



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111410186 A

(43)申请公布日 2020.07.14

(21)申请号 202010181657.8

H01M 10/054(2010.01)

(22)申请日 2020.03.16

(71)申请人 华中科技大学

地址 430074 湖北省武汉市洪山区珞喻路
1037号

(72)发明人 蒋凯 金前争 王康丽 李浩秒
周敏 陶宏伟

(74)专利代理机构 华中科技大学专利中心
42201

代理人 李智

(51)Int.Cl.

C01B 32/15(2017.01)

B01J 21/18(2006.01)

H01M 4/583(2010.01)

H01M 4/62(2006.01)

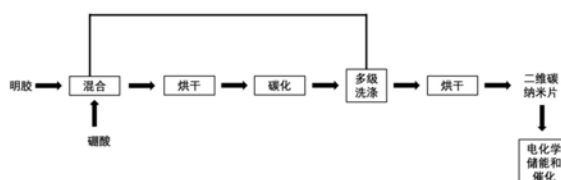
权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54)发明名称

一种二维碳纳米片的制备方法和应用

(57)摘要

本发明公开了一种二维碳纳米片的制备方法和应用,属于电储能和电催化技术领域,包括将质量比为(5-10):1的硼酸和明胶混合,溶解在水中,形成混合溶液;烘干混合溶液中的水分,得到硼酸和明胶的混合物;将混合物置入碳化装置中进行碳化,控制碳化温度为650-900℃,碳化后的产物冷却至室温;浸泡和洗涤碳化后的产物,将产物干燥至恒重,得到二维碳纳米片。本发明通过对明胶与硼酸的质量比例及碳化温度进行设定,制备出的二维碳纳米片具有优异的电储能和催化性能,其中明胶属于工业废物,成本低,合成工艺简单,同时又能降低生产成本,通过将洗涤后的硼酸进行回收和重复利用,能够降低生产成本,减少对环境 的污染,便于产业化应用。



1. 一种二维碳纳米片的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:
S1,将质量比为(5-10):1的硼酸和明胶混合,溶解在水中,形成混合溶液;
S2,烘干混合溶液中的水分,得到硼酸和明胶的混合物;
S3,将所述混合物置入碳化装置中进行碳化,控制碳化温度为650-900℃,碳化后的产物冷却至室温;
S4,浸泡和洗涤碳化后的产物,将产物干燥至恒重,得到二维碳纳米片。
2. 根据权利要求1所述的一种二维碳纳米片的制备方法,其特征在于:所述步骤S1中的明胶类别为生物级,溶于水后的硼酸水溶液浓度不高于300g/L。
3. 根据权利要求2所述的一种二维碳纳米片的制备方法,其特征在于:所述步骤S2中的烘干温度为70-80℃,烘干后的混合物的含水率低于5%。
4. 根据权利要求1所述的一种二维碳纳米片的制备方法,其特征在于:所述步骤S3中碳化时间为0.5-2h。
5. 根据权利要求1所述的一种二维碳纳米片的制备方法,其特征在于:还包括将所述步骤S3中碳化装置产生高温尾气冷凝后得到热解油,并将热解油通入到焚烧炉中燃烧为碳化装置提供热量。
6. 根据权利要求5所述的一种二维碳纳米片的制备方法,其特征在于:还包括将所述步骤S3中碳化装置产生的低温尾气供步骤S2烘干使用。
7. 根据权利要求6所述的一种二维碳纳米片的制备方法,其特征在于:所述高温尾气为碳化装置碳化混合物时直接产生,所述低温尾气为高温尾气经降温处理后形成。
8. 根据权利要求1所述的一种二维碳纳米片的制备方法,其特征在于:所述步骤S4中将洗涤后的溶液进行收集,重新与硼酸配比,供步骤S1使用。
9. 根据权利要求8所述的一种二维碳纳米片的制备方法,其特征在于:所述重新配比后的硼酸溶液浓度不高于300g/L。
10. 根据权利要求1-9任一项所述二维碳纳米片的制备方法在电化学储能和催化领域的应用。

一种二维碳纳米片的制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明属于电储能和电催化技术领域,更具体地,涉及一种二维碳纳米片的制备方法和应用。

背景技术

[0002] 碳材料因具有优异的导电性、丰富的结构形式和丰富的原料来源而被广泛的应用。二维碳纳米片具有较薄的厚度和较大的表面积,有利于电子的传输和表面电化学反应/化学反应,因而被广泛的应用于电化学储能和催化。最典型的是石墨烯材料,然而其制备工艺较为复杂和工艺成本较高、产量较少、合成过程产生有毒气体,阻碍了其产业化的应用。

