



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106467298 B

(45)授权公告日 2018.06.19

(21)申请号 201610288888.2

(56)对比文件

(22)申请日 2016.05.04

CN 104692368 A, 2015.06.10,
CN 101445234 A, 2009.06.03,
CN 104724699 A, 2015.06.24,
US 20110017493 A1, 2011.01.27,

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106467298 A

审查员 宋国英

(43)申请公布日 2017.03.01

(73)专利权人 济南圣泉集团股份有限公司

地址 250204 山东省济南市章丘市刁镇工
业经济开发区

(72)发明人 张金柱 郑应福 刘京才 刘顶
刘晓敏

(74)专利代理机构 北京超凡志成知识产权代理
事务所(普通合伙) 11371

代理人 栾波

(51)Int.Cl.

C01B 32/184(2017.01)

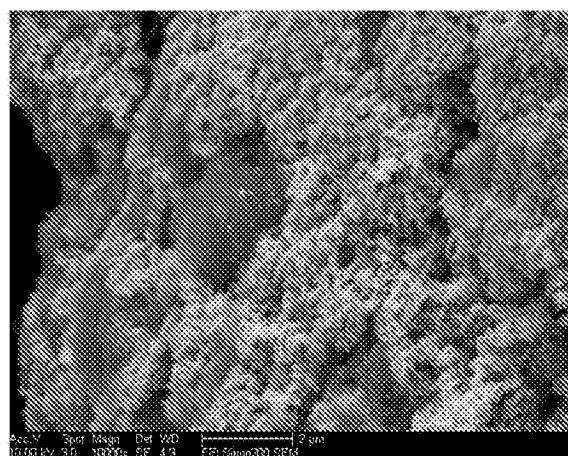
权利要求书2页 说明书7页 附图2页

(54)发明名称

一种石墨烯材料及其制备方法

(57)摘要

本发明涉及石墨烯制备领域,特别涉及一种石墨烯材料及其制备方法。一种石墨烯材料的制备方法,包括以下步骤:将第一物质与纤维素混合,加入催化剂,在水热条件下反应形成合成料,第一物质为淀粉、淀粉糖中的任一种或两种;将合成料干燥至含水量为10%以下,在保护性气氛下梯度升温碳化,得到碳化料;碳化料洗涤,得到所述石墨烯材料。本发明以纤维素为骨架,结合淀粉和/或其糖在催化剂的作用下,水热条件下反应形成合成料,合成料干燥后,经碳化、洗涤,得到的石墨烯材料性能稳定,具有良好的比表面积,且分散性能好,更有利下游应用。



1. 一种石墨烯材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(a)、将第一物质与纤维素混合,加入催化剂,在水热条件下反应形成合成料,所述第一物质为淀粉、淀粉糖中的任一种或两种;

(b)、将所述合成料干燥至含水量为10%以下,在保护性气氛下梯度升温碳化,得到碳化料;

(c)、所述碳化料洗涤,得到所述石墨烯材料;

在步骤(a)中,所述纤维素由玉米芯、高粱杆、玉米杆、棉花杆、木屑、甜菜渣、糠醛渣、芦苇中的任一种或几种制备得到;

在步骤(a)中,所述淀粉包括玉米淀粉、马铃薯淀粉、木薯淀粉中的任一种或多种;所述淀粉糖包括葡萄糖、麦芽糖、蔗糖、果糖中的任一种或多种;

在步骤(a)中,所述第一物质与所述纤维素以重量比为1:0.1-10混合;

在步骤(a)中,所述催化剂与所述纤维素和第一物质总重量的重量比为1:0.5-2;

在步骤(b)中,梯度升温碳化为:250℃-450℃保温2.5-3.5h,550℃-800℃保温1.5-2.5h,800℃-1000℃保温1.5-2.5h。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,在步骤(a)中,所述纤维素的纯度为95%以上。

3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,在步骤(a)中,所述纤维素由农林废弃物制备得到。

4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,在步骤(a)中,所述第一物质与所述纤维素以重量比为1:1-5混合。

5. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,在步骤(a)中,所述第一物质与所述纤维素以重量比为1:1-3混合。

6. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,在步骤(a)中,所述催化剂为 FeCl_2 、 FeCl_3 、 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 、 $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 、 NiCl_2 中的任一种或几种的混合物。

7. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,在步骤(a)中,所述催化剂与所述纤维素和第一物质总重量的重量比为1:0.5-1.5。

8. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,在步骤(a)中,所述催化剂与所述纤维素和第一物质总重量的重量比为1:1.0-1.2。

9. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,在步骤(a)中,水热条件为160-200℃反应2-10h,形成合成料。

10. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,在步骤(a)中,水热条件为在160-200℃水热条件下反应5-8小时,形成合成料。

11. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,在步骤(b)中,所述干燥采用的温度为80-120℃;

所述保护性气氛所用的气体为氮气、氩气以及氢气中的任一种。

12. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,在步骤(c)中,所述洗涤包括以下步骤:

先在30-80℃的温度下进行酸洗5-8h,然后水洗至中性,再在70-110℃下烘干即得所述石墨烯材料;

所述酸洗采用的酸为：质量浓度均为3%-10%的盐酸、硫酸以及磷酸中的任一种。

13. 权利要求1-12任一项所述的制备方法制得的石墨烯材料。

一种石墨烯材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及石墨烯制备领域,具体而言,涉及一种石墨烯材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 石墨烯作为一种新型碳材料备受关注,它具有极高的比表面积,是目前发现的最薄、强度最大、导电导热性能最好的材料。目前合成石墨烯的方法主要有三种:化学气相沉积法(CVD)、溶剂剥离法和氧化-还原法。CVD法是将含有碳源的气体引入高温真空反应室内,使碳源在高温下裂解,在金属底座(镍、铜等)上大面积生长石墨烯的方法。

[0003] 中国专利公开号CN103787321A公开了“一种自支撑石墨烯材料及其制备方法”,该石墨烯材料由生长在基体上的石墨烯形成三维自支撑结构,其制备方法是将淀粉热处理,洗涤,过滤干燥;再将干燥后的产物与碱混合,在无氧条件下烧结处理后,洗涤,烘干,得到自支撑石墨烯。

[0004] 中国专利公开号CN104724699A公开了“纤维素为原料制备生物质石墨烯的方法”,其具体制备方法为:步骤一:催化剂溶液的配制;步骤二:纤维素与催化剂离子配位、高温脱氧,得到前驱体;步骤三:热处理;步骤四:酸处理、干燥;即得到石墨烯。该方法制备的石墨烯形貌均一,具有单层或多层二维层状结构,尺寸为 $0.5\sim2\mu\text{m}$,导电性为 $25000\sim45000\text{S/m}$ 。

[0005] 现有技术只是一味地突出强调制备缺陷少的石墨烯,或者说性能好的石墨烯,但是都忽略了如何才能大规模应用。

发明内容

[0006] 本发明的第一目的在于一种石墨烯材料的制备方法,该方法通过以纤维素与淀粉类物质混合进行制备石墨烯材料,得到的石墨烯材料性能稳定,具有良好的比表面积,且分散性好,能够实现大规模应用。

[0007] 本发明的第二目的在于提供所述的制备方法制得的石墨烯材料。

[0008] 为了实现本发明的上述目的,特采用以下技术方案:

[0009] 一种石墨烯材料的制备方法,包括以下步骤:

[0010] (a)、将第一物质与纤维素混合,加入催化剂,在水热条件下反应形成合成料,所述第一物质为淀粉、淀粉糖中的任一种或两种;

[0011] (b)、将所述合成料干燥至含水量为10%以下,在保护性气氛下梯度升温碳化,得到碳化料;

[0012] (c)、所述碳化料洗涤,得到所述石墨烯材料。

[0013] 本发明以纤维素为骨架,在纤维素碳化形成石墨烯结构的同时,淀粉和/或淀粉糖在纤维素骨架上同时进行碳化,形成类石墨烯结构和碳微球结构并附着于石墨烯结构表面或部分嵌入内部,得到石墨烯材料,该石墨烯材料兼具了石墨烯结构,并且具有较高的比表面积,并且还具有很好的活性,水溶性好,易于分散,不易团聚。为了使纤维素与淀粉或其糖复合制得的石墨烯性能更为稳定和优良,优选地,在步骤(a)中,所述纤维素的纯度为95%

