



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115608273 A

(43) 申请公布日 2023. 01. 17

(21) 申请号 202211134955.7

(22) 申请日 2022.09.19

(71) 申请人 昆明云天墨睿科技有限公司

地址 650300 云南省昆明市安宁市草铺街
道办事处天安化工厂区内内部

(72) 发明人 蔡金明 吕鉴 廖骏华

(51) Int. Cl.

B01J 8/00 (2006.01)

B01J 8/08 (2006.01)

B01J 8/14 (2006.01)

C01B 32/198 (2017.01)

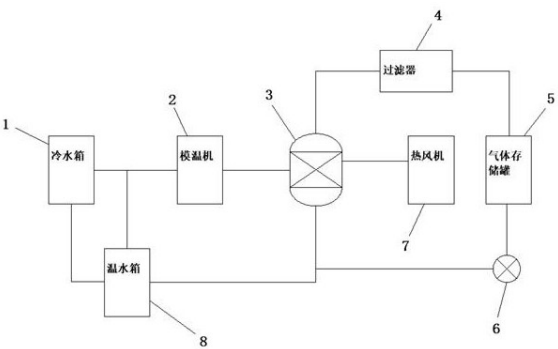
权利要求书2页 说明书7页 附图6页

(54) 发明名称

一种氧化石墨烯生产装置及生产方法

(57) 摘要

本发明提供一种氧化石墨烯生产装置,包括冷水箱、模温机、反应釜和温水箱,所述冷水箱的出水口和模温机的进水口通过水管连通,所述温水箱有两个出水口,其中一个出水口与模温机的进水口通过水管连通,另一个通过水管与冷水箱的进水口连通,所述模温机的出水口和温水箱的进水口均与反应釜连通;所述反应釜包括反应釜主体和反应釜盖,所述反应釜盖安装在反应釜主体上端面,所述反应釜主体内部设置有反应罐和控温盘管,所述控温盘管设置在反应罐外部;所述反应罐包括反应罐主体和反应罐盖,所述反应罐盖安装在反应罐主体上端面,本发明解决了现有氧化石墨烯反应釜温度控制误差大、温度控制不均匀与能源消耗大的问题。



1. 一种氧化石墨烯生产装置,其特征在于:包括冷水箱(1)、模温机(2)、反应釜(3)和温水箱(8),所述冷水箱(1)的出水口和模温机(2)的进水口通过水管连通,所述温水箱(8)有两个出水口,其中一个出水口与模温机(2)的进水口通过水管连通,另一个通过水管与冷水箱(1)的进水口连通,所述模温机(2)的出水口和温水箱(8)的进水口均与反应釜(3)连通;

所述反应釜(3)包括反应釜主体(31)和反应釜盖(32),所述反应釜盖(32)安装在反应釜主体(31)上端面,所述反应釜主体(31)内部设置有反应罐(33)和控温盘管(34),所述控温盘管(34)设置在反应罐(33)外部;

所述反应罐(33)包括反应罐主体(331)和反应罐盖(332),所述反应罐盖(332)安装在反应罐主体(331)上端面,所述反应罐盖(332)上端面设置有固体进料管、液体进料管和排气管,所述反应罐主体(331)内部设置有内空圆台(333),所述内空圆台(333)底部开设有敞口,所述内空圆台(333)通过敞口安装有温控器(334),所述反应罐主体(331)内腔底部设置有搅拌组件(335);

所述温控器(334)包括螺旋锥形盘管(3341)、出水管(3343)和进水管(3344),所述螺旋锥形盘管(3341)共两组,且交缠螺旋设置,所述进水管(3344)一端通过三连通(3342)与两组螺旋锥形盘管(3341)的进水口连通,两组所述螺旋锥形盘管(3341)的出水口均与出水管(3343)一端连通;

所述搅拌组件(335)包括曝气盘(3351)和排液管(3353),所述曝气盘(3351)上端面间隔设置有若干组气孔(3352),所述排液管(3353)的一端与曝气盘(3351)连通,所述排液管(3353)外部垂直连接有进气管(3354),且进气管(3354)与排液管(3353)相连通。

2. 根据权利要求1所述的一种氧化石墨烯生产装置,其特征在于:还包括过滤器(4)、气体存储罐(5)、高压气泵(6)和热风机(7),所述气体存储罐(5)的进气口通过过滤器(4)与排气管连通,所述气体存储罐(5)的排气口通过高压气泵(6)与进气管(3354)相连通,所述热风机(7)的排气口与控温盘管(34)的进气口通过气管连接。

3. 根据权利要求2所述的一种氧化石墨烯生产装置,其特征在于:所述控温盘管(34)的进气口和排气口均设置有温度传感器。

4. 根据权利要求1所述的一种氧化石墨烯生产装置,其特征在于:所述冷水箱(1)内部设置有冷水机组,所述冷水机组用于对冷水箱(1)内部水的温度保持在0-2℃,所述冷水箱(1)和温水箱(8)内部均设置有水位传感器,且冷水箱(1)与温水箱(8)内部的水的体积与冷水箱(1)和温水箱(8)内部容积的比例均为4/5。

5. 根据权利要求1所述的一种氧化石墨烯生产装置,其特征在于:若干组所述气孔(3352)均朝向反应釜主体(31)内壁切线方向一侧倾斜10-30°。

6. 根据权利要求1-5任一项所述的氧化石墨烯生产装置生产氧化石墨烯的方法,其特征在于:包括以下步骤:

步骤1:通过反应釜盖(32)和反应罐盖(332)将反应罐主体(331)和反应釜主体(31)密封好后,启动高压气泵(6)将气体通过气孔(3352)通入反应釜主体(31)内部,通过液体进料管加入浓硫酸,再通过固体进料管加入石墨粉和硝酸钠的混合物,曝气搅拌1h后加入高锰酸钾,控制温度低温反应1h;

步骤2:对反应釜主体(31)内部反应物升温,进行中温反应;

步骤3:中温反应结束后,向混合溶液中加入去离子水进行高温反应30min后,加入双氧

水反应15min;

