



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103359709 A

(43) 申请公布日 2013. 10. 23

(21) 申请号 201210084436. 4

(22) 申请日 2012. 03. 27

(71) 申请人 海洋王照明科技股份有限公司

地址 518100 广东省深圳市南山区南海大道
海王大厦 A 座 22 层

申请人 深圳市海洋王照明技术有限公司

(72) 发明人 周明杰 钟辉 王要兵

(74) 专利代理机构 广州华进联合专利商标代理
有限公司 44224

代理人 何平

(51) Int. Cl.

C01B 31/04 (2006. 01)

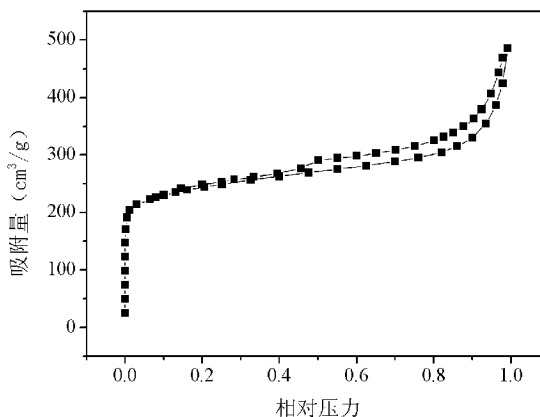
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

氮掺杂石墨烯的制备方法

(57) 摘要

一种氮掺杂石墨烯的制备方法,包括:将氧化石墨分散于去离子水中,进行超声处理,然后抽滤,烘干,得到氧化石墨烯;将所述氧化石墨烯与二氧化硅依次加入去离子水中,搅拌 2 ~ 4 小时,过滤,烘干,得到氧化石墨烯/二氧化硅混合物;将所述氧化石墨烯/二氧化硅混合物置于惰性气体与氨气的混合气体氛围下,以 5 ~ 20℃ / 分钟的升温速率加热至 800 ~ 1000℃,保温 30 ~ 120 分钟,冷却至室温,得到氮掺杂石墨烯/二氧化硅混合物;及将所述氮掺杂石墨烯/二氧化硅混合物加入到氢氟酸溶液中,搅拌 12 ~ 24 小时,真空抽滤,洗涤,烘干,得到氮掺杂石墨烯。



1. 一种氮掺杂石墨烯的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

将氧化石墨分散于去离子水中,进行超声处理,然后抽滤,烘干,得到氧化石墨烯;

将所述氧化石墨烯与二氧化硅依次加入去离子水中,搅拌 2~4 小时,过滤,烘干,得到氧化石墨烯/二氧化硅混合物;

将所述氧化石墨烯/二氧化硅混合物置于惰性气体与氨气的混合气体氛围下,以 5~20℃/分钟的升温速率加热至 800~1000℃,保温 30~120 分钟,冷却至室温,得到氮掺杂石墨烯/二氧化硅混合物;及

将所述氮掺杂石墨烯/二氧化硅混合物加入到氢氟酸溶液中,搅拌 12~24 小时,真空抽滤,洗涤,烘干,得到氮掺杂石墨烯。

2. 根据权利要求 1 所述的氮掺杂石墨烯的制备方法,其特征在于:所述氧化石墨采用如下步骤制得:

将石墨加入浓硫酸和浓硝酸的混合溶液中,在冰水混合浴中搅拌,之后再往混合溶液中加入高锰酸钾,对石墨进行氧化,接着将混合溶液加热至 70~95℃保温,对石墨进一步进行氧化,最后加入过氧化氢除去高锰酸钾,抽滤,用稀盐酸和去离子水对固体物进行反复洗涤,干燥,得到氧化石墨。

3. 根据权利要求 2 所述的氮掺杂石墨烯的制备方法,其特征在于:所述浓硫酸与浓硝酸的体积比为 90~95:20~30;所述石墨和高锰酸钾的质量比为 1:3~10。

