



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104762060 A

(43) 申请公布日 2015. 07. 08

(21) 申请号 201510093523. X

(22) 申请日 2015. 02. 28

(71) 申请人 冯云

地址 234000 安徽省宿州市埇桥区南关街道  
办事处淮海南路 215 号

(72) 发明人 冯云

(51) Int. Cl.

C09K 3/00(2006. 01)

权利要求书2页 说明书5页

### (54) 发明名称

一种介孔材料的制备方法

### (57) 摘要

本发明公开了一种介孔材料的制备方法。该方法以包括氧化石墨的制备,通过溶剂热法将空心四氧化铁纳米颗粒负载到石墨烯片层表面,然后将聚苯胺包覆于负载有空心纳米四氧化三铁的石墨烯片层表面制得石墨烯/空心四氧化三铁/聚苯胺纳米复合材料,最终通过高温碳化处理制得一种介孔材料。本发明的方法便捷,材料可以用于电磁波吸波材料,又可以用作环境吸附材料。

1. 一种介孔材料的制备方法,其特征在于,其步骤如下:

步骤一,预氧化石墨的制备

将石墨粉、过硫酸钾和 $P_2O_5$ 加入浓硫酸中,形成混合物,所形成的混合物的PH值为1.5,将该混合物在60℃下搅拌1-2h,然后以5℃/min的速率升温至80℃下搅拌2-4h,最后以2℃/min升温至87℃搅拌1-2h,然后采用蒸馏水稀释该混合物,将该混合物的PH值稀释至3.6,放置36h后采用蒸馏水过滤,使得混合物PH值为6-7,后进行室温干燥,所述石墨粉、过硫酸钾、 $P_2O_5$ 和浓硫酸的质量比为1-3 : 1-2 : 1-2 : 5-10;

将干燥后的混合物加入到浓硝酸中搅拌45-60min,使得PH值为2-4,所述干燥后的混合物与浓硝酸的质量比为1-4 : 50-100,搅拌均匀后在-8℃下第一次加入 $KMnO_4$ ,搅拌30min,之后降温至-12℃下第二次加入 $KMnO_4$ ,搅拌30min,最后降温至-15℃下第三次加入 $KMnO_4$ ,搅拌20min,得到预氧化的石墨混合物,所述第一次加入 $KMnO_4$ ,第二次加入 $KMnO_4$ 和第三次加入 $KMnO_4$ 的质量比为1 : 2 : 3,所述干燥后的混合物与总的 $KMnO_4$ 的比值为1-2 : 10-15。

步骤二,表面处理的氧化石墨的制备

将步骤一所制的预氧化的石墨混合物放入保温箱中升温到40℃,反应3h,随后,加入与预氧化的石墨混合物体积一致量的第一蒸馏水,接着反应2.5h,将保温箱温度保温至40℃,再次加入第二蒸馏水和 $H_2O_2$ 反应10-60min,所述第二蒸馏水的量是第一蒸馏水的1-1.5倍,第二蒸馏水和 $H_2O_2$ 的体积比为4-20 : 1,反应结束后进行离心分离10min,转速9500r/min,离心分离后产物用盐酸溶液洗涤,该盐酸溶液的体积为离心分离后产物体积的10-50倍,最后透析7-8天得到氧化石墨,将氧化石墨采用二甲亚砜超声溶解后加入N-羟基丁二酰亚胺和自制表面处理剂于35℃下搅拌2h,产物进行抽滤、洗涤、烘干,即得到表面处理的氧化石墨;

步骤三,分散

将步骤二所得到的表面处理的氧化石墨1-2g在-10-30℃下进行冰冻干燥后与1-10g聚环氧乙烷-聚环氧丙烷-聚环氧乙烷三嵌段共聚物一并放入500ml的乙二醇中超声分散形成均匀的第一分散液;同时将4-15g由 $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 、 $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ 和乙酰丙酮合铁组成的混合物,6~25g聚乙烯吡咯烷酮和10~50g  $NH_4Ac$ 溶解于500-1000ml的乙二醇中形成第二分散液,将第一分散液和第二分散液混合搅拌,并用氨水调节,使之成为PH值为8-10的澄清溶液,所述 $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 、 $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ 和乙酰丙酮合铁的质量比为1 : 1 : 0.5;