步骤4:关闭高压气泵(6),通过3353将反应后的溶液取出,进行过滤、洗涤和干燥后买得到氧化石墨烯。

7.根据权利要求6所述的一种氧化石墨烯生产方法,其特征在于:所述方法中低温反应的温度不高于10℃,中温反应的温度在38℃,高温反应的温度在90℃;

还包括低温反应、中温反应和高温反应的温度控制过程,其步骤如下:

1)低温反应:在加入浓硫酸之前通过模温机(2)将冷水箱(1)内部的水通入温控器(334)内,使反应罐(33)内部维持低温环境,可保持反应罐(33)内部在中温反应前始终保持低温环境;

2)中温反应:通过模温机(2)将温水箱(8)内部的水通入温控器(334)内,模温机(2)会对调用的水进行升温,进而水通过温控器(334)对反应罐(33)内部升温,启动热风机(7)吹出中温反应需求温度的热风,通过控温盘管(34)维持反应罐(33)外部的环境温度,通过温度传感器检测控温盘管(34)进气口和排气口的气体温度,进而实现监控反应罐(33)内部的温度,使得反应罐(33)内部的反应温度始终保持在中温反应温度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的范围内;

3)高温反应:通过模温机(2)将温水箱(8)内部的水通入温控器(334)内,模温机(2)会对调用的水进行升温,进而水通过温控器(334)对反应罐(33)内部升温,启动热风机(7)吹出高温反应需求温度的热风,通过控温盘管(34)维持反应罐(33)外部的环境温度,通过温度传感器检测控温盘管(34)进气口和排气口的气体温度,进而实现监控反应罐(33)内部的温度,使得反应罐(33)内部的反应温度始终保持在高温反应温度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的范围内。

8.根据权利要求7所述的一种氧化石墨烯生产方法,其特征在于:还包括低温反应、中温反应和高温反应的水循环过程,包括如下步骤:

低温反应时冷水箱(1)内部的水通过模温机(2)进入反应釜(3)内部进行维温,水通过出水管(3343)回流到温水箱(8)内部,冷水箱(1)和温水箱(8)内部的液位传感器检测到冷水箱(1)内部水位降低、温水箱(8)内部水位升高,将温水箱(8)内部的水补充到冷水箱(1)内部,同时冷水机组工作,使冷水箱(1)内部的水始终保持在0-2℃;

中温反应时冷水箱(1)停止供水,在冷水箱(1)内部的水的体积与冷水箱(1)内部容积的比例达到4/5后,温水箱(8)停止向冷水箱(1)内部补水,温水箱(8)内部的水通过模温机(2)升温到中温反应温度后进入反应釜(3)内部进行升温 and 维温,水通过出水管(3343)回流到温水箱(8)内部,中温反应的回流水会使温水箱(8)内部的水温度升高;

高温反应时温水箱(8)内部经中温反应加热后的水通过模温机(2)升温到高温反应温度后进入反应釜(3)内部进行升温 and 维温,水通过出水管(3343)回流到温水箱(8)内部,形成一个水循环。

一种氧化石墨烯生产装置及生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及糕点加工技术领域,具体为一种氧化石墨烯生产装置及生产方法。

背景技术

[0002] 氧化石墨烯的制备方法主要有三种:Brodie法,Staudenmaier法和Hummers法。三种方法中Hummers法在制备氧化石墨烯或氧化石墨的时效性,安全性,稳定性上较为突出,也是工业化大批量制备氧化石墨所采用的方法。Hummers法的制备原理:通过浓硫酸与高锰酸钾形成的强氧化物来插层、氧化石墨(粉末或微片),再经水化反应对石墨氧化物进行氧化、剥离,再经过多次洗涤纯化后得到含有羧基、羟基、环氧、磺酸基等含有C、O官能团的氧化石墨,此氧化石墨可以经超声、高剪切剧烈搅拌、高压剥离等方式剥离为氧化石墨烯或氧化石墨,并在水中形成稳定氧化石墨烯或氧化石墨悬浮液。

[0003] Hummers法在工业化大规模生产氧化石墨烯或氧化石墨的制备路径通常为:在反应釜中通过控制温度、时间和加水量来实现石墨的氧化、插层和水化过程,完成上述过程后物料通过抽滤、压滤或离心进行氧化石墨的洗涤纯化。

[0004] 公开号为CN202210146533.5的文件公开一种制备氧化石墨烯的设备及其生产方法,包括:反应装置及依次设置的混合料注料区、氧化剂注料区、还原剂注料区、反应成品区,其通过反应装置、混合料注料区、氧化剂注料区、还原剂注料区及反应成品区的配合设计,由于所述反应装置可活动地依次从混合料注料区经由氧化剂注料区、还原剂注料区移动到反应成品区,从而使得反应装置的反应釜可以依次加入混合料、氧化剂及还原剂,实现小批量及多批次依次处理;文件《制备氧化石墨烯的方法和设备》,其主要通过对预混器、微通道反应器、收集罐、以及错流过滤装置,所述预混器、微通道反应器、收集罐和错流过滤装置进行依次连接,通过优化氧化石墨\烯反应过程中的传热,来改善氧化石墨在制备过程的热量问题。

[0005] 在Hummers法氧化石墨烯的制备过程基本可以分为三段包括低温反应、中温反应和高温反应,但是现有技术中对于氧化石墨烯制备过程中的温度控制精度低,加热方式粗糙导致温度控制不均匀且能源消耗大,为解决上面氧化石墨烯制备过程中温控方式的缺点,我们发明了一种氧化石墨烯生产装置及生产方法,从而解决了这些问题并提高了氧化石墨烯制备过程中的温度控制精度。

发明内容

[0006] (一)解决的技术问题

针对现有技术的不足,本发明提供了一种氧化石墨烯生产装置,包括冷水箱、模温机、反应釜和温水箱,所述冷水箱的出水口和模温机的进水口通过水管连通,所述温水箱有两个出水口,其中一个出水口与模温机的进水口通过水管连通,另一个通过水管与冷水箱的进水口连通,所述模温机的出水口和温水箱的进水口均与反应釜连通;

