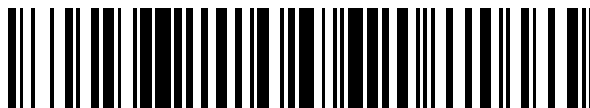


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 956 882**

21 Número de solicitud: 202390065

51 Int. Cl.:

C01B 32/19

(2007.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

29.12.2021

30 Prioridad:

27.01.2021 CN 202110111522

43 Fecha de publicación de la solicitud:

29.12.2023

71 Solicitantes:

**GUANGDONG BRUNP RECYCLING
TECHNOLOGY CO., LTD. (33.3%)
No. 6 Zhixin Avenue Leping Town Sanshui
District
528137 Foshan Guangdong CN;
HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO.,
LTD. (33.3%) y
HUNAN BRUNP VEHICLES RECYCLING CO.,
LTD. (33.3%)**

72 Inventor/es:

**XU, Jianfeng;
LIN, Qian;
WU, Xiaofeng;
WANG, Yuan;
RUAN, Dingshan y
LI, Changdong**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

54 Título: **MÉTODO PARA LA PREPARACIÓN DE GRAFENO MEDIANTE EXFOLIACIÓN MECÁNICA Y APLICACIÓN DEL MISMO**

57 Resumen:

La invención divulga un método para la preparación de grafeno mediante exfoliación mecánica y la aplicación del mismo. El método incluye las siguientes etapas de: (1) dispersar materia prima de grafito en una solución acuosa de agente espumante para obtener una solución de dispersión previa de grafito; y (2) someter la solución de dispersión previa de grafito a molienda, lavado con agua y clasificación por centrifuga, a fin de obtener el grafeno; en donde la solución acuosa de agente espumante incluye los siguientes componentes: sulfonato de alfa-olefina de sodio, sulfato de éter de alcohol de sodio, ácido graso de coco de dietanolamina, polietilenglicol y agua. En la invención, el grafito como materia prima se infiltra en la solución acuosa de agente espumante y, a continuación, se muele; la agitación a alta velocidad del equipo de molienda impulsa el movimiento a alta velocidad del medio de molienda para crear una fuerza de impacto, fricción y cizalla sobre el grafito; el agente espumante produce una gran cantidad de espuma fina y estable en una cavidad de molienda cerrada, que puede producir un efecto de empuje, soportar el grafito y aumentar el área de contacto entre el grafito y el medio de molienda, para lograr un buen efecto de exfoliación.

ES 2 956 882 A2

DESCRIPCIÓN

Método para la preparación de grafeno mediante exfoliación mecánica y aplicación del mismo

5 **Campo técnico**

La invención se relaciona con el campo técnico del grafeno y, en particular, con un método para la preparación de grafeno mediante exfoliación mecánica y la aplicación del mismo.

10 **Antecedentes**

El grafeno es un material de estructura de carbono y los átomos de carbono en el mismo se disponen en una estructura de panal bidimensional plana en forma de hibridación SP^2 . Por lo tanto, se considera que el grafeno es el material más fino del mundo. La estructura especial dota al grafeno de unas excelentes propiedades ópticas, eléctricas y mecánicas, por lo que el grafeno se puede usar en muchos campos, tales como los recubrimientos anticorrosión, los recubrimientos termoconductores y los aditivos conductores. Por lo tanto, el grafeno será un nuevo material revolucionario en el futuro.

Los métodos de preparación del grafeno se pueden dividir en dos categorías: métodos de preparación mediante exfoliación y métodos de generación *in situ*. En los métodos de preparación mediante exfoliación, el grafito, como materia prima, se exfolia capa por capa con la acción de una fuerza y la fuerza puede ser una fuerza mecánica, una fuerza química o incluso una fuerza generada por fluidos y gases. La primera lámina de grafeno fue obtenida por dos científicos de la Universidad de Mánchester en el Reino Unido usando una cinta para exfoliar grafito pirolítico altamente orientado. Se puede observar que la fuerza generada por los adhesivos es suficiente para exfoliar el grafeno del grafito. Debido a este trabajo pionero, los dos científicos ganaron en conjunto el Premio Nobel de Física de 2010. En los métodos de generación *in situ*, una fuente de carbono (alcanos, alquenos y otros hidrocarburos) se somete a pirólisis a alta temperatura y se hace crecer grafeno sobre una superficie de base. Los métodos de preparación típicos comprenden la deposición química en fase de vapor (CVD, por sus siglas en inglés) y el calentamiento instantáneo por efecto Joule (FJH, por sus siglas en inglés). El grafeno preparado mediante CVD posee una alta calidad, una capa delgada y un tamaño controlable. Sin embargo, el desarrollo de aplicaciones posteriores está restringido por el alto coste de preparación y la dificultad para transferir el grafeno desde la superficie de base.

En la técnica anterior, se divulga un método para la preparación de grafeno mediante cizalla y exfoliación viscosamente mecánicas. Este método comprende dispersar la materia prima de grafito en una solución viscosa y exfoliar el grafito capa por capa en agitación mediante la fuerza de cizalla viscosa de la solución viscosa para obtener grafeno. Sin embargo, los componentes principales de la solución viscosa son polímeros solubles en agua. Con el fin de hacer que la solución viscosa tenga una mejor viscosidad, normalmente resulta necesario añadir una gran cantidad de polímeros solubles en agua, lo que da como resultado que resulte difícil separar directamente el grafeno obtenido mediante la exfoliación del grafito capa por capa de la solución viscosa, y se requiere mucha agua para la limpieza o pirólisis a alta temperatura para retirar las sustancias que no son grafeno. Este método de preparación de grafeno reduce el coste de preparación, al tiempo que aumenta la dificultad y el coste de procesamiento de la extracción de grafeno de sustancias viscosas, lo que resulta desfavorable para la producción a gran escala.

