



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102602921 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 25

(21) 申请号 201210096806. 6

(22) 申请日 2012. 04. 05

(71) 申请人 天津工业大学

地址 300387 天津市西青区宾水西道 399 号

(72) 发明人 徐志伟 陈磊 张瑶瑶 郭启微

陈光伟 王春红 钱晓明

(74) 专利代理机构 天津才智专利商标代理有限

公司 12108

代理人 庞学欣

(51) Int. Cl.

*C01B 31/04* (2006. 01)

*B82Y 40/00* (2011. 01)

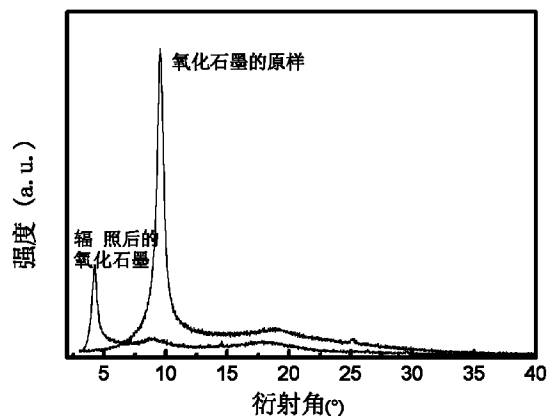
权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种便捷、高效提高氧化石墨层间距的方法

(57) 摘要

一种便捷、高效提高氧化石墨层间距的方法。其是将氧化石墨置于<sup>60</sup>Co的辐照源室内,然后在辐照剂量率为 $0.6 \times 10^3 \text{ Gy/h} \sim 6 \times 10^3 \text{ Gy/h}$ ,辐照剂量为 $1 \times 10^5 \text{ Gy} \sim 2 \times 10^6 \text{ Gy}$ 的条件下对其进行 $\gamma$ 射线辐照,辐照时间为16~3000小时,使氧化石墨的表面剥离而形成石墨烯纳米片。本发明方法是利用 $\gamma$ 射线粒子能量高、穿透力强的特点,使空气中的氧气与氧化石墨的片层发生反应,从而大大提高了氧化石墨的层间距,显著降低了石墨烯纳米片的平均层数,并且所获得的石墨烯纳米片比表面增加,同时显著提高了超声处理后石墨烯纳米片中单片层的比例,因此可获得高品质功能化石墨烯材料。另外,本发明方法还具有操作过程简单、成本低廉,绿色环保等优点,并可实现工业化批量生产。



1. 一种便捷、高效提高氧化石墨层间距的方法,其特征在于:所述的便捷、高效提高氧化石墨层间距的方法是将氧化石墨置于 $^{60}\text{Co}$ 的辐照源室内,然后在辐照剂量率为 $0.6 \times 10^3 \text{Gy/h} \sim 6 \times 10^3 \text{Gy/h}$ ,辐照剂量为 $1 \times 10^5 \text{Gy} \sim 2 \times 10^6 \text{Gy}$ 的条件下对其进行 $\gamma$ 射线辐照,辐照时间为16~3000小时,使氧化石墨的表面剥离而形成石墨烯纳米片。

2. 根据权利要求1所述的便捷、高效提高氧化石墨层间距的方法,其特征在于:所述的辐照处理温度为 $0-80^\circ\text{C}$ 。

## 一种便捷、高效提高氧化石墨层间距的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于无机碳材料改性技术领域,特别是涉及一种能够大幅度提高氧化石墨层间距的方法。

### 背景技术

[0002] 石墨烯是一种新型的二维纳米材料,被认为是富勒烯、碳纳米管、石墨的基本结构单元,因其力学、量子 and 电学性质特殊,因此已经成为材料科学和凝聚态物理领域最为活跃的研究课题之一。

[0003] 目前石墨烯的制备方法主要有微机械分离法、外延生长法、化学气相沉积法和化学还原法,其中化学还原法中最常用的方法是氧化还原法。这些方法均是以氧化石墨作为原料,利用不同的制剂或手段使其层间距加大,进而使氧化石墨的表面剥离而形成石墨烯纳米片。在这些方法中,微机械分离法和化学气相沉积法的成本高、产率低;外延生长法所获得的石墨烯纳米片厚度不均匀;虽然氧化还原法的成本低,制得的石墨烯纳米片具有很好的可加工性和功能性,适合于石墨烯规模化生产,但缺点是制得的石墨烯纳米片层数较多,所以质量不如前三种方法,因此如何提高氧化石墨的层间距,有助于获得单片层比例较高的石墨烯纳米片,并显著提高所制备的石墨烯纳米片的品质已成为本技术领域急需解决的问题。

### 发明内容

[0004] 为了解决上述问题,本发明的目的在于提供一种操作过程简便、成本低廉,产品的质量高,同时能够实现规模化生产的便捷、高效提高氧化石墨层间距的方法。

[0005] 为了达到上述目的,本发明提供的便捷、高效提高氧化石墨层间距的方法是将氧化石墨置于<sup>60</sup>Co的辐照源室内,然后在辐照剂量率为 $0.6 \times 10^3 \text{Gy/h} \sim 6 \times 10^3 \text{Gy/h}$ ,辐照剂量为 $1 \times 10^5 \text{Gy} \sim 2 \times 10^6 \text{Gy}$ 的条件下对其进行 $\gamma$ 射线辐照,辐照时间为16~3000小时,使氧化石墨的表面剥离而形成石墨烯纳米片。

