

权 利 要 求 书

1、一种石墨烯的多级分散方法，其特征在于，包括以下步骤：

步骤 1、一级分散：将有机溶剂、水性润湿剂、分散剂均匀混合，并在高速搅拌机的作用下搅拌均匀，然后采用气相进料的方法，将石墨烯通入上述混合均匀的有机溶剂中搅拌分散；使石墨烯均匀分散，即获得一级石墨烯分散液；

步骤 2、二级分散：将一级石墨烯分散液按照一定的比例缓慢地加入到聚氨酯分散体中搅拌均匀；并超声分散，即获得二级石墨烯分散液；

步骤 3、三级分散：将去离子水、增稠剂、表面活性剂均匀地混合在一起，加入 PH 调节剂调节 PH 值为 8-11 的液体；然后将制得的二级石墨烯分散液缓慢加入到以上液体内，分散过程中采用高剪切速搅器高剪切搅拌器搅拌，然后再超声分散；即获得均匀、稳定的石墨烯水性分散液。

2、根据权利要求 1 所述的多级分散方法，其特征在于，所述步骤 1 中的有机溶剂为二丙二醇甲醚、乙二醇丁醚、丙二醇甲醚、丙二醇乙醚、丙二醇丁醚、二丙二醇乙醚、二丙二醇单丙醚、二丙二醇单丁醚、三丙二醇正丁醚、丙二醇苯醚中的任何一种或者多种混合；

水性润湿剂为烷基硫酸盐、聚氧乙烯烷基酚醚，聚氧乙烯脂肪醇醚，聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物中的任何一种或者多种混合；

所述的分散剂为聚羧酸钠、硫酸酯盐、磺酸盐和烷基季铵盐中的任何一种或者多种混合；

所述步骤 2 中一级石墨烯分散液与聚氨酯分散体的重量比例为 1-10 : 1；

所述步骤 3 中的增稠剂为纤维素醚及其衍生物类、缩合型碱溶胀增稠剂、聚氨酯类增稠剂、无机类增稠剂中的任何一种或者多种混合；

所述的表面活性剂为十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钠、甘胆酸钠、二辛基琥珀酸磺酸钠、单硬脂酸甘油酯、蔗糖酯、脂肪酸山梨坦、聚山梨酯中的任何一种或者多种混合；

所述的 PH 调节剂为氨水、碳酸钠、碳酸氢钠、乙二胺、磷酸氢二钠中的任何一种或者多种混合。

32、根据权利要求1所述的多级分散方法，其特征在于，所述步骤1中搅拌速度为300-800 rpm；加入石墨烯后的搅拌时间为10-120min。

43、根据权利要求1所述的多级分散方法，其特征在于，所述步骤1中有机溶剂、水性润湿剂和分散剂和石墨烯的质量比为80-95：0.1-3：0.1-5：0.1-10。

54、根据权利要求1所述的多级分散方法，其特征在于，所述步骤2中聚氨酯分散体的固含量大于30%-43%。

65、根据权利要求1所述的多级分散方法，其特征在于，~~所述步骤2中一级石墨烯分散液与聚氨酯分散体的重量比例为1-10：1。~~

~~7、~~6、根据权利要求1所述的多级分散方法，其特征在于，所述步骤2中超声分散时间为30-120 min，超声分散功率为500-3000W。

87、根据权利要求1所述的多级分散方法，其特征在于，所述步骤3中去离子水、增稠剂、表面活性剂和二级分散液的质量比为：60-95：0.1-3：0.1-3：0.1-10；搅拌速度为800-2000 rpm，搅拌时间为10-60min；超声分散时间为10-120 min，超声分散功率为500-3000W。

~~9、根据权利要求1所述的多级分散方法，其特征在于，所述步骤3中的增稠剂为纤维素醚及其衍生物类、缔合型碱溶胀增稠剂、聚氨酯类增稠剂、无机类增稠剂中的任何一种或者多种混合；~~

