



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105039975 B

(45)授权公告日 2017.05.10

(21)申请号 201510527327.9

C25D 3/12(2006.01)

(22)申请日 2015.08.26

C23C 16/26(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 蒋一征

申请公布号 CN 105039975 A

(43)申请公布日 2015.11.11

(73)专利权人 吉林大学

地址 130022 吉林省长春市人民大街5988号

(72)发明人 刘燕 白苑 郑在航 李淑一

韩志武 任露泉

(74)专利代理机构 长春市四环专利事务所(普

通合伙) 22103

代理人 张建成

(51)Int.Cl.

C23C 28/00(2006.01)

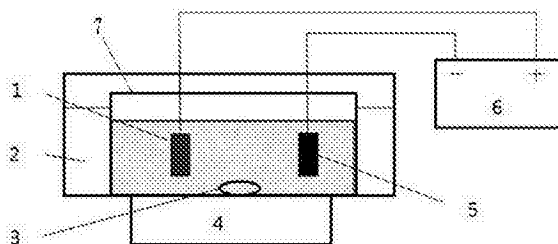
权利要求书1页 说明书7页 附图3页

(54)发明名称

一种不锈钢基底仿生超疏水石墨烯薄膜的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种不锈钢基底仿生超疏水石墨烯薄膜的制备方法,是仿照荷叶、玫瑰花、水稻和水龟等生物的超疏水微观结构,先以不锈钢为基底通过电沉积法形成具有微纳米结构的镍膜作为中间镀层,再以其为催化剂采用CVD法在镀镍不锈钢表面构筑微纳米尺度双层分级结构的仿生石墨烯薄膜。本发明镀镍工艺能够提高不锈钢的力学性能如耐磨性、硬度等,以及提高耐腐蚀性;低表面能石墨烯薄膜的沉积,使具有微纳米分级结构的不锈钢表面具有超疏水特性,将会广泛应用于对耐磨性、耐腐蚀性要求更加苛刻的领域。



1. 一种不锈钢基底超疏水仿生石墨烯薄膜的制备方法,该方法包括以下步骤:

(A)、不锈钢基底的预处理:将不锈钢基底表面进行机械打磨、抛光,去除不锈钢表面的氧化膜;

(B)、电沉积法制备镍膜镀层:将预处理后的不锈钢基底依次采用以下步骤进行处理,制得三维微纳米结构的镍膜镀层:

水洗:将预处理后的不锈钢基底在去离子水中超声清洗10min;

除油:将不锈钢基底取出,放入由20~35g/L的氢氧化钠、30~50g/L的碳酸钠和25~45g/L的磷酸钠组成的混合溶液中反应20min除去不锈钢基底表面的油污,反应温度为80℃;

水洗:将除油后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

酸洗:室温条件下,将不锈钢基底放入200~300mL/L盐酸中反应40~50s;

水洗:将酸洗后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

预镀镍:使用电沉积装置,室温下,将水洗后的不锈钢基底浸入由120~150g/L氯化镍和100~120mL/L盐酸组成的电镀液中进行不锈钢基底的预电镀,反应时间为4~6min,电流密度为1~3A/dm²;

水洗:将预镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

镀镍:使用电沉积装置,将水洗后的不锈钢基底浸入由250~350g/L氯化镍、55~65g/L硼酸和0.15g/L十二烷基磺酸钠组成的电镀液中进行不锈钢基底的电镀,反应时间为5min,温度为40~55℃,电流密度为1~9A/dm²,不锈钢基底在电镀液中进行化学置换反应,形成乳突状的三维镍膜结构;

水洗:将镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

干燥:将不锈钢基底放入干燥机中,100℃烘干;

(C)、化学气相沉积法构筑仿生石墨烯薄膜:将镀镍后的不锈钢放入化学气相沉积反应炉中反应,反应分为三个阶段:

升温阶段:将温度升高到900~1000℃后通入Ar和H₂,通入气体流量分别为200sccm和150sccm,反应时间为20~30min;

生长阶段:向反应炉中通入CH₄和H₂,通入气体流量分别为15~25sccm和65sccm,反应时间为5~10min;

降温阶段:最后向反应炉中通入Ar,流量为500sccm,然后逐步降温至室温。

2. 根据权利要求1所述的一种不锈钢基底超疏水仿生石墨烯薄膜的制备方法,其特征在于:电沉积法制备镍膜镀层所用的电沉积装置是由镍板(1)、水浴池(2)、磁子(3)、磁力搅拌器(4)、不锈钢件(5)、直流电源(6)和电镀槽(7)构成,水浴池(2)置于磁力搅拌器(4)之上,电镀槽(7)置于水浴池(2)中,磁子(3)置于电镀槽(7)中,镍板(1)和不锈钢件(5)分别接直流电源(6)的正、负极,镍板(1)和不锈钢件(5)置于电镀槽(7)中。

