



(51) МПК
C01B 32/19 (2017.01)
C04B 35/52 (2006.01)
B82Y 40/00 (2011.01)
B02C 13/08 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C01B 32/19 (2022.05); *C04B 35/52* (2022.05); *C04B 35/6261* (2022.05); *B02C 13/08* (2022.05); *B82Y 40/00* (2022.05)

(21)(22) Заявка: 2021123707, 10.08.2021

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 10.08.2021

Дата регистрации:
 21.07.2022

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 10.08.2021

(45) Опубликовано: 21.07.2022 Бюл. № 21

Адрес для переписки:
 392000, Тамбовская обл., г. Тамбов, ул.
 Советская, 106, ТГТУ, каб. 6, ВОИР, отдел
 патентования, Неверова Ольга Сергеевна,
 Неверова Светлана Юрьевна

(72) Автор(ы):

Першин Владимир Федорович (RU),
 Аль-Джарах Руаа Амер Салим (RU),
 Аль-Машхадани Али Мохаммед Рашид
 (RU),
 Осипов Алексей Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
 образовательное учреждение высшего
 образования «Тамбовский государственный
 технический университет» (ФГБОУ ВО
 «ТГТУ») (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
 о поиске: RU 2737925 C1, 04.12.2000. RU
 2720684 C1, 12.05.2020. US 10662537 B2,
 26.05.2020. CN 102730676 B, 26.03.2014. US
 10882276 B2, 05.01.2021.

(54) Устройство для производства графеносодержащих суспензий каскадной эксфолиацией графита

(57) Реферат:

Изобретение относится к технике получения графеносодержащих суспензий путем сдвиговой эксфолиации графита в жидкости и может быть использовано в различных отраслях промышленности при модифицировании графеном пластичных смазок, эпоксидных смол, бетонов и т.д. Устройство для получения графеносодержащей суспензии эксфолиацией графита, включает емкость исходной суспензии, блок эксфолиации графита, содержащий 5-10 роторных аппаратов, соединенных последовательно таким образом, что отверстие для отвода суспензии каждого предыдущего аппарата соединено с отверстием для подачи суспензии каждого последующего аппарата. Каждая из подвижных лопастей, расположенных

в радиальных пазах ротора в роторных аппаратах, состоит из двух частей, соединенных между собой соединением шип-паз, причем часть лопасти, в которой выполнен паз, расположена в радиальном пазу ротора и выполнена из материала с большей удельной плотностью, чем вторая часть лопасти. Техническим результатом настоящего изобретения является увеличение нормальных и касательных усилий в зоне контакта подвижной лопасти с внутренней поверхностью статора, что обеспечивает необходимую силу прижатия лопасти к внутренней поверхности статора при уменьшении скорости вращения ротора и увеличение концентрации графеновых пластин в суспензии на 15–20%. 4 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C01B 32/19 (2017.01)
C04B 35/52 (2006.01)
B82Y 40/00 (2011.01)
B02C 13/08 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC

C01B 32/19 (2022.05); C04B 35/52 (2022.05); C04B 35/6261 (2022.05); B02C 13/08 (2022.05); B82Y 40/00 (2022.05)

(21)(22) Application: **2021123707, 10.08.2021**(24) Effective date for property rights:
10.08.2021Registration date:
21.07.2022

Priority:

(22) Date of filing: **10.08.2021**(45) Date of publication: **21.07.2022** Bull. № 21

Mail address:

**392000, Tambovskaya obl., g. Tambov, ul.
Sovetskaya, 106, TGTU, kab. 6, VOIR, otdel
patentovaniya, Neverova Olga Sergeevna,
Neverova Svetlana Yurevna**

(72) Inventor(s):

**Pershin Vladimir Fedorovich (RU),
Al-Dzharakh Ruaa Amer Salim (RU),
Al-Mashkhadani Ali Mokhammed Rashid (RU),
Osipov Aleksei Aleksandrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia «Tambovskii gosudarstvennyi
tekhnikeskii universitet» (FGBOU VO
«TGTU») (RU)**

(54) DEVICE FOR THE PRODUCTION OF GRAPHENE-CONTAINING SUSPENSIONS BY CASCADING EXFOLIATION OF GRAPHITE

(57) Abstract:

FIELD: graphene materials.