所述反应釜包括反应釜主体和反应釜盖,所述反应釜盖安装在反应釜主体上端

面,所述反应釜主体内部设置有反应罐和控温盘管,所述控温盘管设置在反应罐外部;

所述反应罐包括反应罐主体和反应罐盖,所述反应罐盖安装在反应罐主体上端面,所述反应罐盖上端面设置有固体进料管、液体进料管和排气管,所述反应罐主体内部设置有内空圆台,所述内空圆台底部开设有敞口,所述内空圆台通过敞口安装有温控器,所述反应罐主体内腔底部设置有搅拌组件;

所述温控器包括螺旋锥形盘管、出水管和进水管,所述螺旋锥形盘管共两组,且交缠螺旋设置,所述进水管一端通过三连通与两组螺旋锥形盘管的进水口连通,两组所述螺旋锥形盘管的出水口均与出水管一端连通;

所述搅拌组件包括曝气盘和排液管,所述曝气盘上端面间隔设置有若干组气孔,所述排液管的一端与曝气盘连通,所述排液管外部垂直连接有进气管,且进气管与排液管相连通。

[0007] 作为进一步优选,还包括过滤器、气体存储罐、高压气泵和热风机,所述气体存储罐的进气口通过过滤器与排气管连通,所述气体存储罐的排气口通过高压气泵与进气管相连通,所述热风机的排气口与控温盘管的进气口通过气管连接。

[0008] 作为进一步优选,所述控温盘管的进气口和排气口均设置有温度传感器。

[0009] 作为进一步优选,所述冷水箱内部设置有冷水机组,所述冷水机组用于对冷水箱内部水的温度保持在0-2℃,所述冷水箱和温水箱内部均设置有水位传感器,且冷水箱与温水箱内部的水的体积与冷水箱和温水箱内部容积的比例均为4/5。

[0010] 作为进一步优选,若干组所述气孔均朝向反应釜主体内壁切线方向一侧倾斜10-30°。

[0011] 作为进一步优选,一种氧化石墨烯生产装置生产氧化石墨烯的方法,包括以下步骤:

步骤1:通过反应釜盖和反应罐盖将反应罐主体和反应釜主体密封好后,启动高压气泵将气体通过气孔通入反应釜主体内部,通过液体进料管加入浓硫酸,再通过固体进料管加入石墨粉和硝酸钠的混合物,曝气搅拌1h后加入高锰酸钾,控制温度低温反应1h;

步骤2:对反应釜主体内部反应物升温,进行中温反应;

步骤3:中温反应结束后,向混合溶液中加入去离子水进行高温反应30min后,加入双氧水反应15min;

步骤4:关闭高压气泵,通过3353将反应后的溶液取出,进行过滤、洗涤和干燥后买得到氧化石墨烯。

[0012] 作为进一步优选,所述方法中低温反应的温度不高于10℃,中温反应的温度在38℃,高温反应的温度在90℃;

还包括低温反应、中温反应和高温反应的温度控制过程,其步骤如下:

1) 低温反应:在加入浓硫酸之前通过模温机将冷水箱内部的水通入温控器内,使反应罐内部维持低温环境,可保持反应罐内部在中温反应前始终保持低温环境;

2) 中温反应:通过模温机将温水箱内部的水通入温控器内,模温机会对调用的水进行升温,进而水通过温控器对反应罐内部升温,启动热风机吹出中温反应需求温度的热风,通过控温盘管维持反应罐外部的环境温度,通过温度传感器检测控温盘管进气口和排气口的气体温度,进而实现监控反应罐内部的温度,使得反应罐内部的反应温度始终保持

在中温反应温度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的范围内；

3) 高温反应:通过模温机将温水箱内部的水通入温控器内,模温机会对调用的水进行升温,进而水通过温控器对反应罐内部升温,启动热风机吹出高温反应需求温度的热风,通过控温盘管维持反应罐外部的环境温度,通过温度传感器检测控温盘管进气口和排气口的气体温度,进而实现监控反应罐内部的温度,使得反应罐内部的反应温度始终保持在高温反应温度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的范围内。

[0013] 作为进一步优选,还包括低温反应、中温反应和高温反应的水循环过程,包括如下步骤:

低温反应时冷水箱内部的水通过模温机进入反应釜内部进行维温,水通过出水管回流到温水箱内部,冷水箱和温水箱内部的液位传感器检测到冷水箱内部水位降低、温水箱内部水位升高,将温水箱内部的水补充到冷水箱内部,同时冷水机组工作,使冷水箱内部的水始终保持在 $0-2^{\circ}\text{C}$;

中温反应时冷水箱停止供水,在冷水箱内部的水的体积与冷水箱内部容积的比例达到4/5后,温水箱停止向冷水箱内部补水,温水箱内部的水通过模温机升温到中温反应温度后进入反应釜内部进行升温 and 维温,水通过出水管回流到温水箱内部,中温反应的回流水会使温水箱内部的水温度升高;

高温反应时温水箱内部经中温反应加热后的水通过模温机升温到高温反应温度后进入反应釜内部进行升温 and 维温,水通过出水管回流到温水箱内部,形成一个水循环。

[0014] (二)有益效果

本发明提供了一种氧化石墨烯生产装置及生产方法,具备以下有益效果:通过冷水箱、模温机、反应釜、热风机和温水箱的配合设计,可精准控制氧化石墨烯在制备过程中温度的精准控制,解决了现有氧化石墨烯反应釜温度控制误差大、温度控制不均匀与能源消耗大的问题,同时通过过滤器、气体存储罐、高压气泵和搅拌组件的配合设计,通过若干组气孔同时曝气会使反应罐主体内部反应物产生涡流,有效提高曝气的搅拌效果,同时气体冲击反应罐主体内腔内壁,可防止反应物粘附在反应罐主体的内腔内壁上。

附图说明

[0015] 图1为本发明的氧化石墨烯生产装置装配结构示意图;

图2为本发明的反应釜结构示意图;

图3为本发明的反应釜内部结构示意图;

图4为本发明的反应罐内部结构示意图;

图5为本发明的温控器结构示意图;