4. 根据权利要求 1 所述的氮掺杂石墨烯的制备方法,其特征在于:所述氧化石墨烯与所述二氧化硅的质量比为 1:0.05~0.2。

5. 根据权利要求 1 所述的氮掺杂石墨烯的制备方法,其特征在于:所述二氧化硅为纳米二氧化硅微球。

6. 根据权利要求 1 所述的氮掺杂石墨烯的制备方法,其特征在于:所述石墨为纯度为 99.5%的石墨。

7. 根据权利要求 1 所述的氮掺杂石墨烯的制备方法,其特征在于:所述超声处理的超声功率为 500~800W,时间为 1~2 小时。

8. 根据权利要求 1 所述的氮掺杂石墨烯的制备方法,其特征在于:所述惰性气体与氨气的流量均为 150~400ml/分钟。

9. 根据权利要求 8 所述的氮掺杂石墨烯的制备方法,其特征在于:所述惰性气体为氩气。

10. 根据权利要求 1 所述的氮掺杂石墨烯的制备方法,其特征在于:将每克氮掺杂石墨烯/二氧化硅混合物加入到 2~4ml 的氢氟酸溶液中。

氮掺杂石墨烯的制备方法

【技术领域】

[0001] 本发明涉及一种氮掺杂石墨烯的制备方法。

【背景技术】

[0002] 石墨烯具有二维单分子层结构（厚度仅为 0.335nm），且具有优异的导电性能、高的理论比表面积、良好的机械性能和柔韧性等优点，一经问世就受到很多行业的广泛关注，具有广阔的应用前景。石墨烯用于储能领域是目前发展的一个重点，如石墨烯用作于超级电容器和锂离子电池电极材料。然而，由于超级电容器和锂离子电池对储能电极材料有一定的要求，特别对于超级电容器电极材料，比表面积越高，储能性能越好；对于锂离子电池材料，虽然不要求很高的比表面积，但具有一定比表面积（如 $700\text{m}^2/\text{g} \sim 1000\text{m}^2/\text{g}$ ）对其储能性能也有非常大的提高。虽然石墨烯的理论比表面积达到 $2630\text{m}^2/\text{g}$ ，但由于在石墨烯材料中，石墨烯片之间相互堆叠，使得比表面积大大下降，目前文献报道的最高比表面积为 $600\text{m}^2/\text{g}$ ，这对大大限制了石墨烯在超级电容器和锂离子电池电极材料上的应用前景。

【发明内容】

[0003] 基于此，有必要提供一种比表面积较高的氮掺杂石墨烯的制备方法。

[0004] 一种氮掺杂石墨烯的制备方法，包括如下步骤：

[0005] 将氧化石墨分散于去离子水中，进行超声处理，然后抽滤，烘干，得到氧化石墨烯；

[0006] 将所述氧化石墨烯与二氧化硅依次加入去离子水中，搅拌 2 小时，过滤，烘干，得到氧化石墨烯 / 二氧化硅混合物；

[0007] 将所述氧化石墨烯 / 二氧化硅混合物置于惰性气体与氨气的混合气体氛围下，以 $10^\circ\text{C} / \text{分钟}$ 的升温速率加热至 800°C ，保温 30 分钟，冷却至室温，得到氮掺杂石墨烯 / 二氧化硅混合物；及

[0008] 将所述氮掺杂石墨烯 / 二氧化硅混合物加入到氢氟酸溶液中，搅拌 12 小时，真空抽滤，洗涤，烘干，得到氮掺杂石墨烯。

[0009] 在一个实施例中，氧化石墨的制备方法，步骤如下：

[0010] 将石墨加入浓硫酸和浓硝酸的混合溶液中，在冰水混合浴中搅拌，之后再往混合溶液中加入高锰酸钾，对石墨进行氧化，接着将混合溶液加热至 $70 \sim 95^\circ\text{C}$ 保温，对石墨进一步进行氧化，最后加入过氧化氢除去高锰酸钾，抽滤，用稀盐酸和去离子水对固体物进行反复洗涤，干燥，得到氧化石墨。

[0011] 在一个实施例中，所述浓硫酸与浓硝酸的体积比为 $90 \sim 95 : 20 \sim 30$ ；所述石墨和高锰酸钾的质量比为 $1 : 3 \sim 10$ 。