以上。

[0014] 农林废弃物是废弃物的重要成员,是一种重要的生物质资源,为了将农林废弃物变废为宝,优选地,所述纤维素由农林废弃物制备得到。制备方法根据现有的技术制备即可。

[0015] 经验证,采用以下农林废弃物制得的纤维素与第一物质在催化剂的条件下,能更好的反应,最终制得的石墨烯性能优良。具体地,所述纤维素由玉米芯、高粱杆、玉米杆、棉花杆、木屑、甜菜渣、糠醛渣、芦苇中的任一种或几种制备得到。纤维素的制备方法采用现有的技术制备即可。

[0016] 进一步地,在步骤(a)中,所述淀粉包括玉米淀粉、马铃薯淀粉、木薯淀粉中的任一种或多种。

[0017] 进一步地,所述淀粉糖包括葡萄糖、麦芽糖、蔗糖、果糖中的任一种或多种。

[0018] 经验证,采用以下配比的第一物质与纤维素进行反应,形成的合成料制得的石墨烯性能更为优良,优选地,在步骤(a)中,所述第一物质与所述纤维素以重量比为1:0.1-10,优选的为1:1-7混合。

[0019] 更优选地,所述第一物质与所述纤维素以重量比为1:1-3混合。

[0020] 为了使淀粉和/或其糖与纤维素更好的复合,增加形成的合成料的性能,进一步地,在步骤(a)中,所述催化剂为 FeCl_2 、 FeCl_3 、 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 、 $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 、 NiCl_2 中的任一种或几种的混合物;

[0021] 所述催化剂与所述纤维素和所述第一物质总重量的重量比为1:0.5-2。如催化剂与纤维素和第一物质总重量的重量比可以为1:0.5、1:0.6、1:0.8、1:1、1:1.2、1:1.5、1:1.8、1:2等等。

[0022] 优选地,所述催化剂与所述纤维素和所述第一物质总重量的重量比为1:0.5-1.5,更优选为1:1.0-1.2。

[0023] 优选地,步骤(a)中,水热条件为160-200℃反应2-10h,为了达到更好的合成效果,优选地,在步骤(a)中,在160-200℃水热条件下反应5-8小时,形成合成料。如在一些实施例中,在160℃水热条件下反应8小时,形成合成料;在一些实施例中,在180℃水热条件下反应7小时,形成合成料;在一些实施例中,在190℃水热条件下反应6小时,形成合成料;在一些实施例中,在200℃水热条件下反应5小时,形成合成料,等等。

[0024] 优选地,在步骤(b)中,所述干燥采用的温度为80-120℃;该温度条件下能进一步稳定合成料的结构,并对其结果基本无影响。

[0025] 优选地,所述保护性气氛所用的气体为氮气、氩气以及氢气中的任一种。所用的保护性气氛中不含有其他气体。

[0026] 洗涤主要是为了去除金属杂质,并将其他残余物清除干净,减少石墨烯材料杂质,优选地,在步骤(c)中,所述洗涤包括以下步骤:

[0027] 先在30-80℃的温度下进行酸洗5-8h,然后水洗至中性,再在70-110℃下烘干即得所述石墨烯材料;

[0028] 所述酸洗采用的酸为:质量浓度均为3%-10%的盐酸、硫酸以及磷酸中的任一种。也就是说,酸洗采用的酸可以为质量浓度为3%-10%的盐酸,也可以为质量浓度为3%-10%的硫酸,也可以为质量浓度为3%-10%的磷酸。其中,质量浓度是指各种酸用水稀释

后,酸在总液体中的质量浓度。

[0029] 如酸洗采用的酸可以为质量浓度为3%的盐酸,可以为质量浓度为5%的盐酸,质量浓度为7%的盐酸,质量浓度为8%的盐酸,质量浓度为10%的盐酸等等;同样地,酸洗采用的酸可以为质量浓度为3%的硫酸,可以为质量浓度为5%的硫酸,质量浓度为7%的硫酸,质量浓度为8%的硫酸,质量浓度为10%的硫酸等等;同样地,酸洗采用的酸可以为质量浓度为3%的磷酸,可以为质量浓度为5%的磷酸,质量浓度为7%的磷酸,质量浓度为8%的磷酸,质量浓度为10%的磷酸等等。