图6为本发明的搅拌组件结构示意图。

[0016] 图中:1冷水箱、2模温机、3反应釜、31反应釜主体、32反应釜盖、33反应罐、331反应罐主体、332反应罐盖、333内空圆台、334温控器、3341螺旋锥形盘管、3342三连通、3343出水管、3344进水管、335搅拌组件、3351曝气盘、3352气孔、3353排液管、3354进气管、34控温盘管、4过滤器、5气体存储罐、6高压气泵、7热风机、8温水箱。

具体实施方式

[0017] 下面详细描述本发明的实施方式,所述实施方式的示例在附图中示出,其中自始至终相同或类似的标号表示相同或类似的元件或具有相同或类似功能的元件。下面通过参考附图描述的实施方式是示例性的,仅用于解释本发明,而不能理解为对本发明的限制。

[0018] 在本发明的描述中,需要理解的是,术语“中心”、“纵向”、“横向”、“长度”、“宽度”、“厚度”、“上”、“下”、“前”、“后”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“顶”、“底”、“内”、“外”、“顺时针”、“逆时针”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明的限制。此外,术语“第一”、“第二”仅用于描述目的,而不能理解为指示或暗示相对重要性或者隐含指明所指示的技术特征的数量。由此,限定有“第一”、“第二”的特征可以明示或者隐含地包括一个或者更多个所述特征。在本发明的描述中,“多个”的含义是两个或两个以上,除非另有明确具体的限定。

[0019] 在本发明的描述中,需要说明的是,除非另有明确的规定和限定,术语“安装”、“相连”、“连接”应做广义理解,例如,可以是固定连接,也可以是可拆卸连接,或一体地连接;可以是机械连接,也可以是电连接或可以相互通讯;可以是直接相连,也可以通过中间媒介间接相连,可以是两个元件内部的连通或两个元件的相互作用关系。对于本领域的普通技术人员而言,可以根据具体情况理解上述术语在本发明中的具体含义。

[0020] 在本发明中,除非另有明确的规定和限定,第一特征在第二特征之“上”或之“下”可以包括第一和第二特征直接接触,也可以包括第一和第二特征不是直接接触而是通过它们之间的另外的特征接触。而且,第一特征在第二特征“之上”、“上方”和“上面”包括第一特征在第二特征正上方和斜上方,或仅仅表示第一特征水平高度高于第二特征。第一特征在第二特征“之下”、“下方”和“下面”包括第一特征在第二特征正下方和斜下方,或仅仅表示第一特征水平高度小于第二特征。

[0021] 下文的公开提供了许多不同的实施方式或例子用来实现本发明的不同结构。为了简化本发明的公开,下文中对特定例子的部件和设置进行描述。当然,它们仅仅为示例,并且目的不在于限制本发明。此外,本发明可以在不同例子中重复参考数字和/或参考字母,这种重复是为了简化和清楚的目的,其本身不指示所讨论各种实施方式和/或设置之间的关系。此外,本发明提供了的各种特定的工艺和材料的例子,但是本领域普通技术人员可以意识到其他工艺的应用和/或其他材料的使用。

[0022] 如图1-6所示,本实施例提供一种氧化石墨烯生产装置,包括冷水箱1、模温机2、反应釜3和温水箱8,冷水箱1的出水口和模温机2的进水口通过水管连通,温水箱8有两个出水口,其中一个出水口与模温机2的进水口通过水管连通,另一个通过水管与冷水箱1的进水口连通,模温机2的出水口和温水箱8的进水口均与反应釜3连通;

反应釜3包括反应釜主体31和反应釜盖32,反应釜盖32安装在反应釜主体31上端面,反应釜主体31内部设置有反应罐33和控温盘管34,控温盘管34设置在反应罐33外部;

反应罐33包括反应罐主体331和反应罐盖332,反应罐盖332安装在反应罐主体331上端面,反应罐盖332上端面设置有固体进料管、液体进料管和排气管,反应罐主体331内部设置有内空圆台333,内空圆台333底部开设有敞口,内空圆台333通过敞口安装有温控器334,反应罐主体331内腔底部设置有搅拌组件335;

温控器334包括螺旋锥形盘管3341、出水管3343和进水管3344,螺旋锥形盘管3341共两组,且交缠螺旋设置,进水管3344一端通过三连通3342与两组螺旋锥形盘管3341的进水口连通,两组螺旋锥形盘管3341的出水口均与出水管3343一端连通;

搅拌组件335包括曝气盘3351和排液管3353,曝气盘3351上端面间隔设置有若干组气孔3352,排液管3353的一端与曝气盘3351连通,排液管3353外部垂直连接有进气管3354,且进气管3354与排液管3353相连通。

[0023] 具体来说,模温机2的出水口通过水管与进水管3344的一端连通,温水箱8的进水口通过水管与出水管3343连通,使得模温机2排出的水通过温控器334后会回流到温水箱8内部。水通过温控器334与反应罐主体331内部进行换热,温控器334设置在内空圆台333的内部,内空圆台333在反应罐主体331内腔底部凸出,使得温控器334对反应罐主体331内腔的温度调节更方便。反应罐盖332上端面设置有固体进料管、液体进料管和排气管上均设置有阀门,并且冷水箱1、模温机2、反应釜3和温水箱8之间相互连接的管路上均设置有阀门。

[0024] 进一步的,还包括过滤器4、气体存储罐5、高压气泵6和热风机7,气体存储罐5的进气口通过过滤器4与排气管连通,气体存储罐5的排气口通过高压气泵6与进气管3354相连通,热风机7的排气口与控温盘管34的进气口通过气管连接。

[0025] 其中,控温盘管34的进气口和排气口均设置有温度传感器。

[0026] 具体来说,控温盘管34进气口和排气口的温度传感器用于检测控温盘管34进入气体和排出气体的温度,同时控温盘管34与热风机7共同作用还可以保证反应罐33周围的环境温度与反应罐33内部温度一致,避免了反应罐33因热传导导致温度稳定性较差的问题。

[0027] 需要说明的是,控温盘管34将反应罐33的外部围住,反应罐33内部进行反应时,温度会影响周围的环境,气体通过控温盘管34并排出后,受到反应罐33的温度影响,气体的温度会发生变化,若前后温度差大于两度,则说明反应罐33内部的温度过高或过低,进而可通过模温机2改变水的温度来间接的调节反应罐33内部的温度。