[0012] 在一个实施例中，所述氧化石墨烯与所述二氧化硅的质量比为 $1 : 0.05 \sim 0.2$ 。

[0013] 在一个实施例中，所述二氧化硅为纳米二氧化硅微球。

[0014] 在一个实施例中，所述石墨为纯度为 99.5% 的石墨。

[0015] 在一个实施例中,所述超声处理的超声功率为 500 ~ 800W,时间为 1 ~ 2 小时。

[0016] 在一个实施例中,所述惰性气体与氨气的流量均为 150 ~ 400ml/ 分钟。

[0017] 在一个实施例中,所述惰性气体为氩气。

[0018] 在一个实施例中,将每克氮掺杂石墨烯 / 二氧化硅混合物加入到 2 ~ 4ml 的氢氟酸溶液中。

[0019] 上述制备方法利用氧化热还原法,通过在制备的过程中引入二氧化硅微球和在热还原过程中引入氮源,来制备高比表面积石墨烯材料。

【附图说明】

[0020] 图 1 为一实施方式的氮掺杂石墨烯的制备方法流程图;

[0021] 图 2 为实施例 1 制备的氮掺杂石墨烯利用 BET 测控仪得出的吸附 - 脱附等温曲线图。

【具体实施方式】

[0022] 为使本发明的上述目的、特征和优点能够更加明显易懂,下面结合附图对本发明的具体实施方式做详细的说明。在下面的描述中阐述了很多具体细节以便于充分理解本发明。但是本发明能够以很多不同于在此描述的其它方式来实施,本领域技术人员可以在不违背本发明内涵的情况下做类似改进,因此本发明不受下面公开的具体实施的限制。

[0023] 请参阅图 1,一实施方式的氮掺杂石墨烯的制备方法包括如下步骤。

[0024] 步骤 S101,制备氧化石墨。

[0025] 以石墨为原料,优选的,可以用纯度为 99.5% 的石墨为原料,将石墨加入浓硫酸和浓硝酸的混合溶液中,在冰水混合浴中搅拌,之后再往混合溶液中加入高锰酸钾,对石墨进行氧化,接着将混合溶液加热至 70 ~ 95℃ 保温,对石墨进一步进行氧化,最后加入过氧化氢除去高锰酸钾,抽滤,用稀盐酸和去离子水对固体物进行反复洗涤,干燥,得到氧化石墨。所述浓硫酸与浓硝酸的体积比为 90 ~ 95 : 20 ~ 30 ;所述石墨和高锰酸钾的质量比为 1 : 3 ~ 10。

[0026] 步骤 S102,将氧化石墨分散于去离子水中,进行超声处理,然后抽滤,烘干,得到氧化石墨烯。

[0027] 优选的,可以将氧化石墨加入与去离子水中,形成浓度为 1mg/ml 的混合溶液,然后对该混合溶液进行超声处理。超声功率优选为 500 ~ 800W。超声剥离 1 ~ 2 小时后,对混合物进行抽滤,然后将固体物置于 60℃ 下的真空烘箱中烘烤 12 小时,得到氧化石墨烯。

[0028] 步骤 S103,将氧化石墨烯与二氧化硅依次加入去离子水中,搅拌 2 ~ 4 小时,烘干,得到氧化石墨烯 / 二氧化硅混合物。

[0029] 优选的,可以按照 1g : 0.05 ~ 0.2g : 1.5L 的比例,将氧化石墨烯与二氧化硅依次加入到去离子水中,搅拌 2 小时,过滤,然后将固体物置于 60℃ 下的真空烘箱中烘烤 12 小时,得到由氧化石墨烯和二氧化硅所组成的混合物。该二氧化硅优选为纳米级的二氧化硅微球。

[0030] 步骤 S104,将氧化石墨烯 / 二氧化硅混合物置于惰性气体与氨气的混合气体氛围下,以 5-20℃ / 分钟的升温速率加热至 800 ~ 1000℃,保温 30 ~ 120 分钟,冷却至室温,得