~~所述的表面活性剂为十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钠、甘胆酸钠、二辛基琥珀酸磺酸钠、单硬脂酸甘油酯、蔗糖酯、脂肪酸山梨坦、聚山梨酯中的任何一种或者多种混合；~~

~~所述的PH调节剂为氨水、碳酸钠、碳酸氢钠、乙二胺、磷酸氢二钠中的任何一种或者多种混合。~~

108、根据权利要求1所述的多级分散方法，其特征在于，所述石墨烯厚度为0.335-10 nm。

一种石墨烯的多级分散方法

5 技术领域

本发明属于化工技术领域，具体地说，涉及一种石墨烯的多级分散方法。

背景技术

自石墨烯被发现以来，由于其具有优异的导电性、导热系以及机械强度等性能，在功能性涂料、高分子复合材料、透明电极、锂离子电池、超级电容器、半导体等很多领域被广泛研究。但是石墨烯由于具有极大的比表面积，使得其表面活化能大，在微观上极易发生团聚现象，难于分散，这极大限制了石墨烯的进一步应用。因此，如何将石墨烯能均匀地分散于液体或固体中，使其形成膜基或连接网状结构从而利用石墨烯的优异的导电，导热，阻隔，机械强度等功能，达到节约成本，提高产品性能，是当前石墨烯研究的一大难点和重点。

另外，随着环境污染的日益严重，以油性溶剂最为开发的功能性涂料或者应用，存在巨大的环境污染问题，为此以水作为分散介质的研究越来越引起众多研究者重视。由于石墨烯具有较强的疏水性，亲水性差，因此在水为分散介质的体系中，石墨烯难以分散开，并极易团聚、分层，保存周期短，极大限制了石墨烯在水性体系中的应用。

综上所述，现有技术存在的问题是：石墨烯在水性分散介质中，存在难以分散、极易团聚分层，保存周期短等问题，这对于石墨烯的产业化应用带来了巨大的困难。

25 发明内容

有鉴于此，本发明针对上述的问题，提供了一种石墨烯的多级分散方法，该方法采用三级分散工艺，先将通过一级分散工艺将石墨烯分散于有机溶剂中获得一级石墨烯分散液，然后通过二级分散工艺将一级石墨烯分散液与一

定比例的聚氨酯分散体均匀混合并得到二级石墨烯分散液，最后通过三级分散工艺将去离子水、增稠剂、氨水、表面活性剂与二级分散液均匀分散混合即可获得能长期储存稳定、不结核、不沉降的石墨烯水性分散液。

为了解决上述技术问题，本发明公开了一种石墨烯的多级分散方法，包括以下步骤：

步骤 1、一级分散：将有机溶剂、水性润湿剂、分散剂均匀混合，并在高速搅拌机的作用下搅拌均匀，然后采用气相进料的方法，将石墨烯通入上述混合均匀的有机溶剂中搅拌分散；使石墨烯均匀分散，即获得一级石墨烯分散液；

步骤 2、二级分散：将一级石墨烯分散液按照一定的比例缓慢地加入到聚氨酯分散体中搅拌均匀；并超声分散，即获得二级石墨烯分散液；

步骤 3、三级分散：将去离子水、增稠剂、表面活性剂均匀地混合在一起，加入 PH 调节剂调节 PH 值为 8-11 的液体；然后将制得的二级石墨烯分散液缓慢加入到以上液体中，分散过程中采用高剪切速搅器高剪切搅拌器搅拌，然后再超声分散；即获得均匀、稳定的石墨烯水性分散液。

可选地，所述步骤 1 中的有机溶剂为二丙二醇甲醚、乙二醇丁醚、丙二醇甲醚、丙二醇乙醚、丙二醇丁醚、二丙二醇乙醚、二丙二醇单丙醚、二丙二醇单丁醚、三丙二醇正丁醚、丙二醇苯醚中的任何一种或者多种混合；

