



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104291328 B

(45)授权公告日 2017.04.12

(21)申请号 201410497887.X

(56)对比文件

(22)申请日 2014.09.25

CN 102179172 A, 2011.09.14,

(65)同一申请的已公布的文献号

CN 102179172 A, 2011.09.14,

申请公布号 CN 104291328 A

CN 103145121 A, 2013.06.12,

(43)申请公布日 2015.01.21

CN 102001651 A, 2011.04.06,

(73)专利权人 深圳粤网节能技术服务有限公司

CN 102502612 A, 2012.06.20,

地址 518107 广东省深圳市光明新区观光
路3009号招商局光明科技园A3栋C单
元501

CN 101935036 A, 2011.01.05,

(72)发明人 张麟德 张明东

审查员 王甜甜

(74)专利代理机构 广州华进联合专利商标代理
有限公司 44224

代理人 生启

(51)Int.Cl.

C01B 32/194(2017.01)

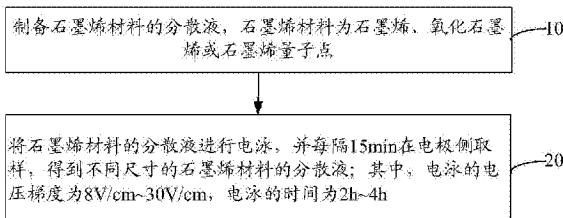
权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54)发明名称

石墨烯材料的分级分离方法

(57)摘要

本发明涉及石墨烯材料的分级分离方法，包括制备石墨烯材料的分散液，所述石墨烯材料为石墨烯、氧化石墨烯或石墨烯量子点及将所述石墨烯材料的分散液进行电泳，并每隔15min在电极侧取样，得到不同尺寸的石墨烯材料的分散液；其中，所述电泳的电压梯度为8V/cm~30V/cm，电泳的时间为2h~4h的步骤。上述石墨烯材料的分级分离方法基于电泳技术对石墨烯材料进行分级分离，经实验证明，该方法能够将不同尺寸的石墨烯材料分开，得到不同性能的石墨烯材料。



1. 一种石墨烯材料的分级分离方法,其特征在于,包括如下步骤:

制备石墨烯材料的分散液,将所述石墨烯材料的分散液进行电泳,并每隔15min在电极侧取样,得到不同尺寸的石墨烯材料的分散液;其中,所述电泳的电压梯度为8V/cm~30V/cm,电泳的时间为2h~4h;

所述石墨烯材料为石墨烯,所述石墨烯材料的分散液中还包含表面活性剂;所述表面活化剂选自四甲基碳酸氢铵、四乙基碳酸氢铵、四丁基碳酸氢铵、十二烷基四甲基碳酸胍、十六烷基四甲基碳酸胍、十六烷基三甲基溴化铵、十二烷基磺酸钠、十二烷基苯磺酸钠及十六烷基苯磺酸钠中的至少一种;或者,

所述石墨烯材料为氧化石墨烯,所述石墨烯材料的分散液的pH值为10~11。

2. 根据权利要求1所述的石墨烯材料的分级分离方法,其特征在于,所述石墨烯材料为石墨烯;所述石墨烯材料的分散液的制备方法包括如下步骤:

配制表面活性剂的水溶液;

将石墨烯加入所述表面活性剂的水溶液中,搅拌均匀得到混合液;及

将所述混合液进行超声分散后再进行离心,取上清液,得到所述石墨烯材料的分散液。

3. 根据权利要求2所述的石墨烯材料的分级分离方法,其特征在于,所述表面活性剂的水溶液中,所述表面活性剂的质量百分比浓度为1%~10%。

4. 根据权利要求2所述的石墨烯材料的分级分离方法,其特征在于,所述混合液中,所述石墨烯的浓度为0.1mg/mL~1mg/mL。

5. 根据权利要求1所述的石墨烯材料的分级分离方法,其特征在于,所述石墨烯材料为石墨烯,所述分级分离方法还包括对所述不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行处理的步骤,所述对所述不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行处理的步骤具体为:将所述不同尺寸的石墨烯材料的分散液加热至60℃~80℃,然后过滤,取固体,在保护气体氛围中对所述固体进行干燥,得到不同尺寸的石墨烯粉体。

