(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) **1-0037294**

(51)[2020.01] **C01B 32/182**; C01B 32/19; C01B 32/198; C01B 32/184

(13) **B**

(21) 1-2020-06092

(22) 23/10/2020

(45) 25/10/2023 427

(43) 25/04/2022 409

(73) Trường Đại học Nguyễn Tất Thành (VN)
300A Nguyễn Tất Thành, phường 14, quận 4, thành phố Hồ Chí Minh

(72) Đinh Đức Anh (VN); Trần Việt Cường (VN); Vũ Văn Vân (VN).

(54) QUY TRÌNH TỔNG HỢP HỖN HỢP GRAPHEN

(57)

Quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen theo sáng chế bao gồm các bước sau: bước 1: chuẩn bị vật liệu graphit: lựa chọn graphit dạng vảy kích thước trung bình từ 100-200 micron; bước 2: lựa chọn dung môi phù hợp với tiêu chí lựa chọn dung môi dựa vào sự tương hợp giữa sức căng bề mặt của dung môi và năng lượng bề mặt của graphen; bước 3: cho graphit vào dung môi, lắc đều trong 10-15 phút bằng hệ thống máy lắc tự động; tốc độ lắc: 40-50 vòng/ phút; graphit được phân tán trong dung môi theo nồng độ từ 0,2 - 1 g/mL, với tỷ lệ về khối lượng graphit: thể tích dung môi: 85-90% : 15-10% (wt/v); bước 4: hỗn hợp thu được ở bước 3 được tác động siêu âm với tần số siêu âm trong khoảng 40-50 kHz; thời gian đánh siêu âm từ 5-8 giờ và nhiệt độ nước phải được duy trì ở mức 25-35°C; bước 5: ổn định hỗn hợp sau khi đánh siêu âm trong vòng 8-12 giờ ở nhiệt độ phòng khoảng 25°C.

Bước 1: Chuẩn bị vật liệu graphit với kích thước từ 100-200 micron
Bước 2: lựa chọn dung môi phù hợp với sự tương hợp giữa sức căng bề mặt của dung môi và năng lượng bề mặt của graphen
Bước 3: cho graphit vào dung môi, lắc đều trong 10-15 phút
Bước 4: tác động siêu âm với tần số siêu âm trong khoảng 40-50 kHz vào hỗn hợp thu được ở bước 3
Bước 5: Ổn định hỗn hợp sau khi đánh siêu âm trong vòng 8-12 giờ ở nhiệt độ phòng khoảng 25°C
Bước 6: tiến hành cho ly tâm với tốc độ ly tâm từ 1.000-30.000 vòng/ phút, trong thời gian từ 20 phút đến 40 phút, ở nhiệt độ từ 10 °C đến 15°C
Bước 7: thu hỗn hợp graphen sau khi ly tâm, và lọc lại phần graphit không phản ứng và các tấm graphen lớn bám vào đáy ly tâm

Lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế này đề cập đến lĩnh vực khoa học vật liệu, cụ thể sáng chế đề cập đến quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen (graphene).

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Graphen (Graphene) là vật liệu cấu tạo từ một lớp than chì dày một nguyên tử, lớn vô hạn và không có tạp chất. Thực tế, graphen có kích thước hữu hạn và vẫn có các tạp chất. Các đặc tính vật lý của graphen rất khác thường, bao gồm tỷ lệ mô đun đàn hồi trên trọng lượng rất cao, độ dẫn nhiệt và điện cao, và độ từ tính lớn và phi tuyến. Do những tính chất vật lý này, graphen có thể được sử dụng trong nhiều ứng dụng khác nhau, bao gồm cả mực dẫn điện có thể được sử dụng để chuẩn bị lớp phủ dẫn điện, thiết bị điện tử in hoặc tiếp điểm dẫn điện cho pin mặt trời, tụ điện, pin, sơn, v.v.