SUBSTANCE: invention relates to the technique of obtaining graphene-containing suspensions by shear exfoliation of graphite in a liquid and can be used in various industries when modifying greases, epoxy resins, concretes, etc. using graphene. A device for producing a graphene-containing suspension by exfoliation of graphite includes a container of the initial suspension, a graphite exfoliation unit containing 5-10 rotary apparatuses connected in series in such a way that the hole for removing the suspension of each previous apparatus is connected to the hole for feeding the suspension of each subsequent apparatus. Each of the movable blades located in the radial grooves of the

rotor in rotary apparatuses consists of two parts interconnected by a spike-groove connection, and the part of the blade in which the groove is made is located in the radial groove of the rotor and is made of a material with a higher specific density than the second part of the blade.

EFFECT: increase in the normal and tangential forces in the contact zone of the movable blade with the inner surface of the stator, which provides the necessary force of pressing the blade against the inner surface of the stator while reducing the speed of rotation of the rotor and increasing the concentration of graphene plates in suspension by 15-20%.

1 cl, 4 dwg

Изобретение относится к технике получения графеносодержащих суспензий путем сдвиговой эксфолиации графита в жидкости и может быть использовано в различных отраслях промышленности при модифицировании графеном пластичных смазок, эпоксидных смол, бетонов и т.д.

5 Известно устройство для получения графеносодержащей суспензии сдвиговой эксфолиацией частиц графита в жидкости, которое содержит цилиндрический статор с отверстиями, ротор с радиальными лопастями и привод вращения ротора [Keith R. Paton et al. Scalable production of large quantities of defect-free few-layer graphene by shear exfoliation in liquids NATURE MATERIALS |VOL 13| JUNE 2014, pp. 624-630].

10 Недостатком данного устройства является то, что оно не может быть использовано в непрерывном производстве графеносодержащей суспензии.

Наиболее близким к предлагаемому является устройство [патент РФ №2737925, СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГРАФЕНОСОДЕРЖАЩИХ СУСПЕНЗИЙ ЭКСФОЛИАЦИЕЙ ГРАФИТА И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ЕГО РЕАЛИЗАЦИИ, опубл. 15 04.12.2020, Бюл. №34], включающее емкость исходной суспензии, блок эксфолиации графита, содержащий 5-10 роторных аппаратов, соединенных последовательно таким образом, что отверстие для отвода суспензии каждого предыдущего аппарата соединено с отверстием для подачи суспензии каждого последующего аппарата

Недостаток этого устройства заключается в том, что усилие прижатия подвижных 20 лопастей к внутренней поверхности статора одинаково для всех роторных аппаратов, работающих в каскаде. Как показали экспериментальные исследования от частиц графита, которые в трех взаимно перпендикулярных сечениях имеют форму, близкую к эллиптической, отслаиваются, в первую очередь самые крайние частицы, имеющие малую площадь. Это можно объяснить тем, что суммарная сила Ван-дер-Ваальса 25 связывающая частицы меньшей площади меньше суммарной силы, связывающей частицы с большей площадью. Учитывая данный факт, целесообразно при переходе от одного роторного аппарата к следующему, увеличивать силу прижатия лопасти к внутренней поверхности статора и, следовательно, увеличивать сдвигающую силу, действующую на частицу графита. В способе по патенту РФ №2 737 925 в зоне между 30 неподвижной внутренней поверхностью статора и движущейся поверхностью радиальной лопасти ротора, создают постоянные по величине и не зависящие от размера частиц графита нормальные и тангенциальные усилия. Нормальные усилия F_N создаются центробежными силами, которые действуют на подвижные лопасти и равны:

$$35 \quad F_N = m\omega^2 R,$$

где m - масса лопасти, ω - скорость вращения ротора, R - расстояние от оси вращения ротора до центра тяжести подвижной лопасти.

При уменьшении скорости вращения в 2 раза нормальные усилия уменьшатся в 4 40 раза. При создании промышленных устройств с большим радиусом ротора, необходимо обеспечить в зоне контакта лопасти и внутренней поверхности статора скорость сдвига не меньше, чем в лабораторном устройстве. Например, при увеличении диаметра ротора в 2 раза, при сохранении скорости сдвига, как в лабораторной установке, можно уменьшить скорость вращения ротора в 2 раза. За счет увеличения радиуса ротора центробежные силы, действующие на лопасть увеличатся в 2 раза, но за счет уменьшения 45 скорости вращения ротора уменьшатся в 4 раза. В конечном результате, нормальные усилия будут значительно меньше, чем в лабораторной установке.