En la técnica anterior, también se divulga un método para la preparación rápida de grafeno de alta calidad. Este método comprende mezclar y moler con bolas polvo de grafito con un agente de intercalación sólido que se puede descomponer completamente en gas después de calentarse, calentar el agente de intercalación de manera adecuada y, a continuación, calentar la mezcla resultante mediante microondas. El agente de intercalación se calienta y se descompone en gas y las moléculas de gas penetran en los copos de grafito y superan la fuerza de van der Waals entre las capas para exfoliar el grafito. Este método tiene un proceso de preparación sencillo y bajo coste de fabricación. Sin embargo, la distancia entre capas de grafito es de 0,335 nm, solo una pequeña cantidad de las moléculas de gas generadas mediante el calentamiento del agente de intercalación sólido puede penetrar en los espacios entre las capas de grafito y no se puede lograr una exfoliación eficaz. El grafeno obtenido mediante este método posee una calidad inestable y un bajo rendimiento, lo que no favorece la promoción a gran escala.

Sumario

La invención tiene como objetivo solucionar al menos uno de los problemas técnicos mencionados anteriormente existentes en la técnica anterior. Para este fin, la invención proporciona un método para la preparación de grafeno mediante exfoliación mecánica que es sencillo, ecológico y económico y la aplicación del mismo.

En un aspecto de la invención, se proporciona un método para la preparación de grafeno mediante exfoliación mecánica, que comprende las etapas de:

(1) dispersar materia prima de grafito en una solución acuosa de agente espumante para obtener una solución de dispersión previa de grafito; y

(2) someter la solución de dispersión previa de grafito a molienda, lavado con agua y clasificación por centrifuga, a fin de obtener el grafeno; y

la solución acuosa de agente espumante incluye los siguientes componentes: sulfonato de alfa-olefina de sodio, sulfato de éter de alcohol de sodio, ácido graso de coco de dietanolamina, polietilen glicol y agua.

En algunas realizaciones de la invención, la solución acuosa de agente espumante incluye los siguientes componentes en partes en peso: 1 ~ 10 partes de sulfonato de alfa-olefina de sodio, 1 ~ 10 partes de sulfato de éter de alcohol de sodio, 5 ~ 15 partes de ácido graso de coco de dietanolamina, 10 ~ 20 partes de polietilen glicol y 60 ~ 80 partes de agua.

En algunas realizaciones de la invención, el polietilen glicol tiene un peso molecular de 2.000 ~ 6.000.

En algunas realizaciones de la invención, la relación de sólido respecto a líquido de la materia prima de grafito respecto a la solución acuosa de agente espumante es de 10 ~ 15 mg/ml.

En algunas realizaciones de la invención, la materia prima de grafito es al menos una seleccionada de un grupo que consiste en grafito en copos naturales, grafito microcristalino, óxido de grafito, grafito expansible, grafito artificial y grafito pirolítico altamente orientado.

En algunas realizaciones de la invención, la clasificación por centrifuga comprende llevar a cabo una centrifugación a una velocidad de centrifuga de 1.000 ~ 3.000 rpm durante 1 a 10 min para obtener un sobrenadante que contenga grafeno. La clasificación por centrifuga puede retirar las sustancias que no son grafeno.

- 5 En algunas realizaciones de la invención, la molienda se lleva a cabo mediante un molino de arena y el molino de arena funciona a una velocidad de agitación de 500 ~ 2.000 rpm. El molino de arena es fácil de hacer funcionar y tiene una alta portabilidad.

En algunas realizaciones de la invención, la molienda se puede llevar a cabo mediante un molino de bolas.

- 10 En algunas realizaciones de la invención, la molienda se lleva a cabo mediante el molino de arena durante 0,1 ~ 10 horas.

- 15 En algunas realizaciones de la invención, un medio de molienda del molino de arena tiene un tamaño de partícula de 0,3 ~ 3 mm y un contenido de carga del 70 % ~ 80 %.

En algunas realizaciones de la invención, el molino de arena funciona a una temperatura de 30 ~ 80 °C.

- 20 La invención también proporciona el uso del método en la preparación de catalizadores o materiales activos de batería.

Una realización preferible de la invención tiene al menos los siguientes efectos beneficiosos.

- 25 1. En la invención, el grafito como materia prima se infiltra en la solución acuosa de agente espumante y, a continuación, se muele; la agitación a alta velocidad del equipo de molienda impulsa el movimiento a alta velocidad del medio de molienda para crear una fuerza de impacto, fricción y cizalla sobre el grafito; el agente espumante produce una gran cantidad de espuma fina y estable en una cavidad de molienda cerrada, que puede producir un efecto de empuje, soportar el grafito y aumentar el área de contacto entre el grafito y el medio de molienda, para lograr un buen efecto de exfoliación.

- 30 2. La solución acuosa de agente espumante preparada en la invención es un sistema compuesto por múltiples tensioactivos, tiene mejores propiedades de espuma que las de un tensioactivo individual y puede producir una gran cantidad de espuma estable, que no se puede lograr mediante los tensioactivos habituales.