Than chì tự nhiên: Than chì xuất hiện trong tự nhiên và có thể được tìm thấy ở dạng tinh thể bong tróc bao gồm vài chục đến hàng nghìn lớp. Các lớp thường nằm trong một trình tự có thứ tự, cụ thể là cái gọi là "xếp chồng AB", trong đó một nửa số nguyên tử của mỗi lớp nằm chính xác trên hoặc dưới tâm của một vòng sáu nguyên tử trong các lớp liền kề. Vì các mảnh graphit rất "dày", chúng thể hiện các tính chất vật lý khác với graphen và nhiều đặc tính vật lý này có liên quan đến các ứng dụng khác nhau. Ví dụ, các mảnh graphit rất yếu trong khả năng cắt (nghĩa là các lớp có thể được tách ra bằng cơ học) và có các đặc tính điện tử, âm và nhiệt rất dị hướng. Do sự tương tác điện tử giữa các lớp lân cận, độ dẫn điện và dẫn nhiệt của graphit thấp hơn độ dẫn điện và dẫn nhiệt của graphen.

Trước đây, quy trình tổng hợp graphen sẽ cho ra hỗn hợp graphen có tạp chất nhiều và không có được kích thước, độ dày ổn định, cụ thể các nhược điểm có thể kể đến là quy trình tổng hợp sử dụng dung môi là các chất hoạt động bề mặt có chứa các muối vô cơ. Vì vậy, sau khi tổng hợp việc loại bỏ các muối vô cơ trong graphen là điều rất khó khăn, graphen thường vẫn chứa tạp chất; quy trình tổng hợp phát sinh nhiệt và gây ra sự hấp phụ hoá học của các nhóm chức oxy, hydro lên bề mặt graphen,

làm giảm chất lượng của sản phẩm và quy trình tổng hợp chưa kiểm soát được kích thước và độ dày của các mảnh graphen. Tức là sau khi tổng hợp sản phẩm graphen có kích thước và độ dày không đồng đều.

Ngoài ra, quy trình tổng hợp graphen hiện nay được thực hiện các phương pháp sau, theo phương pháp điện hoá: phương pháp này áp dụng nguyên lý của điện phân để bung tách các vật liệu graphit thành graphen. Trong đó, các hạt graphit đóng vai trò là 1 điện cực dương được ngâm trong một chất điện phân, phía bên kia là 1 điện cực dương Sau đó, một điện thế được áp vào điện cực graphit để bung tách graphit thành graphen, tại cực âm kim cương và hydro được tạo ra. Nhưng với quy trình này, có nhược điểm là hệ thống máy móc phức tạp, hiệu suất thấp và graphen hình thanh không thể được kiểm soát về mặt kích thước và độ dày. Hơn nữa, phương pháp này không thể được mở rộng trong phạm vi công nghiệp do những hạn chế về mặt thiết bị.

Tổng hợp graphen theo phương pháp lắng đọng hơi hoá học: phương pháp này tổng hợp graphen dựa vào việc lắng động hơi hoá học khí mê tan (CH_4) dưới điều kiện nhiệt độ cao. Phương pháp này tổng hợp được ra các mảnh graphen có độ dài 1 lớp nguyên tử carbon nhưng phương pháp này đòi hỏi hệ thống máy móc đặt tiền. Quy trình tổng hợp tốn kém chi phí và không thể sử dụng trong phạm vi công nghiệp.

Tổng hợp graphen theo phương pháp tổng hợp hoá học: đây là phương pháp phổ biến tổng hợp graphen dựa trên sự oxi hoá graphit. Phương pháp này đòi hỏi việc sử dụng nhiều hoá chất oxi hoá độc hại. Graphen tạo ra bị dính các sai hỏng do các phân tử oxy và hydro của các tác nhân oxi hoá liên kết trên bề mặt các mảnh graphen dẫn đến việc giảm chất lượng sản phẩm đầu ra.