[0030] 经验证,上述种类的酸洗涤效果好。

[0031] 为了制得的石墨烯材料性能稳定,分散效果好,优选地,在步骤(b)中,梯度升温碳化为:250℃-450℃保温2.5-3.5h,550℃-800℃保温1.5-2.5h,800℃-1000℃保温1.5-2.5h。

[0032] 如在一些实施例中,梯度升温碳化为:250℃保温3.5h,550℃保温2.5h,800℃保温2.5h;在一些实施例中,梯度升温碳化为:300℃保温3h,600℃保温2h,900℃保温2h;在一些实施例中,梯度升温碳化为:350℃保温3h,70℃保温1.5h,950℃保温1.5h;在一些实施例中450℃保温2.5h,800℃保温1.5h,1000℃保温1.5h,等等。

[0033] 本发明中,淀粉和/或其糖与纤维素即可以为淀粉与纤维素混合,也可以为淀粉和淀粉糖与纤维素混合,也可以为淀粉糖与纤维素混合。

[0034] 本发明提供的石墨烯材料分散性能优良,其中分散性能可以用Zeta电位来进行表征,它是表征胶体分散系稳定性的重要指标。一般来说,Zeta电位的绝对值越大,其分散性能越稳定。本发明制备的石墨烯材料其Zeta电位的绝对值均在20mV以上。

[0035] 与现有技术相比,本发明的有益效果为:

[0036] (1) 本发明以纤维素为骨架,在纤维素碳化形成石墨烯结构的同时,淀粉和/或淀粉糖在纤维素骨架上同时进行碳化,形成类石墨烯结构和碳微球结构并附着于石墨烯结构表面或部分嵌入内部,得到石墨烯材料,该石墨烯材料兼具了石墨烯结构,并且具有较高的比表面积,并且还具有很好的活性,水溶性好,易于分散,不易团聚。

[0037] (2) 本发明还限定了各原料的种类以及添加比例,还进一步限定了各步骤的反应条件以及后续洗涤的过程,以使制得的石墨烯材料性能稳定。

[0038] (3) 本发明制备得到的石墨烯材料,具有单层或者多层(可达十几层)的二维片状结构,比表面积在200m²/g以上,Zeta电位的绝对值均在20mV以上。

附图说明

[0039] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,以下将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍。

[0040] 图1为本发明实施例3石墨烯材料的SEM图;

[0041] 图2为本发明实施例4石墨烯材料的SEM图。

具体实施方式

[0042] 下面将结合实施例对本发明的实施方案进行详细描述,但是本领域技术人员将会理解,下列实施例仅用于说明本发明,而不应视为限制本发明的范围。实施例中未注明具体

条件者,按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市售购买获得的常规产品。

[0043] 实施例1

[0044] 一种石墨烯材料的制备方法,包括以下步骤:

[0045] 将玉米淀粉与纯度为95%以上的纤维素以重量比为1:0.1混合,得到第一混合物,纤维素由高粱杆、玉米杆、棉花杆为原料制成;

[0046] 加入催化剂,催化剂为 FeCl_2 ,催化剂与第一混合物的重量比为1:0.5;

[0047] 在200℃水热条件下反应3小时,形成合成料;

[0048] 将合成料在温度为120℃条件下干燥,至含水量为10%以下,在保护性气氛氮气下进行梯度升温碳化,梯度升温为:250℃保温3.5h,550℃保温2h,900℃保温1.5h,碳化后冷却得到碳化料;

[0049] 碳化料先在80℃的温度下进行酸洗5h,然后水洗至中性,再在100℃下烘干即得石墨烯材料。

[0050] 采用电子显微镜扫描,可以看到制得的石墨烯材料中碳微球结构附着于石墨烯片层结构上,有的镶嵌于其中,浑然一体。

[0051] 经测定,石墨烯材料的比表面积为 $200\text{m}^2/\text{g}$,Zeta电位-50mV。

[0052] 实施例2

[0053] 一种石墨烯材料的制备方法,包括以下步骤:

[0054] 将麦芽糖与纯度为95%以上的纤维素以重量比为1:0.5混合,得到第一混合物;纤维素由玉米芯、甜菜渣、糠醛渣制备得到;