一种不锈钢基底仿生超疏水石墨烯薄膜的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于金属材料表面改性领域,具体涉及一种对不锈钢表面改性的方法,特别涉及一种采用仿生超疏水石墨烯薄膜改性不锈钢表面的方法。

背景技术

[0002] 石墨烯由于其独特的理化性能,例如导热性能、力学性能、高电子迁移率和量子霍尔效应等,使其在电化学传感器、选择性检测DNA、超级电容器以及太阳能电池等领域有着潜在的应用价值。目前,国内外制备石墨烯的主流方法包括微机械剥离法、外延生长法、化学气相沉淀法(CVD法)和氧化石墨还原法等。其中CVD法可以制备出高质量、大面积的石墨烯,是产业化生产石墨烯薄膜的方法,具体过程是:将碳氢化合物甲烷气体通入到高温加热的金属基底Cu、Ni的表面,反应持续一定时间后进行冷却,冷却过程中在基底表面便会形成数层或单层石墨烯,此过程中包含碳原子在基底上溶解及扩散生长两部分。

[0003] 不锈钢由于其强度高、造型美观、优异的耐蚀性和延展性等优点,使其在建筑材料、卫浴洁具、厨房用品、家用电器和医疗器械等领域有着广泛的应用。然而,随着人们对于材料综合性能要求的不断提高,不锈钢本身的性能已经不能满足需求,为赋予不锈钢表面某些特殊的理化性能,对不锈钢表面改性已逐渐成为研究热点。传统不锈钢表面改性方法主要有化学抛光、电化学抛光、钝化、化学着色、电化学着色和电镀等。随着科技的不断进步,不锈钢表面处理方法日益增多,包括离子注入、等离子冶金技术、化学气相沉积、溶胶凝胶涂敷法和水热法等。

[0004] 近来,在金属材料表面制备疏水性薄膜作为一种新型金属材料表面改性方法,得到越来越多的关注。自然界中的生物如荷叶、玫瑰花、水稻叶和水龟等表面具有微纳米双层分级结构,显示出卓越的超疏水性。采用CVD法制备出具有上述生物表面微观结构的超疏水性石墨烯薄膜,使其对不锈钢表面进行改性,改性后的不锈钢在保留原有金属特性的基础上,引入石墨烯独有的物理化学性能,这是一种新的尝试,也对表面改性处理技术的发展意义重大。

发明内容

[0005] 本发明目的是提供一种不锈钢基底仿生超疏水石墨烯薄膜的制备方法。

[0006] 本发明包括以下步骤:

[0007] A、不锈钢基底的预处理:将不锈钢基底表面进行机械打磨、抛光,去除不锈钢表面的氧化膜;

[0008] B、电沉积法制备镍膜镀层:将预处理后的不锈钢基底依次采用以下步骤进行处理,制得三维微纳米结构的镍膜镀层:

[0009] 水洗:将预处理后的不锈钢基底在去离子水中超声清洗10min;

[0010] 除油:将不锈钢基底取出,放入由20~35g/L的氢氧化钠、30~50g/L的碳酸钠和25~45g/L的磷酸钠组成的混合溶液中反应20min除去不锈钢基底表面的油污,反应温度为80

℃;

[0011] 水洗:将除油后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0012] 酸洗:室温条件下,将不锈钢基底放入200~300mL/L盐酸中反应40~50s;

[0013] 水洗:将酸洗后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0014] 预镀镍:使用电沉积装置,室温下,将水洗后的不锈钢基底浸入由120~150g/L氯化镍和100~120mL/L盐酸组成的电镀液中进行不锈钢基底的预电镀,反应时间为4~6min,电流密度为1~3A/dm²;

[0015] 水洗:将预镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0016] 镀镍:使用电沉积装置,将水洗后的不锈钢基底浸入由250~350g/L氯化镍、55~65g/L硼酸和0.15g/L十二烷基磺酸钠组成的电镀液中进行不锈钢基底的电镀,反应时间为5min,温度为40~55℃,电流密度为1~9A/dm²,不锈钢基底在电镀液中发生化学置换反应,形成乳突状的三维镍膜结构,即在不锈钢基底上形成微纳米多尺度双层分级结构表面;

[0017] 水洗:将镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0018] 干燥:将不锈钢基底放入干燥机中,100℃烘干。

[0019] C、CVD法构筑仿生石墨烯薄膜:将镀镍后的不锈钢放入化学气相沉积反应炉中反应,反应分为三个阶段:

[0020] 升温阶段:将温度升高到900~1000℃后通入Ar和H₂,通入气体流量分别为200sccm和150sccm,反应时间为20~30min;

[0021] 生长阶段:向反应炉中通入CH₄和H₂,通入气体流量分别为15~25sccm和65sccm,反应时间为5~10min;

[0022] 降温阶段:最后向反应炉中通入Ar,流量为500sccm,然后逐步降温至室温。

[0023] 与现有技术相比,本发明的有益效果为:

[0024] (1) 所得仿生石墨烯薄膜具有微纳米尺度双层分级结构,其所得接触角大于150°,达到超疏水状态;

[0025] (2) 镀镍工艺能够提高不锈钢的力学性能如耐磨性和硬度,以及耐蚀性;

[0026] (3) 低表面能薄膜石墨烯在不锈钢基底表面上的沉积,使制得的不锈钢材料具备更多潜在的应用价值。

附图说明

[0027] 图1为本发明电沉积法制备镍膜镀层的电沉积装置示意图。

[0028] 图2为本发明不锈钢基底在电镀镍膜和化学气相沉积后的SEM图,电流密度7A/dm²。

[0029] 图3为本发明不同电流密度获得的表面接触角,电流密度分别1、3、5、7和9A/dm²。

[0030] 图中:1-镍板;2-水浴池;3-磁子;4-磁力搅拌器;5-不锈钢件;6-直流电源;7-电镀槽。

具体实施方式

[0031] 本发明仿照荷叶、玫瑰花、水稻和水龟等生物的超疏水微观结构,以不锈钢为基底通过电沉积法先形成具有微纳米结构的镍膜作为中间镀层,再以镍膜为催化剂,采用CVD法

在镀镍不锈钢表面构筑微纳米尺度双层分级结构的仿生石墨烯薄膜。镀镍工艺能够提高不锈钢的力学性能如耐磨性、硬度等,以及提高耐蚀性;低表面能石墨烯薄膜的沉积,使具有微纳米分级结构的不锈钢表面具有超疏水特性,将会广泛应用于对耐磨性、耐蚀性要求更加苛刻的领域。

[0032] 本发明的步骤如下:

[0033] A、不锈钢基底表面的预处理:将不锈钢基底表面进行机械打磨、抛光,去除不锈钢表面的氧化膜;

[0034] B、电沉积法制备镍膜镀层:将预处理后的不锈钢基底表面依次采用以下工艺流程进行处理,制得三维微纳米结构的镍膜作为镀层:

[0035] 水洗:将预处理后的不锈钢基底在去离子水中超声清洗10min;

[0036] 除油:将不锈钢基底取出,放入由20~35g/L的氢氧化钠、30~50g/L的碳酸钠和25~45g/L的磷酸钠组成的混合溶液中反应20min除去不锈钢基底表面的油污,反应温度为80℃;

[0037] 水洗:将除油后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0038] 酸洗:室温条件下,将不锈钢基底放入200~300mL/L盐酸中反应40~50s;

[0039] 水洗:将酸洗后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0040] 预镀镍:使用电沉积装置,室温下,将水洗后的不锈钢基底浸入由120~150g/L氯化镍和100~120mL/L盐酸组成的电镀液中进行不锈钢基底的预电镀,时间为4~6min,电流密度为1~3A/dm²;

[0041] 水洗:将预镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0042] 镀镍:使用电沉积装置,将水洗后的不锈钢基底浸入由250~350g/L氯化镍、55~65g/L硼酸和0.15g/L十二烷基磺酸钠组成的电镀液中进行不锈钢基底的电镀,时间为5min,温度为40~55℃,电流密度为1~9A/dm²,不锈钢表面在电镀液中进行化学置换反应,形成乳突状的三维镍膜结构,即在不锈钢基底上形成微纳米多尺度双层分级结构表面;

[0043] 水洗:将镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0044] 干燥:将不锈钢基底放入干燥机中,100℃烘干。

[0045] C、化学气相沉积法构筑仿生石墨烯薄膜:将镀镍后的不锈钢放入化学气相沉积反应炉中反应,反应分为三个阶段:

[0046] 升温阶段:将温度升高到900~1000℃后通入Ar和H₂,通入气体流量分别为200sccm和150sccm,反应时间为20~30min;

[0047] 生长阶段:向反应炉中通入CH₄和H₂,通入气体流量分别为15~25sccm和65sccm,反应时间为5~10min;