Theo đó, một số sáng chế bộc lộ phương pháp tổng hợp graphen có thể kể đến như sau:

Đơn sáng chế công bố quốc tế số WO2019223756A1 bộc lộ quy trình tạo tổng hợp vật liệu graphite dạng chuỗi (graphite chain) bao gồm hai bước: phân tán vào dung môi và dùng siêu âm. Trong đó bước phân tán vào dung môi sử dụng graphite ở trạng thái tiền bung tách (expanded graphite) được phân tán vào các dung môi theo tỷ lệ khối lượng/thể tích 1:100 – 1:5000; và quá trình siêu âm để tổng hợp chuỗi graphite được tiến hành ở tần số từ 10 KHz đến 1000 KHz với thời gian từ 0,5 phút đến 720 phút; từ 15 KHz đến 500 KHz với thời gian từ 1 đến 360 phút; từ 20 KHz đến 300

KHz với thời gian từ 2 đến 120 phút; từ 40 KHz đến 200 KHz với thời gian từ 4 đến 50 phút.

Đơn công bố của sáng chế Mỹ số US20150321916A1 bộc lộ quy trình tổng hợp vật liệu vật liêu hai chiều (dạng tấm) từ vật liệu ba chiều dạng tấm, trong đó có graphen bao gồm 5 bước: phân bố graphit vào nước; tách nước bằng phương pháp gạn, hút chân không hay bay hơi; phân bố graphit sau khi tách nước vào dung môi; siêu âm tạo vật liệu nhưng không nêu rõ khoảng thời gian, nhiệt độ, tần số; ly tâm để loại bỏ dung môi thu graphen dưới đáy và thu vật liệu. Phương pháp này không hiệu quả về mặt kinh tế, tiêu tốn nhiều năng lượng để đánh siêu âm 2 lần; và tiêu tốn nhiều dung môi để loại bỏ nước sau lần đánh siêu âm đầu tiên.

Do đó, từ những nhược điểm trên, sáng chế đề xuất quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen này. Quy trình tổng hợp graphen của sáng chế này giải quyết được những thiết sót của các quy trình trên và đáp ứng được 3 tiêu chí cụ thể: quy trình tổng hợp đơn giản, kinh tế và có thể mở rộng trên quy mô công nghiệp; hỗn hợp graphen có kích thước và độ dày đồng đều; hỗn hợp graphen có độ tinh khiết cao (không tạp chất, không chứa các nhóm chức oxy hoá).

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là nhằm khắc phục các nhược điểm nêu trên. Để đạt được các mục đích đề ra, sáng chế quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen bao gồm các bước sau:

bước 1: chuẩn bị vật liệu graphit: lựa chọn graphit dạng vảy kích thước trung bình từ 100-200 micron;

bước 2: lựa chọn dung môi phù hợp với tiêu chí lựa chọn dung môi dựa vào sự tương hợp giữa sức căng bề mặt của dung môi và năng lượng bề mặt của Graphen;

bước 3: cho graphit vào dung môi, lắc đều trong 10-15 phút bằng hệ thống máy lắc tự động; tốc độ lắc: 40-50 vòng/ phút; graphit được phân tán trong dung môi theo nồng độ từ 0,2 – 1 g/mL, với tỷ lệ về khối lượng graphit: thể tích dung môi: 85-90%: 15-10% (wt/v);

bước 4: hỗn hợp thu được ở bước 3 được tác động siêu âm với tần số siêu âm trong khoảng 40-50 kHz; thời gian đánh siêu âm từ 5-8 giờ và nhiệt độ nước phải được duy trì ở mức 25-35°C;

bước 5: Ổn định hỗn hợp sau khi đánh siêu âm trong vòng 8-12 giờ ở nhiệt độ phòng khoảng 25^0C.