水性润湿剂为烷基硫酸盐、聚氧乙烯烷基酚醚，聚氧乙烯脂肪醇醚，聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物中的任何一种或者多种混合；

所述的分散剂为聚羧酸钠、硫酸酯盐、磺酸盐和烷基季铵盐中的任何一种或者多种混合。

可选地，所述步骤 1 中搅拌速度为 300-800 rpm；加入石墨烯后的搅拌时间为 10-120min。

可选地，所述步骤 1 中有机溶剂、水性润湿剂和分散剂和石墨烯的质量比为 80-95：0.1-3：0.1-5：0.1-10。

可选地，所述步骤 2 中聚氨酯分散体的固含量大于 30%-43%。

可选地，所述步骤 2 中一级石墨烯分散液与聚氨酯分散体的重量比例为

1-10 : 1。

可选地，所述步骤 2 中超声分散时间为 30-120 min，超声分散功率为 500-3000W。

5 可选地，所述步骤 3 中去离子水、增稠剂、表面活性剂和二级分散液的质量比为：60-95 : 0.1-3 : 0.1-3 : 0.1-10；搅拌速度为 800-2000 rpm，搅拌时间为 10-60min；超声分散时间为 10-120 min，超声分散功率为 500-3000W。

可选地，所述步骤 3 中的增稠剂为纤维素醚及其衍生物类、缔合型碱溶胀增稠剂、聚氨酯类增稠剂、无机类增稠剂中的任何一种或者多种混合；

10 所述的表面活性剂为十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钠、甘胆酸钠、二辛基琥珀酸磺酸钠、单硬脂酸甘油酯、蔗糖酯、脂肪酸山梨坦、聚山梨酯中的任何一种或者多种混合；

所述的 PH 调节剂为氨水、碳酸钠、碳酸氢钠、乙二胺、磷酸氢二钠中的任何一种或者多种混合。

可选地，所述石墨烯厚度为 0.335-10 nm。

15 与现有技术相比，本发明可以获得包括以下技术效果：

本发明通过采用三级分散石墨烯的工艺技术，可以有效分散石墨烯，并防止石墨烯团聚，存储周期长，分散工艺简单，具有极大的产业化应用价值。

当然，实施本发明的任一产品并不一定需要同时达到以上所述的所有技术效果。

20

具体实施方式

以下将配合实施例来详细说明本发明的实施方式，藉此对本发明如何应用技术手段来解决技术问题并达成技术功效的实现过程能充分理解并据以实施。

25 本发明公开了一种石墨烯的多级分散方法，包括以下步骤：

步骤 1、一级分散：将有机溶剂、水性润湿剂、分散剂均匀混合，并在高速搅拌机的作用下搅拌均匀，搅拌速度为 300-800 rpm。然后采用气相进料的方法，将石墨烯通入上述混合均匀的有机溶剂中搅拌分散 10-120min，

其中，有机溶剂、水性润湿剂和分散剂和石墨烯的质量比为 80-95：0.1-3：0.1-5：0.1-10，石墨烯厚度为 0.335-10 nm；使石墨烯均匀分散，即获得一级石墨烯分散液；

5 其中，有机溶剂为二丙二醇甲醚（DPM）、乙二醇丁醚、丙二醇甲醚、丙二醇乙醚、丙二醇丁醚、二丙二醇乙醚、二丙二醇单丙醚、二丙二醇单丁醚、三丙二醇正丁醚、丙二醇苯醚中的任何一种或者多种混合，优选为二丙二醇甲醚。

水性润湿剂为烷基硫酸盐、聚氧乙烯烷基酚醚，聚氧乙烯脂肪醇醚，聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物中的任何一种或者多种混合。

