



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105585002 B

(45)授权公告日 2018.12.25

(21)申请号 201410564715.X

CN 103922326 A,2014.07.16,

(22)申请日 2014.10.22

Saeed Zajforoushan Moghaddam et

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105585002 A

al..Dispersion of rGO in polymeric
matrices by thermodynamically favorable
self-assembly of GO at oil-water
interfaces.《RSC Advances》.2013,

(43)申请公布日 2016.05.18

(73)专利权人 北京化工大学

地址 100029 北京市朝阳区北三环东路15
号

Peng Guo et al..Hollow graphene oxide
spheres self-assembled by W/O emulsion.
《Journal of Material Chemistry》.2012,第20
卷

(72)发明人 宋怀河 张苏 柳逸凡 赵泽宇
陈晓红

审查员 付佳

(51)Int.Cl.

C01B 32/184(2017.01)

B82Y 30/00(2011.01)

(56)对比文件

CN 102502609 A,2012.06.20,

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

一种利用水油界面大量制备双面石墨烯纳
米片的方法

(57)摘要

本发明利用油相和水相构筑水油界面,利用
溶于油不溶于水的修饰剂对氧化石墨烯纳米片
进行选择表面化学修饰,达到大量制备双面石
墨烯纳米片的目的,属于化学合成技术领域。

1. 一种利用水油界面大量制备双面石墨烯纳米片的方法,其特征在于:

利用氧化石墨烯为原料,利用去离子水和油构筑水油界面,进行双面石墨烯纳米片的大量制备;

使用的油为直连饱和或不饱和脂肪酸,以及由长链脂肪酸与甘油所形成的酯类物质所组成;

修饰试剂是溶于油而不溶于水的化学试剂,具体为长链胺类物质,长链醇类物质或长链羧酸;

将氧化石墨烯分散于水油混合液中,利用快速机械搅拌构建水油界面,进行选择性修饰;

利用离心方法对双面石墨烯纳米片进行分离。

一种利用水油界面大量制备双面石墨烯纳米片的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及利用油相和水相构筑水油界面对氧化石墨烯进行选择性的表面化学修饰,达到大量制备双面石墨烯纳米片的目的,属于化学合成技术领域。

背景技术

[0002] 石墨烯是一种碳原子在二维空间以六角网格状形式排列而成的新型炭材料。由于其具有独特的物理化学性能,近年来受到科学家的广泛关注。双面石墨烯是一种通过对二维石墨烯的两面进行不同的修饰或处理,而使其两面具有不同物理化学性能的石墨烯材料。

[0003] 为更加充分利用石墨烯本身的优异性能,同时拓展石墨烯的应用领域,通过物理化学方法对石墨烯进行改性,从而使其具有特殊性能,得到特定石墨烯基衍生物或复合材料的报道已经很多。但是其中绝大多数报道针对石墨烯的均匀修饰,即通过修饰使石墨烯两面均表现出相同的物理化学性能。近几年来,研究人员利用石墨烯的边缘位置和片层上的反应活性的差异,实现了石墨烯的边缘位的选择性修饰。但是由于石墨烯两面的化学性质相同,对其片层单面进行选择性的修饰,而制备双面石墨烯的报道仍非常少。Dai等[Dingshan Yu, et al. Angew. Chem., 2011, 123, 6705-6708]和Peng等[Liming Zhang, et al. Nat. Commun., DOI: 10. 1038/ncomms2464]利用聚合物覆盖和转移的方法,分别实现了对石墨烯面的选择性修饰,得到双面石墨烯材料。但是此方法技术复杂,不易实现双面石墨烯的大量制备。

[0004] 由化学液相氧化法制备石墨烯纳米片时,可得到中间产物氧化石墨烯纳米片。其作为一种石墨烯衍生物,在化学合成、修饰、改性得到不同功能石墨烯基材料中扮演着重要的角色。由于其片层的大面积共轭 π 键结构提供了强烈的疏水性质,而大量的极性含氧官能团又提供了强烈的亲水性质,故氧化石墨烯具有独特的两亲性能,其分散于水油混合液时可以吸附在水油界面而形成乳液。