6. 根据权利要求1所述的石墨烯材料的分级分离方法,其特征在于,通过向所述石墨烯材料的分散液加入碱液调节所述石墨烯材料的分散液的pH值为10~11,所述碱液为质量百分比浓度为5%的氨水、质量百分比浓度为10%的氨水、质量百分比浓度为10%的氢氧化钠的水溶液、质量百分比浓度为10%的氢氧化钾的水溶液、饱和碳酸钠的水溶液或饱和碳酸氢铵的水溶液。

7. 根据权利要求6所述的石墨烯材料的分级分离方法,其特征在于,还包括对所述不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行处理的步骤,所述对所述不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行处理的步骤具体为:分别将所述不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行盐析,水洗后干燥,得到不同尺寸的氧化石墨烯粉体。

石墨烯材料的分级分离方法

技术领域

[0001] 本发明涉及石墨烯材料技术领域,特别是涉及一种石墨烯材料的分级分离方法。

背景技术

[0002] 自从2004年英国曼彻斯特大学的Andre Geim及Konstantin Novoselof首次成功剥离热解石墨并观测到石墨烯以来,学界内对于新型碳材料的研究热度就一直没有消退过。石墨烯的成功分离意味着理论对于二维晶体热力学不稳定的预言被破除,也就带来了许多新领域研究的可能。

[0003] 完美的石墨烯具有理想的二维结构,它由六边形晶格组成,每个碳原子通过σ键在晶格平面方向上与其他的三个碳原子结合,未成σ键的电子则作为π电子,组成了垂直于晶格平面的π轨道体系。π电子可在平面上任意移动,这赋予了石墨烯极好的导电性,能够承受比铜高六个数量级的电流密度。同样,石墨烯也具有创纪录的导热性,纯净石墨烯的导热率高达 $2000\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}\sim4000\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 。并且,石墨烯具有极好的强度和极高的表面积。不仅如此,石墨烯的特殊结构也赋予其独特的能带结构,使其具有完美的隧穿效应和半整数的量子霍尔效应、以及它从不消失的电导率。这些独特的性能使其在材料和电子电路等方面有着极大的应用前景。也因此,对石墨烯的大量制备有极大的需求。

[0004] 对于石墨烯而言,主要衡量其品质的关键参数可以从尺寸、片层厚度、缺陷浓度等几个方面去评估。其中,石墨烯的尺寸大小决定了其接触电阻的大小,片层厚度则决定了石墨烯的电子结构是否得到保持,而缺陷浓度的大小则决定了石墨烯能带被打开的程度大小。理想的石墨烯具有大的片层尺寸,尽可能薄的片层厚度与接近零的缺陷浓度,从而也就具有了各种不同的优异性能。然而当其片层尺寸与厚度发生变化后,石墨烯的电子结构也将进一步改变,从而有更多应用的可能。实际上,大尺寸的石墨烯片层正因其尺寸大而接触电阻小,比表面积中非孔比表面积大,能够很好的在锂离子电池中作为导电剂和负极添加剂来使用;另外一方面,小尺寸的石墨烯片层则由于其尺寸小,能够轻易的渗透入细胞当中,因而可以作为负载药品的载体来使用。

[0005] 然而,目前的石墨烯的分离方法中,由于石墨烯尺寸小、密度低,无法通过传统的离心和过筛的方式有效分离不同尺寸的石墨烯;而膜过滤技术又耗时过长,且石墨烯不能溶解,也难以分离不同尺寸的石墨烯。因此,目前的石墨烯的分离方法很难将不同尺寸的石墨烯进行分开,从而难以发挥不同尺寸的石墨烯的作用。

发明内容

[0006] 基于此,有必要提供一种石墨烯材料的分级分离方法,用于将不同尺寸的石墨烯材料分开。

[0007] 一种石墨烯材料的分级分离方法,包括如下步骤:

[0008] 制备石墨烯材料的分散液,所述石墨烯材料为石墨烯、氧化石墨烯或石墨烯量子点;及

[0009] 将所述石墨烯材料的分散液进行电泳，并每隔15min在电极侧取样，得到不同尺寸的石墨烯材料的分散液；其中，所述电泳的电压梯度为8V/cm～30V/cm，电泳的时间为2h～4h。