10 所述的分散剂为聚羧酸钠、硫酸酯盐、磺酸盐和烷基季铵盐中的任何一种或者多种混合。

步骤 2、二级分散：将一级石墨烯分散液按照一定的比例缓慢地加入到固含量大于 30%-43%的聚氨酯分散体中搅拌均匀，其中，一级石墨烯分散液与聚氨酯分散体的重量比例为 1-10：1；并超声分散 30-120 min，超声功率为 500-3000W，即获得二级石墨烯分散液；

步骤 3、三级分散：将去离子水、增稠剂、表面活性剂均匀地混合在一起，加入 PH 调节剂调节 PH 值为 8-11 的液体，其中，去离子水、增稠剂、表面活性剂和二级石墨烯分散液的质量比为：60-95：0.1-3：0.1-3：0.1-10；然后将制得的二级石墨烯分散液缓慢加入到以上液体内，分散过程中采用高剪切速搅器高剪切搅拌器搅拌，搅拌速度为 800-2000 rpm，搅拌时间为 10-60min，然后再超声分散 10-120min 分钟，超声功率为 500-3000W。即可获得均匀、稳定的石墨烯水性分散液。

其中，所述的增稠剂为纤维素醚及其衍生物类、缔合型碱溶胀增稠剂、聚氨酯类增稠剂、无机类增稠剂中的任何一种或者多种混合。

25 所述的表面活性剂为十二烷基硫酸钠、十二烷基苯磺酸钠、甘胆酸钠、二辛基琥珀酸磺酸钠、单硬脂酸甘油酯、蔗糖酯、脂肪酸山梨坦、聚山梨酯中的任何一种或者多种混合。

所述的 PH 调节剂为氨水、碳酸钠、碳酸氢钠、乙二胺、磷酸氢二钠中的任何一种或者多种混合。

实施例 1

一种石墨烯的多级分散方法，具体制备步骤为：

(1) 一级分散：将 95 份二丙二醇甲醚 (DPM) 有机溶剂、2 份烷基硫酸盐、1 份聚羧酸钠均匀混合，并在高速搅拌机的作用下搅拌均匀，搅拌速度为 400 rpm。然后采用气相进料的方法，将 2 份石墨烯，石墨烯厚度为 3-5nm，通入上述混合均匀的有机溶剂中搅拌分散 30min，使石墨烯均匀分散，即获得一级石墨烯分散液。

(2) 二级分散：将一级石墨烯分散液缓慢地加入到固含量为 37% 的聚氨酯分散体中搅拌均匀，一级石墨烯分散液于聚氨酯分散体的比例为 7:3，并超声分散 120 min，超声功率为 1000W，即获得二级石墨烯分散液。

(3) 三级分散：将 95 份去离子水、1 份缔合型碱溶胀增稠剂、2 份十二烷基硫酸钠均匀地混合在一起，加入氨水调节 PH 值为 10 的液体；然后将 10 份制得的二级石墨烯分散液缓慢加入到以上液体内，分散过程中采用高剪切速搅器高剪切搅拌器搅拌，搅拌速度为 1000 rpm，搅拌时间为 30min，然后再超声分散 60min 分钟，超声功率为 1000W。即可获得均匀、稳定的石墨烯水性分散液。

实施例 2

一种石墨烯的多级分散方法，具体制备步骤为：

(1) 一级分散：将 90 份二丙二醇甲醚 (DPM) 有机溶剂、3 份聚氧乙烯烷基酚醚、2 份磺酸盐均匀混合，并在高速搅拌机的作用下搅拌均匀，搅拌速度为 600 rpm。然后采用气相进料的方法，将 5 份石墨烯，石墨烯厚度为 1-3nm，通入上述混合均匀的有机溶剂中搅拌分散 30min，使石墨烯均匀分散，即获得一级石墨烯分散液。

(2) 二级分散：将一级石墨烯分散液缓慢地加入到固含量为 43% 的聚氨酯分散体中搅拌均匀，一级石墨烯分散液于聚氨酯分散体的比例为 8:1，并超声分散 60 min，超声功率为 1500W，即获得二级石墨烯分散液。