[0006] 所述的辐照处理温度为0~80℃。

[0007] 本发明提供的便捷、高效提高氧化石墨层间距的方法是利用 $\gamma$ 射线粒子能量高、穿透力强的特点,使空气中的氧气与氧化石墨的片层发生反应,从而大大提高了氧化石墨的层间距,显著降低了石墨烯纳米片的平均层数,并且所获得的石墨烯纳米片比表面增加,同时显著提高了超声处理后石墨烯纳米片中单片层的比例,因此可获得高品质功能化石墨烯材料。另外,本发明方法还具有操作过程简单、成本低廉,绿色环保等优点,并可实现工业化批量生产。

### 附图说明

[0008] 图1为辐照前的氧化石墨和辐照后的石墨烯纳米片XRD谱图。

### 具体实施方式

[0009] 下面结合附图和具体实施例对本发明提供的便捷、高效提高氧化石墨层间距的方法进行详细说明。

[0010] 实施例 1：

[0011] 将 10 克氧化石墨粉末放入玻璃瓶中，然后将玻璃瓶置于  $^{60}\text{Co}$  的  $\gamma$  射线辐照室中，在辐照剂量率为  $6.0 \times 10^3 \text{Gy/h}$ ，辐照剂量为  $2 \times 10^5 \text{Gy}$  的条件下对其进行  $\gamma$  射线辐照，辐照时间为 33 小时，辐照处理温度为室温，使氧化石墨的表面剥离而形成石墨烯纳米片。将上述得到的石墨烯纳米片进行 X 射线衍射 (XRD) 分析，并以辐照前的氧化石墨作为对比，结果如图 1 所示。由图 1 可见，氧化石墨层间距由原来的 0.93nm 大幅度增加到石墨烯纳米片的 2.09nm。

[0012] 实施例 2：

[0013] 将 100 克的氧化石墨粉末放入玻璃瓶中，然后将玻璃瓶置于  $^{60}\text{Co}$  的  $\gamma$  射线辐照室中，在辐照剂量率为  $4.0 \times 10^3 \text{Gy/h}$ ，辐照剂量为  $3 \times 10^5 \text{Gy}$  的条件下对其进行  $\gamma$  射线辐照，辐照时间为 75 小时，辐照处理温度为  $50^\circ\text{C}$ ，使氧化石墨的表面剥离而形成石墨烯纳米片。将上述得到的石墨烯纳米片进行 X 射线衍射 (XRD) 分析，并以辐照前的氧化石墨作为对比，结果表明氧化石墨层间距由原来的 0.93nm 大幅度增加到石墨烯纳米片的 1.98nm。

[0014] 实施例 3：

[0015] 将 20 克的氧化石墨粉末放入玻璃瓶中，然后将玻璃瓶置于  $^{60}\text{Co}$  的  $\gamma$  射线辐照室中，在辐照剂量率为  $2.0 \times 10^3 \text{Gy/h}$ ，辐照剂量为  $5 \times 10^5 \text{Gy}$  的条件下对其进行  $\gamma$  射线辐照，辐照时间为 250 小时，辐照处理温度为  $40^\circ\text{C}$ ，使氧化石墨的表面剥离而形成石墨烯纳米片。将上述得到的石墨烯纳米片进行 X 射线衍射 (XRD) 分析，并以辐照前的氧化石墨作为对比，结果表明氧化石墨层间距由原来的 0.93nm 大幅度增加到石墨烯纳米片的 2.02nm。

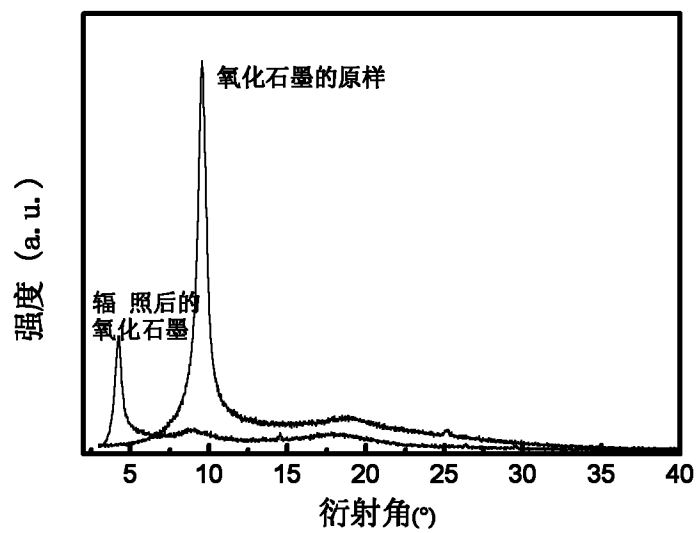


图 1