Theo một phương án, sáng chế còn bao gồm bước thu hỗn hợp graphen bằng cách tiến hành cho ly tâm với tốc độ ly tâm từ 1.000 vòng/ phút đến 30.000 vòng/ phút, thời gian ly tâm từ 20 phút đến 40 phút, và nhiệt độ ly tâm từ 10^0C đến 15^0C. Trong đó thu hỗn hợp graphen sau ly tâm bằng hút chân không với lưu lượng hút khoảng từ 10 mL/giây đến 15 mL/giây, và lọc lại phần graphit không phản ứng và các tấm graphen lớn bám vào đáy ống ly tâm.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Để sáng chế được hiểu một cách dễ dàng hơn, các hình vẽ sau thể hiện một phương án thực hiện sáng chế, trong đó:

Hình 1 là sơ đồ thể hiện quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây là phần mô tả chi tiết phương án thực hiện ưu tiên theo sáng chế cùng với việc tham khảo các hình vẽ kèm theo. Phần mô tả chi tiết này chỉ nhằm mục đích minh họa các nguyên tắc chung theo sáng chế và các nguyên tắc này hoàn toàn không bị giới hạn bởi phần mô tả chi tiết này. Theo mục đích của sáng chế, để tổng hợp được hỗn hợp graphen theo sáng chế, sáng chế này đề xuất một quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen theo Hình 1, bao gồm các bước sau:

Bước 1 chuẩn bị vật liệu graphit bằng cách lựa chọn graphit dạng vảy kích thước trung bình từ 100-200 micron; những mảnh graphit nằm trong kích thước này được lựa chọn để tối ưu hóa quy trình tổng hợp, nếu kích thước quá lớn sẽ ngăn cản quá trình tác động của sóng siêu âm và đồng thời ngăn cản khả năng phân tán ban đầu của graphit trong dung môi NMP, nếu kích thước nhỏ hơn cũng sẽ làm giảm hiệu suất siêu âm và các mảnh graphit tạo ra sẽ rất khó được kiểm soát về kích thước và độ dày.

Bước 2 lựa chọn dung môi phù hợp với tiêu chí lựa chọn dung môi dựa vào sự tương hợp giữa sức căng bề mặt của dung môi và năng lượng bề mặt của graphen; vì vật liệu graphit khi cho vào dung môi sẽ lập tức bị chìm xuống dưới đấy bình chứa đó là do sức căng bề mặt của dung môi không phù hợp với năng lượng về mặt của graphit nên graphit không thể phân tán đều trong dung môi được, dưới tác dụng của sóng siêu

âm, graphit được bung tách thành graphen, khi ấy năng lượng bề mặt của graphen có giá trị gần bằng với sức căng bề mặt của dung môi. Vì vậy, dung môi có khả năng giữ các mảnh graphen phân tán lơ lửng và không bị lắng xuống đáy bình chứa, cụ thể là sức căng bề mặt của dung môi là giá trị của lực tác dụng lên dung môi đó, còn năng lượng bề mặt của một vật liệu là giá trị lực cần thiết để tạo ra vật liệu, và khi giá trị của hai lực này gần bằng nhau thì dung môi sẽ có khả năng giữ vật liệu trôi lơ lửng để tạo nên hệ phân tán.

Theo một phương án cụ thể, năng lượng bề mặt của graphen là 46,7 $mN\ m^{-1}$, vậy dung môi được lựa chọn phải có sức căng bề mặt nằm trong khoảng 40-50 $mN\ m^{-1}$; với tiêu chí trên, hiện tại có các loại dung môi có thể lựa chọn, bao gồm nhưng không giới hạn ở các dung môi: cloroform, isopropanol, dimethyl sulfoxit, dimetylformamit, rượu benzylic, 1-metyl-2-pyrolidinon; và phương án tối ưu lựa chọn dung môi theo sáng chế này là dung môi 1-metyl-2-pyrolidinon (NMP) có sức căng bề mặt là 41,2 $mN\ m^{-1}$.

Bước 3 cho graphit vào dung môi, trong quá trình cho vào lắc đều trong 10-15 phút bằng hệ thống máy lắc tự động, với tốc độ lắc: 40-50 vòng / phút; trong bước này, graphit được phân tán trong dung môi theo nồng độ từ 0,2 – 1 g/mL, tỷ lệ về khối lượng graphit:thể tích dung môi: 85-90% : 15-10% (wt/v).