步骤四,将100ml步骤三所得到的澄清溶液放入反应釜中,密封之后,加热到150℃,保温2h,之后以2-4℃/min的升温速率升温至200℃,保温4h,之后以3-6℃/min的升温速率升温至235℃,保温3h,然后以5-7℃/min的降温速度降温至200℃保温2h,最后再以3-6℃/min的升温速率升温至235℃,保温7h,待反应完成后,将反应釜取出,使之冷却到室温,所述降温速度为3-6℃/min,将所得的黑色粉末离心分离10min,转速8000~10000r/min,采用无水乙醇和去离子水各洗涤三次,在50~70℃真空干燥24h,得到第一产物;

将5g第一产物和5-10g苯胺单体加入至十二烷基苯磺酸的溶液中,超声分散65min,形成第二产物,所述第一产物和十二烷基苯磺酸的质量比为1-1.5 : 8-15;

将3g过硫酸铵溶解在80-120ml蒸馏水中,缓慢滴加到第二产物中,搅拌反应15h,反应结束后,抽滤,分别用蒸馏水、乙醇洗涤产物至滤液无色,50~70℃真空干燥24~36h,得到

石墨烯 / 空心四氧化三铁 / 聚苯胺纳米复合材料 ;

步骤五,将步骤四中所制得的石墨烯 / 空心四氧化三铁 / 聚苯胺纳米复合材料,放置于铺垫有高锰酸钾的陶瓷坩埚中,并置于马弗炉中进行烧结,首先以  $10^{\circ}\text{C} / \text{min}$  的升温速率升温至  $300^{\circ}\text{C}$ ,保温 30min,再以  $12^{\circ}\text{C} / \text{min}$  的升温速率升温至  $600^{\circ}\text{C}$ ,保温 30min,然后以  $15^{\circ}\text{C} / \text{min}$  的降温速率降温至  $500^{\circ}\text{C}$ ,保温 20min,最终以  $15^{\circ}\text{C} / \text{min}$  的升温速率升温至  $950^{\circ}\text{C}$  保温 1-3h,得到介孔材料,所述石墨烯 / 空心四氧化三铁 / 聚苯胺纳米复合材料与高锰酸钾的质量比为 1 : 3-5。

2. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述石墨粉的粒径为 15-30 $\mu\text{m}$ 。

3. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,步骤二中所述氧化石墨 g、二甲亚砷 ml、N- 羟基丁二酰亚胺 g 和自制表面处理剂 g 的比值为 0.2-0.5 : 20-25 : 2-5 : 0.1-0.5,所述自制表面处理剂由二环己基碳二亚胺、十二烷基磺酸钠、聚苯乙烯磺酸钠和聚丙烯酸组成,所述二环己基碳二亚胺、十二烷基磺酸钠、聚苯乙烯磺酸钠和聚丙烯酸的质量比为 1 : 1 : 2 : 3。

4. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述的所述步骤二中盐酸的浓度为体积比 1 : 10 的盐酸溶液。

5. 根据权利要求 1 所述的纳米复合吸波材料,其特征在于,所述石墨烯 / 空心四氧化三铁 / 聚苯胺纳米复合材料为层状纳米复合吸波材料,空心半球结构的四氧化三铁纳米颗粒均匀生长在还原氧化石墨烯片的上下两个表面,形成的一种纳米厚度的多层复合结构的吸波材料,在石墨烯片层上负载粒径约为 20-50nm 的空心四氧化铁三颗粒,且聚苯胺包覆于负载有纳米四氧化三铁的石墨烯片层表面。

## 一种介孔材料的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及吸波材料领域,尤其涉及的是一种介孔材料的制备方法。

### 背景技术

[0002] 随着科学技术与电子工业的发展,越来越多的电磁波辐射存在于我们的周围,经过研究表明,过量电磁波辐射除可引起神经系统、免疫系统、生殖系统和血液循环系统等发生障碍外,甚至可能诱发包括各类癌症在内的严重疾病。长期处于电磁波环境中,人体内被电磁波损伤且未来得及自我修复的组织和器官的损伤可以因长期积累而成为功能性病变,严重时危及生命。

[0003] 石墨烯,由于其独特的单层结构使其具有超轻的密度、大的比表面积、导电性能优良及高的介电常数等特点,使其成为一种新型吸波材料。另外,被氧化的石墨烯表面大量暴露的化学键在电磁场的作用下更容易产生外层电子的极化弛豫而衰减电磁波,为石墨烯在吸波领域的应用拓宽了前景,在石墨烯表面负载磁性空心四氧化三铁纳米粒子,不仅可以提高材料磁性能,增强复合材料的磁损耗,有利于复合材料的阻抗匹配,而且四氧化三铁颗粒作为隔离介质减少石墨烯在干燥过程中重新堆叠呈三维石墨结构,对稳定石墨烯片层结构起着相当重要的作用。