Устройство для производства графеносодержащих суспензий каскадной эксфолиацией графита, включающее емкость исходной суспензии, блок эксфолиации графита,

содержащий 5-10 роторных аппаратов, соединенных последовательно таким образом, что отверстие для отвода суспензии каждого предыдущего аппарата соединено с отверстием для подачи суспензии каждого последующего аппарата не позволяет увеличить силу прижатия лопасти к внутренней поверхности статора, без увеличения скорости вращения ротора.

Технической задачей настоящего изобретения является увеличение нормальных и касательных усилий в зоне контакта подвижной лопасти с внутренней поверхностью статора при переходе от одного аппарата к другому (следующему в каскаде), а также обеспечение необходимой силы прижатия лопасти к внутренней поверхности статора при уменьшении скорости вращения ротора.

Задача решается тем, что в устройстве производства графеносодержащих суспензий каскадной эксфолиацией графита, включающем емкость исходной суспензии, блок эксфолиации графита, содержащий 5-10 роторных аппаратов, соединенных последовательно таким образом, что отверстие для отвода суспензии каждого предыдущего аппарата соединено с отверстием для подачи суспензии каждого последующего аппарата, каждая из подвижных лопастей, расположенных в радиальных пазах ротора, состоит из двух частей, соединенных между собой соединением шип-паз, причем часть лопасти, в которой выполнен паз расположена в радиальном пазу ротора и выполнена из материала с большей удельной плотностью, чем вторая часть лопасти.

На фиг. 1 показана принципиальная схема устройства, на фиг. 2 - показан продольный, а на фиг. 3 - поперечный разрез роторного аппарата, на фиг. 4 даны результаты сравнения изменения концентрации графеновых структур от времени обработки для прототипа (нижняя кривая) и предлагаемого изобретения (верхняя кривая).

Устройство, схема которого показана на фиг. 1, состоит из емкости исходной суспензии 1, роторных аппаратов 2 и 3, центробежного сепаратора 4, емкости готовой суспензии 5, датчика расхода 6, емкости жидкости 7, дозатора графита 8, насоса 9 и регулируемого вентиля 10.

Роторный аппарат, схема которого показана на фиг. 2 состоит из цилиндрического статора 11, ротора 12 с радиальными лопастями, который установлен в подшипниковых опорах 13. Ось ротора 12, через муфту 14 соединена с электродвигателем 15. Скорость вращения ротора регулируется в диапазоне от 1000 до 10000 об/мин. роторный аппарат и электродвигатель установлены на основании 16, с помощью кронштейнов 17, 18 и 19. С одной стороны статора 11 установлен патрубок 20 для подачи суспензии. С другой стороны статора установлен патрубок 21 для отвода суспензии. Каждая лопасть состоит из двух частей, как показано на фиг. 3 (лопасть показана только в одном радиальном пазу ротора, в остальных пазах лопасти условно не показаны). Первая часть лопасти 22, в которой выполнен паз, размещена в радиальном пазу ротора 12. Вторая часть 23 размещена в пазу первой части 22. Следует особо отметить, что первая часть лопасти 22 выполнена из материала с большей удельной плотностью, чем вторая часть лопасти 23.

Устройство работает следующим образом. Исходную жидкость из емкости 7 подают в емкость 1. Одновременно в эту емкость дозатором 8 подают порошок кристаллического графита марки ГС-1 или ГС-2. С помощью перемешивающего устройства готовят исходную суспензию с концентрацией графита от 10 до 20 мас. %. Исходная суспензия подается в первый роторный аппарат 2 насосом 9 с регулируемой производительностью. Из роторного аппарата 2 суспензия поступает во второй роторный аппарат 3, далее в третий (условно не показан) и т.д. Из последнего роторного

аппарата суспензия поступает в центробежный сепаратор 4. На выходе из последнего роторного аппарата установлен регулируемый вентиль 10. Наличие регулируемого вентиля 10 позволяет обеспечить необходимое давление в системе, за счет изменения производительности насоса 9 можно регулировать время пребывания, а следовательно, и время обработки суспензии в роторном аппарате. После разделения суспензии в центробежном сепараторе 4 на фугат и осадок, фугат подается в емкость готовой суспензии 5, а осадок через датчик расхода 6, подается в емкость 1. Для поддержания требуемого объема исходной суспензии, при необходимости в емкость 1 подается жидкость из емкости 7. Для обеспечения постоянной концентрации графита в исходной суспензии в емкость 1 подается графит весовым дозатором 8.