- 35 3. El grafeno se prepara de una manera completamente física en la invención, sin implicar un proceso químico de oxidación-reducción, de modo que la estructura intrínseca del grafito se mantenga en la mayor medida y el grafeno obtenido tenga propiedades de láminas delgadas, pocos defectos y un determinado grado de estabilidad de dispersión.

- 40 4. El método de preparación de la invención es sencillo, la fuente de materias primas es amplia, el coste es bajo y la contaminación medioambiental es baja; además, el grafeno preparado es fácil de separar del sustrato y la producción a escala continua del grafeno se puede realizar mediante un equipo de molienda a alta velocidad que puede proporcionar una fuerza de cizalla continua.

Breve descripción de los dibujos

A continuación, se describirá la invención adicionalmente junto con los dibujos y Ejemplos adjuntos, en los que:

5 la FIG. 1 es una imagen de SEM que muestra la morfología de la materia prima de grafito en el Ejemplo 1 de la invención;

la FIG. 2 es una imagen de SEM que muestra la morfología del grafeno preparado en el Ejemplo 1 de la invención;

10 la FIG. 3 es una imagen de TEM del grafeno preparado en el Ejemplo 1 de la invención;

la FIG. 4 es una imagen de TEM que muestra el borde de una lámina del grafeno preparado en el Ejemplo 1 de la invención;

15 la FIG. 5 es un patrón de difracción XRD del grafeno preparado en el Ejemplo 1 de la invención y la materia prima de grafito;

la FIG. 6 es un espectro Raman del grafeno preparado en el Ejemplo 1 de la invención;

20 la FIG. 7 muestra los efectos de dispersión del grafeno preparado en el Ejemplo 1 de la invención en un disolvente mixto de agua/isopropanol; y

la FIG. 8 es una imagen de SEM que muestra la morfología del grafeno preparado en el Ejemplo comparativo 1 de la invención.

25

Descripción detallada

En lo sucesivo en el presente documento, el concepto de la invención y los efectos técnicos producidos mediante la invención se describirán clara y completamente con referencia a los Ejemplos, para comprender plenamente los
30 fines, las características y los efectos de la invención. Evidentemente, los Ejemplos descritos son únicamente una parte de los ejemplos de la invención y no todos ellos. Tomando como base los Ejemplos de la invención, otros ejemplos obtenidos por aquellos expertos en la materia sin trabajo creativo entrarán en el ámbito de protección de la invención.

35 Ejemplo 1

Un método para la preparación de grafeno en este Ejemplo comprende las siguientes etapas de:

40 (1) mezclar sulfonato de alfa-olefina de sodio, sulfato de éter de alcohol de sodio, ácido graso de coco de dietanolamina, polietilen glicol 5000 y agua en una relación en masa de 4:4:8:15:69 para obtener una solución acuosa de agente espumante;

(2) dispersar previamente grafito artificial uniformemente en la solución acuosa de agente espumante obtenida anteriormente para obtener una solución de dispersión previa de grafito artificial con una concentración de 10 mg/ml;

(3) añadir la solución de dispersión previa de grafito artificial en un molino de arena de varillas con un medio de molienda que tenga un tamaño de partícula de 0,5 mm y un contenido de carga del 80 % y someterla a molienda durante 2 horas a una velocidad de agitación de 1.500 rpm; y

5

(4) someter la solución resultante anterior a lavado con agua y centrifugación durante 10 minutos a una velocidad de centrifuga de 1.000 rpm para obtener un sobrenadante que contenga grafeno, a fin de obtener grafeno.

A partir de la morfología de la materia prima de grafito mostrada mediante una imagen de SEM en la FIG. 1, se puede observar que el grafito artificial tiene una estructura de pila de grafito clara y un espesor cercano a 6 μm , por lo que el grafito artificial se puede denominar material a granel o granular. El grafeno mostrado en la FIG. 2 se obtiene mediante exfoliación en el método anterior, se puede observar que el adelgazamiento del grafito resulta evidente y el grafito se exfolia hasta dar grafeno que tiene un espesor a nivel nanométrico, por lo que se puede usar como material nanométrico; además, el grafeno tiene una conductividad bidimensional especial, por lo que puede ser un excelente vehículo para catalizadores y materiales activos. En lo que respecta al espesor específico del grafeno, a partir del análisis de TEM de las láminas de grafeno exfoliadas tal como se muestra en la FIG. 3 y una ampliación parcial del borde del grafeno tal como se muestra en la FIG. 4, se puede hallar que el grafeno tiene un margen de red a 3,8 nm, lo que indica que el grafeno tiene un valor de espesor inferior a 5 nm.

El plano de grafito obtenido mediante el apilamiento a lo largo de la dirección del eje C es el plano cristalino (002), correspondiente a aproximadamente $26,4^\circ$ en el patrón XRD (FIG. 5), con un pico de difracción muy fuerte. Después de la exfoliación, la estructura de apilamiento de grafito a lo largo de la dirección del eje C se destruye y las láminas se adelgazan, lo que muestra un pico débil de $26,4^\circ$, tal como se muestra en la FIG. 5. Después de exfoliar el grafito mediante lijado, el valor del defecto producido se puede analizar mediante el espectro Raman y el resultado se muestra en la FIG. 6. El grafeno exfoliado mediante este método tiene una concentración de defectos I_D/I_G de 0,2326, que es ligeramente mayor que la de la materia prima ($I_D/I_G < 0,1$) y menor que la del grafeno preparado mediante un método de reducción-oxidación ($I_D/I_G > 0,5$). El ensayo de dispersabilidad se realiza en el grafeno exfoliado. Tal como se muestra en la FIG. 7, se obtiene una solución de dispersión de grafeno (agua/isopropanol) de 1 mg/ml mediante tratamiento ultrasónico y, después, esta se deja reposar durante una semana, se da la vuelta al recipiente y se observa precipitación en el fondo del recipiente. Se puede hallar que, después del reposo durante 7 días, el grafeno sigue manteniendo una buena dispersabilidad y solo hay una pequeña cantidad de grafeno en el fondo del recipiente. Esto se debe a que las láminas de grafeno son delgadas y se pueden dispersar de manera más estable en un disolvente que tiene una tensión superficial comparativa a la del grafeno.