[0004] 本发明所要解决的技术问题是针对现有技术的不足,提供了一种介孔材料的制备方法。

[0005] 本发明的技术方案如下:

[0006] 一种介孔材料的制备方法,其特征在于,其步骤如下:

[0007] 步骤一,预氧化石墨的制备

[0008] 将石墨粉、过硫酸钾和 $P_2O_5$ 加入浓硫酸中,形成混合物,所形成的混合物的PH值为1.5,将该混合物在60℃下搅拌1-2h,然后以5℃/min的速率升温至80℃下搅拌2-4h,最后以2℃/min升温至87℃搅拌1-2h,然后采用蒸馏水稀释该混合物,将该混合物的PH值稀释至3.6,放置36h后采用蒸馏水过滤,使得混合物PH值为6-7,后进行室温干燥,所述石墨粉、过硫酸钾、 $P_2O_5$ 和浓硫酸的质量比为1-3:1-2:1-2:5-10;

[0009] 将干燥后的混合物加入到浓硝酸中搅拌45-60min,使得PH值为2-4,所述干燥后的混合物与浓硝酸的质量比为1-4:50-100,搅拌均匀后在-8℃下第一次加入 $KMnO_4$ ,搅拌30min,之后降温至-12℃下第二次加入 $KMnO_4$ ,搅拌30min,最后降温至-15℃下第三次加入 $KMnO_4$ ,搅拌20min,得到预氧化的石墨混合物,所述第一次加入 $KMnO_4$ ,第二次加入 $KMnO_4$ 和第三次加入 $KMnO_4$ 的质量比为1:2:3,所述干燥后的混合物与总的 $KMnO_4$ 的比值为1-2:10-15。

[0010] 步骤二,表面处理的氧化石墨的制备

[0011] 将步骤一所制的预氧化的石墨混合物放入保温箱中升温到40℃,反应3h,随后,加入与预氧化的石墨混合物体积一致量的第一蒸馏水,接着反应2.5h,将保温箱温度保温至40℃,再次加入第二蒸馏水和 $H_2O_2$ 反应10-60min,所述第二蒸馏水的量是第一蒸馏水的

1-1.5 倍,第二蒸馏水和  $\text{H}_2\text{O}_2$  的体积比为 4-20 : 1,反应结束后进行离心分离 10min,转速 9500r/min,离心分离后产物用盐酸溶液洗涤,该盐酸溶液的体积为离心分离后产物体积的 10-50 倍,最后透析 7-8 天得到氧化石墨,将氧化石墨采用二甲亚砩超声溶解后加入 N-羟基丁二酰亚胺和自制表面处理剂于 35℃ 下搅拌 2h,产物进行抽滤、洗涤、烘干,即得到表面处理的氧化石墨;

[0012] 步骤三,分散

[0013] 将步骤二所得到的表面处理的氧化石墨 1-2g 在 -10-30℃ 下进行冰冻干燥后与 1-10g 聚环氧乙烷-聚环氧丙烷-聚环氧乙烷三嵌段共聚物一并发入 500ml 的乙二醇中超声分散形成均匀的第一分散液;同时将 4-15g 由  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  和乙酰丙酮合铁组成的混合物,6~25g 聚乙烯吡咯烷酮和 10~50g  $\text{NH}_4\text{Ac}$  溶解于 500-1000ml 的乙二醇中形成第二分散液,将第一分散液和第二分散液混合搅拌,并用氨水调节,使之成为 PH 值为 8-10 的澄清溶液,所述  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  和乙酰丙酮合铁的质量比为 1 : 1 : 0.5;

[0014] 步骤四,将 100ml 步骤三所得到的澄清溶液放入反应釜中,密封之后,加热到 150℃,保温 2h,之后以 2-4℃/min 的升温速率升温至 200℃,保温 4h,之后以 3-6℃/min 的升温速率升温至 235℃,保温 3h,然后以 5-7℃/min 的降温速度降温至 200℃保温 2h,最后再以 3-6℃/min 的升温速率升温至 235℃,保温 7h,待反应完成后,将反应釜取出,使之冷却到室温,所述降温速度为 3-6℃/min,将所得的黑色粉末离心分离 10min,转速 8000~10000r/min,采用无水乙醇和去离子水各洗涤三次,在 50~70℃ 真空干燥 24h,得到第一产物;