[0055] 加入催化剂 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$,催化剂与第一混合物的重量比为1:2;

[0056] 在160℃水热条件下反应10小时,形成合成料;

[0057] 将合成料在温度为80℃条件下干燥,至含水量为10%以下,在保护性气氛氩气条件下进行梯度升温碳化,梯度升温为:300℃保温2.5h,600℃保温2h,800℃保温2h,碳化后冷却得到碳化料;

[0058] 碳化料先在30℃的温度下进行酸洗8h,然后水洗至中性,再在70℃下烘干即得石墨烯材料。

[0059] 采用电子显微镜扫描,可以看到制得的石墨烯材料中碳微球结构附着于石墨烯片层结构上,有的镶嵌于其中,浑然一体。

[0060] 经测定,石墨烯材料的比表面积为 $250\text{m}^2/\text{g}$,Zeta电位-45mV。

[0061] 实施例3

[0062] 一种石墨烯材料的制备方法,包括以下步骤:

[0063] 将淀粉和淀粉糖与纯度为95%以上的纤维素以重量比为1:1混合,得到第一混合物,淀粉为马铃薯淀粉和木薯淀粉的混合物,淀粉糖为葡萄糖和蔗糖的混合物,纤维素由高粱杆、玉米杆、棉花杆、木屑和芦苇制备得到;

[0064] 加入催化剂,催化剂为 FeCl_3 、 $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 、 NiCl_2 的混合物,催化剂与第一混合物的重量比为1:1;

[0065] 在180℃水热条件下反应6小时,形成合成料;

[0066] 将合成料温度为100℃条件下干燥,至含水量为10%以下,在保护性气氛氮气下进

行梯度升温碳化,梯度升温为350℃保温3.5h,600℃保温2.5h,1000℃保温1.5h,碳化后冷却得到碳化料;

[0067] 碳化料先在50℃的温度下进行酸洗6h,然后水洗至中性,再在110℃下烘干即得石墨烯材料。

[0068] 将制得的石墨烯材料采用电子显微镜扫描,结果如图1所示。从图1可以看出,制得的石墨烯材料中碳微球结构附着于石墨烯片层结构上,有的镶嵌于其中,浑然一体。

[0069] 经测定,石墨烯材料的比表面积为 $500\text{m}^2/\text{g}$,Zeta电位-30mV。

[0070] 实施例4

[0071] 一种石墨烯材料的制备方法,包括以下步骤:

[0072] 将玉米淀粉、马铃薯淀粉与纯度为95%以上的纤维素以重量比为1:3混合,得到第一混合物,纤维素由玉米芯、木屑、甜菜渣、糠醛渣制备得到;

[0073] 加入催化剂,催化剂为 FeCl_2 、 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 的混合物,催化剂与第一混合物的重量比为1:1.2;

[0074] 在170℃水热条件下反应5小时,形成合成料;

[0075] 将合成料温度为100℃条件下干燥,至含水量为10%以下,在保护性气氛氩气下进行梯度升温碳化,梯度升温为:350℃保温2.5h,700℃保温2h,800℃保温2.5h,碳化后冷却得到碳化料;

[0076] 碳化料先在60℃的温度下进行酸洗5h,然后水洗至中性,再在80℃下烘干即得石墨烯材料。

[0077] 将制得的石墨烯材料采用电子显微镜扫描,结果如图2所示。从图2可以看出,制得的石墨烯材料中碳微球结构附着于石墨烯片层结构上,有的镶嵌于其中,浑然一体。

[0078] 经测定,石墨烯的比表面积为 $600\text{m}^2/\text{g}$,Zeta电位-27mV。

[0079] 实施例5

[0080] 一种石墨烯材料的制备方法,包括以下步骤:

[0081] 将葡萄糖、麦芽糖、蔗糖、果糖与纯度为95%以上的纤维素以重量比为1:5混合,得到第一混合物,纤维素由玉米芯、高粱杆、玉米杆、棉花杆、木屑制备得到;

[0082] 加入催化剂,催化剂为 FeCl_2 、 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 、 NiCl_2 的混合物,催化剂与第一混合物的重量比为1:1;

[0083] 在170℃水热条件下反应8小时,形成合成料;