Los resultados anteriores indican que el grafito artificial se puede exfoliar de manera eficaz mediante el método del Ejemplo y el grafeno preparado tiene propiedades de láminas delgadas, pocos defectos y un determinado grado de estabilidad de dispersión.

Ejemplo 2

40

Un método para la preparación de grafeno en este Ejemplo comprende las siguientes etapas de:

(1) mezclar sulfonato de alfa-olefina de sodio, sulfato de éter de alcohol de sodio, ácido graso de coco de dietanolamina, polietilen glicol 4000 y agua en una relación en masa de 5:2,5:7,5:15:70 para obtener una solución

acuosa de agente espumante;

(2) dispersar previamente grafito en copos uniformemente en la solución acuosa de agente espumante obtenida anteriormente para obtener una solución de dispersión previa de grafito en copos con una concentración de

5 10 mg/ml;

(3) añadir la solución de dispersión previa de grafito en copos en un molino de arena de varillas con un medio de molienda que tenga un tamaño de partícula de 0,3 mm y un contenido de carga del 80 % y someterla a molienda durante 2 horas a una velocidad de agitación de 1.500 rpm; y

10

(4) someter la solución resultante anterior a lavado con agua y centrifugación durante 7 minutos a una velocidad de centrífuga de 2.000 rpm para obtener un sobrenadante que contenga grafeno, a fin de obtener grafeno.

Ejemplo 3

15

Un método para la preparación de grafeno en este Ejemplo comprende las siguientes etapas de:

(1) mezclar sulfonato de alfa-olefina de sodio, sulfato de éter de alcohol de sodio, ácido graso de coco de dietanolamina, polietilen glicol 3000 y agua en una relación en masa de 3:2:5:15:75 para obtener una solución acuosa de agente espumante;

20

(2) dispersar previamente grafito expansible uniformemente en la solución acuosa de agente espumante obtenida anteriormente para obtener una solución de dispersión previa de grafito expansible con una concentración de 10 mg/ml;

25

(3) añadir la solución de dispersión previa de grafito expansible en un molino de arena de varillas con un medio de molienda que tenga un tamaño de partícula de 0,8 mm y un contenido de carga del 80 % y someterla a molienda durante 3 horas a una velocidad de agitación de 1.000 rpm; y

30

(4) someter la solución resultante anterior a lavado con agua y centrifugación durante 5 minutos a una velocidad de centrífuga de 2.500 rpm para obtener un sobrenadante que contenga grafeno, a fin de obtener grafeno.

Ejemplo 4

35 Un método para la preparación de grafeno en este Ejemplo comprende las siguientes etapas de:

(1) mezclar sulfonato de alfa-olefina de sodio, sulfato de éter de alcohol de sodio, ácido graso de coco de dietanolamina, polietilen glicol 4000 y agua en una relación en masa de 3:2:5:15:75 para obtener una solución acuosa de agente espumante;

40

(2) dispersar previamente grafito microcristalino uniformemente en la solución acuosa de agente espumante obtenida anteriormente para obtener una solución de dispersión previa de grafito microcristalino con una concentración de 10 mg/ml;

(3) añadir la solución de dispersión previa de grafito microcristalino en un molino de arena de varillas con un medio de molienda que tenga un tamaño de partícula de 2 mm y un contenido de carga del 80 % y someterla a molienda durante 4 horas a una velocidad de agitación de 1.000 rpm; y

- 5 (4) someter la solución resultante anterior a lavado con agua y centrifugación durante 5 minutos a una velocidad de centrifuga de 3.000 rpm para obtener un sobrenadante que contenga grafeno, a fin de obtener grafeno.

Ejemplo comparativo 1

- 10 Un método para la preparación de grafeno en este ejemplo difiere del Ejemplo 1 en que los componentes de las soluciones acuosas de agente espumante son diferentes y comprende las siguientes etapas específicas de:

(1) mezclar sulfonato de alfa-olefina de sodio y agua en una relación en masa de 4:96 para obtener una solución acuosa de agente espumante;

- 15 (2) dispersar previamente grafito artificial uniformemente en la solución acuosa de agente espumante obtenida anteriormente para obtener una solución de dispersión previa de grafito artificial con una concentración de 10 mg/ml;

- 20 (3) añadir la solución de dispersión previa de grafito artificial en un molino de arena de varillas con un medio de molienda que tenga un tamaño de partícula de 0,5 mm y un contenido de carga del 80 % y someterla a molienda durante 2 horas a una velocidad de agitación de 1.500 rpm; y

- (4) someter la solución resultante anterior a lavado con agua y centrifugación durante 10 minutos a una velocidad de centrífuga de 1.000 rpm para obtener un sobrenadante que contenga grafeno, a fin de obtener grafeno.