到氮掺杂石墨烯 / 二氧化硅混合物。

[0031] 优选的,将氧化石墨烯 / 二氧化硅混合物置于流量为 150 ~ 400ml/ 分钟的氩气与流量为 150-400ml/ 分钟的氮气的混合气体氛围下,以 10°C /min 的升温速率将氧化石墨烯 / 二氧化硅混合物的环境温度从室温升至 800°C,并保持 30min,最后在氩气(流量为 200ml/ 分钟)的气氛下自然降至室温,得到由氮掺杂石墨烯和二氧化硅组成的混合物。可以理解,所述惰性气体也可以为氦气,氖气,氙气等。

[0032] 加热时,发生氧化热还原反应,氮气会与氧化石墨烯上的含氧官能团进行反应,温度继续上升,由于键能的不稳定,石墨烯上的结构会进行重排,使得 N 原子移至石墨烯的基面或边缘。在石墨烯中掺入氮,由于吡咯氮是五元环,而石墨烯在没掺氮前都为六元环,这样就会使得氮掺杂石墨烯产生褶皱,而这种褶皱可以在一定程度上降低石墨烯的堆叠程度。在制备石墨烯时,在 500°C 以上温度进行还原时,石墨烯的片层由于氧官能团的除去会发生较为严重的紧密堆叠,因此还原前在氧化石墨烯的片层间加入一定量的纳米物质,且该物质在高温下不会发生分解,也不会与石墨烯发生任何反应,在高温处理氧化石墨烯后再通过一定手段除去纳米物质,这样能大大降低石墨烯片层发生堆叠。而降低石墨烯片层的堆叠,能够使得石墨烯的比表面积大幅增加。

[0033] 步骤 S105,将氮掺杂石墨烯 / 二氧化硅混合物加入到氢氟酸溶液中,搅拌 12 ~ 24 小时,真空抽滤,洗涤,烘干,得到氮掺杂石墨烯。

[0034] 优选的,按照每克氮掺杂石墨烯 / 二氧化硅混合物对应与 2 ~ 4ml 的氢氟酸溶液的比例,将氮掺杂石墨烯 / 二氧化硅混合物加入 HF 酸溶液中,搅拌 12 小时,溶解去除 SiO₂,然后真空抽滤,用去离子水反复洗涤固体物质,直至 pH 值呈中性,最后将固体物质置于 60°C 真空烘箱中烘 12 小时,得到氮掺杂石墨烯。

[0035] 上述方法的优点在于:1、所制备的氮掺杂石墨烯材料具有较高的比表面积;2、可通过改变实验参数以在一定范围内调控氮掺杂石墨烯材料的比表面积;3、单层石墨烯中掺入氮,并不影响其共轭结构,同样具有优异的导电性能;4、制备方法采用氧化热还原法,设备、工艺简单,便于操作,容易实现大规模工业化生产。

[0036] 下列结合具体实施例作进一步说明。

[0037] 实施例 1

[0038] 步骤 (1)、提供纯度为 99.5% 的石墨。

[0039] 步骤 (2)、以 (1) 中纯度为 99.5% 的石墨为原料,称取步骤 (1) 中纯度为 99.5% 的石墨 1g 加入由 92ml 浓硫酸(质量分数为 98%)和 24ml 浓硝酸(质量分数为 65%)组成的混合溶液中,将混合物置于冰水混合浴环境下进行搅拌 20 分钟,再慢慢地往混合物中加入 10g 高锰酸钾,搅拌 1 小时,接着将混合物加热至 85°C 并保持 30 分钟,之后加入 92ml 去离子水继续在 85°C 下保持 30 分钟,最后加入 10ml 过氧化氢溶液(质量分数 30%),搅拌 10 分钟,对混合物进行抽滤,再依次分别用 100ml 稀盐酸和 150ml 去离子水对固体物进行洗涤,共洗涤三次,最后固体物质在 60°C 真空烘箱中干燥 12 小时得到氧化石墨。