Bước 4: hỗn hợp thu được ở bước 3 được tác động siêu âm, hỗn hợp được đánh siêu âm trong bể nước với tần số siêu âm trong khoảng 40-50 kHz; thời gian đánh siêu âm từ 5-8 giờ và nhiệt độ nước phải được duy trì ở mức 25-35 ^oC; khi đó, vật liệu graphit có hình dạng là những tấm mỏng xếp chồng lên nhau tạo thành từng lớp, sóng siêu âm sẽ tạo nên những bọt khí rất nhỏ và có khả năng len lỏi vào giữa các lớp graphit và dưới tác động liên tục của sóng siêu âm trong nhiều giờ liền, các bọt khí bị vỡ ra và tạo thành một lực xé làm bung tách các tấm graphit. Các tấm graphit bị bung tách hoàn toàn ra khỏi vật liêu graphit ban đầu và thu được graphen; sau khi quá trình siêu âm hoàn thành sẽ thu được hệ phân tán gồm có những mảnh graphen và graphit lơ lửng trong dung môi.

Bước 5: Ổn định hệ phân tán hay còn gọi là hỗn hợp sau khi đánh siêu âm; hệ phân tán (hỗn hợp) này cần được để ổn định trong thời gian từ 8 giờ đến 12 giờ; ở nhiệt độ phòng khoảng 25^0C. Hỗn hợp sau khi đánh siêu âm sẽ gồm: các mảnh graphen và các mảnh graphit chưa bị bung tách hết tồn tại và lơ lửng trong dung môi,

bước ổn định hệ phân tán có hai mục đích: một là để các mảnh graphen phân tác đều trong dung môi; và hai là để các mảnh graphit chưa bung tách lắng hoàn toàn xuống đáy bình. Hiệu suất của quá trình bóc tách trong pha lỏng chỉ đạt khoảng 80-85% tách các mảnh graphen ra khỏi các mảnh graphit dư thừa.

Theo một khía cạnh cụ thể của sáng chế, quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen còn bao gồm các bước sau: bước 6: cho hỗn hợp sau khi được ổn định ở bước 5 tiến hành ly tâm với tốc độ ly tâm từ 1.000 – 30.000 vòng/ phút, với mỗi tốc độ ly tâm khác nhau, sẽ thu được các mảnh graphen với kích thước khác nhau để sử dụng cho nhiều mục đích và ứng dụng khác nhau; thời gian ly tâm từ 20-40 phút, nhiệt độ ly tâm từ 10-15 ^{o}C, cụ thể theo Bảng 1 thể hiện tốc độ ly tâm dẫn đến kích thước mảnh graphen thu được.

Bảng 1: Kích thước graphen thu được phụ thuộc vào tốc độ ly tâm

Tốc độ ly tâm (vòng/ phút)	Thời gian ly tâm (phút)	Nhiệt độ ly tâm (^{o}C)	Kích thước mảnh graphen thu được sau khi ly tâm (nm)	Độ dày trung bình mảnh graphen thu được sau khi ly tâm (nm)	Diện tích bề mặt của mảnh graphit ($m^2 g^{-1}$)
1.000 - 2.000	20-40	10-15	300-600	15-25	100-120
3.000-4.000	20-40	10-15	150-250	5-12	210-240
8.000-10.000	40-60	10-15	90-150	3-8	300-320
28.000-30.000	40-60	10-15	50-80	1-6	400-420

Nếu không ly tâm thì graphen thu được sẽ có độ dày và kích thước lẫn lộn và thậm chí sẽ bị lẫn tạp chất là các mảnh graphit chưa bung tác hoàn toàn; việc các mãnh graphen không đồng nhất cùng tồn tại trong một dung dịch sẽ làm ảnh hưởng đến ứng dụng của graphen, vì mỗi kích thước của mảnh graphen sẽ phù hợp với từng ứng dụng khác nhau.