25 La mayor diferencia entre el Ejemplo comparativo 1 y el Ejemplo 1 es que los componentes de las soluciones acuosas de agente espumante son diferentes. Los componentes, el ácido graso de coco de dietanolamina y el polietilen glicol 5000, de la solución acuosa de agente espumante del Ejemplo 1 tienen efectos espesantes y estabilizantes de la espuma. Debido a la falta de polímeros con efectos espesantes y estabilizantes de la espuma en la solución acuosa de agente espumante del Ejemplo comparativo 1, la espuma resultante es inestable y se rompe fácilmente, lo que da como resultado un efecto de exfoliación mecánica deficiente y un rendimiento de grafeno bajo. A partir de la imagen de SEM que muestra la morfología del grafeno preparado en el Ejemplo comparativo 1, se puede hallar, adicionalmente, que el grafeno exfoliado sigue manteniendo una lámina más gruesa con un espesor en un intervalo de 10 a 100 nm, que obviamente es diferente del grafeno preparado en el Ejemplo 1. De acuerdo con la definición y clasificación del grafeno, el grafeno preparado en el Ejemplo comparativo 1 se puede considerar que son láminas de tamaño nanométrico de grafeno o láminas de tamaño micrométrico de grafito. De manera correspondiente, los indicadores clave del grafeno en el Ejemplo comparativo 1 se comparan sistemáticamente con los de la materia prima de grafito y el grafeno en el Ejemplo 1 y los resultados se muestran en la Tabla 1.

40 Tabla 1

	Rendimiento	BET (m ² /g)	I _D /I _G	Espesor (nm)
Materia prima de grafito	0	2,6	0,03	5 ~ 10 μm
Ejemplo	10 %	13,5	0,12	10 ~ 100 nm

comparativo 1				
Ejemplo 1	65 %	80,5	0,23	5 ~ 10 nm

A partir de la Tabla 1, se puede observar que, debido a que la solución acuosa de agente espumante en el Ejemplo comparativo 1 carece de un adyuvante espumante, un espesante y un estabilizante de la espuma, la espuma resultante es inestable y de finura insuficiente, por lo que el grafeno exfoliado es inferior al grafeno del Ejemplo 1 en cuanto al rendimiento, el espesor y la morfología.

El resultado del Ejemplo comparativo 1 muestra que, cuando la solución acuosa de agente espumante es un tensioactivo de un solo componente con un determinado efecto espumante, aunque se puede producir espuma, la espuma es inestable y se rompe fácilmente, lo que da como resultado una exfoliación mecánica deficiente del grafito.

En la invención, la solución acuosa de agente espumante es un sistema compuesto, por lo que la espuma resultante es estable y fina y mantiene las funciones de los tensioactivos, aumentando, de ese modo, el efecto de exfoliación mecánica del grafito.

Los ejemplos de la invención se han descrito con detalle anteriormente con referencia a los dibujos adjuntos. Sin embargo, la invención no se limita a los ejemplos mencionados anteriormente. Dentro del alcance del conocimiento que poseen aquellos expertos habituales en la materia, se pueden realizar diversas modificaciones sin apartarse del fin de la invención. Además, en caso de que no haya conflicto, los ejemplos de la invención y las características de los ejemplos se pueden combinar entre sí.

REIVINDICACIONES

1. Un método para la preparación de grafeno mediante exfoliación mecánica, en donde el método comprende las etapas de:

5

(1) dispersar materia prima de grafito en una solución acuosa de agente espumante para obtener una solución de dispersión previa de grafito; y

10

(2) someter la solución de dispersión previa de grafito a molienda, lavado con agua y clasificación por centrifuga, a fin de obtener el grafeno; y

la solución acuosa de agente espumante incluye los siguientes componentes: sulfonato de alfa-olefina de sodio, sulfato de éter de alcohol de sodio, ácido graso de coco de dietanolamina, polietilen glicol y agua.

15

2. El método de la reivindicación 1, en donde la solución acuosa de agente espumante incluye los siguientes componentes en partes en peso: 1 ~ 10 partes de sulfonato de alfa-olefina de sodio, 1 ~ 10 partes de sulfato de éter de alcohol de sodio, 5 ~ 15 partes de ácido graso de coco de dietanolamina, 10 ~ 20 partes de polietilen glicol y 60 ~ 80 partes de agua.

20

3. El método de la reivindicación 1, en donde el polietilen glicol tiene un peso molecular de 2.000 ~ 6.000.

4. El método de la reivindicación 1, en donde la relación de sólido respecto a líquido de la materia prima de grafito respecto a la solución acuosa de agente espumante es de 10 ~ 15 mg/ml.

25

5. El método de la reivindicación 1, en donde la materia prima de grafito es al menos una seleccionada de un grupo que consiste en grafito en copos naturales, grafito microcristalino, óxido de grafito, grafito expansible, grafito artificial y grafito pirolítico altamente orientado.

30

6. El método de la reivindicación 1, en donde la molienda se lleva a cabo mediante un molino de arena y el molino de arena funciona a una velocidad de agitación de 500 ~ 2.000 rpm.

7. El método de la reivindicación 6, en donde la molienda se lleva a cabo mediante el molino de arena durante 0,1 ~ 10 horas.

35

8. El método de la reivindicación 6, en donde un medio de molienda del molino de arena tiene un tamaño de partícula de 0,3 ~ 3 mm y un contenido de carga del 70 % ~ 80 %.