[0028] 在本实施例中,冷水箱1内部设置有冷水机组,冷水机组用于对冷水箱1内部水的温度保持在0-2℃,冷水箱1和温水箱8内部均设置有水位传感器,且冷水箱1与温水箱8内部的水的体积与冷水箱1和温水箱8内部容积的比例均为4/5。

[0029] 其中,温水箱8属于回流水的收纳箱,在温水箱8内部的水体积与温水箱8容积比高于4/5,冷水箱1内部的水体积与冷水箱1容积比小于4/5时,可通过水泵将温水箱8内部的水抽入冷水箱1内部,使冷水箱1内部的水体积与冷水箱1容积比维持在4/5。

[0030] 在本实施例中,若干组气孔3352均朝向反应釜主体31内壁切线方向一侧倾斜10-30°。

[0031] 如图6所示,具体来说,气孔3352的出口斜向对准反应罐主体331的内腔内壁,若干组气孔3352同时曝气会使反应罐主体331内部的反应物产生涡流,有效提高曝气的搅拌效果,同时气体冲击反应罐主体331内腔内壁,可防止反应物粘附在反应罐主体331的内腔内壁上。

[0032] 本实施例还提供一种氧化石墨烯生产装置生产氧化石墨烯的方法,包括以下步骤:

步骤1:通过反应釜盖32和反应罐盖332将反应罐主体331和反应釜主体31密封好后,启动高压气泵6将气体通过气孔3352通入反应釜主体31内部,通过液体进料管加入浓硫

酸,再通过固体进料管加入石墨粉和硝酸钠的混合物,曝气搅拌1h后加入高锰酸钾,控制温度低温反应1h;

步骤2:对反应釜主体31内部反应物升温,进行中温反应;

步骤3:中温反应结束后,向混合溶液中加入去离子水进行高温反应30min后,加入双氧水反应15min;

步骤4:关闭高压气泵6,通过3353将反应后的溶液取出,进行过滤、洗涤和干燥后买得到氧化石墨烯。

[0033] 进一步的,生产氧化石墨烯的方法中低温反应的温度不高于10℃,中温反应的温度在38℃,高温反应的温度在90℃;

需要说明的是,中温反应的温度范围可以是35-40℃,高温反应的温度范围可以是90-95℃。

[0034] 还包括低温反应、中温反应和高温反应的温度控制过程,其步骤如下:

1低温反应:在加入浓硫酸之前通过模温机2将冷水箱1内部的水通入温控器334内,使反应罐33内部维持低温环境,可保持反应罐33内部在中温反应前始终保持低温环境;

2中温反应:通过模温机2将温水箱8内部的水通入温控器334内,模温机2会对调用的水进行升温,进而水通过温控器334对反应罐33内部升温,启动热风机7吹出中温反应需求温度的热风,通过控温盘管34维持反应罐33外部的环境温度,通过温度传感器检测控温盘管34进气口和排气口的气体温度,进而实现监控反应罐33内部的温度,使得反应罐33内部的反应温度始终保持在中温反应温度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的范围内;

3高温反应:通过模温机2将温水箱8内部的水通入温控器334内,模温机2会对调用的水进行升温,进而水通过温控器334对反应罐33内部升温,启动热风机7吹出高温反应需求温度的热风,通过控温盘管34维持反应罐33外部的环境温度,通过温度传感器检测控温盘管34进气口和排气口的气体温度,进而实现监控反应罐33内部的温度,使得反应罐33内部的反应温度始终保持在高温反应温度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的范围内。

[0035] 更进一步的,还包括低温反应、中温反应和高温反应的水循环过程,包括如下步骤:

低温反应时冷水箱1内部的水通过模温机2进入反应釜3内部进行维温,水通过出水管3343回流到温水箱8内部,冷水箱1和温水箱8内部的液位传感器检测到冷水箱1内部水位降低、温水箱8内部水位升高,将温水箱8内部的水补充到冷水箱1内部,同时冷水机组工作,使冷水箱1内部的水始终保持在0-2℃;

中温反应时冷水箱1停止供水,在冷水箱1内部的水的体积与冷水箱1内部容积的比例达到4/5后,温水箱8停止向冷水箱1内部补水,温水箱8内部的水通过模温机2升温到中温反应温度后进入反应釜3内部进行升温 and 维温,水通过出水管3343回流到温水箱8内部,中温反应的回流水会使温水箱8内部的水温度升高;

高温反应时温水箱8内部经中温反应加热后的水通过模温机2升温到高温反应温度后进入反应釜3内部进行升温 and 维温,水通过出水管3343回流到温水箱8内部,形成一个水循环。

[0036] 具体来说,在中温反应时,温水箱8内部已经有部分水被加热,这些被加热的水可以利用到高温反应中,进而可节约能源。

[0037] 本发明中,冷水箱1内部的水由冷水机组控温到0-2℃,再有模温机2供给反应釜3进行温度调控用于低温反应,再通过模温机2抽运温水箱8内部的水进行加热控温到35-40℃ $\pm$ 0.5℃之间用于反应釜3中中温反应的温度调节中温反应的温度根据实际情况设定,中温反应的水会回流到温水箱8内部,通过模温机2抽运温水箱8内部的回流水进行加热控温到90-95℃ $\pm$ 0.5℃之间用于反应釜3中高温反应的温度调节中温反应的温度根据实际情况设定,有效节约了能源,保证氧化石墨烯在制备过程中的反应温度稳定。

[0038] 综上,本发明提供的一种氧化石墨烯生产装置及生产方法,通过冷水箱1、模温机2、反应釜3、热风机7和温水箱8的配合设计,可精准控制氧化石墨烯在制备过程中温度的精准控制,解决了现有氧化石墨烯反应釜温度控制误差大、温度控制不均匀与能源消耗大的问题,同时通过过滤器4、气体存储罐5、高压气泵6和搅拌组件335的配合设计,通过若干组气孔3352同时曝气会使反应罐主体331内部的反应物产生涡流,有效提高曝气的搅拌效果,同时气体冲击反应罐主体331内腔内壁,可防止反应物粘附在反应罐主体331的内腔内壁上。