[0003] 目前,研究人员采用各种方法制备类石墨烯碳材料,探究其在电化学储能和催化等领域的应用。如模板法、溶剂热法等,然而这些方法需要苛刻的制备条件,包括准确控制压力、需要使用有毒溶剂、严格控制配比等,同时这些方法原材料存在着利用率低、产率较低以及合成反应时间较长等问题。如何降低二维碳纳米片的合成成本、原材料成本,同时进行规模化生产、拓展其在储能和催化领域的应用成为当今科研和工业领域的一大难题。

[0004] 由于存在上述的缺陷和不足,本领域亟需做出进一步的完善和改进,需要探索一种新的二维碳纳米片材料的合成工艺,提高其储能和催化性能,同时又能降低生产成本,便于产业化应用。

发明内容

[0005] 针对现有技术的以上缺陷或改进需求,本发明提供了一种二维碳纳米片的制备方法和应用,其目的在于通过对关键制备材料明胶与硼酸的混合比例、碳化温度的控制,合成二维碳纳米片,由此解决制备条件复杂的技术问题。

[0006] 为实现上述目的,按照本发明的一个方面,提供了一种二维碳纳米片的制备方法,包括以下步骤:

[0007] S1,将质量比为(5-10):1的硼酸和明胶混合,溶解在热水中,形成混合溶液;

[0008] S2,烘干混合溶液中的水分,得到硼酸和明胶的混合物;

[0009] S3,将所述混合物置入碳化装置中进行碳化,控制碳化温度为650-900℃,碳化后的产物冷却至室温;

[0010] S4,浸泡和洗涤碳化后的产物,将产物干燥至恒重,得到二维碳纳米片。

[0011] 优选地,所述步骤S1中的明胶类别为生物级,溶于水后的硼酸水溶液浓度不高于300g/L。由于硼酸与明胶溶解度的限制,同时浓度较低的硼酸溶液有利于与明胶的混合。

[0012] 优选地,所述步骤S2中的烘干温度为70-80℃,以保证硼酸较少的挥发和升华;烘干后的混合物的含水率低于5%,以有利于减少水分对二维碳纳米片合成的影响。

[0013] 优选地,所述步骤S3中碳化时间为0.5-2h。

[0014] 优选地,还包括将所述步骤S3中碳化装置产生高温尾气冷凝后得到热解油,并将热解油通入到焚烧炉中燃烧为碳化装置提供热量。

[0015] 优选地,还包括将所述步骤S3中碳化装置产生的低温尾气供步骤S2烘干使用。通过对高温气体和低温气体的收集和处理,能够进一步实现热解油回收,减少其对环境的污染。

[0016] 优选地,所述高温尾气为碳化装置碳化混合物时直接产生,所述低温尾气为高温尾气经降温处理后形成。

[0017] 优选地,所述步骤S4中将洗涤后的溶液进行收集,重新与硼酸配比,供步骤S1使用。

[0018] 优选地,所述步骤S3中的碳化装置采用防腐蚀装置,以减少硼酸对装置的腐蚀,保证制备过程中的安全性,同时减少因副反应产生的污染。

[0019] 优选地,所述重新配比后的硼酸溶液浓度不高于300g/L。

[0020] 优选地,所述二维碳纳米片的制备方法在电化学储能和催化领域的应用。

[0021] 总体而言,通过本发明所构思的以上技术方案与现有技术相比,具有以下有益效果:本发明通过对关键参与物的明胶与硼酸的质量比例及碳化温度进行设定,制备出的二维碳纳米片具有优异的电储能和催化性能,其中明胶属于工业废物,成本低,合成工艺简单,同时又能降低生产成本,通过将洗涤后的硼酸进行回收和重复利用,能够降低生产成本,减少对环境的污染,便于产业化应用。

附图说明

[0022] 图1是本发明的制备方法流程图;

[0023] 图2a是本发明实施例1制备的二维碳纳米片的扫描电镜图;

[0024] 图2b是本发明实施例1制备的二维碳纳米片放大后的扫描电镜图;

[0025] 图3是本发明实施例1制备的二维碳纳米片的电化学性能图;

[0026] 图4a是本发明实施例2制备的二维碳纳米片的扫描电镜图;

[0027] 图4b是本发明实施例2制备的二维碳纳米片放大后的扫描电镜图;

[0028] 图5是本发明实施例2制备的二维碳纳米片的电化学性能图;