Bước cuối cùng để thu được hỗn hợp graphen sau khi ly tâm trong ống ly tâm mà không lẫn tạp chất, không lẫn các mảnh graphit còn dư trong hỗn hợp, cần tiến hành thêm bước 7: thu graphen sau khi ly tâm: sau khi quá trình ly tâm hoàn tất, trong ống ly tâm sẽ có hai phần: phần graphit không phản ứng và các mảnh graphen lớn sẽ bám vào đấy ống ly tâm, và graphen trong hỗn hợp dung dịch lỏng phía trên sẽ được hút ra bằng máy hút chân không với lưu lượng hút khoảng 10-15 mL/giây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây là phần ví dụ thực hiện sáng chế trong trường hợp thực tế, quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen theo sáng chế, cụ thể gồm các bước sau:

Bước 1 chuẩn bị vật liệu graphit bằng cách lựa chọn graphit dạng vảy kích thước trung bình từ 100-200 micron.

Bước 2 lựa chọn dung môi 1-metyl-2-pyrolidinone (NMP) có sức căng bề mặt là 41,2 mN m^{-1}, phù hợp với tiêu chí lựa chọn dung môi dựa vào sự tương hợp giữa sức căng bề mặt của dung môi và năng lượng bề mặt của graphen.

Bước 3 cho graphit vào dung môi, trong quá trình cho vào lắc đều trong 10-15 phút bằng hệ thống máy lắc tự động, với tốc độ lắc: 40-50 vòng / phút; trong bước này, graphit được phân tán trong dung môi theo nồng độ từ 0,2 – 1 g/mL, tỷ lệ về khối lượng graphit:thể tích dung môi: 85% : 15% (wt/v).

Bước 4: hỗn hợp thu được ở bước 3 được tác động siêu âm, hỗn hợp được đánh siêu âm trong bể nước với tần số siêu âm trong khoảng 40-50 kHz; thời gian đánh siêu âm từ 5 giờ và nhiệt độ nước phải được duy trì ở mức 25-35^{o}C; các tấm graphit bị bung tách hoàn toàn ra khỏi vật liêu graphit ban đầu và thu được; sau khi quá trình siêu âm hoàn thành sẽ thu được hệ phân tán gồm có những mảnh graphen và graphit lơ lửng trong dung môi.

Bước 5: ổn định hệ phân tán hay còn gọi là hỗn hợp sau khi đánh siêu âm; hệ phân tán (hỗn hợp) này cần được để ổn định trong vòng 9 giờ; ở nhiệt độ phòng khoảng 25^{0}C; hỗn hợp sau khi đánh siêu âm sẽ gồm: các mảnh graphen và các mảnh graphit chưa bị bung tách hết tồn tại và lơ lửng trong dung môi, bước ổn định hệ phân tán có hai mục đích: một là để các mảnh graphen phân tán đều trong dung môi; và hai là để các mảnh graphit chưa bung tách (không phản ứng) hoặc các tấm graphen lớn nặng lắng hoàn toàn xuống đáy bình.

Bước 6: cho hỗn hợp sau khi được ổn định ở bước 5 tiến hành ly tâm với tốc độ ly tâm từ 1.000 – 2.000 vòng/ phút trong thời gian từ 20 phút đến 40 phút, nhiệt độ ly tâm từ 10-15 ^{o}C, sẽ thu được mảnh graphen có kích thước 300-600 nm, độ dày trung bình mảnh graphen thu được sau khi ly tâm từ 15-25 nm, và diện tích bề mặt của mảnh graphit 100-120 $m^2 g^{-1}$; với kích thước graphen thu được này có thể ứng dụng cho chế tạo sơn có graphen hoặc sản xuất nhựa vật liệu composit có chứa graphen.

Bước 7 thu graphen sau khi ly tâm: sau khi quá trình ly tâm hoàn tất, trong ống ly tâm sẽ có hai phần: phần graphit không phản ứng và các mảnh graphen lớn sẽ bám vào đấy ống ly tâm, và tấm graphen trong hỗn hợp dung dịch lỏng phía trên sẽ được hút ra bằng máy hút chân không với lưu lượng hút khoảng 10-15 mL/giây.