[0010] 在其中一个实施例中，所述石墨烯材料为石墨烯，所述石墨烯材料的分散液中还包含表面活性剂。

[0011] 在其中一个实施例中，所述表面活化剂选自四甲基碳酸氢铵、四乙基碳酸氢铵、四丁基碳酸氢铵、十二烷基四甲基碳酸胍、十六烷基四甲基碳酸胍、十六烷基三甲基溴化铵、十二烷基磺酸钠、十二烷基苯磺酸钠及十六烷基苯磺酸钠中的至少一种。

[0012] 在其中一个实施例中，所述石墨烯材料的分散液的制备方法包括如下步骤：

[0013] 配制表面活性剂的水溶液；

[0014] 将石墨烯加入所述表面活性剂的水溶液中，搅拌均匀得到混合液；及

[0015] 将所述混合液进行超声分散后再进行离心，取上清液，得到所述石墨烯材料的分散液。

[0016] 在其中一个实施例中，所述表面活性剂的水溶液中，所述表面活性剂的质量百分比浓度为1%～10%。

[0017] 在其中一个实施例中，所述混合液中，所述石墨烯的浓度为0.1mg/mL～1mg/mL。

[0018] 在其中一个实施例中，还包括对所述不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行处理的步骤，所述对所述不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行处理的步骤具体为：将所述不同尺寸的石墨烯材料的分散液加热至60℃～80℃，然后过滤，取固体，在保护气体氛围中对所述固体进行干燥，得到不同尺寸的石墨烯粉体。

[0019] 在其中一个实施例中，所述石墨烯材料为氧化石墨烯，所述石墨烯材料的分散液的pH值为10～11。

[0020] 在其中一个实施例中，通过向所述石墨烯材料的分散液加入碱液调节所述石墨烯材料的分散液的pH值为10～11，所述碱液为质量百分比浓度为5%的氨水、质量百分比浓度为10%的氨水、质量百分比浓度为10%的氢氧化钠的水溶液、质量百分比浓度为10%的氢氧化钾的水溶液、饱和碳酸钠的水溶液或饱和碳酸氢铵的水溶液。

[0021] 在其中一个实施例中，还包括对所述不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行处理的步骤，所述对所述不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行处理的步骤具体为：分别将所述不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行盐析，水洗后干燥，得到不同尺寸的氧化石墨烯粉体。

[0022] 上述石墨烯材料的分级分离方法基于电泳技术对石墨烯材料进行分级分离，经实验证明，该方法能够将不同尺寸的石墨烯材料分开，得到不同性能的石墨烯材料。

附图说明

[0023] 图1为一实施方式的石墨烯材料的分级分离方法的流程图；

[0024] 图2(a)～图2(c)为实施例1的不同尺寸的石墨烯的原子力显微镜(AFM)图。

具体实施方式

[0025] 为使本发明的上述目的、特征和优点能够更加明显易懂，下面结合附图对本发明的具体实施方式做详细的说明。在下面的描述中阐述了很多具体细节以便于充分理解本发

明。但是本发明能够以很多不同于在此描述的其它方式来实施，本领域技术人员可以在不违背本发明内涵的情况下做类似改进，因此本发明不受下面公开的具体实施的限制。

[0026] 请参阅图1，一实施方式的石墨烯材料的分级分离方法，包括如下步骤10至步骤20。

[0027] 步骤10：制备石墨烯材料的分散液，石墨烯材料为石墨烯、氧化石墨烯或石墨烯量子点。

[0028] 当石墨烯材料为石墨烯时，石墨烯材料的分散液还包括表面活性剂。由于石墨烯不带电荷，引入表面活性剂给石墨烯附加上电荷。不同尺寸的石墨烯对表面活性剂的吸附程度不同，随即所带的电荷量亦不同，通过电泳能够实现不同尺寸的石墨烯的分离。并且，引入表面活性剂有利于石墨烯的分散，能够维持石墨烯分散液的稳定性。

[0029] 表面活性剂选自四甲基碳酸氢铵、四乙基碳酸氢铵、四丁基碳酸氢铵、十二烷基四甲基碳酸胍、十六烷基四甲基碳酸胍、十六烷基三甲基溴化铵、十二烷基磺酸钠、十二烷基苯磺酸钠及十六烷基苯磺酸钠中的至少一种。上述表面活性剂较易除去而不会影响石墨烯的品质，保证分离得到的石墨烯的质量。