[0029] 图6是本发明实施例3制备的二维碳纳米片的扫描电镜图;

[0030] 图7是本发明实施例3制备的二维碳纳米片的电化学性能图;

[0031] 图8是本发明实施例4制备的二维碳纳米片的扫描电镜图;

[0032] 图9是本发明实施例4制备的二维碳纳米片的电化学性能图。

具体实施方式

[0033] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合附图及实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。此外,下面所描述的本发明各个实施方式中所涉及到的技术特征只要彼此之间未构成冲突就可以相互组合。

[0034] 如图1所示,一种二维碳纳米的制备方法,包括以下步骤:

[0035] S1,将质量比为(5-10):1的硼酸和明胶混合,溶解在热水中,形成混合溶液;

[0036] S2,烘干混合溶液中的水分,得到硼酸和明胶的混合物;

[0037] S3,将所述混合物置入碳化装置中进行碳化,控制碳化温度为650-900℃,碳化后

的产物冷却至室温；

[0038] S4,浸泡和洗涤碳化后的产物,将产物干燥至恒重,得到二维碳纳米片。

[0039] 更进一步的说明,所述步骤S1中的明胶类别为生物级,溶于水后的硼酸水溶液浓度不高于300g/L。

[0040] 更进一步的说明,所述步骤S2中的烘干温度为70-80℃,烘干后的混合物的含水率低于5%。

[0041] 更进一步的说明,所述步骤S3中碳化时间为0.5-2h。

[0042] 更进一步的说明,还包括将所述步骤S3中碳化装置产生高温尾气冷凝后得到热解油,并将热解油通入到焚烧炉中燃烧为碳化装置提供热量。

[0043] 更进一步的说明,还包括将所述步骤S3中碳化装置产生的低温尾气供步骤S2烘干使用。

[0044] 更进一步的说明,所述高温尾气为碳化装置碳化混合物时直接产生,所述低温尾气为高温尾气经降温处理后形成。

[0045] 更进一步的说明,所述步骤S4中将洗涤后的溶液进行收集,重新与硼酸配比,供步骤S1使用,并且所述重新配比后的硼酸溶液浓度不高于300g/L。

[0046] 以下为本发明的实施例：

[0047] 实施例1

[0048] S1,将一定量的硼酸和一定量的明胶经过给料机输送到含有热水的混合装置中,搅拌,待硼酸和明胶充分混合溶解于热水中,其中硼酸与明胶的质量比为10:1。

[0049] S2,将步骤S1中的溶液经水泵输送至移动烘干装置中进行烘干,烘干后的硼酸与明胶的混合物含水率低于5%。

[0050] S3,将步骤S2中烘干后的混合物输送至螺旋碳化装置中,碳化温度为700℃,碳化时间为1h。

[0051] S4,将步骤S3中碳化后的产物输送至清洗装置中,使用热水浸泡并反复洗涤,热水温度为100℃,收集洗涤后的水溶液供步骤S1循环使用,其中硼酸的浓度为280g/L。

[0052] S5,将步骤S4中洗涤后的固定产物进行烘干,得到如图2所示的二维碳纳米片。

[0053] 将步骤S5得到的二维碳纳米片组装成钠离子电池,其在0.2A/g的电流密度下的循环性能如图3所示,从图3可以看出,制得的二维碳纳米片作为电极表现出良好的循环性能和储钠性能,在0.2A/g的电流密度下循环200圈后仍具有309mAh/g的容量。

[0054] 本实施例中,步骤S3中螺旋碳化装置产生高温尾气和低温尾气,其中高温尾气经冷凝后得到热解油,将热解油通入到焚烧炉中燃烧为螺旋碳化装置提供热量,低温尾气供步骤S2烘干使用。

[0055] 实施例2

[0056] S1,将一定量的硼酸和一定量的明胶经过给料机输送到含有热水的混合装置中,搅拌,待硼酸和明胶充分混合溶解于热水中,其中硼酸与明胶的质量比为8:1。

[0057] S2,将步骤S1中的溶液经水泵输送至移动烘干装置中进行烘干,烘干后的硼酸与明胶的混合物含水率低于5%。

[0058] S3,将步骤S2中烘干后的混合物输送至螺旋碳化装置中,碳化温度为900℃,碳化时间为0.5h。

[0059] S4,将步骤S3中碳化后的产物输送至清洗装置中,使用热水浸泡并反复洗涤,热水温度为100℃,收集洗涤后的水溶液供步骤S1循环使用,其中硼酸的浓度为280g/L。