Mặc dù phương án thực hiện theo sáng chế được bộc lộ qua phần mô tả chi tiết sáng chế trên đây, tuy nhiên, cần hiểu rằng sáng chế hoàn toàn không giới hạn ở các phương án thực hiện này. Các chuyên gia trong cùng lĩnh vực kỹ thuật thừa nhận rằng có thể thực hiện nhiều thay đổi và sắp xếp tương tự khác nữa. Do vậy, phạm vi của sáng chế được xác định rõ bao gồm tất cả những thay đổi, sắp xếp tương tự thuộc phạm vi các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo sau đây.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen bao gồm các bước sau:

bước 1: chuẩn bị vật liệu graphit: lựa chọn graphit dạng vảy kích thước trung bình từ 100-200 micron;

bước 2: lựa chọn dung môi có sức căng bề mặt nằm trong khoảng 40 đến 50 $mN.m^{-1}$, dung môi này được chọn từ nhóm bao gồm: 1-metyl-2-pyrolidinon (NMP), cloroform, isopropanol, dimetyl sulfoxit, dimetylformamit, rượu benzylic;

bước 3: cho graphit vào dung môi, lắc đều trong 10-15 phút bằng hệ thống máy lắc tự động; tốc độ lắc: 40-50 vòng/ phút; graphit được phân tán trong dung môi theo nồng độ từ 0,2 – 1 g/mL, với tỷ lệ về khối lượng graphit: thể tích dung môi: 85-90% : 15-10% (wt/v);

bước 4: hỗn hợp thu được ở bước 3 được tác động siêu âm với tần số siêu âm trong khoảng 40-50 kHz; thời gian đánh siêu âm từ 5-8 giờ và nhiệt độ nước phải được duy trì ở mức 25-35^{o}C;

bước 5: ổn định hỗn hợp sau khi đánh siêu âm trong vòng 8-12 giờ ở nhiệt độ phòng khoảng 25^{0}C.

bước 6: thu hỗn hợp graphen bằng cách tiến hành ly tâm với tốc độ ly tâm từ 1.000 vòng/phút đến 30.000 vòng/phút, thời gian ly tâm từ 20 phút đến 40 phút, và nhiệt độ ly tâm từ 10^{0}C đến 15^{0}C.

2. Quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen theo điểm 1, trong đó dung môi là 1-metyl-2-pyrolidinon (NMP).

3. Quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen theo điểm 1, trong đó dung môi là cloroform.

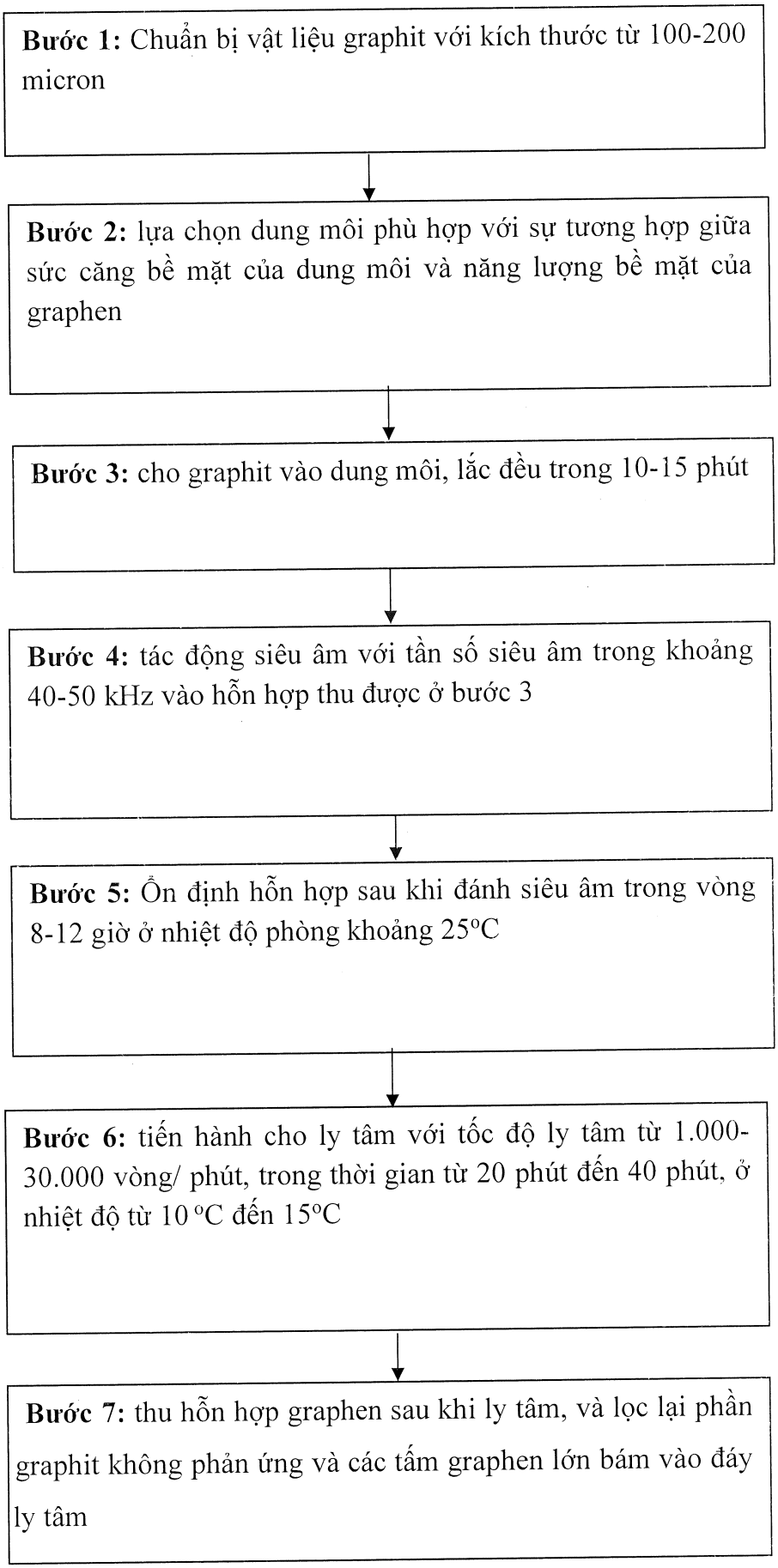
4. Quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen theo điểm 1, trong đó dung môi là isopropanol.

5. Quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen theo điểm 1, trong đó dung môi là dimetyl sulfoxit.

6. Quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen theo điểm 1, trong đó dung môi là dimetylformamit.

7. Quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen theo điểm 1, trong đó dung môi là rượu benzylic.

8. Quy trình tổng hợp hỗn hợp graphen theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó còn bao gồm bước thu hỗn hợp graphen sau ly tâm bằng hút chân không với lưu lượng hút khoảng từ 10 mL/giây đến 15 mL/giây, và lọc lại phần graphit không phản ứng và các tấm graphen lớn bám vào đáy ống ly tâm.


Bước 1: Chuẩn bị vật liệu graphit với kích thước từ 100-200 micron
Bước 2: lựa chọn dung môi phù hợp với sự tương hợp giữa sức căng bề mặt của dung môi và năng lượng bề mặt của graphen
Bước 3: cho graphit vào dung môi, lắc đều trong 10-15 phút
Bước 4: tác động siêu âm với tần số siêu âm trong khoảng 40-50 kHz vào hỗn hợp thu được ở bước 3
Bước 5: Ổn định hỗn hợp sau khi đánh siêu âm trong vòng 8-12 giờ ở nhiệt độ phòng khoảng 25°C
Bước 6: tiến hành cho ly tâm với tốc độ ly tâm từ 1.000-30.000 vòng/ phút, trong thời gian từ 20 phút đến 40 phút, ở nhiệt độ từ 10 °C đến 15°C
Bước 7: thu hỗn hợp graphen sau khi ly tâm, và lọc lại phần graphit không phản ứng và các tấm graphen lớn bám vào đáy ly tâm

HÌNH 1