[0048] 降温阶段:最后向反应炉中通入Ar,流量为500sccm,然后逐步降温至室温。

[0049] 最终得到的表面结构如图2所示。

[0050] 如图1所示,本发明的电沉积法制备镍膜镀层的电沉积装置是由镍板1、水浴池2、磁子3、磁力搅拌器4、不锈钢件5、直流电源6和电镀槽7构成,水浴池2置于磁力搅拌器4之上,电镀槽7置于水浴池2中,磁子3置于电镀槽7中,镍板1和不锈钢件5分别接直流电源6的正、负极,镍板1和不锈钢件5置于电镀槽7中。

[0051] 实施例1:

[0052] A、不锈钢基底表面的预处理：将不锈钢基底表面进行机械打磨、抛光，去除不锈钢表面的氧化膜；

[0053] B、电沉积法制备镍膜镀层：将预处理后的不锈钢基底表面依次采用以下工艺流程进行处理，制得三维微纳米结构的镍膜作为镀层：

[0054] 水洗：将预处理后的不锈钢基底在去离子水中超声清洗10min；

[0055] 除油：将不锈钢基底取出，放入由35g/L的氢氧化钠、45g/L的碳酸钠和30g/L的磷酸钠组成的混合溶液中反应20min除去不锈钢基底表面的油污，反应温度为80℃；

[0056] 水洗：将除油后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min；

[0057] 酸洗：室温条件下，将不锈钢基底放入250mL/L盐酸中反应50s；

[0058] 水洗：将酸洗后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min；

[0059] 预镀镍：室温下，将水洗后的不锈钢基底浸入由120g/L氯化镍和100mL/L盐酸组成的电镀液中进行不锈钢基底的预电镀，时间为5min，电流密度为3A/dm²；

[0060] 水洗：将预镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min；

[0061] 镀镍：将水洗后的不锈钢基底浸入由350g/L氯化镍、65g/L硼酸和0.15g/L十二烷基磺酸钠组成的电镀液中进行不锈钢基底的电镀，时间为5min，温度为55℃，电流密度为1A/dm²，不锈钢表面在电镀液中进行化学置换反应，形成乳突状的三维镍膜结构，即在不锈钢基底上形成微纳米多尺度双层分级结构表面；

[0062] 水洗：将镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min；

[0063] 干燥：将不锈钢基底放入干燥机中，100℃烘干。

[0064] C、化学气相沉积法构筑仿生石墨烯薄膜：将镀镍后的不锈钢放入化学气相沉积反应炉中反应，反应分为三个阶段：

[0065] 升温阶段：将温度升高到1000℃后通入Ar和H₂，通入气体流量分别为200sccm和150sccm，反应时间为30min；

[0066] 生长阶段：向反应炉中通入CH₄和H₂，通入气体流量分别为20sccm和65sccm，反应时间为10min；

[0067] 降温阶段：最后向反应炉中通入Ar，流量为500sccm，然后逐步降温至室温。

[0068] 获得的样品表面接触角为117°，如图3所示。

[0069] 实施例2：

[0070] A、不锈钢基底表面的预处理：将不锈钢基底表面进行机械打磨、抛光，去除不锈钢表面的氧化膜；

[0071] B、电沉积法制备镍膜镀层：将预处理后的不锈钢基底表面依次采用以下工艺流程进行处理，制得三维微纳米结构的镍膜作为镀层：

[0072] 水洗：将预处理后的不锈钢基底在去离子水中超声清洗10min；

[0073] 除油：将不锈钢基底取出，放入由35g/L的氢氧化钠、45g/L的碳酸钠和30g/L的磷酸钠组成的混合溶液中反应20min除去不锈钢基底表面的油污，反应温度为80℃；

[0074] 水洗：将除油后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min；

[0075] 酸洗：室温条件下，将不锈钢基底放入250mL/L盐酸中反应50s；

[0076] 水洗：将酸洗后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min；

[0077] 预镀镍：室温下，将水洗后的不锈钢基底浸入由120g/L氯化镍和100mL/L盐酸组成

的电镀液中进行不锈钢基底的预电镀,时间为5min,电流密度为 $3\text{A}/\text{dm}^2$;

[0078] 水洗:将预镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0079] 镀镍:将水洗后的不锈钢基底浸入由 $350\text{g}/\text{L}$ 氯化镍、 $65\text{g}/\text{L}$ 硼酸和 $0.15\text{g}/\text{L}$ 十二烷基磺酸钠组成的电镀液中进行不锈钢基底的电镀,时间为5min,温度为 55°C ,电流密度为 $3\text{A}/\text{dm}^2$,不锈钢表面在电镀液中进行化学置换反应,形成乳突状的三维镍膜结构,即在不锈钢基底上形成微纳米多尺度双层分级结构表面;