[0030] 优选地，表面活性剂选自四丁基碳酸氢铵、四甲基碳酸氢铵、十二烷基四甲基碳酸胍及十二烷基苯磺酸钠中的至少一种。

[0031] 当石墨烯材料为石墨烯时，石墨烯材料的分散液的制备方法包括如下步骤110至步骤130。

[0032] 步骤110：配制表面活性剂的水溶液。

[0033] 将表面活性剂加入去离子水中，搅拌均匀，配制得到表面活性剂的水溶液。优选地，表面活性剂的水溶液中，表面活性剂的质量百分比浓度为1%～10%。选用表面活性剂的质量百分比浓度为1%～10%，一方面保证在石墨烯上附加足够的电荷，以便于电泳分离；另一方面，保证分离后能够较方便地将不同尺寸的石墨烯上的表面活性剂除去，以能够有效地降低表面活性剂对石墨烯产品性能的影响，从而获得高品质、尺寸分布窄的各种尺寸的石墨烯产品。

[0034] 步骤120：将石墨烯加入表面活性剂的水溶液中，搅拌均匀得到混合液。

[0035] 将石墨烯加入步骤110制备得到的表面活性剂的水溶液中，搅拌均匀，得到混合液。

[0036] 优选地，石墨烯在混合液中的浓度为0.1mg/mL～1mg/mL。

[0037] 步骤130：将混合液进行超声分散后再进行离心，取上清液，得到石墨烯材料的分散液。

[0038] 优选地，超声分散的功率为120W～180W，超声分散的时间为2h～6h。

[0039] 离心的转速为1500r/min～3000r/min，离心的时间为1min～3min。

[0040] 将混合液进行超声分散并离心后，取上清液，得到石墨烯材料的分散液。离心后的沉淀不废弃，而是重复上述步骤120，继续制备石墨烯材料的分散液用于后续电泳分离，以提高收率。

[0041] 当石墨烯材料为氧化石墨烯时，石墨烯材料的分散液即氧化石墨烯的分散液的pH值为10～11。将氧化石墨烯分散于去离子水中配制得到氧化石墨烯的分散液后，向氧化石墨烯的分散液中加入碱液调整pH值为10～11。将氧化石墨烯的分散液的pH值调整为10～11

的目的是将氧化石墨烯转换为阴离子形式,以使氧化石墨烯带电荷。

[0042] 阴离子形式的氧化石墨烯本身带有电荷。氧化石墨烯的尺寸越大,所带的电荷越多,电泳时的运动速度越快;氧化石墨烯的尺寸越小,所带的电荷越少,电泳时的运动速度越慢,从而能够实现不同尺寸的氧化石墨烯的分级分离。

[0043] 优选地,氧化石墨烯的分散液中,氧化石墨烯的浓度为 $0.5\text{mg/mL} \sim 5\text{mg/mL}$ 。

[0044] 优选地,碱液为质量百分比浓度为5%的氨水、质量百分比浓度为10%的氨水、质量百分比浓度为10%的氢氧化钠的水溶液、质量百分比浓度为10%的氢氧化钾的水溶液、饱和碳酸钠的水溶液或饱和碳酸氢铵的水溶液。进一步优选地,碱液为质量百分比浓度为5%的氨水、质量百分比浓度为10%的氨水或饱和碳酸氢铵的水溶液。

[0045] 氧化石墨烯的分散液的体积与碱液的体积比为 $1:0.5 \sim 2$ 。

[0046] 调节好pH值后,将石墨烯材料的分散液即氧化石墨烯的分散液放置于摇床上震荡3min~5min后,再进行后续的处理。

[0047] 当石墨烯材料为石墨烯量子点时,由于石墨烯量子点一般会存在残留官能团,例如羧基、羟基、氨基、羰基等而带电荷,因此将石墨烯量子点分散于去离子水中制备得到石墨烯量子点的分散液,直接将石墨烯量子点的分散液用于后续的电泳即可。尺寸大的石墨烯量子点上的电荷较多,运动速度较快,尺寸小的石墨烯量子点上的电荷较少,运动速度较慢,从而实现不同尺寸的石墨烯量子点的分离。

