] 一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0073] (1) 将碳纤维在350℃下进行高温灼烧10min,然后置于10%氢氧化钠溶液中,100W功率下超声20min,然后取出用去离子水清洗至中性,80-90℃下干燥,待用;

[0074] (2) 将步骤(1)得到的碳纤维浸泡在浓硝酸中,密封,在80℃水浴、800转/分的转速下处理10min,取出后用去离子水洗涤至中性,然后干燥,得到粗化后的碳纤维;

[0075] (3) 将碳纤维在20-30%的氯化亚锡的浓盐酸溶液中,处理5min,然后在氯化亚锡和氯化钡的混合浓盐酸溶液中活化处理5min;取出,用去离子水清洗至中性,烘干待用;其中,氯化亚锡、氯化钡的混合浓盐酸溶液中氯化亚锡、氯化钡的质量比为70:1;

[0076] (4) 将硫酸镍溶于水,然后依次向溶液中加入次亚磷酸钠、醋酸铵、硫脲、柠檬酸、

酒石酸混合搅拌均匀后,最后向溶液中逐滴加入氨水调节溶液pH至5.5-6,制得化学镀液;其中,各组分浓度分别为:硫酸镍10g/L、次亚磷酸钠8g/L、醋酸铵15mg/L、硫脲10mg/L、柠檬酸1g/L、酒石酸0.5g/L、氨水25ml/L;

[0077] (5) 将步骤(3)得到的碳纤维浸泡在化学镀液中,100W功率、80℃下,处理10min,然后取出碳纤维用去离子水洗涤碳纤维3-5次,并收集化学镀镍中的废水,洗涤后的碳纤维80-90℃下干燥得到高性能表面镀镍碳纤维;

[0078] (6) 调节步骤(5)收集的化学镀镍废液的pH值至4-6,将复合萃取剂经磺化煤油稀释后,对上述化学镀镍废液进行逆流萃取,得到富镍有机相;其中,复合萃取剂是由有机磷酸萃取剂和醛肟类萃取剂组成,有机萃取剂和醛肟类萃取剂的体积比为1:1,稀释后有机磷酸萃取剂的体积百分比为20%;

[0079] (7) 将上述富镍有机相用0.5mol/L的硫酸反萃取,得到有机相和无机相,将有机相中的复合萃取剂回收利用,水相经蒸发浓缩、结晶、离心脱水,得到金属镍。

[0080] 对比例2

[0081] 一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0082] (1) 将碳纤维在350℃下进行高温灼烧10min,然后置于10%氢氧化钠溶液中,100W功率下超声20min,然后取出用去离子水清洗至中性,80-90℃下干燥,待用;

[0083] (2) 将步骤(1)得到的碳纤维浸泡在浓硝酸中,密封,在80℃水浴、800转/分的转速下处理10min,取出后用去离子水洗涤至中性,然后干燥,得到粗化后的碳纤维;

[0084] (3) 将氯化钡、氯化铵和去离子水混合搅拌均匀,然后向溶液中加入硫氰酸钠,300W功率超声10min,制得活化液;其中,各组分浓度为:氯化钡0.1g/L、氯化铵0.1g/L、硫氰酸钠1g/L,将粗化后的碳纤维浸泡在活化液中,30-40℃,200W的功率下超声2min,取出,用去离子水清洗至中性,烘干待用;

[0085] (4) 将硫酸镍溶于水,然后依次向溶液中加入次亚磷酸钠、柠檬酸、酒石酸混合搅拌均匀后,最后向溶液中逐滴加入氨水调节溶液pH至5.5-6,制得化学镀液;其中,各组分浓度分别为:硫酸镍10g/L、次亚磷酸钠8g/L、柠檬酸1g/L、酒石酸0.5g/L、氨水25ml/L;

[0086] (5) 将步骤(3)得到的碳纤维浸泡在化学镀液中,100W功率、80℃下,处理10min,然后取出碳纤维用去离子水洗涤碳纤维3-5次,并收集化学镀镍中的废水,洗涤后的碳纤维80-90℃下干燥得到高性能表面镀镍碳纤维;