[0080] 水洗:将镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0081] 干燥:将不锈钢基底放入干燥机中, 100°C 烘干。

[0082] C、化学气相沉积法构筑仿生石墨烯薄膜:将镀镍后的不锈钢放入化学气相沉积反应炉中反应,反应分为三个阶段:

[0083] 升温阶段:将温度升高到 1000°C 后通入Ar和 H_2 ,通入气体流量分别为 200sccm 和 150sccm ,反应时间为30min;

[0084] 生长阶段:向反应炉中通入 CH_4 和 H_2 ,通入气体流量分别为 20sccm 和 65sccm ,反应时间为10min;

[0085] 降温阶段:最后向反应炉中通入Ar,流量为 500sccm ,然后逐步降温至室温。

[0086] 获得的样品表面接触角为 134° ,如图3所示。

[0087] 实施例3:

[0088] A、不锈钢基底表面的预处理:将不锈钢基底表面进行机械打磨、抛光,去除不锈钢表面的氧化膜;

[0089] B、电沉积法制备镍膜镀层:将预处理后的不锈钢基底表面依次采用以下工艺流程进行处理,制得三维微纳米结构的镍膜作为镀层:

[0090] 水洗:将预处理后的不锈钢基底在去离子水中超声清洗10min;

[0091] 除油:将不锈钢基底取出,放入由 $35\text{g}/\text{L}$ 的氢氧化钠、 $45\text{g}/\text{L}$ 的碳酸钠和 $30\text{g}/\text{L}$ 的磷酸钠组成的混合溶液中反应20min除去不锈钢基底表面的油污,反应温度为 80°C ;

[0092] 水洗:将除油后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0093] 酸洗:室温条件下,将不锈钢基底放入 $250\text{mL}/\text{L}$ 盐酸中反应50s;

[0094] 水洗:将酸洗后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0095] 预镀镍:室温下,将水洗后的不锈钢基底浸入由 $120\text{g}/\text{L}$ 氯化镍和 $100\text{mL}/\text{L}$ 盐酸组成的电镀液中进行不锈钢基底的预电镀,时间为5min,电流密度为 $3\text{A}/\text{dm}^2$;

[0096] 水洗:将预镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0097] 镀镍:将水洗后的不锈钢基底浸入由 $350\text{g}/\text{L}$ 氯化镍、 $65\text{g}/\text{L}$ 硼酸和 $0.15\text{g}/\text{L}$ 十二烷基磺酸钠组成的电镀液中进行不锈钢基底的电镀,时间为5min,温度为 55°C ,电流密度为 $5\text{A}/\text{dm}^2$,不锈钢表面在电镀液中进行化学置换反应,形成乳突状的三维镍膜结构,即在不锈钢基底上形成微纳米多尺度双层分级结构表面;

[0098] 水洗:将镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0099] 干燥:将不锈钢基底放入干燥机中, 100°C 烘干。

[0100] C、化学气相沉积法构筑仿生石墨烯薄膜:将镀镍后的不锈钢放入化学气相沉积反应炉中反应,反应分为三个阶段:

[0101] 升温阶段:将温度升高到 1000°C 后通入Ar和 H_2 ,通入气体流量分别为 200sccm 和

150sccm,反应时间为30min;

[0102] 生长阶段:向反应炉中通入 CH_4 和 H_2 ,通入气体流量分别为20sccm和65sccm,反应时间为10min;

[0103] 降温阶段:最后向反应炉中通入Ar,流量为500sccm,然后逐步降温至室温。

[0104] 获得的样品表面接触角为 142° ,如图3所示。

[0105] 实施例4:

[0106] A、不锈钢基底表面的预处理:将不锈钢基底表面进行机械打磨、抛光,去除不锈钢表面的氧化膜;

[0107] B、电沉积法制备镍膜镀层:将预处理后的不锈钢基底表面依次采用以下工艺流程进行处理,制得三维微纳米结构的镍膜作为镀层:

[0108] 水洗:将预处理后的不锈钢基底在去离子水中超声清洗10min;

[0109] 除油:将不锈钢基底取出,放入由35g/L的氢氧化钠、45g/L的碳酸钠和30g/L的磷酸钠组成的混合溶液中反应20min除去不锈钢基底表面的油污,反应温度为 80°C ;

[0110] 水洗:将除油后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0111] 酸洗:室温条件下,将不锈钢基底放入250mL/L盐酸中反应50s;

[0112] 水洗:将酸洗后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0113] 预镀镍:室温下,将水洗后的不锈钢基底浸入由120g/L氯化镍和100mL/L盐酸组成的电镀液中进行不锈钢基底的预电镀,时间为5min,电流密度为 $3\text{A}/\text{dm}^2$;

