



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103922687 A

(43) 申请公布日 2014. 07. 16

(21) 申请号 201410156654. 3

(22) 申请日 2014. 04. 18

(71) 申请人 河南师范大学

地址 453007 河南省新乡市牧野区建设东路
46 号

(72) 发明人 杨洪 吕艳杰 张哲亮 王佩
宁黔冀

(74) 专利代理机构 新乡市平原专利有限责任公
司 41107

代理人 路宽

(51) Int. Cl.

C04B 28/14 (2006. 01)

C04B 22/02 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种氧化石墨烯增强石膏复合材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种氧化石墨烯增强石膏复合材料及其制备方法,属于医药生物材料技术领域。本发明的技术方案要点为:一种氧化石墨烯增强石膏复合材料,是由氧化石墨烯与石膏复合而形成的,其中氧化石墨烯的掺入量为石膏质量的0.06%-0.12%。本发明还公开了该氧化石墨烯增强石膏复合材料的制备方法。本发明通过将氧化石墨烯复合至石膏胶凝材料中,可以有效提高石膏的抗弯、抗压强度,从而改善石膏的力学性能,进一步扩大石膏的应用领域。

1. 一种氧化石墨烯增强石膏复合材料,其特征在于是由氧化石墨烯与石膏复合而形成的,其中氧化石墨烯的掺入量为石膏质量的 0.06%-0.12%。

2. 根据权利要求 1 所述的氧化石墨烯增强石膏复合材料,其特征在于:所述的氧化石墨烯为单层氧化石墨烯。

3. 根据权利要求 1 所述的氧化石墨烯增强石膏复合材料,其特征在于:所述的石膏为 α -半水石膏。

4. 一种权利要求 1 或 2 或 3 所述的氧化石墨烯增强石膏复合材料的制备方法,其特征在于包括以下步骤:(1)氧化石墨烯的制备,在 250mL 三口烧瓶中加入 13mL 质量浓度为 98% 的浓硫酸、2.5g 过二硫酸钾和 2.5g 五氧化二磷,升温至 90℃ 完全溶解后,降温至 80℃ 机械搅拌均匀,加入 3g 石墨粉,于 80℃ 温度反应 4.5-5h,冷却至室温后用 500mL 去离子水稀释并搅拌分散均匀,静置 24h 后抽滤,用去离子水清洗至中性后于 40℃ 温度干燥得样品 A;在 250mL 三口烧瓶中加入 36mL 质量浓度为 98% 的浓硫酸,冰浴条件下加入 0.9-1.1g 样品 A 并搅拌分散均匀,加入 5.0g 高锰酸钾撤去冰浴,在室温下搅拌 10min,然后升温至 35℃ 反应 8h,加入 80mL 去离子水,温度不超过 50℃ 搅拌 2h,再加入 230mL 去离子水,滴加 2-3mL 质量浓度为 30% 的双氧水,颜色由褐色变为黄褐色,搅拌 30min 后静置 12-24h;9000rpm 离心分离,用质量浓度为 10% 的稀盐酸洗去硫酸根离子直至氯化钡检测无沉淀,再用去离子水洗至中性,超声 2h 后 3000rpm 离心 30min,取上清液即为氧化石墨烯分散液;(2)氧化石墨烯增强石膏复合材料的制备,按照 α -半水石膏与氧化石墨烯分散液的质量比为 1:0.9 的配比制备氧化石墨烯增强石膏复合材料。

一种氧化石墨烯增强石膏复合材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于医药生物材料技术领域,具体涉及一种氧化石墨烯增强石膏复合材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 石墨烯是迄今为止人类发现的强度最大、韧性最好、比表面积最大的材料,氧化石墨烯(Grapheneoxide,GO)是化学法制备石墨烯的中间产物,其主要力学性能与石墨烯几乎没有区别,而且结构中含有羟基(-OH)、羧基(-COOH)和环氧基(-O-)等亲水性基团,具有水溶性,对一些高分子材料、无机非金属材料等具有显著的增强增韧作用。

发明内容

[0003] 本发明解决的技术问题是提供了一种氧化石墨烯增强石膏复合材料及其制备方法,该复合材料将氧化石墨烯作为一种添加物复合至石膏胶凝材料中,有效地提高了石膏的力学性能。

[0004] 本发明的技术方案为:一种氧化石墨烯增强石膏复合材料,其特征在于是由氧化石墨烯与石膏复合而形成的,其中氧化石墨烯的掺入量为石膏质量的0.06%-0.12%。所述的氧化石墨烯为单层氧化石墨烯,所述的石膏为 α -半水石膏($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$)。

[0005] 本发明所述的氧化石墨烯增强石膏复合材料的制备方法,其特征包括以下步骤:(1)氧化石墨烯的制备,在250mL三口烧瓶中加入13mL质量浓度为98%的浓硫酸、2.5g过二硫酸钾和2.5g五氧化二磷,升温至90℃完全溶解后,降温至80℃机械搅拌均匀,加入3g石墨粉,于80℃温度反应4.5-5h,冷却至室温后用500mL去离子水稀释并搅拌分散均匀,静置24h后抽滤,用去离子水清洗至中性后于40℃温度干燥得样品A;在250mL三口烧瓶中加入36mL质量浓度为98%的浓硫酸,冰浴条件下加入0.9-1.1g样品A并搅拌分散均匀,加入5.0g高锰酸钾撤去冰浴,在室温下搅拌10min,然后升温至35℃反应8h,加入80mL去离子水,温度不超过50℃搅拌2h,再加入230mL去离子水,滴加2-3mL质量浓度为30%的双氧水,颜色由褐色变为黄褐色,搅拌30min后静置12-24h;9000rpm离心分离,用质量浓度为10%的稀盐酸洗去硫酸根离子直至氯化钡检测无沉淀,再用去离子水洗至中性,超声2h后3000rpm离心30min,取上清液即为氧化石墨烯分散液;(2)氧化石墨烯增强石膏复合材料的制备,按照 α -半水石膏与氧化石墨烯分散液的质量比为1:0.9的配比制备氧化石墨烯增强石膏复合材料。