[0048] 优选地,石墨烯量子点的分散液中,石墨烯量子点的浓度为 $0.1\text{mg/L} \sim 1\text{mg/L}$ 。

[0049] 步骤20:将石墨烯材料的分散液进行电泳,并每隔15min在电极侧取样,得到不同尺寸的石墨烯材料的分散液;其中,电泳的电压梯度为 $8\text{V/cm} \sim 30\text{V/cm}$,电泳的时间为 $2\text{h} \sim 4\text{h}$ 。

[0050] 将步骤S10得到的石墨烯材料的分散液倒入电泳装置的溢流槽,接上电源,调节电压梯度为 $8\text{V/cm} \sim 30\text{V/cm}$,在电场作用下,使石墨烯材料能够匀速运动。电泳时间为 $2\text{h} \sim 4\text{h}$,其中,每隔15min将靠近电极侧的溶液取出。石墨烯材料尺寸越大,运动速度越快,越先随电泳泳出;尺寸越小,则越后到达。如此,实现不同尺寸的石墨烯材料的分级分离。

[0051] 其中,电极侧为正极侧或负极侧。当石墨烯材料表面的电荷为正电荷时,石墨烯材料向负极方向运动,在靠近负极侧收集分散液;当石墨烯材料表面的电荷为负电荷时,石墨烯材料向正极方向运动,在靠近正极侧收集分散液。

[0052] 在电极侧取样是取电极侧附近的溶液,一般以电泳槽靠近电极部分的 $1/10$ 体积处为取样区,即电容槽的体积 $1/10$ 为取样区,该取样区自电容槽靠近电极侧的边缘起往电容槽内部延伸。对于石墨烯电泳分离而言,取样区一般呈棕色。

[0053] 其中,所用的电泳装置即常规的电泳装置,例如,电泳涂装装置。可以用移液管或移液枪在靠近电极侧处取样,每次取 $5\text{mL} \sim 10\text{mL}$ 。在大规模分离时,每次取样的体积为电泳槽体积的 $1/10$ 。

[0054] 电泳的时间为 $2\text{h} \sim 4\text{h}$ 是指开始电泳至停止电泳的时间。

[0055] 优选地,当石墨烯材料为石墨烯时,还包括对不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行处理的步骤。该步骤具体为:

[0056] 将不同尺寸的石墨烯材料的分散液加热至 $60^\circ\text{C} \sim 80^\circ\text{C}$,然后过滤,取固体,在保护气体氛围中对该固体进行干燥,得到不同尺寸的石墨烯粉体。

[0057] 将不同尺寸的石墨烯材料的分散液加热至60℃～80℃，以破坏石墨烯上的表面活性剂。

[0058] 保护气体可以为氮气或惰性气体，如氦气、氩气等。在保护气体氛围中对固体进行干燥的温度优选为200℃，干燥的时间为0.5h～1h。对固体进行干燥一方面得到干燥的石墨烯粉体，另一方面脱除未被破坏的表面活性剂以得到高品质的石墨烯粉体。

[0059] 优选地，当石墨烯材料为氧化石墨烯时，还包括对不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行处理的步骤。该步骤具体为：

[0060] 分别将不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行盐析，水洗后干燥，得到不同尺寸的氧化石墨烯粉体。

[0061] 盐析剂优选为碳酸氢铵。配制碳酸氢铵的水溶液，分别向不同的尺寸的石墨烯材料的分散液加入碳酸氢铵的水溶液，使氧化石墨烯被盐析析出，然后水洗至无碳酸氢根离子，再于60℃～80℃下烘干，得到不同尺寸的氧化石墨烯粉体。