[0039] 尽管已经示出和描述了本发明的实施例,对于本领域的普通技术人员而言,可以理解在不脱离本发明的原理和精神的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本发明的范围由所附权利要求及其等同物限定。

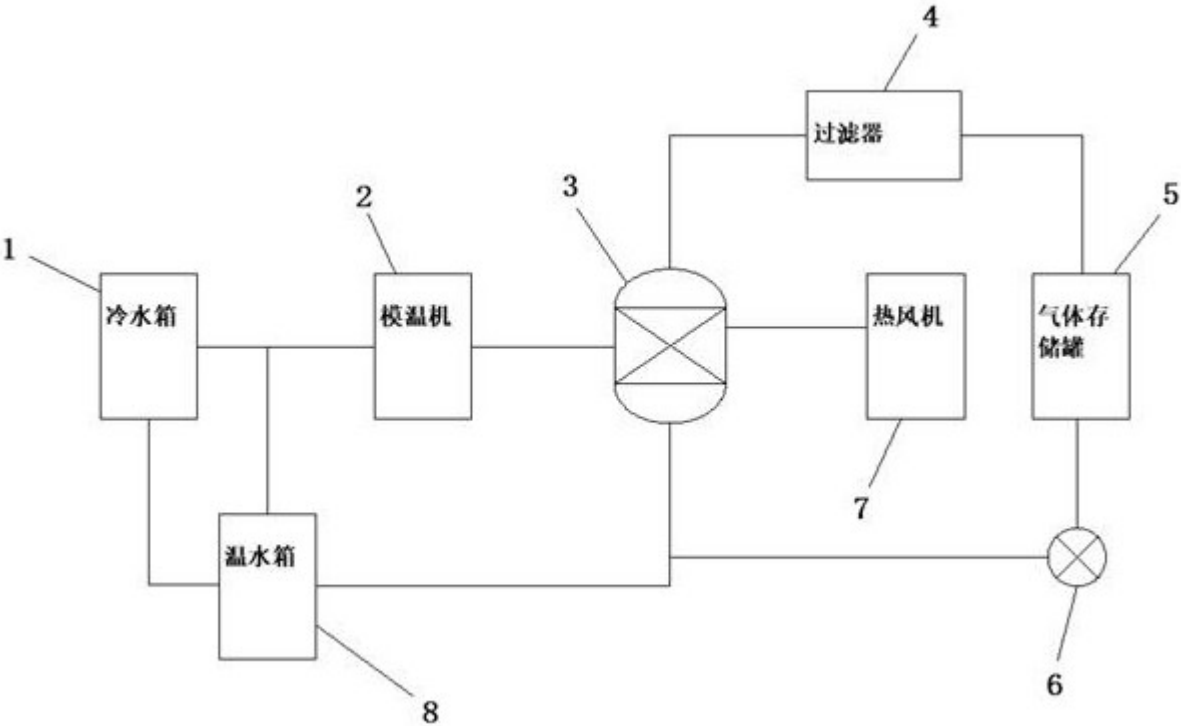


图1

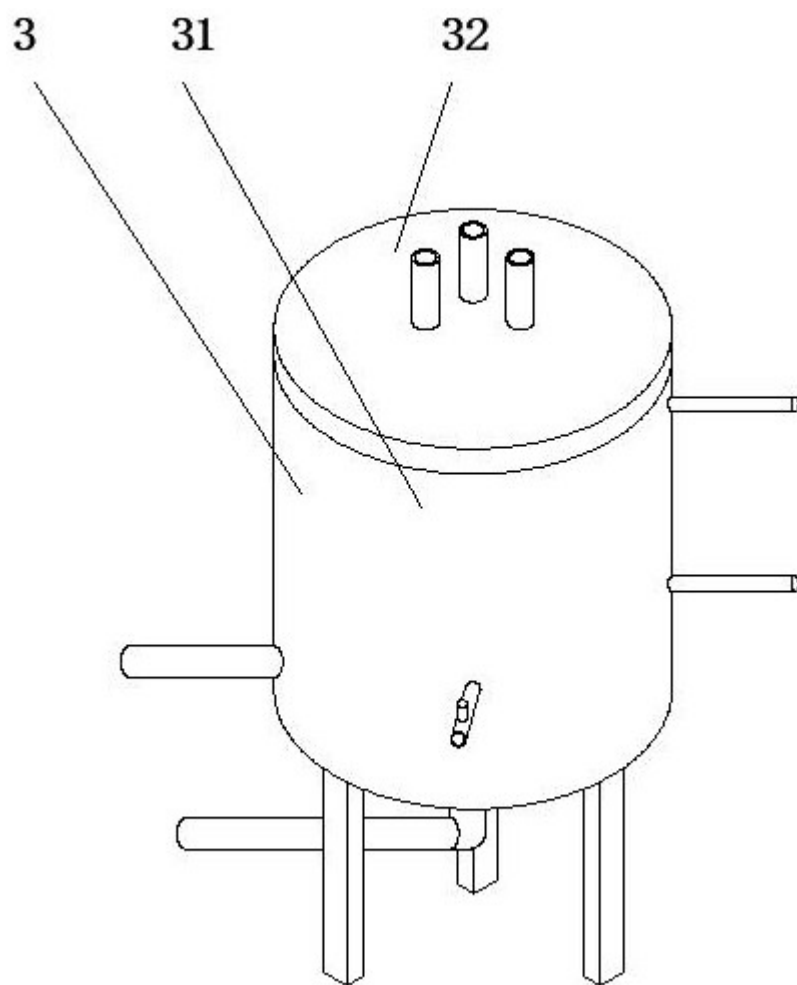


图2

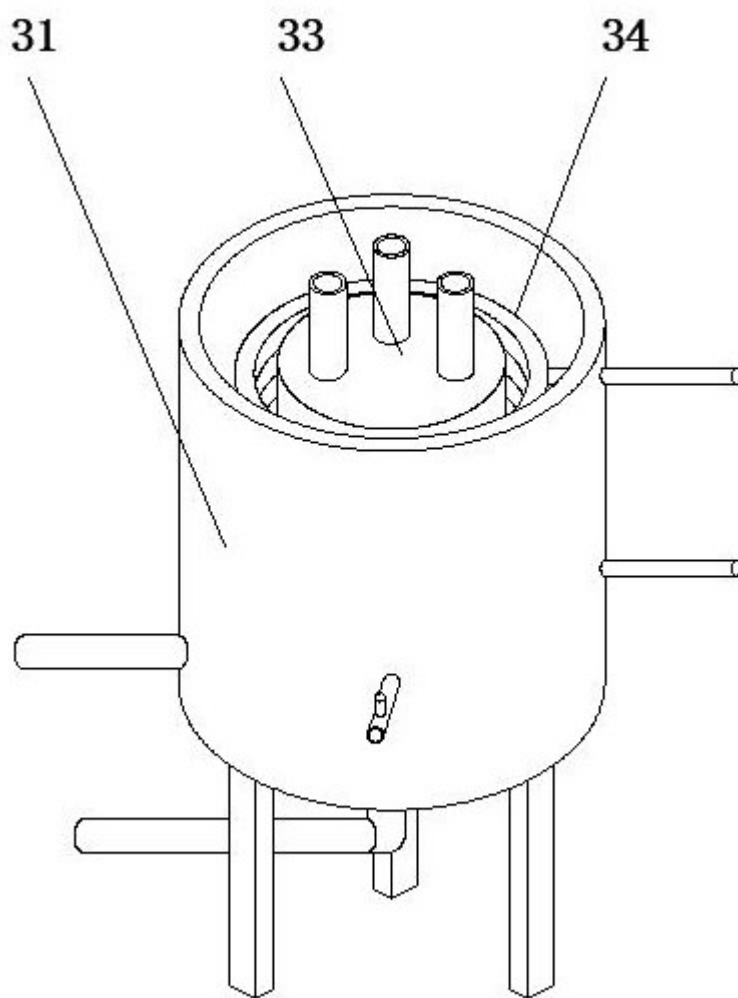


图3