(3) 三级分散：将 95 份去离子水、3 份聚氨酯类增稠剂、1 份单硬脂酸甘油酯均匀地混合在一起，加入碳酸氢钠调节 PH 值为 10 的液体；然后将 0.1 份制得的二级石墨烯分散液缓慢加入到以上液体内，分散过程中采用高

剪切速搅器高剪切搅拌器搅拌，搅拌速度为 1200 rpm，搅拌时间为 20min，然后再超声分散 60min 分钟，超声功率为 1500W。即可获得均匀、稳定的石墨烯水性分散液。

实施例 3

5 一种石墨烯的多级分散方法，具体制备步骤为：

(1) 一级分散：将 80 份三丙二醇正丁醚、0.1 份聚氧乙烯聚氧丙烯嵌段共聚物、5 份烷基季铵盐均匀混合，并在高速搅拌机的作用下搅拌均匀，搅拌速度为 300 rpm。然后采用气相进料的方法，将 0.1 份石墨烯，石墨烯厚度为 10nm，通入上述混合均匀的有机溶剂中搅拌分散 120min，使石墨烯均匀分散，即获得一级石墨烯分散液。

(2) 二级分散：将一级石墨烯分散液缓慢地加入到固含量为 37%的聚氨酯分散体中搅拌均匀，一级石墨烯分散液于聚氨酯分散体的比例为 1：1，并超声分散 30 min，超声功率为 3000W，即获得二级石墨烯分散液。

(3) 三级分散：将 60 份去离子水、0.1 份无机类增稠剂、3 份聚山梨酯均匀地混合在一起，加入磷酸氢二钠调节 PH 值为 8 的液体；然后将 5 份制得的二级石墨烯分散液缓慢加入到以上液体内，分散过程中采用高剪切速搅器高剪切搅拌器搅拌，搅拌速度为 2000 rpm，搅拌时间为 10min，然后再超声分散 120min 分钟，超声功率为 500W。即可获得均匀、稳定的石墨烯水性分散液。

20 实施例 4

一种石墨烯的多级分散方法，具体制备步骤为：

(1) 一级分散：将 90 份丙二醇丁醚、2 份聚氧乙烯脂肪醇醚、0.1 份磺酸盐均匀混合，并在高速搅拌机的作用下搅拌均匀，搅拌速度为 800 rpm。然后采用气相进料的方法，将 10 份石墨烯，石墨烯厚度为 0.335nm，通入上述混合均匀的有机溶剂中搅拌分散 10min，使石墨烯均匀分散，即获得一级石墨烯分散液。

(2) 二级分散：将一级石墨烯分散液缓慢地加入到固含量为 37%的聚氨酯分散体中搅拌均匀，一级石墨烯分散液于聚氨酯分散体的比例为 10：1，并超声分散 60 min，超声功率为 500W，即获得二级石墨烯分散液。

(3) 三级分散：将 60 份去离子水、1 份缔合型碱溶胀增稠剂、0.1 份蔗糖酯均匀地混合在一起，加入磷酸氢二钠调节 PH 值为 10 的液体；然后将 8 份制得的二级石墨烯分散液缓慢加入到以上液体内，分散过程中采用高剪切速搅器高剪切搅拌器搅拌，搅拌速度为 800 rpm，搅拌时间为 60min，然后再超声分散 10min 分钟，超声功率为 3000W。即可获得均匀、稳定的石墨烯水性分散液。

上述说明示出并描述了发明的若干优选实施例，但如前所述，应当理解发明并非局限于本文所披露的形式，不应看作是对其他实施例的排除，而可用于各种其他组合、修改和环境，并能够在本文所述发明构想范围内，通过上述教导或相关领域的技术或知识进行改动。而本领域人员所进行的改动和变化不脱离发明的精神和范围，则都应在发明所附权利要求的保护范围内。