[0084] 将合成料温度为120℃条件下干燥,至含水量为10%以下,在保护性气氛氢气下进行梯度升温碳化,梯度升温为:400℃保温3h,700℃保温2h,900℃保温2h,碳化后冷却得到碳化料;

[0085] 碳化料先在80℃的温度下进行酸洗5h,然后水洗至中性,再在110℃下烘干即得石墨烯材料。

[0086] 采用电子显微镜扫描,可以看到制得的石墨烯材料中碳微球结构附着于石墨烯片层结构上,有的镶嵌于其中,浑然一体。

[0087] 经测定,石墨烯材料的比表面积为 $700\text{m}^2/\text{g}$,Zeta电位-25mV。

[0088] 实施例6

[0089] 一种石墨烯材料的制备方法,包括以下步骤:

- [0090] 将玉米淀粉、马铃薯淀粉、麦芽糖、蔗糖、果糖与纯度为95%以上的纤维素以重量比为1:7混合,得到第一混合物;纤维素由高粱杆、糠醛渣、芦苇制备得到;
- [0091] 加入催化剂,催化剂为NiCl₂,催化剂与第一混合物的重量比为1:1.2;
- [0092] 在160℃水热条件下反应8小时,形成合成料;
- [0093] 将合成料温度为100℃条件下干燥,至含水量为10%以下,在保护性气氛氢气下进行梯度升温碳化,梯度升温为:400℃保温3h,700℃保温2h,1000℃保温2h,碳化后冷却得到碳化料;
- [0094] 碳化料先在80℃的温度下进行酸洗5h,然后水洗至中性,再在110℃下烘干即得所述石墨烯材料。
- [0095] 采用电子显微镜扫描,可以看到制得的石墨烯材料中碳微球结构附着于石墨烯片层结构上,有的镶嵌于其中,浑然一体。
- [0096] 经测定,石墨烯的比表面积为750m²/g,Zeta电位-23mV。
- [0097] 实施例7
- [0098] 一种石墨烯材料的制备方法,包括以下步骤:
- [0099] 将玉米淀粉、果糖与纯度为95%以上的纤维素以重量比为1:10混合,得到第一混合物;纤维素由玉米芯、棉花杆、木屑、甜菜渣、糠醛渣制备得到;
- [0100] 加入催化剂,催化剂为K₃[Fe(CN)₆]和NiCl₂的混合物,催化剂与第一混合物的重量比为1:1;
- [0101] 在180℃水热条件下反应6小时,形成合成料;
- [0102] 将合成料温度为100℃条件下干燥,至含水量为10%以下,在保护性气氛氮气下进行梯度升温碳化,梯度升温为:450℃保温2.5h,700℃保温1.5h,900℃保温1.5h,碳化后冷却得到碳化料;
- [0103] 碳化料先在50℃的温度下进行酸洗6h,然后水洗至中性,再在80℃下烘干即得石墨烯材料。
- [0104] 采用电子显微镜扫描,可以看到制得的石墨烯材料中碳微球结构附着于石墨烯片层结构上,有的镶嵌于其中,浑然一体。
- [0105] 经测定,石墨烯材料的比表面积为800m²/g,Zeta电位-20mV。
- [0106] 实施例8
- [0107] 一种石墨烯材料的制备方法,包括以下步骤:
- [0108] 将木薯淀粉与纯度为90%的纤维素以重量比为1:3混合,得到第一混合物;纤维素由棉花杆、木屑、糠醛渣制备得到;
- [0109] 加入催化剂,催化剂为K₃[Fe(CN)₆]和NiCl₂的混合物,催化剂与第一混合物的重量比为1:1;
- [0110] 在180℃水热条件下反应5小时,形成合成料;
- [0111] 将合成料温度为100℃条件下干燥,至含水量为10%以下,在保护性气氛氮气下进行梯度升温碳化,梯度升温为:350℃保温3h,700℃保温12h,1000℃保温2h,碳化后冷却得到碳化料;
- [0112] 碳化料先在50℃的温度下进行酸洗6h,然后水洗至中性,再在80℃下烘干即得石墨烯材料。