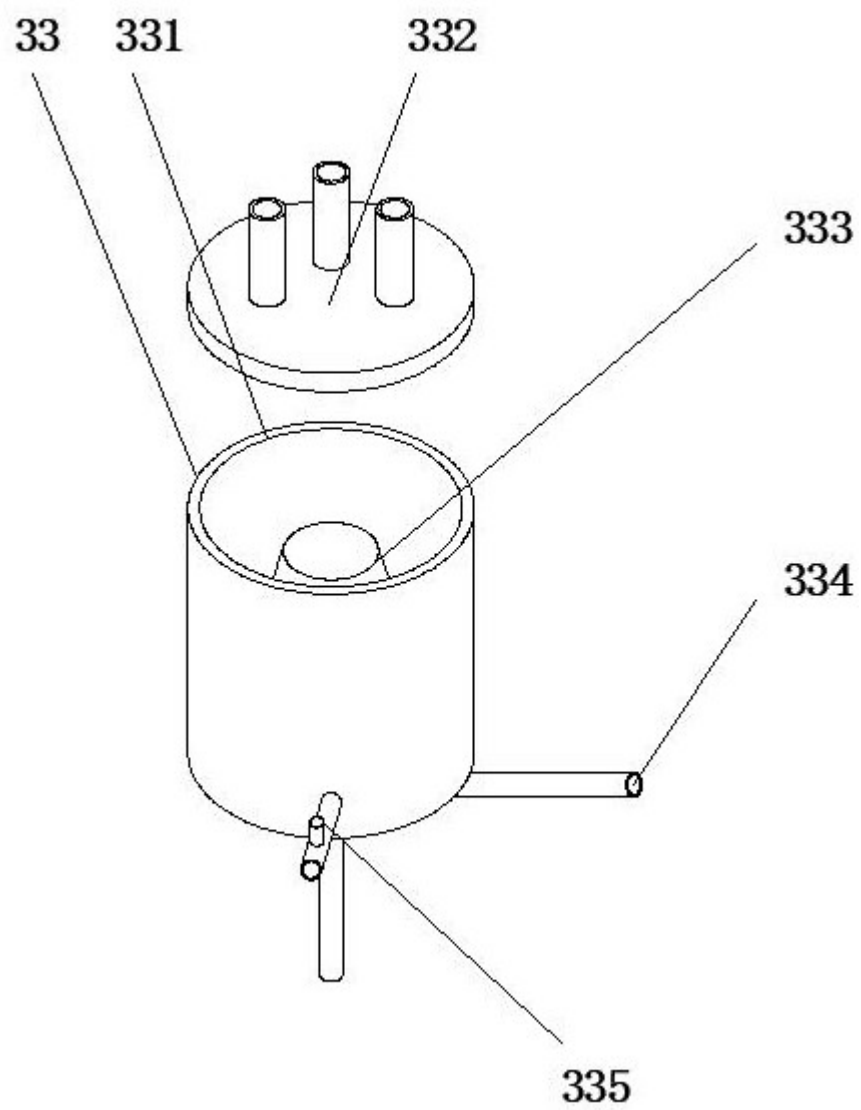


图4

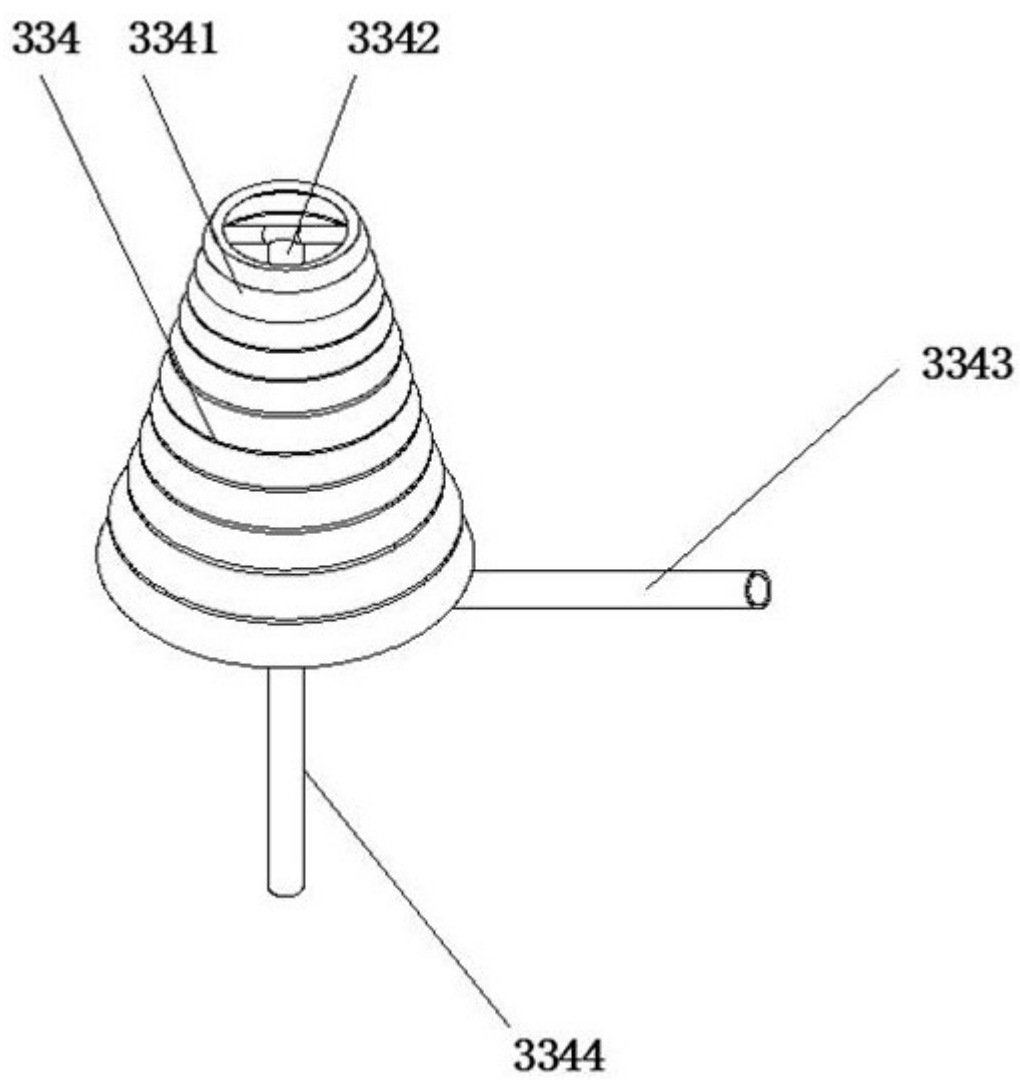


图5

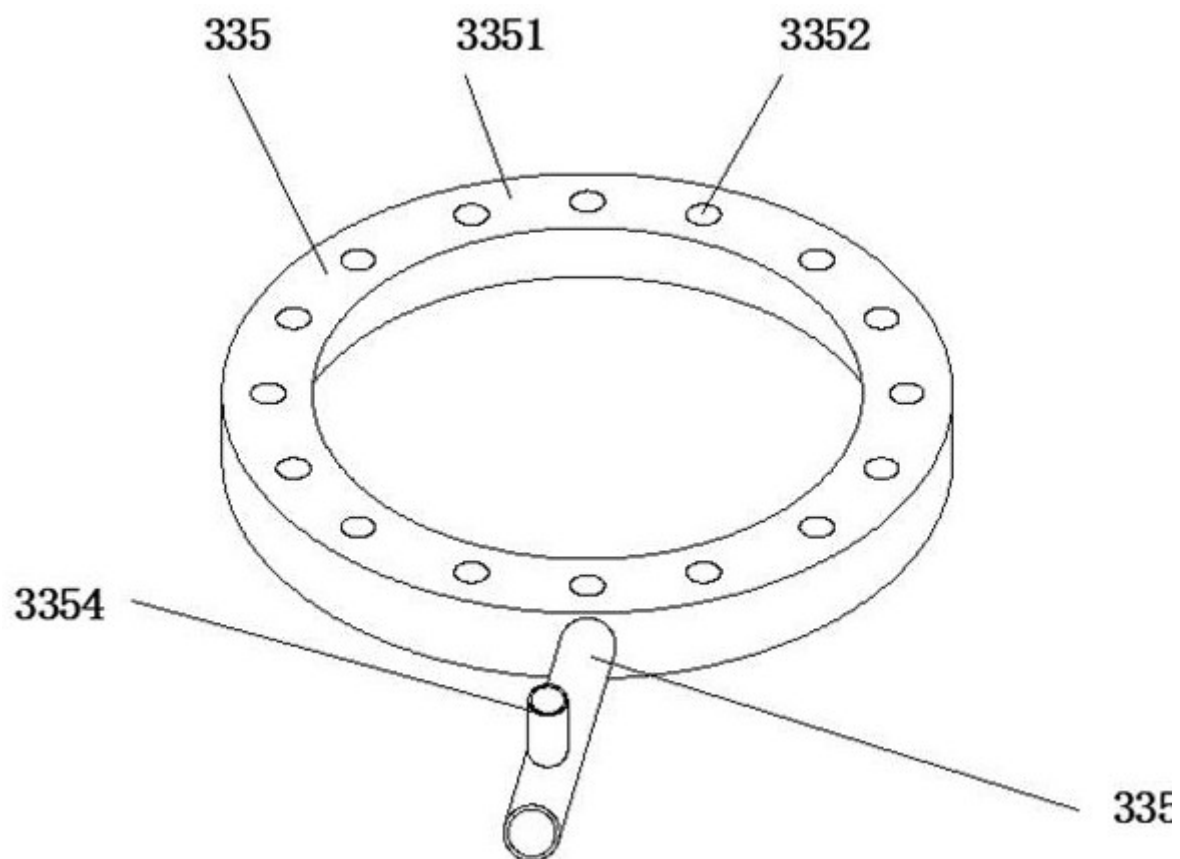


图6