[0040] 步骤 (3)、将 (2) 中制备的氧化石墨加入去离子水中,氧化石墨在水中的浓度为 1mg/ml,对氧化石墨和水的混合物进行超声,超声功率为 500W,1 小时后对混合物进行抽滤,将固体物质置于 60°C 的真空烘箱中烘 12 小时,得到氧化石墨烯。

[0041] 步骤 (4)、将 (3) 中得到的氧化石墨烯和 SiO₂ 依次加入去离子水中(氧化石墨

烯： SiO_2 ：去离子水 = 1g：0.2g：1.5L)，搅拌 2 小时，过滤，将固体混合物置于 60℃真空烘箱中烘 12 小时，得到氧化石墨烯/ SiO_2 。

[0042] 步骤 (5)、将 (4) 中得到的氧化石墨烯/ SiO_2 混合物置于氨气（流量为 200ml/min）/氩气（流量为 200ml/min）气氛下，以 10℃/min 的升温速率将氧化石墨烯/ SiO_2 混合物的环境温度从室温升至 800℃，并保持 30min，最后在氩气（流量为 200ml/min）混合气氛下温度自然降至室温，得到氮掺杂石墨烯/ SiO_2 。

[0043] 步骤 (6)、将 (5) 中得到的石墨烯/ SiO_2 加入 HF 酸溶液中（石墨烯/ SiO_2 ：HF 酸 = 1g：2ml），搅拌 12 小时，真空抽滤，用去离子水反复洗涤固体物质，直至 PH 值呈中性，最后将固体物质置于 60℃真空烘箱中烘 12 小时，得到氮掺杂石墨烯。

[0044] 表 1 为本实施例所制备的氮掺杂石墨烯通过 XPS (X 射线光电子能谱分析) 测试得出的各主要元素的含量，由表 1 中数据可知所制备的单层氮掺杂石墨烯的含氮量高达 4.6%。

[0045] 表 1：氮掺杂石墨烯各主要元素含量

[0046]

样品	碳元素 (%)	氧元素 (%)	氮元素 (%)
单层氮掺杂石墨烯	92.3	3.1	4.6

[0047] 图 2 为本实施例所制备的氮掺杂石墨烯材料利用 BET 测孔仪得出的吸附-脱附等温曲线。由图可知，该材料的比表面积为 826 m^2/g ，具有高的比表面积。

[0048] 实施例 2

[0049] 步骤 (1)、提供纯度为 99.5% 的石墨。

[0050] 步骤 (2)、以 (1) 中纯度为 99.5% 的石墨为原料，称取步骤 (1) 中纯度为 99.5% 的石墨 1g 加入由 90ml 浓硫酸（质量分数为 98%）和 28ml 浓硝酸（质量分数为 65%）组成的混合溶液中，将混合物置于冰水混合浴环境下进行搅拌 20 分钟，再慢慢地往混合物中加入 8g 高锰酸钾，搅拌 1 小时，接着将混合物加热至 85℃ 并保持 30 分钟，之后加入 92ml 去离子水继续在 85℃ 下保持 30 分钟，最后加入 10ml 过氧化氢溶液（质量分数 30%），搅拌 10 分钟，对混合物进行抽滤，再依次分别用 100ml 稀盐酸和 150ml 去离子水对固体物进行洗涤，共洗涤三次，最后固体物质在 60℃真空烘箱中干燥 12 小时得到氧化石墨。

[0051] 步骤 (3)、将 (2) 中制备的氧化石墨加入去离子水中，氧化石墨在水中的浓度为 1mg/ml，对氧化石墨和水的混合物进行超声，超声功率为 600W，1 小时后对混合物进行抽滤，将固体物质置于 60℃ 的真空烘箱中烘 12 小时，得到氧化石墨烯。

[0052] 步骤 (4)、将 (3) 中得到的氧化石墨烯和 SiO_2 依次加入去离子水中（氧化石墨烯： SiO_2 ：去离子水 = 1g：0.1g：1.5L），搅拌 2 小时，过滤，将固体混合物置于 60℃真空烘箱中烘 12 小时，得到氧化石墨烯/ SiO_2 。