При выполнении лопастей из двух частей (фиг. 3) соединенных между собой соединением шип-паз, часть 22 подвижной лопасти, в которой выполнен паз, расположена в пазу ротора. Согласно формуле изобретения эта часть лопасти выполнена из материала с большей удельной плотностью, чем вторая часть 23 подвижной лопасти. Кроме этого, эта часть 22 имеет большую толщину. Таким образом, общая масса подвижной лопасти становится больше и, следовательно, на нее действует большая центробежная сила, которая прижимает вторую часть лопасти к внутренней поверхности статора. Сила прижатия кроме радиуса ротора, скорости его вращения и размеров лопасти зависит от материала, из которого выполнены части лопасти 22 и 23.

Были проведены сравнения условий в зоне контакта для прототипа и предлагаемого устройства. Устройство-прототип (патент РФ №2720684) имеет статор с внутренним диаметром 42 мм и скорость вращения 2100 с^{-1} . Подвижные лопасти выполнены из фторопласта и имеют толщину 2 мм и радиальный размер 10 мм. Осевой размер лопасти не имеет значение, поскольку сравниваются нормальные напряжения, т.е. учитывается сила, приходящаяся на единицу длины лопасти. Фторопласт выбран потому, что он является антифрикционным материалом. Удельный вес (плотность) фторопласта порядка 2 г/см^3 . Масса лопасти с осевой длиной 10 мм будет равна $m=0,4 \text{ г}$. Центробежная сила F_C , действующая на лопасть будет равна 4,3 Н. При выполнении лопасти из двух частей, часть 22 выполнена из материала с большей удельной плотностью, например из стали с удельной плотностью $7,8 \text{ г/см}^3$. Эта часть имеет толщину 4 мм и радиальный размер 8 мм. Часть 23 выполнена из фторопласта и имеют толщину 2 мм и радиальный размер 6 мм. Общая масса лопасти равна $m_1=1,8 \text{ г}$. Центробежная сила равна 20 Н. Таким образом, при прочих равных условиях, составная лопасть прижимается к внутренней поверхности статора силой в 4,6 раза большей, чем лопасть выполненная согласно прототипа. Это означает, что можно уменьшить скорость вращения ротора в 2,1 раза, а сила прижатия лопасти к внутренней поверхности статора будет равна силе прижатия в устройстве-прототипе при скорости вращения в 2,1 раза больше, чем в предлагаемом устройстве. Еще больший положительный эффект будет достигнут если часть подвижной лопасти 6 выполнить из вольфрама с удельной плотностью 19,3.

Экспериментальное сравнение предлагаемого изобретения с прототипом осуществлялось следующим образом. При использовании прототипа исходную суспензию, содержащую 10% графитового порошка эксфолиировали в двух последовательно соединенных роторных аппаратах в течение 50 минут, в замкнутом цикле. После каждых 10 минут из суспензии отбирали пробы и после центрифугирования в течении 45 минут при частоте вращения ротора 500 об/мин, определяли концентрацию

графеновых пластин в фугате. При эксфолиации согласно предлагаемому изобретению, т.е. с использованием подвижных лопастей, состоящих из двух частей, каждые 10 минут меняли лопасти, обеспечивая увеличение прижатие лопасти к внутренней поверхности статора на 20%. Результаты сравнения изменения концентрации графеновых пластин в суспензии показано на фиг. 4: нижняя кривая - прототип, верхняя - предлагаемый способ и устройство. Как видно из графиков, концентрация графеновых пластин в суспензии на 15-20% выше, чем при использовании прототипа. Результаты экспериментов с использованием других регламентов обработки показали, что в конечном итоге, силу прижатия лопасти к внутренней поверхности статора необходимо увеличивать на 80-100%. При использовании 5 роторных аппаратов, в каждом последующем, надо увеличивать силу прижатия на 15-20%, а при использовании 10 аппаратов достаточно увеличивать силу прижатия на 10%. Меньше 5 аппаратов эффективность эксфолиации ниже, а больше 10 аппаратов, увеличивает стоимость оборудования, без значительного увеличения эффективности.

15 Таким образом, поставленные задачи решены.