[0113] 采用电子显微镜扫描,可以看到制得的石墨烯材料中碳微球结构附着于石墨烯片层结构上,有的镶嵌于其中,浑然一体。

[0114] 经测定,石墨烯材料的比表面积为 $400\text{m}^2/\text{g}$,Zeta电位-25mV。

[0115] 对照组1

[0116] 申请号为201410029985.0公开的一种自支撑石墨烯材料及其制备方法中,实施例4制得的石墨烯,经测定,石墨烯的比表面积为 $600\text{m}^2/\text{g}$,Zeta电位-5mV。

[0117] 对照组2

[0118] 申请号为201410781644.9公开的实施例13制得的石墨烯,经测定,石墨烯的比表面积为 $500\text{m}^2/\text{g}$,Zeta电位-10mV。

[0119] 尽管已用具体实施例来说明和描述了本发明,然而应意识到,在不背离本发明的精神和范围的情况下可以作出许多其它的更改和修改。因此,这意味着在所附权利要求中包括属于本发明范围内的所有这些变化和修改。

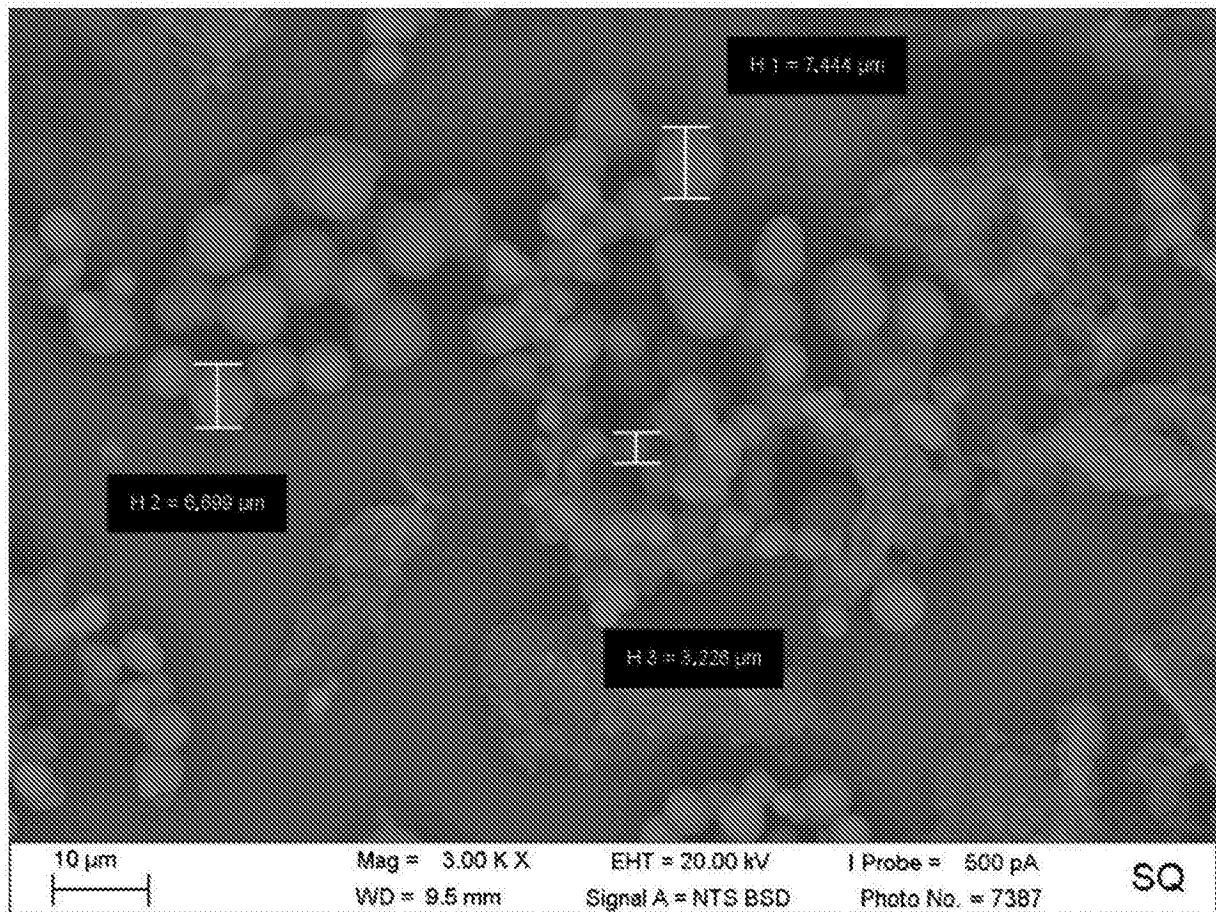


图1

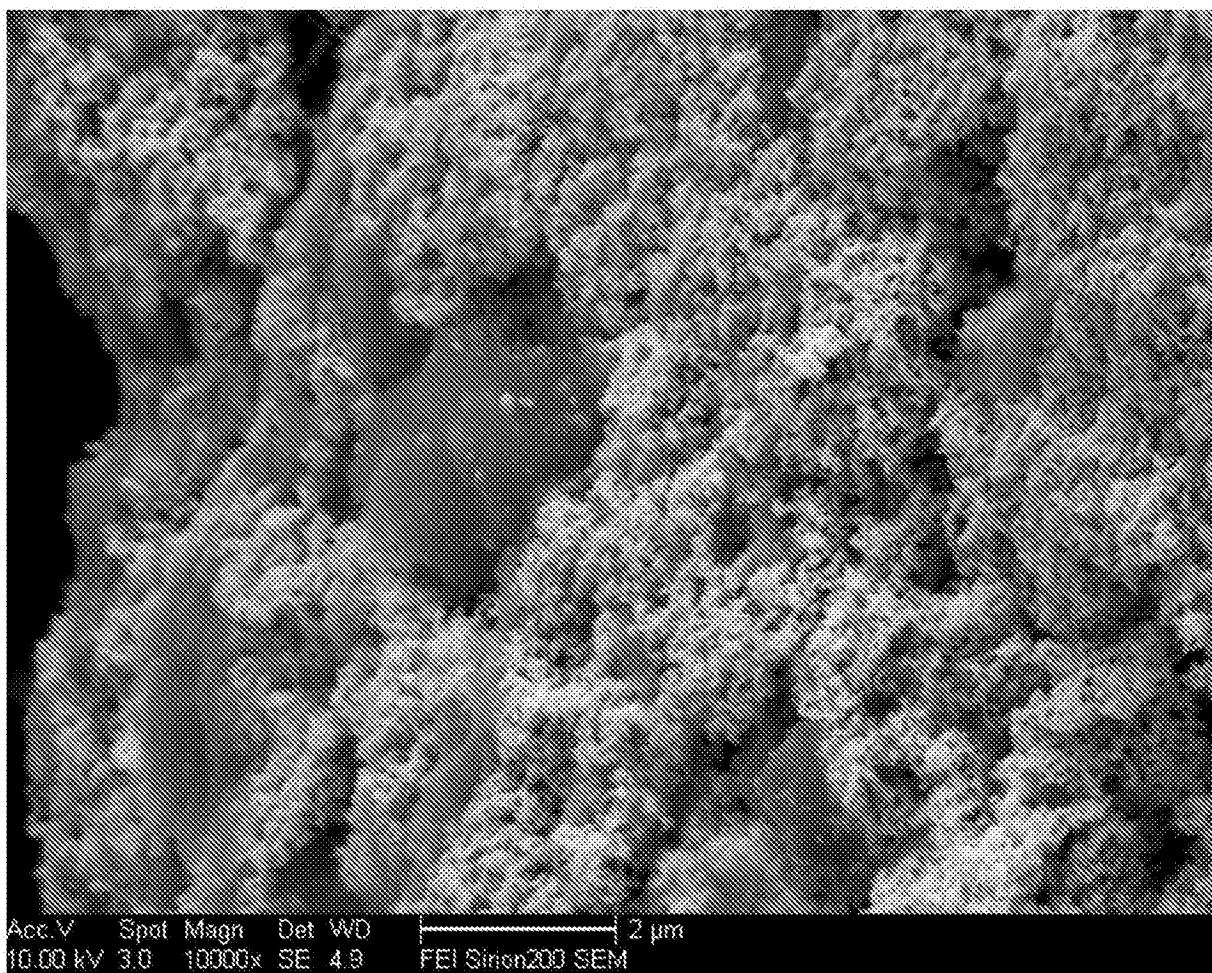


图2