[0015] 将 5g 第一产物和 5-10g 苯胺单体加入至十二烷基苯磺酸的溶液中,超声分散 65min,形成第二产物,所述第一产物和十二烷基苯磺酸的质量比为 1-1.5 : 8-15;

[0016] 将 3g 过硫酸铵溶解在 80-120ml 蒸馏水中,缓慢滴加到第二产物中,搅拌反应 15h,反应结束后,抽滤,分别用蒸馏水、乙醇洗涤产物至滤液无色,50~70℃ 真空干燥 24~36h,得到石墨烯/空心四氧化三铁/聚苯胺纳米复合材料;

[0017] 步骤五,将步骤四中所制得的石墨烯/空心四氧化三铁/聚苯胺纳米复合材料,放置于铺垫有高锰酸钾的陶瓷坩埚中,并置于马弗炉中进行烧结,首先以 10℃/min 的升温速率升温至 300℃,保温 30min,再以 12℃/min 的升温速率升温至 600℃,保温 30min,然后以 15℃/min 的降温速率降温至 500℃,保温 20min,最终以 15℃/min 的升温速率升温至 950℃ 保温 1-3h,得到介孔材料。所述石墨烯/空心四氧化三铁/聚苯胺纳米复合材料与高锰酸钾的质量比为 1 : 3-5。

[0018] 所述石墨粉的粒径为 15-30um。

[0019] 步骤二中所述氧化石墨 g、二甲亚砩 ml、N-羟基丁二酰亚胺 g 和自制表面处理剂 g 的比值为 0.2-0.5 : 20-25 : 2-5 : 0.1-0.5,所述自制表面处理剂由二环己基碳二亚胺、十二烷基磺酸钠、聚苯乙烯磺酸钠和聚丙烯酸组成,所述二环己基碳二亚胺、十二烷基磺酸钠、聚苯乙烯磺酸钠和聚丙烯酸的质量比为 1 : 1 : 2 : 3。

[0020] 所述的所述步骤二中盐酸的浓度为体积比 1 : 10 的盐酸溶液。

[0021] 所述石墨烯/空心四氧化三铁/聚苯胺纳米复合材料为层状纳米复合吸波材料,空心半球结构的四氧化三铁纳米颗粒均匀生长在还原氧化石墨烯片的上下两个表面,形成的一种纳米厚度的多层复合结构的吸波材料,在石墨烯片层上负载粒径约为 20-50nm 的空

心四氧化铁三颗粒,且聚苯胺包覆于负载有空心纳米四氧化三铁的石墨烯片层表面。

[0022] 本发明的石墨烯/空心四氧化三铁/聚苯胺纳米复合材料的制备方法通过四氧化三铁在石墨烯片层上的原位生长和聚苯胺在石墨烯/四氧化三铁复合材料表面的原位聚合,从而实现材料优异的吸波效果,在反射损耗  $-10\text{dB}$  以下的吸收带宽为  $4.8\text{--}5.1\text{GHz}$ ;

[0023] 所述介孔材料的孔尺寸为  $5\text{--}30\text{nm}$ ,在  $1\text{--}20\text{Hz}$  范围内的吸波为  $-35\text{--}55\text{dB}$ 。具有较高的电导率,在  $1\text{--}20\text{Hz}$  范围内的吸波性能优异,可用于电磁吸波材料,也可以作为环境吸附材料,用于吸附环境中的重金属等污染物。该介孔材料在  $200\text{mA/g}$  的电流密度下的电容为  $435\text{--}458\text{F/g}$ 。

[0024] 申请人经过大量研究本发明步骤一制备预氧化石墨时采用不同的升温速率升温至所需要的搅拌温度,在不同的搅拌温度下分阶段的搅拌,以及分阶段在不同的温度下加入  $\text{KMnO}_4$  有助于预氧化石墨的制备,使得氧化更加彻底要高于普通一次性搅拌和加入  $\text{KMnO}_4$  的  $10\text{--}15\%$ ,并且有利于后期石墨烯的形成;

[0025] 步骤二中对于氧化石墨做了进一步的表面处理,采用自制的表面处理剂,通过添加后能够弥补石墨氧化物表面对于金属铁离子亲和力低的缺点,增加表面 Fe 离子的负载量,也同时使得后面的 Fe 离子在石墨表面的分散更加的均匀,其石墨的比表面积达到  $35\text{--}37\text{m}^2/\text{g}$ ;