[0053] 步骤 (5)、将 (4) 中得到的氧化石墨烯/ SiO_2 混合物置于氨气（流量为 150ml/min）/氩气（流量为 250ml/min）气氛下，以 15℃/min 的升温速率将氧化石墨烯/ SiO_2 混合物的环境温度从室温升至 850℃，并保持 60min，最后在氩气（流量为 200ml/min）混合气氛下温度自然降至室温，得到氮掺杂石墨烯/ SiO_2 。

[0054] 步骤 (6)、将 (5) 中得到的石墨烯/ SiO_2 加入 HF 酸溶液中（石墨烯/ SiO_2 ：HF 酸

= 1g : 2.5ml), 搅拌 12 小时, 真空抽滤, 用去离子水反复洗涤固体物质, 直至 PH 值呈中性, 最后将固体物质置于 60°C 真空烘箱中烘 12 小时, 得到氮掺杂石墨烯。

[0055] 实施例 3

[0056] 步骤 (1)、提供纯度为 99.5% 的石墨。

[0057] 步骤 (2)、以 (1) 中纯度为 99.5% 的石墨为原料, 称取步骤 (1) 中纯度为 99.5% 的石墨 1g 加入由 92ml 浓硫酸 (质量分数为 98%) 和 25ml 浓硝酸 (质量分数为 65%) 组成的混合溶液中, 将混合物置于冰水混合浴环境下进行搅拌 20 分钟, 再慢慢地往混合物中加入 5g 高锰酸钾, 搅拌 1 小时, 接着将混合物加热至 85°C 并保持 30 分钟, 之后加入 92ml 去离子水继续在 85°C 下保持 30 分钟, 最后加入 10ml 过氧化氢溶液 (质量分数 30%), 搅拌 10 分钟, 对混合物进行抽滤, 再依次分别用 100ml 稀盐酸和 150ml 去离子水对固体物进行洗涤, 共洗涤三次, 最后固体物质在 60°C 真空烘箱中干燥 12 小时得到氧化石墨。

[0058] 步骤 (3)、将 (2) 中制备的氧化石墨加入去离子水中, 氧化石墨在水中的浓度为 1mg/ml, 对氧化石墨和水的混合物进行超声, 超声功率为 700W, 1.5 小时后对混合物进行抽滤, 将固体物质置于 60°C 的真空烘箱中烘 12 小时, 得到氧化石墨烯。

[0059] 步骤 (4)、将 (3) 中得到的氧化石墨烯和 SiO₂ 依次加入去离子水中 (氧化石墨烯 : SiO₂ : 去离子水 = 1g : 0.08g : 1.5L), 搅拌 2 小时, 过滤, 将固体混合物置于 60°C 真空烘箱中烘 12 小时, 得到氧化石墨烯 /SiO₂。

[0060] 步骤 (5)、将 (4) 中得到的氧化石墨烯 /SiO₂ 混合物置于氦气 (流量为 250ml/min) / 氩气 (流量为 150ml/min) 气氛下, 以 18°C /min 的升温速率将氧化石墨烯 /SiO₂ 混合物的环境温度从室温升至 900°C, 并保持 90min, 最后在氩气 (流量为 200ml/min) 混合气氛下温度自然降至室温, 得到氮掺杂石墨烯 /SiO₂。

[0061] 步骤 (6)、将 (5) 中得到的石墨烯 /SiO₂ 加入 HF 酸溶液中 (石墨烯 /SiO₂ : HF 酸 = 1g : 3ml), 搅拌 12 小时, 真空抽滤, 用去离子水反复洗涤固体物质, 直至 PH 值呈中性, 最后将固体物质置于 60°C 真空烘箱中烘 12 小时, 得到氮掺杂石墨烯。