[0006] 本发明通过将氧化石墨烯复合至石膏胶凝材料中,可以有效提高石膏的抗弯、抗压强度,从而改善石膏的力学性能,进一步扩大石膏的应用领域。

具体实施方式

[0007] 以下通过实施例对本发明的上述内容做进一步详细说明,但不应该将此理解为本发明上述主题的范围仅限于以下的实施例,凡基于本发明上述内容实现的技术均属于本发

明的范围。

[0008] 实施例 1

按照 α -半水石膏与去离子水的质量比为 1:0.9 的配比制备石膏试块, 尺寸为 8mm×8mm×40mm。

[0009] 实施例 2

在 250mL 三口烧瓶中加入 13mL 质量浓度为 98% 的浓硫酸、2.5g 过二硫酸钾和 2.5g 五氧化二磷, 升温至 90℃ 完全溶解后, 降温至 80℃ 机械搅拌均匀, 加入 3g 石墨粉, 于 80℃ 温度反应 4.5-5h, 冷却至室温后用 500mL 去离子水稀释并搅拌分散均匀, 静置 24h 后抽滤, 用水清洗至中性于 40℃ 温度干燥得样品 A; 在 250mL 三口烧瓶中加入 36mL 质量浓度为 98% 的浓硫酸, 冰浴条件下加入 1.1g 样品 A 并搅拌分散均匀, 加入 5.0g 高锰酸钾撤去冰浴, 在室温下搅拌 10min, 然后升温至 35℃ 反应 8h, 加入 80mL 去离子水, 温度不超过 50℃ 搅拌 2h, 再加入 230mL 去离子水, 滴加 2-3mL 质量浓度为 30% 的双氧水, 颜色由褐色变为黄褐色, 搅拌 30min 后静置 12-24h; 9000rpm 离心分离, 用质量浓度为 10% 的稀盐酸洗去硫酸根离子直至氯化钡检测无沉淀, 再用去离子水洗至中性, 超声 2h 后 3000rpm 离心 30min, 取上清液即为氧化石墨烯分散液 (1.5mg/mL), 上述方法制备的氧化石墨烯为单层氧化石墨烯, SEM 观察的平均尺寸 200-300nm, 氧化石墨烯的含氧量为 25.6%; (2) 氧化石墨烯增强石膏复合材料的制备, 按照 α -半水石膏与氧化石墨烯分散液的质量比为 1:0.9 的配比制备石膏试块, 其中氧化石墨烯的含量为石膏质量的 0.12%, 尺寸为 8mm×8mm×40mm。

[0010] 实施例 3

在 250mL 三口烧瓶中加入 13mL 质量浓度为 98% 的浓硫酸、2.5g 过二硫酸钾和 2.5g 五氧化二磷, 升温至 90℃ 完全溶解后, 降温至 80℃ 机械搅拌均匀, 加入 3g 石墨粉, 于 80℃ 温度反应 4.5-5h, 冷却至室温后用 500mL 去离子水稀释并搅拌分散均匀, 静置 24h 后抽滤, 用水清洗至中性于 40℃ 温度干燥得样品 A; 在 250mL 三口烧瓶中加入 36mL 质量浓度为 98% 的浓硫酸, 冰浴条件下加入 0.9g 样品 A 并搅拌分散均匀, 加入 5.0g 高锰酸钾撤去冰浴, 在室温下搅拌 10min, 然后升温至 35℃ 反应 8h, 加入 80mL 去离子水, 温度不超过 50℃ 搅拌 2h, 再加入 230mL 去离子水, 滴加 2-3mL 质量浓度为 30% 的双氧水, 颜色由褐色变为黄褐色, 搅拌 30min 后静置 12-24h; 9000rpm 离心分离, 用质量浓度为 10% 的稀盐酸洗去硫酸根离子直至氯化钡检测无沉淀, 再用去离子水洗至中性, 超声 2h 后 3000rpm 离心 30min, 取上清液即为氧化石墨烯分散液 (1.5mg/mL), 上述方法制备的氧化石墨烯为单层氧化石墨烯, SEM 观察的平均尺寸 200-300nm, 氧化石墨烯的含氧量为 25.6%; (2) 氧化石墨烯增强石膏复合材料的制备, 按照 α -半水石膏与氧化石墨烯分散液的质量比为 1:0.9 的配比制备石膏试块, 其中氧化石墨烯的含量为石膏质量的 0.06%, 尺寸为 8mm×8mm×40mm。

[0011] 力学性能测定结果

掺有氧化石墨烯的石膏的抗弯强度和抗压强度均明显较高。尤其是抗弯强度提高最多, 3d、7d 和 28d 的抗弯强度相对于普通石膏分别提高了 12.5%、22.0% 和 30.2%。同样, 抗压强度相对于普通石膏分别提高了 4.3%、15.4% 和 18.0%。由此可知, 氧化石墨烯的掺入能显著地提高石膏的抗弯强度和抗压强度。

[0012] 以上实施例描述了本发明的基本原理、主要特征及优点。本行业的技术人员应该了解, 本发明不受上述实施例的限制, 上述实施例和说明书中描述的只是说明本发明的原

理,在不脱离本发明原理的范围下,本发明还会有各种变化和改进,这些变化和改进均落入本发明保护的范围内。