[0060] S5,将步骤S4中洗涤后的固定产物进行烘干,得到如图4所示的二维碳纳米片。

[0061] 将步骤S5得到的二维碳纳米片组装成钠离子电池,其在0.2A/g的电流密度下的循环性能如图5所示,从图5可以看出制得的二维碳纳米片在0.2A/g的电流密度下循环200圈后仍具有300mAh/g的容量,其容量不断增加,主要是因为充放电过程中的电极活化作用。

[0062] 本实施例中,步骤S3中螺旋碳化装置产生高温尾气和低温尾气,其中高温尾气经冷凝后得到热解油,将热解油通入到焚烧炉中燃烧为螺旋碳化装置提供热量,低温尾气供步骤S2烘干使用。

[0063] 实施例3

[0064] S1,将一定量的硼酸和一定量的明胶经过给料机输送到含有热水的混合装置中,搅拌,待硼酸和明胶充分混合溶解于热水中,其中硼酸与明胶的质量比为5:1;

[0065] S2,将步骤S1中的溶液经水泵输送至移动烘干装置中进行烘干,烘干后的硼酸与明胶的混合物含水率低于5%。

[0066] S3,将步骤S2中烘干后的混合物输送至螺旋碳化装置中,碳化温度为900℃,碳化时间为0.5h。

[0067] S4,将步骤S3中碳化后的产物输送至清洗装置中,使用热水浸泡并反复洗涤,热水温度为100℃,收集洗涤后的水溶液供步骤S1循环使用,其中硼酸的浓度为280g/L。

[0068] S5,将步骤S4中洗涤后的固定产物进行烘干,得到如图6所示的二维碳纳米片。

[0069] 将步骤S5得到的二维碳纳米片组装成钠离子电池,其在0.2A/g的电流密度下的循环性能如图7所示,从图7可以看出制得的二维碳纳米片作为电极刚开始时有一定的衰退,随后变得稳定,在0.2A/g的电流密度下循环200圈后仍具有220mAh/g的容量。

[0070] 本实施例中,步骤S3中螺旋碳化装置产生高温尾气和低温尾气,其中高温尾气经冷凝后得到热解油,将热解油通入到焚烧炉中燃烧为螺旋碳化装置提供热量,低温尾气供步骤S2烘干使用。

[0071] 实施例4

[0072] S1,将一定量的硼酸和一定量的明胶经过给料机输送到含有热水的混合装置中,搅拌,待硼酸和明胶充分混合溶解于热水中,其中硼酸与明胶的质量比为10:1;

[0073] S2,将步骤S1中的溶液经水泵输送至移动烘干装置中进行烘干,烘干后的硼酸与明胶的混合物含水率低于5%。

[0074] S3,将步骤S2中烘干后的混合物输送至螺旋碳化装置中,碳化温度为650℃,碳化时间为0.5h。

[0075] S4,将步骤S3中碳化后的产物输送至清洗装置中,使用热水浸泡并反复洗涤,热水温度为100℃,收集洗涤后的水溶液供步骤S1循环使用,其中硼酸的浓度为280g/L。

[0076] S5,将步骤S4中洗涤后的固定产物进行烘干,得到如图8所示的二维碳纳米片。

[0077] 将步骤S5得到的二维碳纳米片组装成钠离子电池,其在0.2A/g的电流密度下的循环性能如图9所示,从图9可以看出制得的二维碳纳米片作为电极表现出良好的循环性能和储钠性能,在0.2A/g的电流密度下循环300圈后仍具有230mAh/g的容量。