[0114] 水洗:将预镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0115] 镀镍:将水洗后的不锈钢基底浸入由350g/L氯化镍、65g/L硼酸和0.15g/L十二烷基磺酸钠组成的电镀液中进行不锈钢基底的电镀,时间为5min,温度为 55°C ,电流密度为 $7\text{A}/\text{dm}^2$,不锈钢表面在电镀液中进行化学置换反应,形成乳突状的三维镍膜结构,即在不锈钢基底上形成微纳米多尺度双层分级结构表面;

[0116] 水洗:将镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;

[0117] 干燥:将不锈钢基底放入干燥机中, 100°C 烘干。

[0118] C、化学气相沉积法构筑仿生石墨烯薄膜:将镀镍后的不锈钢放入化学气相沉积反应炉中反应,反应分为三个阶段:

[0119] 升温阶段:将温度升高到 1000°C 后通入Ar和 H_2 ,通入气体流量分别为200sccm和150sccm,反应时间为30min;

[0120] 生长阶段:向反应炉中通入 CH_4 和 H_2 ,通入气体流量分别为20sccm和65sccm,反应时间为10min;

[0121] 降温阶段:最后向反应炉中通入Ar,流量为500sccm,然后逐步降温至室温。

[0122] 获得的样品表面接触角为 158° ,如图3所示。

[0123] 实施例5:

[0124] A、不锈钢基底表面的预处理:将不锈钢基底表面进行机械打磨、抛光,去除不锈钢表面的氧化膜;

[0125] B、电沉积法制备镍膜镀层:将预处理后的不锈钢基底表面依次采用以下工艺流程进行处理,制得三维微纳米结构的镍膜作为镀层:

[0126] 水洗:将预处理后的不锈钢基底在去离子水中超声清洗10min;

- [0127] 除油:将不锈钢基底取出,放入由35g/L的氢氧化钠、45g/L的碳酸钠和30g/L的磷酸钠组成的混合溶液中反应20min除去不锈钢基底表面的油污,反应温度为80℃;
- [0128] 水洗:将除油后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;
- [0129] 酸洗:室温条件下,将不锈钢基底放入250mL/L盐酸中反应50s;
- [0130] 水洗:将酸洗后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;
- [0131] 预镀镍:室温下,将水洗后的不锈钢基底浸入由120g/L氯化镍和100mL/L盐酸组成的电镀液中进行不锈钢基底的预电镀,时间为5min,电流密度为3A/dm²;
- [0132] 水洗:将预镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;
- [0133] 镀镍:将水洗后的不锈钢基底浸入由350g/L氯化镍、65g/L硼酸和0.15g/L十二烷基磺酸钠组成的电镀液中进行不锈钢基底的电镀,时间为5min,温度为55℃,电流密度为9A/dm²,不锈钢表面在电镀液中进行化学置换反应,形成乳突状的三维镍膜结构,即在不锈钢基底上形成微纳米多尺度双层分级结构表面;
- [0134] 水洗:将镀镍后的不锈钢基底再放入去离子水中超声清洗10min;
- [0135] 干燥:将不锈钢基底放入干燥机中,100℃烘干。
- [0136] C、化学气相沉积法构筑仿生石墨烯薄膜:将镀镍后的不锈钢放入化学气相沉积反应炉中反应,反应分为三个阶段:
- [0137] 升温阶段:将温度升高到1000℃后通入Ar和H₂,通入气体流量分别为200sccm和150sccm,反应时间为30min;
- [0138] 生长阶段:向反应炉中通入CH₄和H₂,通入气体流量分别为20sccm和65sccm,反应时间为10min;
- [0139] 降温阶段:最后向反应炉中通入Ar,流量为500sccm,然后逐步降温至室温。
- [0140] 获得的样品表面接触角为154°,如图3所示。