[0062] 实施例 4

[0063] 步骤 (1)、提供纯度为 99.5% 的石墨。

[0064] 步骤 (2)、以 (1) 中纯度为 99.5% 的石墨为原料, 称取步骤 (1) 中纯度为 99.5% 的石墨 1g 加入由 95ml 浓硫酸 (质量分数为 98%) 和 20ml 浓硝酸 (质量分数为 65%) 组成的混合溶液中, 将混合物置于冰水混合浴环境下进行搅拌 20 分钟, 再慢慢地往混合物中加入 5g 高锰酸钾, 搅拌 1 小时, 接着将混合物加热至 85°C 并保持 30 分钟, 之后加入 92ml 去离子水继续在 85°C 下保持 30 分钟, 最后加入 10ml 过氧化氢溶液 (质量分数 30%), 搅拌 10 分钟, 对混合物进行抽滤, 再依次分别用 100ml 稀盐酸和 150ml 去离子水对固体物进行洗涤, 共洗涤三次, 最后固体物质在 60°C 真空烘箱中干燥 12 小时得到氧化石墨。

[0065] 步骤 (3)、将 (2) 中制备的氧化石墨加入去离子水中, 氧化石墨在水中的浓度为 1mg/ml, 对氧化石墨和水的混合物进行超声, 超声功率为 500W, 2 小时后对混合物进行抽滤, 将固体物质置于 60°C 的真空烘箱中烘 12 小时, 得到氧化石墨烯。

[0066] 步骤 (4)、将 (3) 中得到的氧化石墨烯和 SiO₂ 依次加入去离子水中 (氧化石墨烯 : SiO₂ : 去离子水 = 1g : 0.05g : 1.5L), 搅拌 2 小时, 过滤, 将固体混合物置于 60°C 真空烘箱中烘 12 小时, 得到氧化石墨烯 /SiO₂。

[0067] 步骤(5)、将(4)中得到的氧化石墨烯/SiO₂混合物置于氨气(流量为250ml/min)/氩气(流量为150ml/min)气氛下,以18°C/min的升温速率将氧化石墨烯/SiO₂混合物的环境温度从室温升至900°C,并保持90min,最后在氩气(流量为200ml/min)混合气氛下温度自然降至室温,得到氮掺杂石墨烯/SiO₂。

[0068] 步骤(6)、将(5)中得到的石墨烯/SiO₂加入HF酸溶液中(石墨烯/SiO₂: HF酸=1g:4ml),搅拌12小时,真空抽滤,用去离子水反复洗涤固体物质,直至PH值呈中性,最后将固体物质置于60°C真空烘箱中烘12小时,得到氮掺杂石墨烯。

[0069] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式,其描述较为具体和详细,但并不能因此而理解为对本发明专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。因此,本发明的保护范围应以所附权利要求为准。