[0078] 本实施例中,步骤S3中螺旋碳化装置产生高温尾气和低温尾气,其中高温尾气经

冷凝后得到热解油,将热解油通入到焚烧炉中燃烧为螺旋碳化装置提供热量,低温尾气供步骤S2烘干使用。

[0079] 本领域的技术人员容易理解,以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

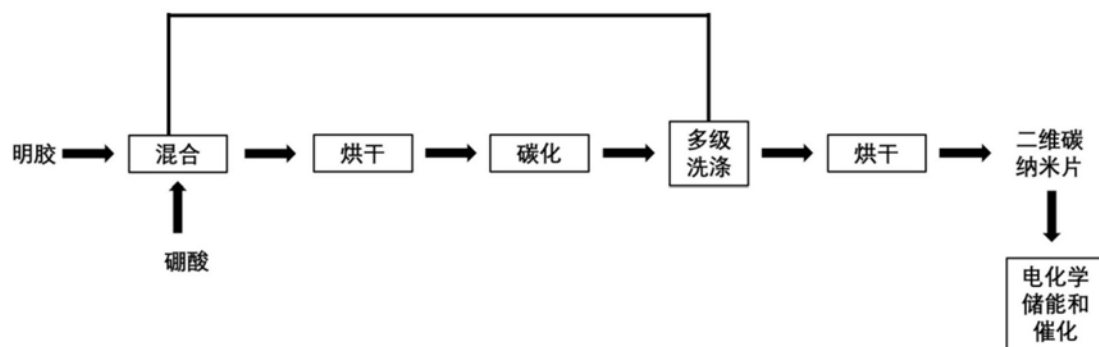


图1

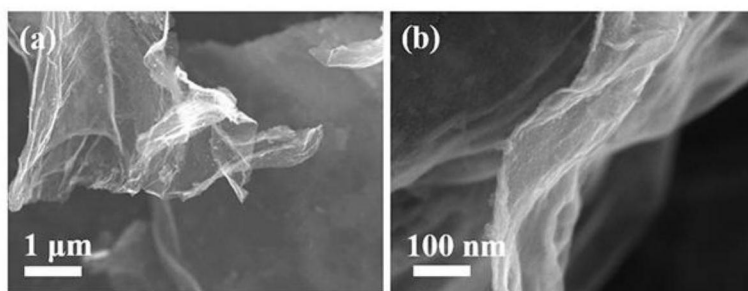


图2

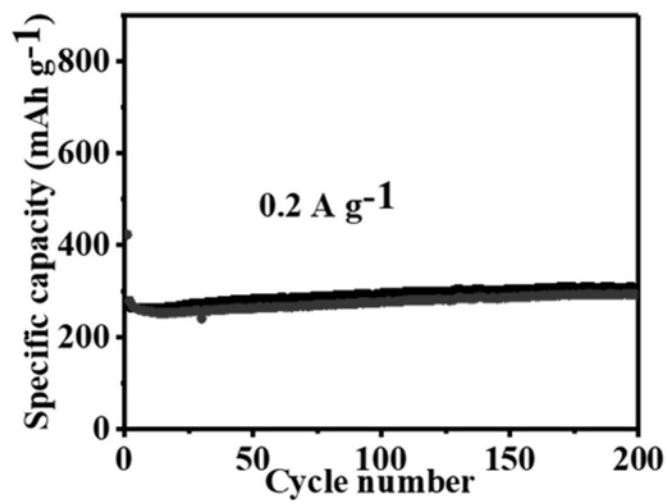