[0087] (6) 调节步骤(5)收集的化学镀镍废液的pH值至4-6,将复合萃取剂经磺化煤油稀释后,对上述化学镀镍废液进行逆流萃取,得到富镍有机相;其中,复合萃取剂是由有机磷酸萃取剂和醛肟类萃取剂组成,有机萃取剂和醛肟类萃取剂的体积比为1:1,稀释后有机磷酸萃取剂的体积百分比为20%;

[0088] (7) 将上述富镍有机相用0.5mol/L的硫酸反萃取,得到有机相和无机相,将有机相中的复合萃取剂回收利用,水相经蒸发浓缩、结晶、离心脱水,得到金属镍。

[0089] 对比例3

[0090] 一种高性能表面镀镍碳纤维的制备方法,包括以下步骤:

[0091] (1) 将碳纤维在350℃下进行高温灼烧10min,然后置于10%氢氧化钠溶液中,100W功率下超声20min,然后取出用去离子水清洗至中性,80-90℃下干燥,待用;

[0092] (2) 将步骤(1)得到的碳纤维浸泡在浓硝酸中,密封,在80℃水浴、800转/分的转速

下处理10min,取出后用去离子水洗涤至中性,然后干燥,得到粗化后的碳纤维;

[0093] (3) 将氯化钡、氯化铵和去离子水混合搅拌均匀,然后向溶液中加入硫氰酸钠,300W功率超声10min,制得活化液;其中,各组分浓度为:氯化钡0.1g/L、氯化铵0.1g/L、硫氰酸钠1g/L,将粗化后的碳纤维浸泡在活化液中,30-40℃,200W的功率下超声2min,取出,用去离子水清洗至中性,烘干待用;

[0094] (4) 将硫酸镍溶于水,然后依次向溶液中加入次亚磷酸钠、醋酸铵、硫脲混合搅拌均匀后,最后向溶液中逐滴加入氨水调节溶液pH至5.5-6,制得化学镀液;其中,各组分浓度分别为:硫酸镍10g/L、次亚磷酸钠8g/L、醋酸铵15mg/L、硫脲10mg/L、氨水25ml/L;

[0095] (5) 将步骤(3)得到的碳纤维浸泡在化学镀液中,100W功率、80℃下,处理10min,然后取出碳纤维用去离子水洗涤碳纤维3-5次,并收集化学镀镍中的废水,洗涤后的碳纤维80-90℃下干燥得到高性能表面镀镍碳纤维;

[0096] (6) 调节步骤(5)收集的化学镀镍废液的pH值至4-6,将复合萃取剂经磺化煤油稀释后,对上述化学镀镍废液进行逆流萃取,得到富镍有机相;其中,复合萃取剂是由有机磷酸萃取剂和醛肟类萃取剂组成,有机萃取剂和醛肟类萃取剂的体积比为1:1,稀释后有机磷酸萃取剂的体积百分比为20%;

[0097] (7) 将上述富镍有机相用0.5mol/L的硫酸反萃取,得到有机相和无机相,将有机相中的复合萃取剂回收利用,水相经蒸发浓缩、结晶、离心脱水,得到金属镍。

[0098] 下面对本发明制得的镀层进行性能测试。

[0099] 拉伸性能测试

[0100] 利用高低温拉伸试验机和真空加热炉对12K镀镍碳纤维复丝分别进行了室温拉伸、400℃高温有氧条件下拉伸和真空800℃加热后室温拉伸,加载速率为0.5mm/min。

[0101] 表1不同条件测试下的抗拉强度

[0102]

	室温,最大抗拉强度 /MPa	400℃高温有氧,最 大抗拉强度/MPa	真空 800℃加热 后室温拉伸/MPa
实施例 1	1080.05	1050.06	1065.52
实施例 2	1152.63	1143.52	1147.75
实施例 3	1129.66	1115.55	1119.12
实施例 4	1158.03	1132.29	1149.69
实施例 5	1166.66	1145.52	1150.06
对比例 1	1010.92	730.12	869.63
对比例 2	1020.01	860.75	911.69
对比例 3	1037.98	702.13	905.48
未镀镍碳纤维	1135.5	——	——

[0103] 从上述表格来看,本发明采用氯化钡、氯化铵和硫氰酸钠作为活化液,并在化学镀液中加入适量的柠檬酸、酒石酸作为络合剂以及硫脲、醋酸铵作为缓蚀剂,制得的镀镍碳纤维力学性能好,且热稳定性能优异。