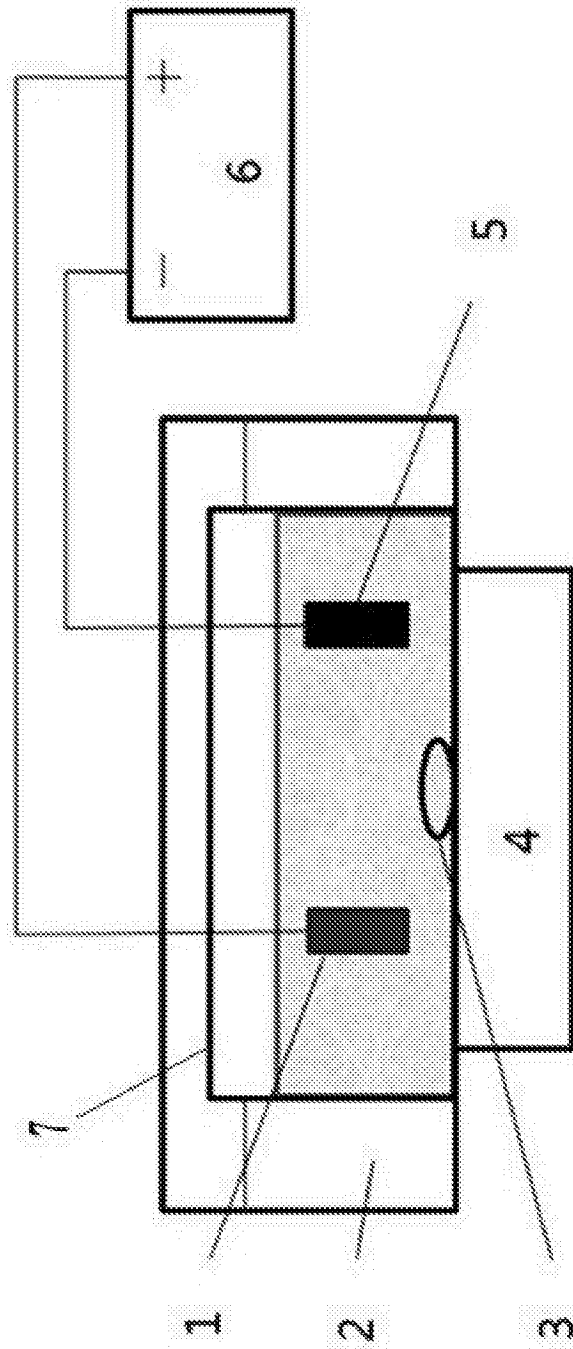


图1

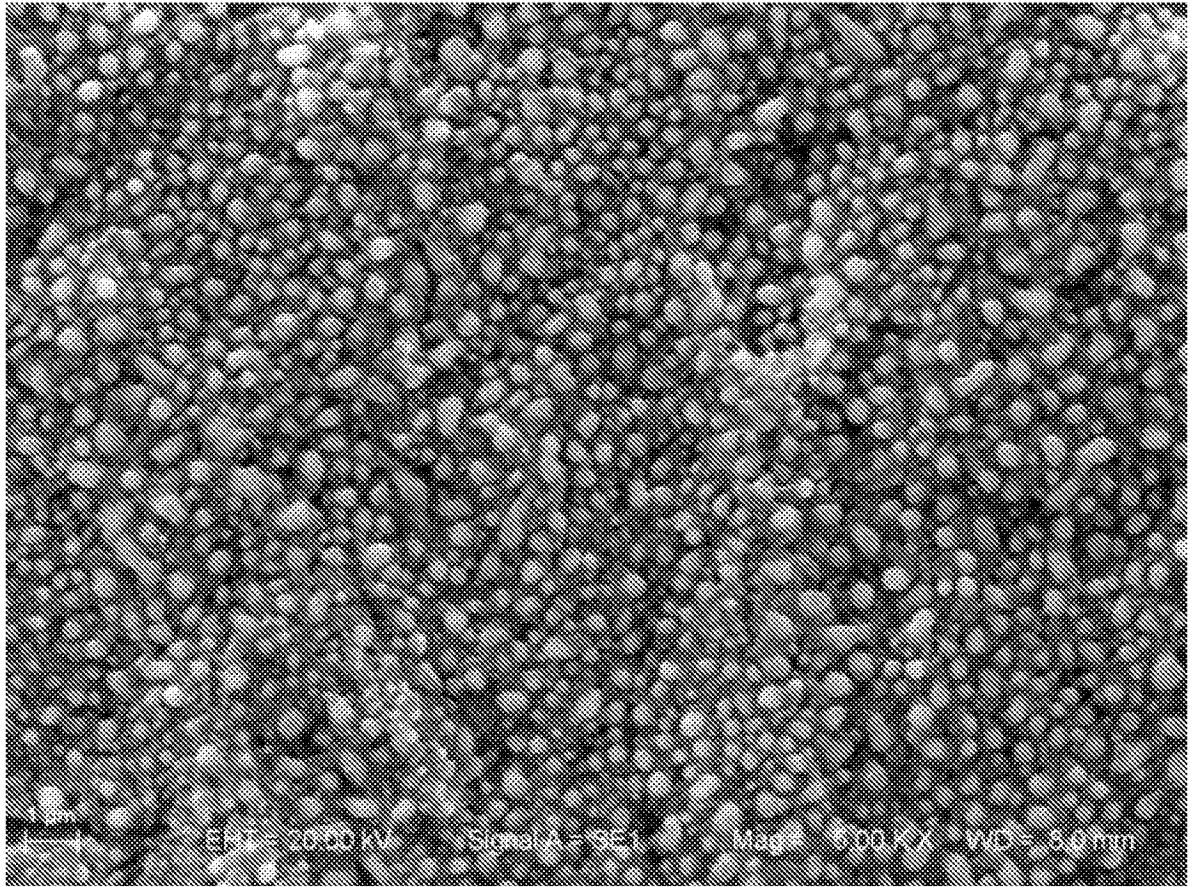