[0062] 优选地，碳酸氢铵的水溶液的浓度为0.5mg/mL～5mg/mL。

[0063] 于60℃～80℃下烘干，确保进一步脱除未洗出的碳酸氢铵，得到高品质、不同尺寸的氧化石墨烯粉体。

[0064] 优选地，当石墨烯材料为石墨烯量子点时，还包括对不同尺寸的石墨烯材料的分散液进行处理的步骤。该步骤具体为：

[0065] 分别将不同尺寸的石墨烯量子点的分散液蒸干，取固体，得到不同尺寸的石墨烯量子点粉体。

[0066] 上述石墨烯材料的分级分离方法基于电泳技术对石墨烯材料进行分级分离，经实验证明，该方法能够将不同尺寸的石墨烯材料分开，得到不同性能的石墨烯材料。

[0067] 上述石墨烯材料的分级分离方法工艺简单，分离时间短；并且，分离程度均一，分离得到的不同尺寸的石墨烯材料的尺寸分布窄，且结构完整，石墨烯材料的品质较高。

[0068] 以下通过具体实施例对上述石墨烯材料的分级分离方法进一步阐述。

[0069] 实施例1

[0070] 1、将四甲基碳酸氢铵加入去离子水中，搅拌均匀，配制成质量百分比浓度为1%的表面活性剂的水溶液。

[0071] 2、将石墨烯加入上述表面活性剂的水溶液中，搅拌均匀得到混合液，其中，石墨烯的浓度为0.1mg/mL。

[0072] 3、将上述混合液于120W的超声波下超声分散6h，然后于1500r/min下离心3min，取上清液，得到石墨烯的分散液；离心所得的沉淀重复上述步骤2和该步骤3，继续制备石墨烯的分散液，用于后续电泳分离。

[0073] 4、将石墨烯的分散液进行电泳，电泳的电压梯度为8V/cm，电泳的时间为4h，其中，每隔15min在电极侧取样，每次取样10mL，得到不同尺寸的石墨烯的分散液。

[0074] 5、将不同尺寸的石墨烯的分散液加热至60℃，然后过滤，取固体，在氮气氛围中对该固体于200℃下干燥0.5h，得到不同尺寸的石墨烯粉体。

[0075] 用原子力显微镜(AFM)对不同尺寸的石墨烯粉体进行表征，如图2(a)、图2(b)和图2(c)所示。其中，图2(a)所示的石墨烯粉体的尺寸为0.380μm，图2(b)所示的石墨烯粉体的尺寸为0.311μm，图2(c)所示的石墨烯粉体的尺寸为0.092μm，上述尺寸均指选区尺寸。由图

2(a) ~图2(c) 可看出,采用上述石墨烯材料的分级分离方法,能够有效对石墨烯进行分级分离,得到不同尺寸的石墨烯。

[0076] 实施例2

[0077] 1、将四丁基碳酸氢铵加入去离子水中,搅拌均匀,配制成质量百分比浓度为10%的表面活性剂的水溶液。

[0078] 2、将石墨烯加入上述表面活性剂的水溶液中,搅拌均匀得到混合液,其中,石墨烯的浓度为1mg/mL。

[0079] 3、将上述混合液于180W的超声波下超声分散2h,然后于3000r/min下离心1min,取上清液,得到石墨烯的分散液;离心所得的沉淀重复上述步骤2和该步骤3,继续制备石墨烯的分散液,用于后续电泳分离。

[0080] 4、将石墨烯的分散液进行电泳,电泳的电压梯度为30V/cm,电泳的时间为2h,其中,每隔15min在电极侧取样,每次取样10mL,得到不同尺寸的石墨烯的分散液。

[0081] 5、将不同尺寸的石墨烯的分散液加热至80℃,然后过滤,取固体,在氮气氛围中对该固体于200℃下干燥1h,得到不同尺寸的石墨烯粉体。

[0082] 实施例3

[0083] 1、将十二烷基四甲基碳酸胍和十二烷基苯磺酸钠按质量比为1:1加入去离子水中,搅拌均匀,配制成总质量浓度为5%的表面活性剂的水溶液。

[0084] 2、将石墨烯加入上述表面活性剂的水溶液中,搅拌均匀得到混合液,其中,石墨烯的浓度为0.5mg/mL。

[0085] 3、将上述混合液于150W的超声波下超声分散4h,然后于2000r/min下离心2min,取上清液,得到石墨烯的分散液;离心所得的沉淀重复上述步骤2和该步骤3,继续制备石墨烯的分散液,用于后续电泳分离。

[0086] 4、将石墨烯的分散液进行电泳,电泳的电压梯度为20V/cm,电泳的时间为3h,其中,每隔15min在电极侧取样,每次取10mL,得到不同尺寸的石墨烯的分散液。