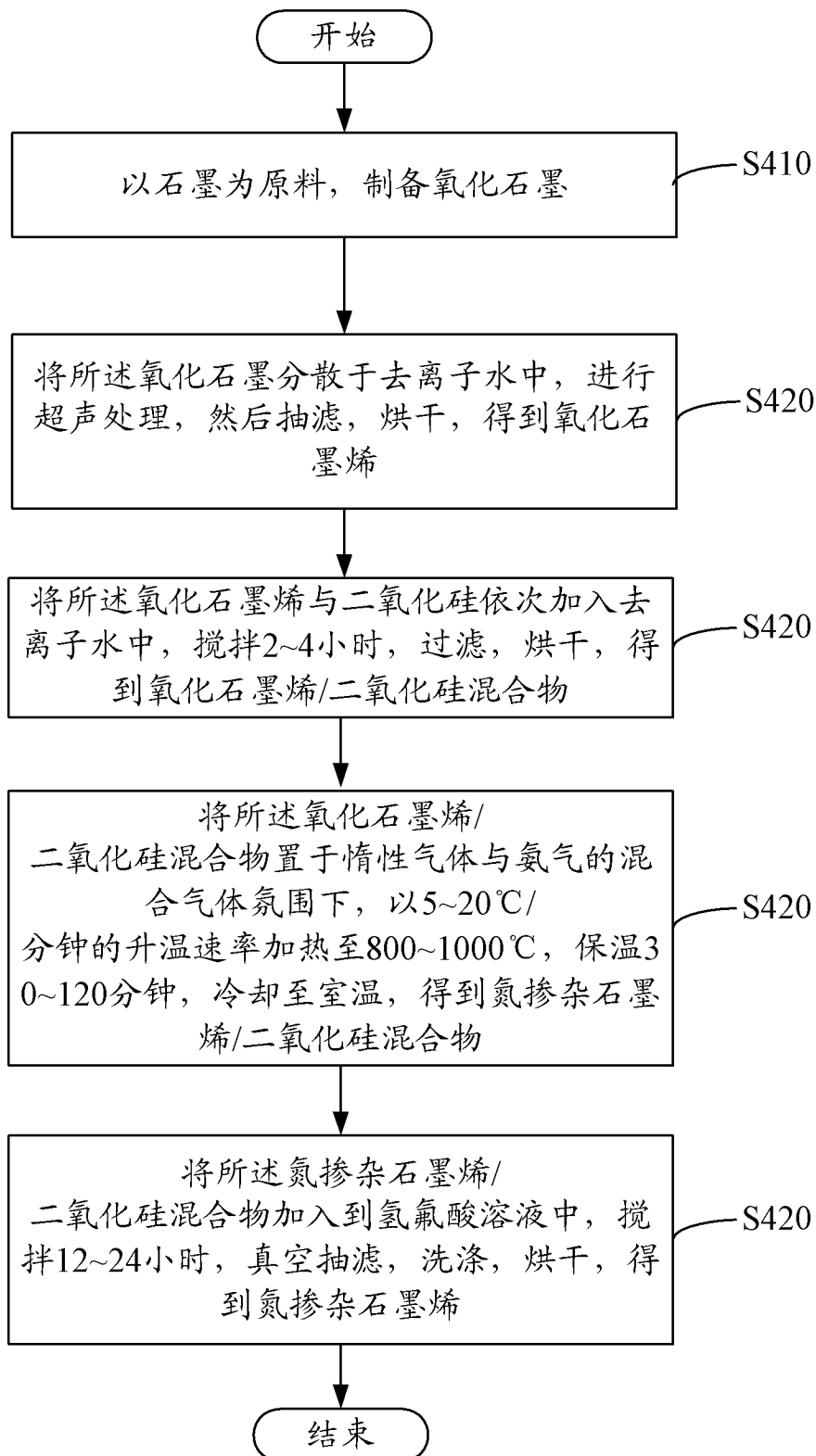


图 1

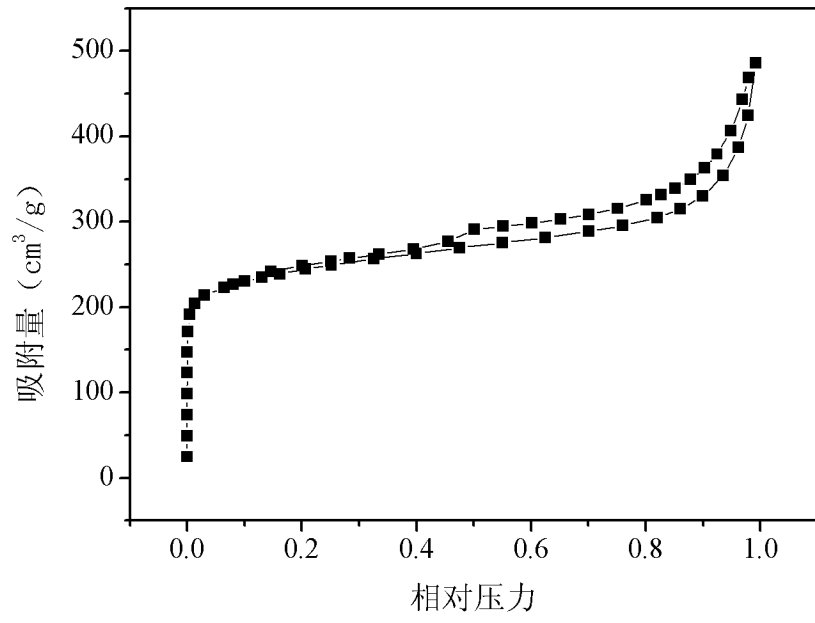


图 2