图2

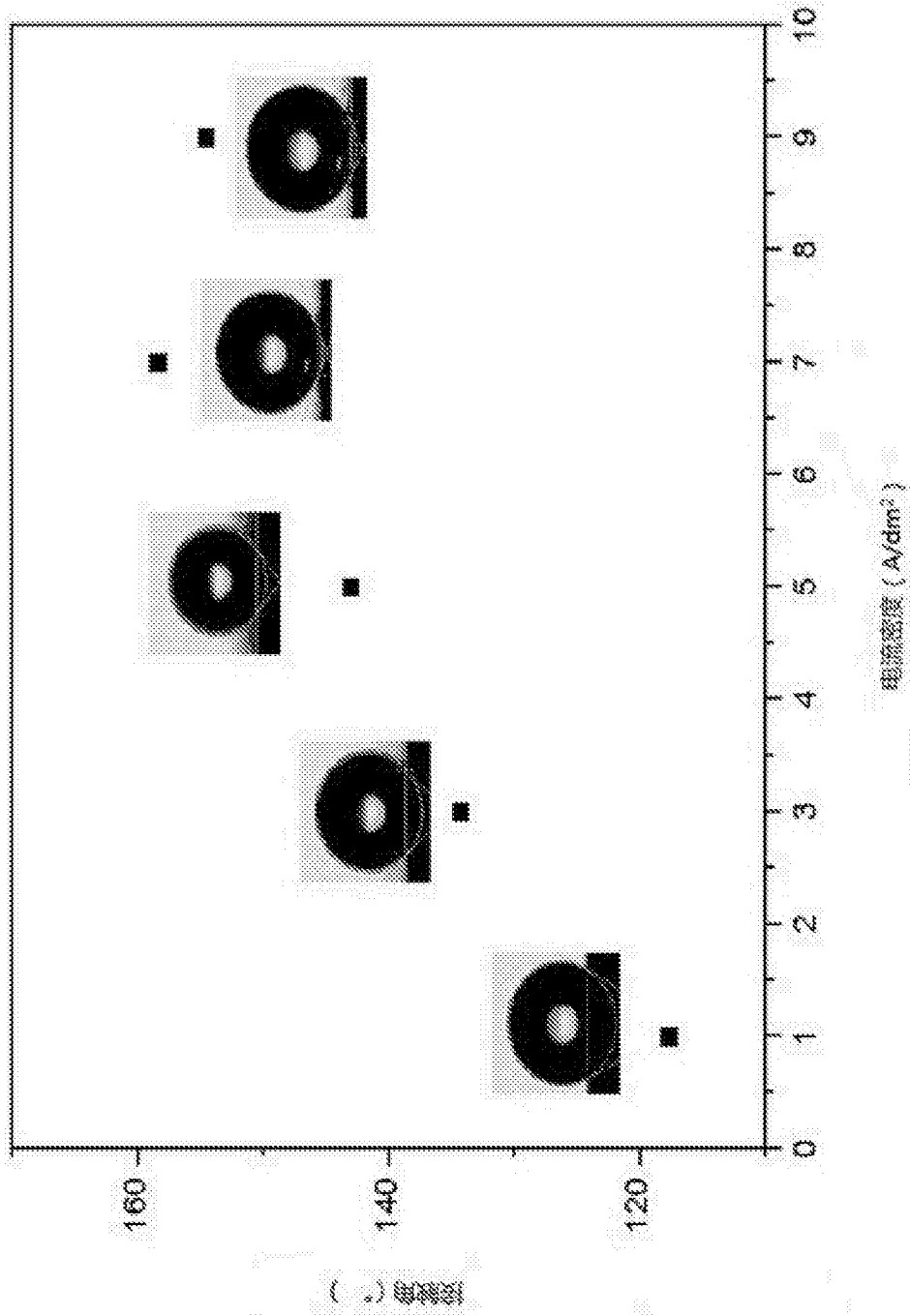


图3