[0087] 5、将不同尺寸的石墨烯的分散液加热至70℃,然后过滤,取固体,在氮气氛围中对该固体于200℃下干燥0.8h,得到不同尺寸的石墨烯粉体。

[0088] 实施例4

[0089] 1、将氧化石墨烯分散于去离子水中,配制浓度为0.5mg/mL的氧化石墨烯的分散液,向氧化石墨烯的分散液中加入质量百分比浓度为5%的氨水,调节氧化石墨烯的分散液的pH值为10。其中,氧化石墨烯的分散液的体积与碱液的体积比为1:0.5。将pH值为10的氧化石墨烯的分散液放置于摇床上震荡3min。

[0090] 2、将上述震荡后的pH值为10的氧化石墨烯的分散液进行电泳,电泳的电压梯度为15V/cm,电泳的时间为3.5h,其中,每隔15min在电极侧取样,每次取5mL,得到不同尺寸的氧化石墨烯的分散液。

[0091] 3、分别向不同尺寸的氧化石墨烯的分散液加入浓度为5mg/mL的碳酸氢铵的水溶液进行盐析,使氧化石墨烯被盐析析出,然后水洗至无碳酸氢根离子,再于60℃下烘干,得到不同尺寸的氧化石墨烯粉体。

[0092] 实施例5

[0093] 1、将氧化石墨烯分散于去离子水中,配制浓度为5mg/mL的氧化石墨烯的分散液,

向氧化石墨烯的分散液中加入质量百分比浓度为10%的氨水,调节氧化石墨烯的分散液的pH值为11。其中,氧化石墨烯的分散液的体积与碱液的体积比为1:2。将pH值为11的氧化石墨烯的分散液放置于摇床上震荡5min。

[0094] 2、将上述震荡后的pH值为11的氧化石墨烯的分散液进行电泳,电泳的电压梯度为25V/cm,电泳的时间为2.5h,其中,每隔15min在电极侧取样,每次取5mL,得到不同尺寸的氧化石墨烯的分散液。

[0095] 3、分别向不同尺寸的氧化石墨烯的分散液加入浓度为2mg/mL的碳酸氢铵的水溶液进行盐析,使氧化石墨烯被盐析析出,然后水洗至无碳酸氢根离子,再于80℃下烘干,得到不同尺寸的氧化石墨烯粉体。

[0096] 实施例6

[0097] 1、将氧化石墨烯分散于去离子水中,配制浓度为2mg/mL的氧化石墨烯的分散液,向氧化石墨烯的分散液中加入饱和碳酸氢铵的水溶液,调节氧化石墨烯的分散液的pH值为11。其中,氧化石墨烯的分散液的体积与碱液的体积比为1:1.5。将pH值为11的氧化石墨烯的分散液放置于摇床上震荡4min。

[0098] 2、将上述震荡后的pH值为11的氧化石墨烯的分散液进行电泳,电泳的电压梯度为18V/cm,电泳的时间为3h,其中,每隔15min在电极侧取样,每次取10mL,得到不同尺寸的氧化石墨烯的分散液。

[0099] 3、分别向不同尺寸的氧化石墨烯的分散液加入浓度为1mg/mL的碳酸氢铵的水溶液进行盐析,使氧化石墨烯被盐析析出,然后水洗至无碳酸氢根离子,再于70℃下烘干,得到不同尺寸的氧化石墨烯粉体。

[0100] 实施例7

[0101] 1、将石墨烯量子点分散于去离子水中,配制浓度为1mg/L的石墨烯量子点的分散液。

[0102] 2、将上述石墨烯量子点的分散液进行电泳,电泳的电压梯度为18V/cm,电泳的时间为3h,其中,每隔15min在电极侧取样,每次取5mL,得到不同尺寸的石墨烯量子点的分散液。

[0103] 3、分别将不同尺寸的石墨烯量子点的分散液蒸干,取固体,得到不同尺寸的石墨烯量子点粉体。

[0104] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式,其描述较为具体和详细,但并不能因此而理解为对本发明专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。因此,本发明专利的保护范围应以所附权利要求为准。