图3

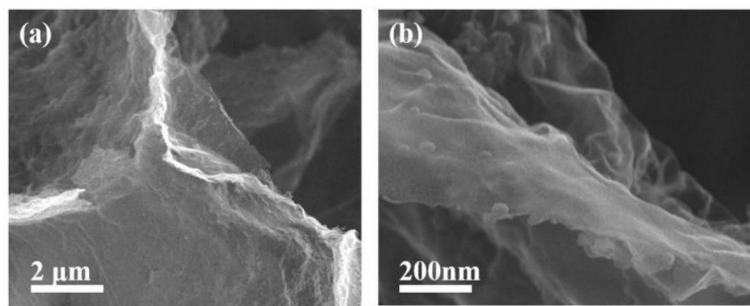


图4

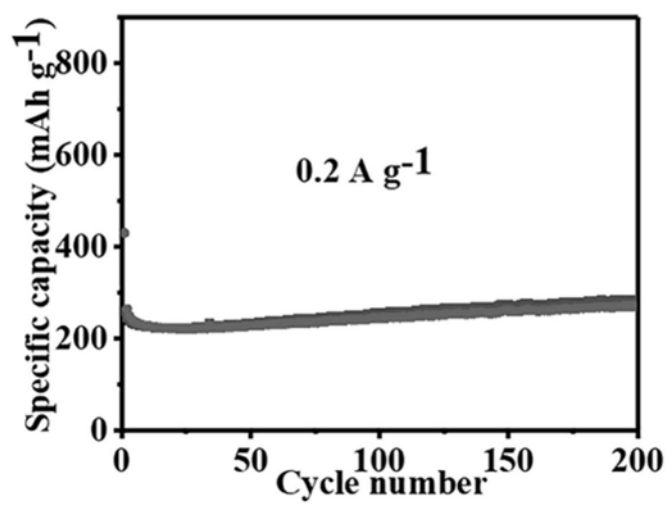


图5

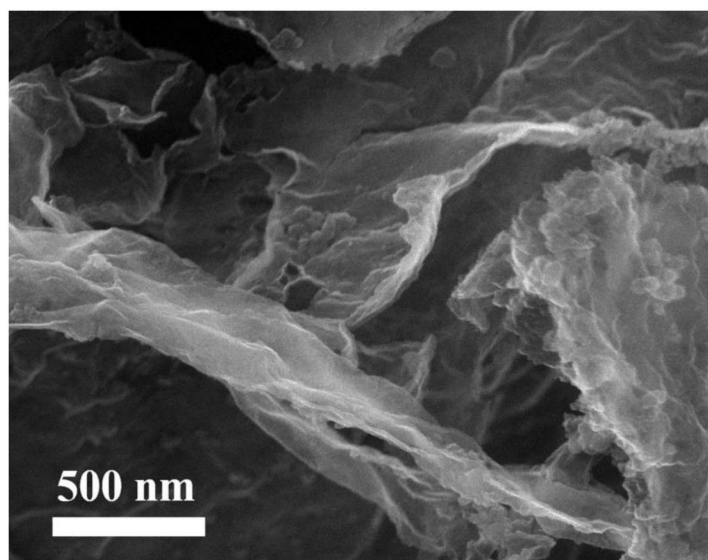


图6

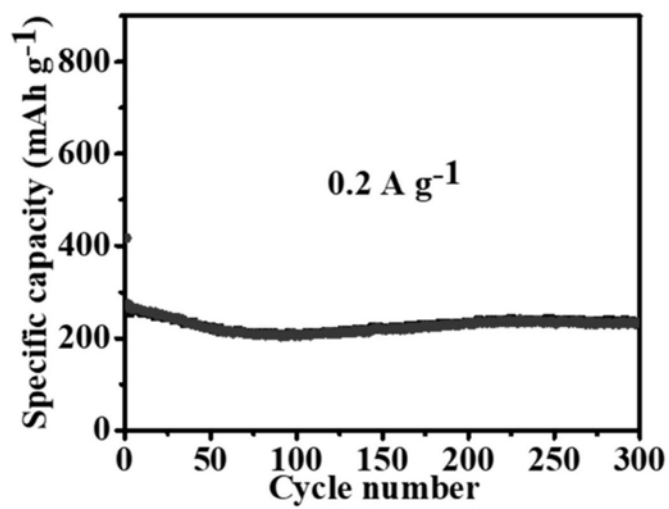


图7

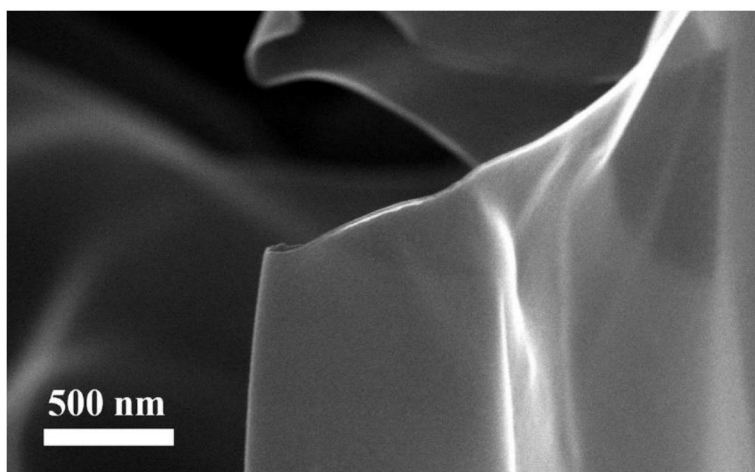


图8

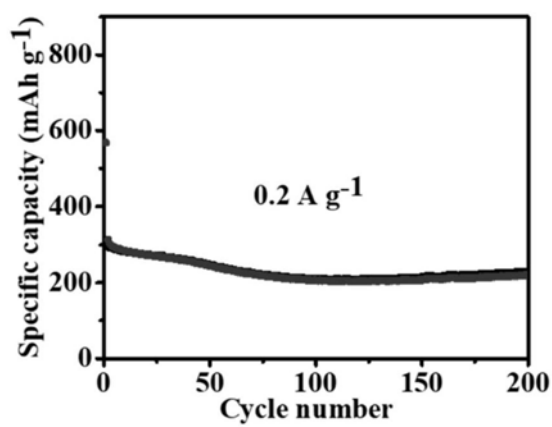


图9