40

9. El método de la reivindicación 1, en donde la clasificación por centrifuga comprende llevar a cabo una centrifugación a una velocidad de centrifuga de 1.000 ~ 3.000 rpm durante 1 a 10 min para obtener un sobrenadante que contenga grafeno.

10. Uso de un método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 en la preparación de catalizadores o materiales activos de batería.

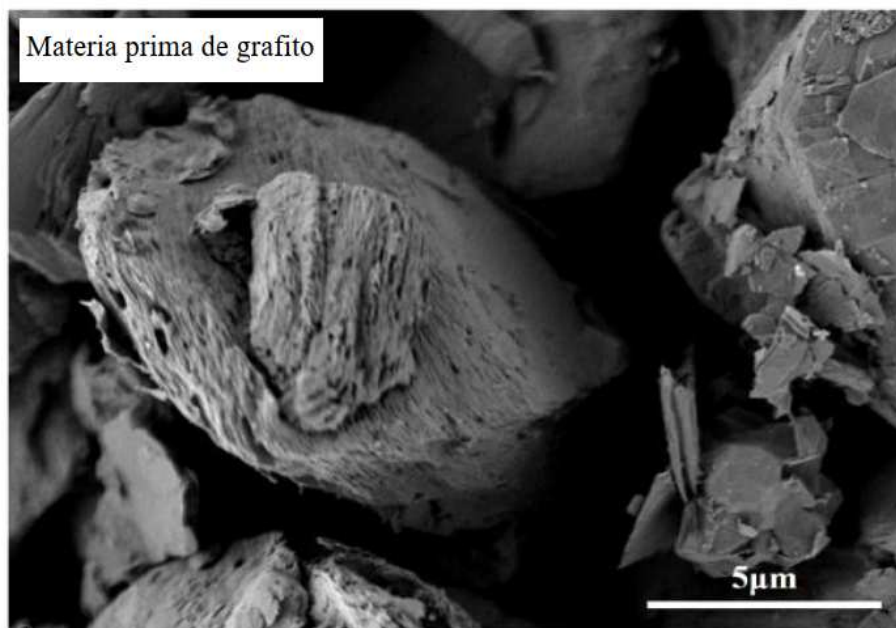


FIG. 1

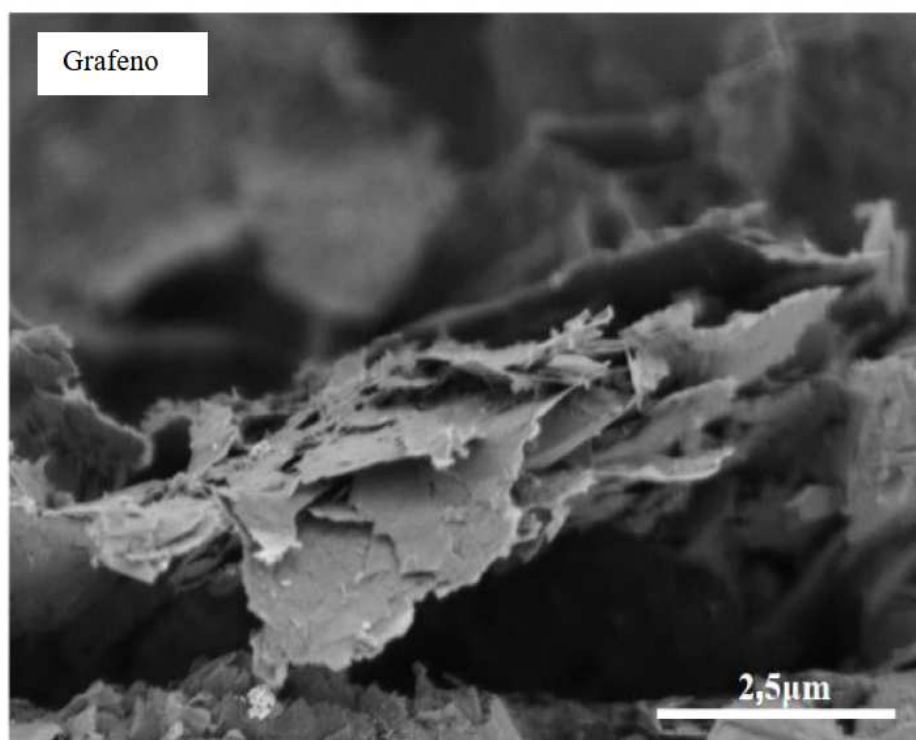


FIG. 2

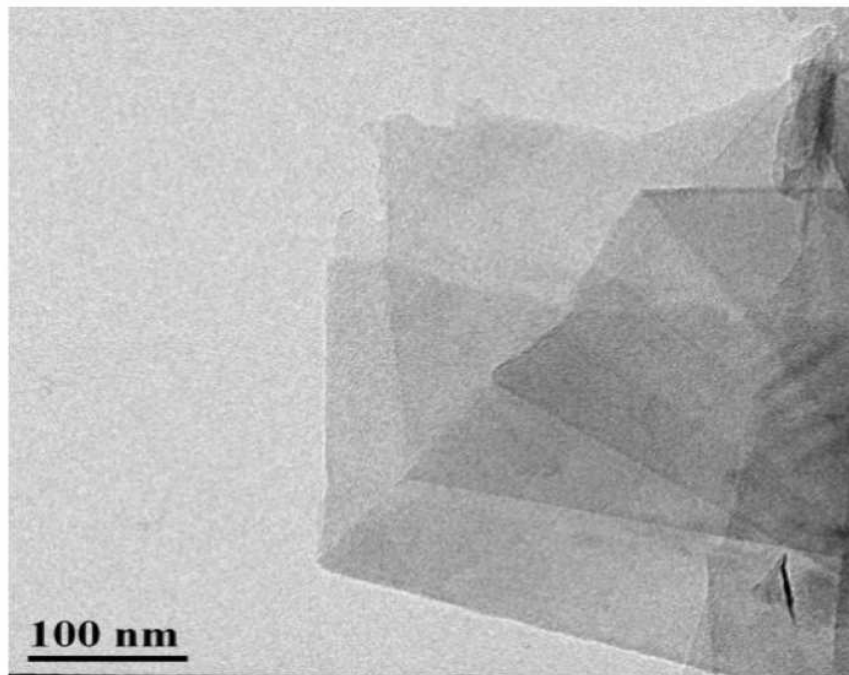