(57) Формула изобретения

Устройство для осуществления способа получения графеносодержащей суспензии, включающее емкость исходной суспензии, блок эксфолиации графита, содержащий 5-10 роторных аппаратов, соединенных последовательно таким образом, что отверстие для отвода суспензии каждого предыдущего аппарата соединено с отверстием для подачи суспензии каждого последующего аппарата, отличающееся тем, что каждая из подвижных лопастей, расположенных в радиальных пазах ротора, состоит из двух частей, соединенных между собой соединением шип-паз, причем часть лопасти, в которой выполнен паз, расположена в радиальном пазу ротора и выполнена из материала с большей удельной плотностью, чем вторая часть лопасти.

20

25

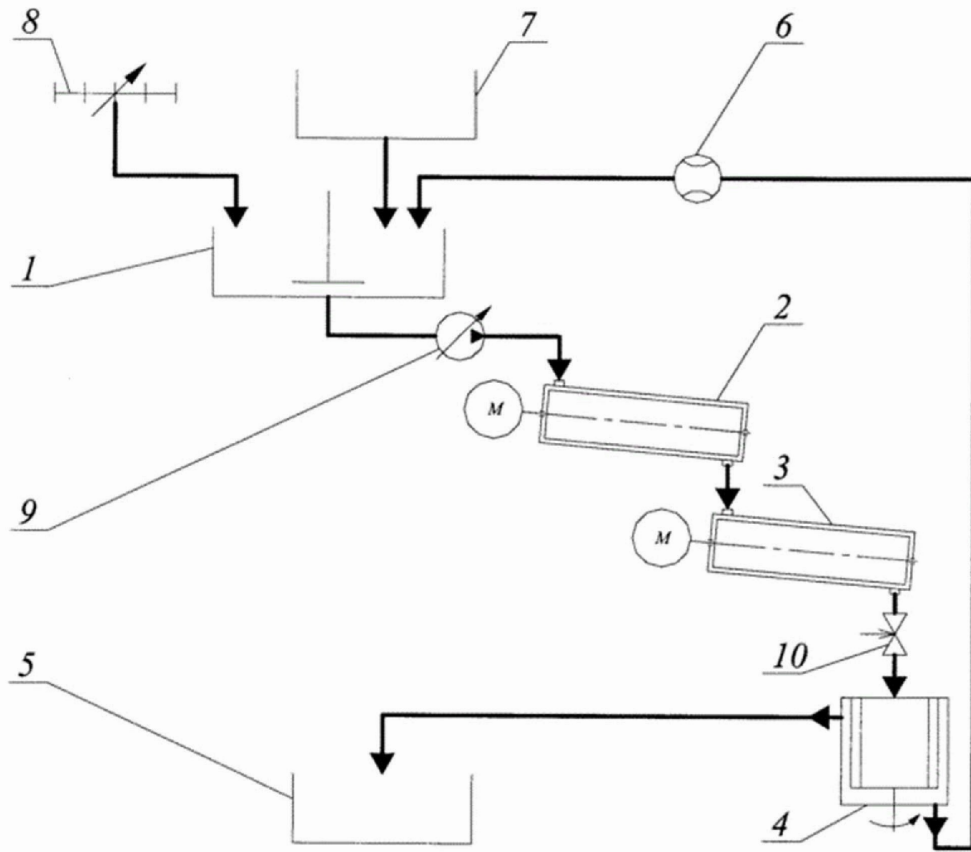
30

35

40

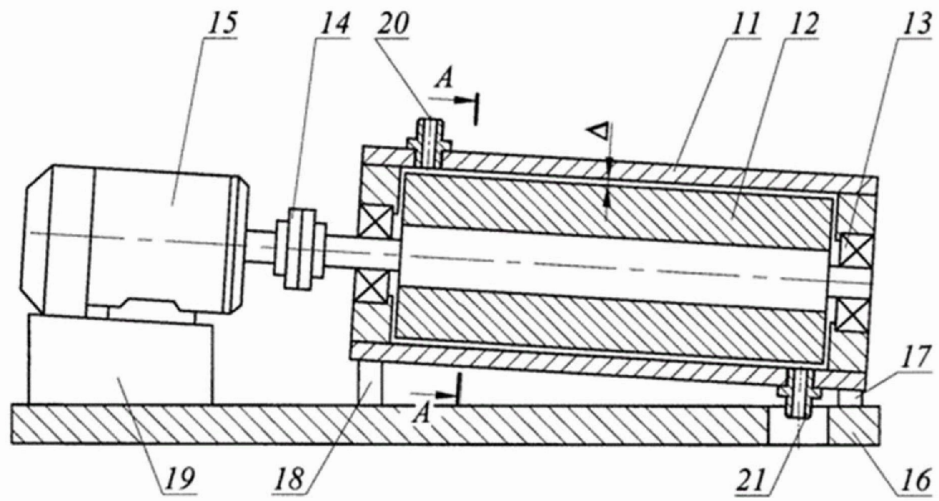
45

1

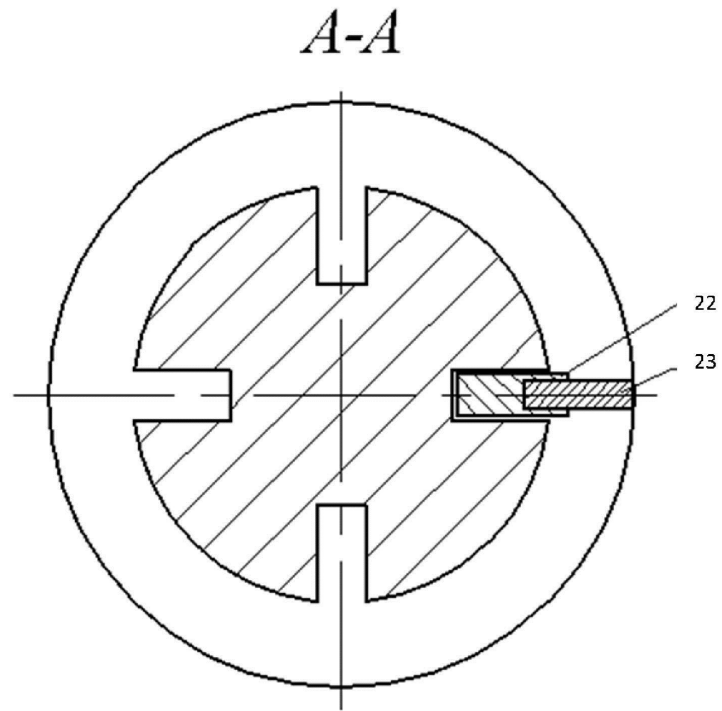


Фиг. 1

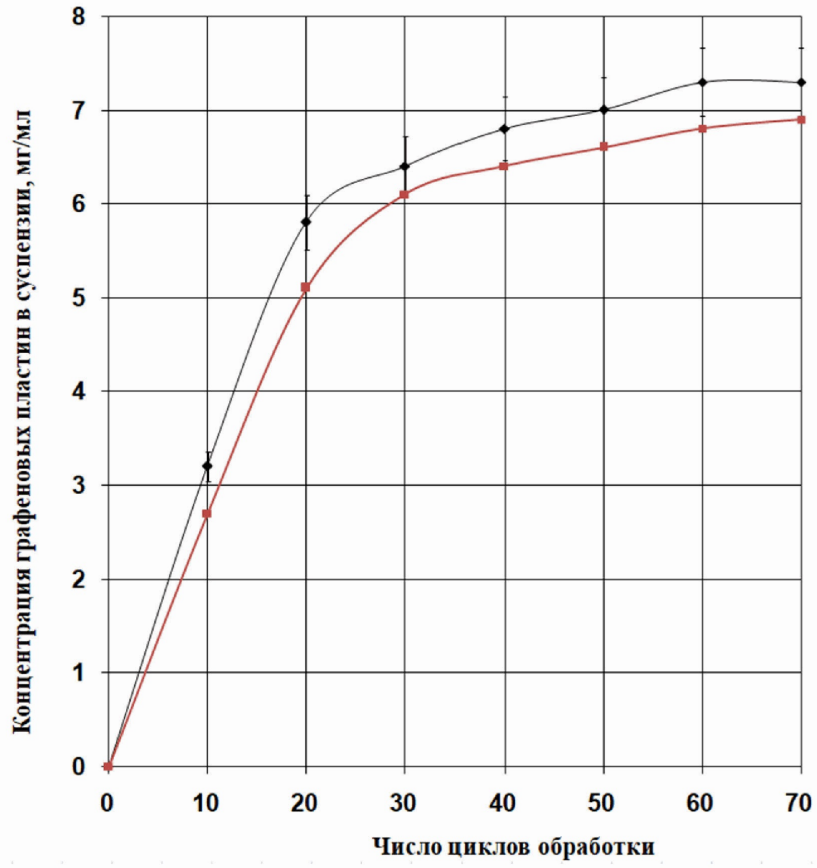
2



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4