[0026] 本发明步骤四中采用不同的升温速率升温至所需要的温度保温期间,经过一次降温保温,更加有助于石墨烯/空心四氧化三铁的形成,使得最终形成的吸波材料的吸波性能更强,强于普通方法形成的吸波材料的性能  $5\text{--}15\%$ ,并且所形成的三元复合吸波材料性能更加稳定;

[0027] 本发明在制备过程中无需使用氮气或者氧气保护,无需高温条件,能够有效的降低合成成本,并且有效的提高了纳米颗粒在石墨中的分散均匀性,提高了产品的性能。

## 具体实施方式

[0028] 以下结合具体实施例,对本发明进行详细说明。

[0029] 一种介孔材料的制备方法,其特征在于,其步骤如下:

[0030] 步骤一,预氧化石墨的制备

[0031] 将石墨粉、过硫酸钾和  $\text{P}_2\text{O}_5$  加入浓硫酸中,形成混合物,所形成的混合物的 PH 值为  $1.5$ ,将该混合物在  $60^\circ\text{C}$  下搅拌  $1\text{--}2\text{h}$ ,然后以  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  的速率升温至  $80^\circ\text{C}$  下搅拌  $2\text{--}4\text{h}$ ,最后以  $2^\circ\text{C}/\text{min}$  升温至  $87^\circ\text{C}$  搅拌  $1\text{--}2\text{h}$ ,然后采用蒸馏水稀释该混合物,将该混合物的 PH 值稀释至  $3.6$ ,放置  $36\text{h}$  后采用蒸馏水过滤,使得混合物 PH 值为  $6\text{--}7$ ,后进行室温干燥,所述石墨粉、过硫酸钾、 $\text{P}_2\text{O}_5$  和浓硫酸的质量比为  $1\text{--}3 : 1\text{--}2 : 1\text{--}2 : 5\text{--}10$ ;

[0032] 将干燥后的混合物加入到浓硝酸中搅拌  $45\text{--}60\text{min}$ ,使得 PH 值为  $2\text{--}4$ ,所述干燥后的混合物与浓硝酸的质量比为  $1\text{--}4 : 50\text{--}100$ ,搅拌均匀后在  $-8^\circ\text{C}$  下第一次加入  $\text{KMnO}_4$ ,搅拌  $30\text{min}$ ,之后降温至  $-12^\circ\text{C}$  下第二次加入  $\text{KMnO}_4$ ,搅拌  $30\text{min}$ ,最后降温至  $-15^\circ\text{C}$  下第三次加入  $\text{KMnO}_4$ ,搅拌  $20\text{min}$ ,得到预氧化的石墨混合物,所述第一次加入  $\text{KMnO}_4$ ,第二次加入  $\text{KMnO}_4$  和第三次加入  $\text{KMnO}_4$  的质量比为  $1 : 2 : 3$ ,所述干燥后的混合物与总的  $\text{KMnO}_4$  的比值为  $1\text{--}2 : 10\text{--}15$ 。

[0033] 步骤二,表面处理的氧化石墨的制备

[0034] 将步骤一所制的预氧化的石墨混合物放入保温箱中升温到 40℃, 反应 3h, 随后, 加入与预氧化的石墨混合物体积一致量的第一蒸馏水, 接着反应 2.5h, 将保温箱温度保温至 40℃, 再次加入第二蒸馏水和  $\text{H}_2\text{O}_2$  反应 10-60min, 所述第二蒸馏水的量是第一蒸馏水的 1-1.5 倍, 第二蒸馏水和  $\text{H}_2\text{O}_2$  的体积比为 4-20 : 1, 反应结束后进行离心分离 10min, 转速 9500r/min, 离心分离后产物用盐酸溶液洗涤, 该盐酸溶液的体积为离心分离后产物体积的 10-50 倍, 最后透析 7-8 天得到氧化石墨, 将氧化石墨采用二甲亚砩超声溶解后加入 N- 羟基丁二酰亚胺和自制表面处理剂于 35℃ 下搅拌 2h, 产物进行抽滤、洗涤、烘干, 即得到表面处理的氧化石墨;

[0035] 步骤三, 分散

[0036] 将步骤二所得到的表面处理的氧化石墨 1-2g 在 -10-30℃ 下进行冰冻干燥后与 1-10g 聚环氧乙烷 - 聚环氧丙烷 - 聚环氧乙烷三嵌段共聚物一并放入 500ml 的乙二醇中超声分散形成均匀的第一分散液; 同时将 4-15g 由  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  和乙酰丙酮合铁组成的混合物, 6 ~ 25g 聚乙烯吡咯烷酮和 10 ~ 50g  $\text{NH}_4\text{Ac}$  溶解于 500-1000mL 的乙二醇中形成第二分散液, 将第一分散液和第二分散液混合搅拌, 并用氨水调节, 使之成为 PH 值为 8-10 的澄清溶液, 所述  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  和乙酰丙酮合铁的质量比为 1 : 1 : 0.5;