FIG. 3

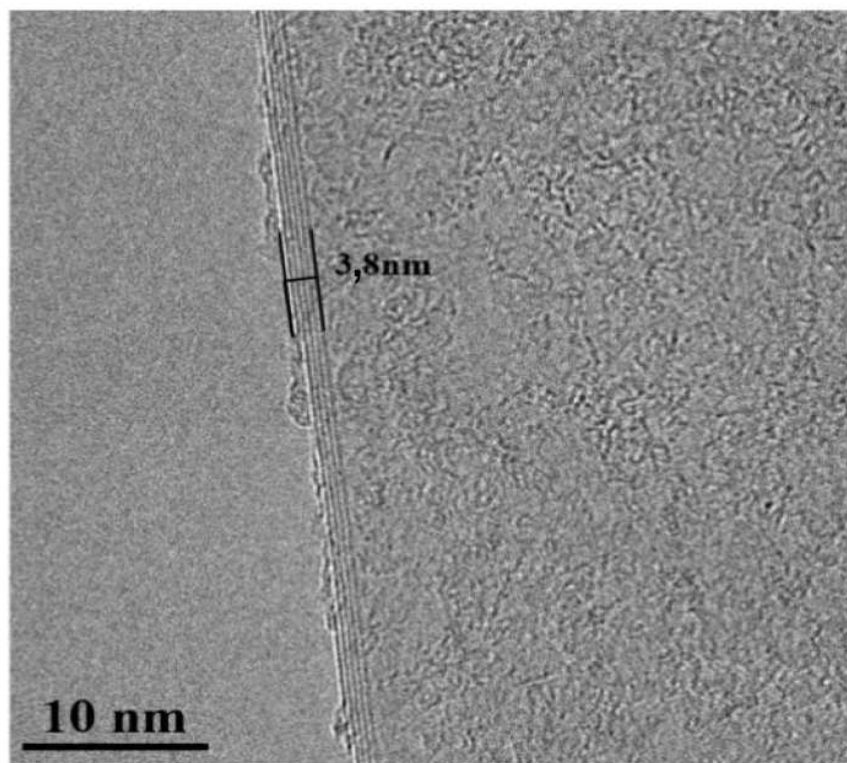


FIG. 4

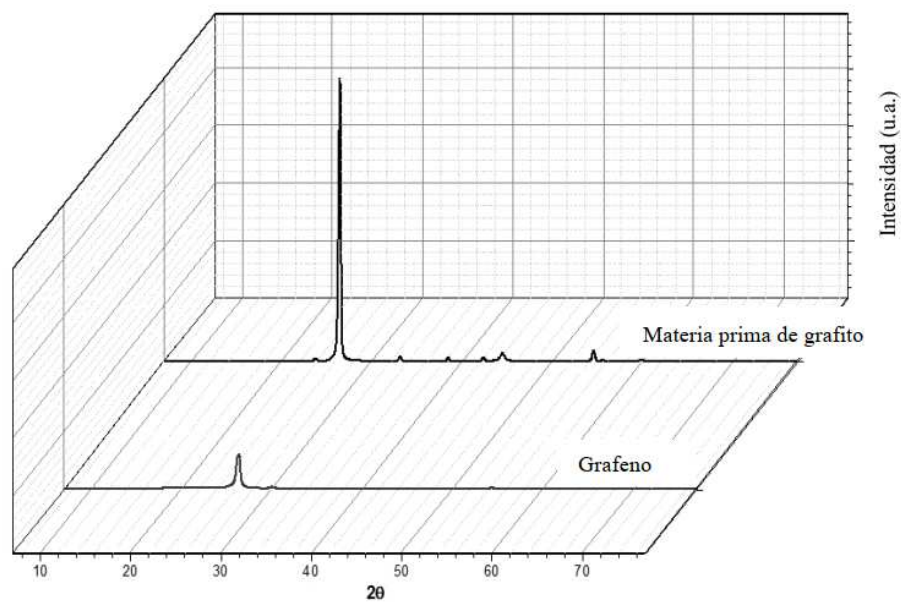


FIG. 5

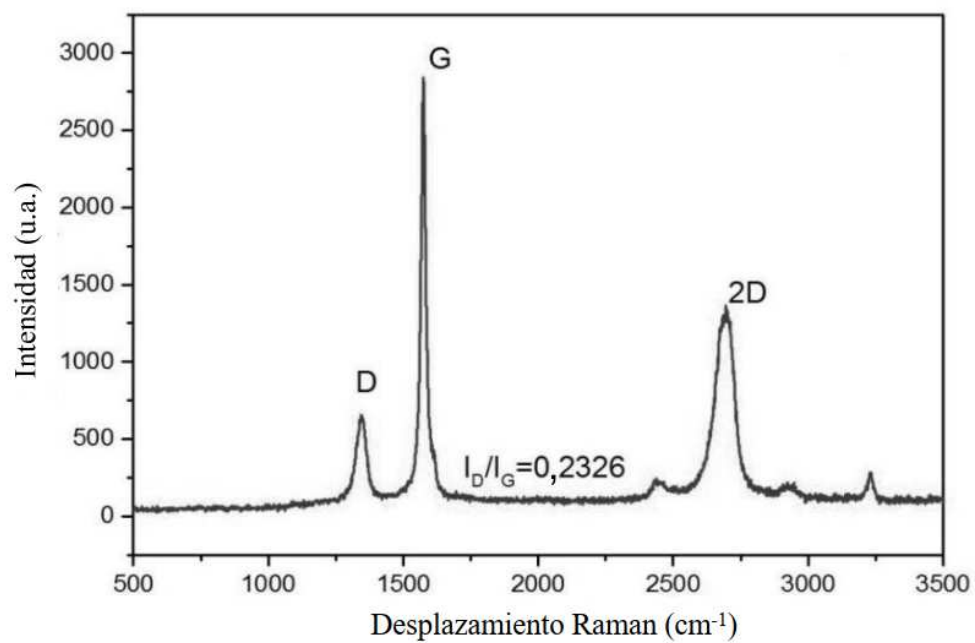


FIG. 6

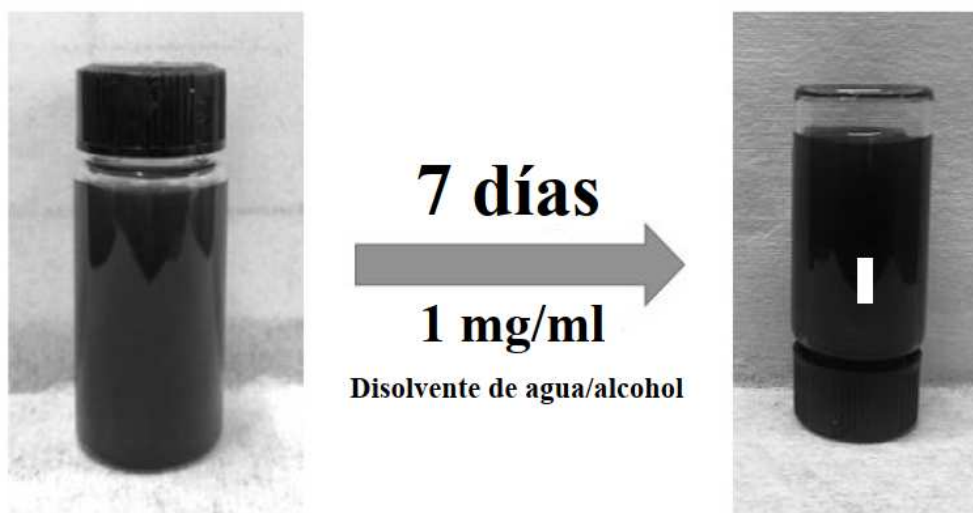


FIG. 7

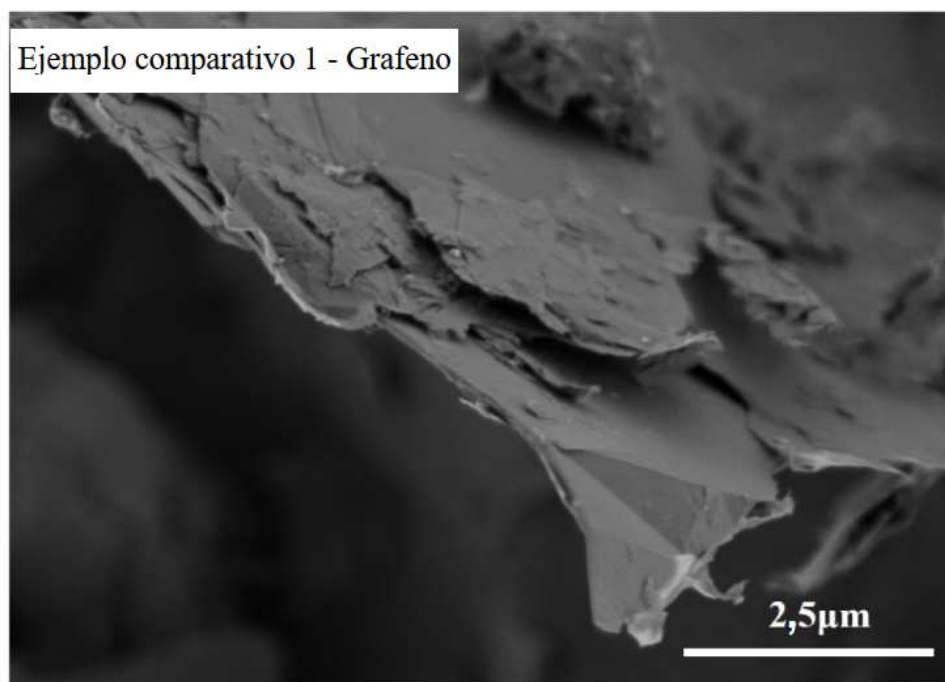


FIG. 8