[0005] 利用氧化石墨烯的两亲性,本发明提出了一种利用水油界面对氧化石墨烯进行选择性的修饰,大量制备双面石墨烯纳米片的方法。

发明内容

[0006] 将氧化石墨烯分散于水油混合物中,利用油和去离子水构筑水油界面,利用溶于油不溶于水的修饰剂对氧化石墨烯纳米片进行选择性的修饰,得到双面石墨烯纳米片。

[0007] 第一步:利用液相氧化法制备氧化石墨烯纳米片;

[0008] 第二步:将一定量的氧化石墨烯分散于一定量的去离子水中;

[0009] 第三步:将一定量的溶于油而不溶于水的修饰剂分散于油中;

[0010] 第四步:将两溶液混合,辅以快速机械搅拌,并在一定温度下反应一定时间;

[0011] 第五步:将所得产物进行离心洗涤,得到双面石墨烯纳米粒子。

[0012] 本发明进一步的优选方案是:在氧化石墨烯制备过程中,可以利用硫酸、硝酸、磷

酸等为液相,利用高锰酸钾、硝酸钠、氯酸钾、重铬酸钾等作为氧化剂;

[0013] 本发明进一步的优选方案是:氧化石墨烯分散液浓度可以为0.001~1 mg/ml;

[0014] 本发明进一步的优选方案是:所用的油是由饱和和不饱和链状脂肪酸,以及由直连脂肪酸与甘油生成的酯类物质所组成。

[0015] 本发明进一步的优选方案是:修饰剂油相分散液浓度可以为0.001~1000 mg/ml;

[0016] 本发明进一步的优选方案是:机械搅拌速率为300~5000 rpm;

[0017] 本发明进一步的优选方案是:反应温度可以为20~98摄氏度,反应时间可以为0.5~24小时。

[0018] 本发明进一步的优选方案是:离心分离转速为3000~15000 rpm,离心时间为0.5~60分钟,洗涤溶剂为水、乙醇、丙酮、甲苯、石油醚等。

[0019] 本发明具有以下优点:利用水油界面对石墨烯进行选择修饰,方法简单、普适,所用原料成本低廉,其产率大,产品纯度高,适合大规模生产。

具体实施方式

[0020] 下面结合实施例对本发明进行详细说明:

[0021] 实施例1

[0022] 通过改进的Hummers'法,利用浓硫酸、硝酸钠、高锰酸钾和石墨制备氧化石墨烯纳米片。将所得氧化石墨烯50mg分散于100ml去离子水中,将100mg十八烷基胺分散于100ml花生油中。将分散液进行混合,在2000rpm机械搅拌下85度反应6h,将产物在10000rpm下离心5分钟进行分离,并利用乙醇进行洗涤,得到双面石墨烯纳米片。将所得到的双面石墨烯纳米片分别组装在亲水硅基板和疏水玻璃基板上,通过接触角测试表明,亲水硅基板表面变为疏水性,而疏水玻璃基板表面变为亲水性,说明所得到的石墨烯纳米片两面具有不同的物理化学性质,其为双面结构。

[0023] 实施例2

[0024] 通过改进的Hummers'法,利用浓硫酸、硝酸钠、高锰酸钾和石墨制备氧化石墨烯纳米片。将所得氧化石墨烯10mg分散于100ml去离子水中,将100mg十六烷基胺分散于100ml橄榄油中。将分散液进行混合,在3000rpm机械搅拌下85度反应6h,将产物在10000rpm下离心5分钟进行分离,并利用乙醇和丙酮进行洗涤,得到双面石墨烯纳米片。

[0025] 实施例3

[0026] 通过改进的Staudenmaier'法,利用浓硫酸、浓硝酸、氯酸钾和石墨制备氧化石墨烯纳米片。将所得氧化石墨烯80mg分散于200ml去离子水中,将100mg十八烷基胺分散于200ml橄榄油中。将分散液进行混合,在4000rpm机械搅拌下80度反应12h,将产物在10000rpm下离心5分钟进行分离,并利用乙醇和丙酮进行洗涤,得到双面石墨烯纳米片。

[0027] 以上已对本发明的较佳实施例进行了具体说明,但本发明并不限于所述实施例,熟悉本领域的技术人员在不违背本发明精神的前提下还可作出种种的等同的变型或替换,这些等同的变型或替换均包含在本申请权利要求所限定的范围内。