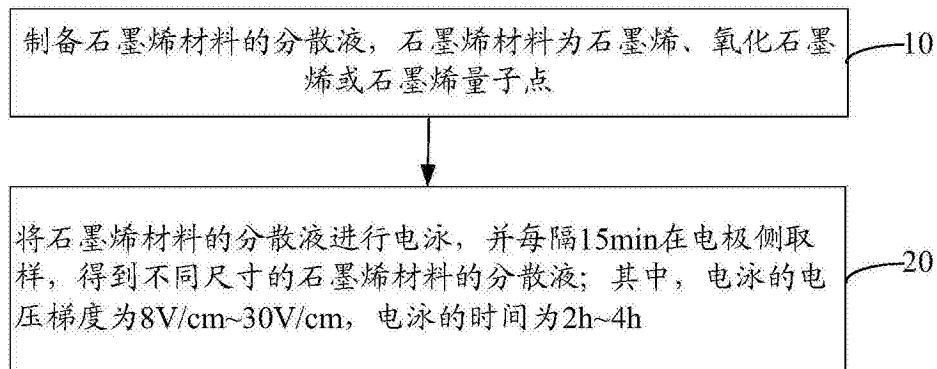


图1



图2 (a)

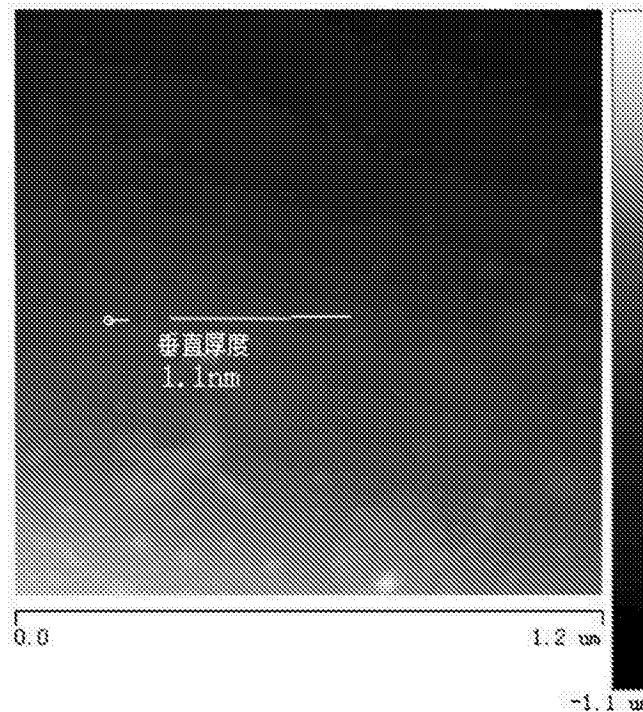


图2 (b)

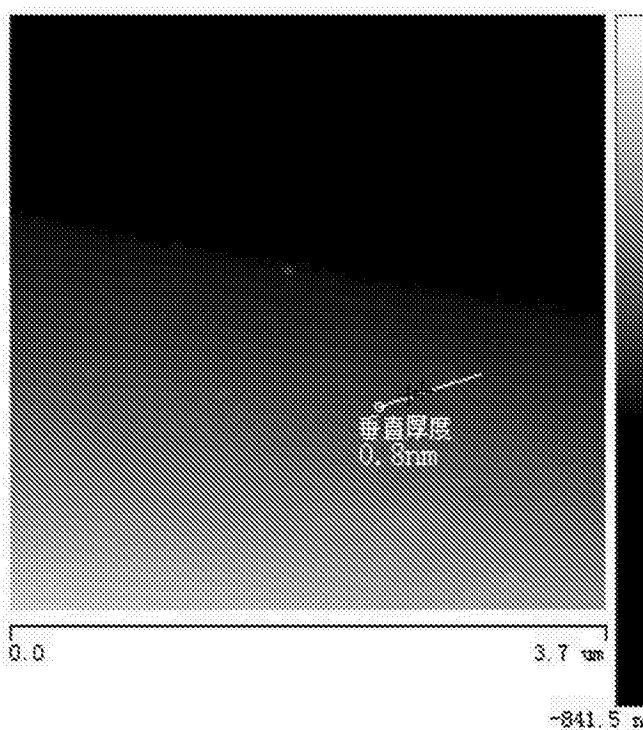


图2 (c)