[0037] 步骤四, 将 100ml 步骤三所得到的澄清溶液放入反应釜中, 密封之后, 加热到 150℃, 保温 2h, 之后以 2-4℃ /min 的升温速率升温至 200℃, 保温 4h, 之后以 3-6℃ /min 的升温速率升温至 235℃, 保温 3h, 然后以 5-7℃ /min 的降温速度降温至 200℃ 保温 2h, 最后再以 3-6℃ /min 的升温速率升温至 235℃, 保温 7h, 待反应完成后, 将反应釜取出, 使之冷却到室温, 所述降温速度为 3-6℃ /min, 将所得的黑色粉末离心分离 10min, 转速 8000 ~ 10000r/min, 采用无水乙醇和去离子水各洗涤三次, 在 50 ~ 70℃ 真空干燥 24h, 得到第一产物;

[0038] 将 5g 第一产物和 5-10g 苯胺单体加入至十二烷基苯磺酸的溶液中, 超声分散 65min, 形成第二产物, 所述第一产物和十二烷基苯磺酸的质量比为 1-1.5 : 8-15;

[0039] 将 3g 过硫酸铵溶解在 80-120ml 蒸馏水中, 缓慢滴加到第二产物中, 搅拌反应 15h, 反应结束后, 抽滤, 分别用蒸馏水、乙醇洗涤产物至滤液无色, 50 ~ 70℃ 真空干燥 24 ~ 36h, 得到石墨烯 / 空心四氧化三铁 / 聚苯胺纳米复合材料;

[0040] 步骤五, 将步骤四中所制得的石墨烯 / 空心四氧化三铁 / 聚苯胺纳米复合材料, 放置于铺垫有高锰酸钾的陶瓷坩埚中, 并置于马弗炉中进行烧结, 首先以 10℃ /min 的升温速率升温至 300℃, 保温 30min, 再以 12℃ /min 的升温速率升温至 600℃, 保温 30min, 然后以 15℃ /min 的降温速率降温至 500℃, 保温 20min, 最终以 15℃ /min 的升温速率升温至 950℃ 保温 1-3h, 得到介孔材料。所述石墨烯 / 空心四氧化三铁 / 聚苯胺纳米复合材料与高锰酸钾的质量比为 1 : 3-5。

[0041] 所述石墨粉的粒径为 15-30um。

[0042] 步骤二中所述氧化石墨 g、二甲亚砩 ml、N- 羟基丁二酰亚胺 g 和自制表面处理剂 g 的比值为 0.2-0.5 : 20-25 : 2-5 : 0.1-0.5, 所述自制表面处理剂由二环己基碳二亚胺、十二烷基磺酸钠、聚苯乙烯磺酸钠和聚丙烯酸组成, 所述二环己基碳二亚胺、十二烷基磺酸钠、聚苯乙烯磺酸钠和聚丙烯酸的质量比为 1 : 1 : 2 : 3。

[0043] 所述的所述步骤二中盐酸的浓度为体积比 1 : 10 的盐酸溶液。

[0044] 所述石墨烯 / 空心四氧化三铁 / 聚苯胺纳米复合材料为层状纳米复合吸波材料, 空心半球结构的四氧化三铁纳米颗粒均匀生长在还原氧化石墨烯片的上下两个表面, 形成的一种纳米厚度的多层复合结构的吸波材料, 在石墨烯片层上负载粒径约为 20-50nm 的空心四氧化铁三颗粒, 且聚苯胺包覆于负载有空心纳米四氧化三铁的石墨烯片层表面。

[0045] 所述介孔材料的孔尺寸为 5-30nm, 在 1-20Hz 范围内的吸波为 -35-55dB。具有较高的电导率, 在 1-20Hz 范围内的吸波性能优异, 可用于电磁吸波材料, 也可以作为环境吸附材料, 用于吸附环境中的重金属等污染物。该介孔材料在 200mA/g 的电流密度下的电容为 435-458F/g。

[0046] 应当理解的是, 对本领域普通技术人员来说, 可以根据上述说明加以改进或变换, 而所有这些改进和变换都应属于本发明所附权利要求的保护范围。