



(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)



1-0049064

(51)^{2022.01} C01B 32/184

(13) B

(21) 1-2022-08081

(22) 12/12/2022

(45) 25/07/2025 448

(43) 27/03/2023 420A

(73) CÔNG TY CỔ PHẦN GRAPHENE LIFE (VN)

02-04 Alexandre De Rhodes, phường Bến Nghé, quận 1, thành phố Hồ Chí Minh

(72) Lê Minh Tuấn (VN); Lê Văn Giắt (VN); Trần Duy Thành (VN).

(74) CÔNG TY CỔ PHẦN TƯ VẤN BIGPRO (BIGPRO CONSULTATION JOIN STOCK)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT GRAPHEN TỪ AXIT BÉO

(21) 1-2022-08081

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất graphen, mà là vật liệu có vai trò quan trọng trong các ứng dụng điện tử kỹ thuật số, năng lượng và vật liệu composit. Phương pháp sản xuất graphen theo sáng chế bao gồm các bước:

(i) chuẩn bị hỗn hợp tiền chất dạng rắn từ/bao gồm axit stearic và các chất xúc tác NaCl và NaOH;

(ii) nhiệt phân hỗn hợp tiền chất trong môi trường chân không và có mặt khí trơ thành tiền chất graphen; và

(iii) tinh chế tiền chất graphen để thu được graphen thành phẩm.

Phương pháp sản xuất graphen theo sáng chế có thể sản xuất graphen với số lượng lớn, chất lượng đồng đều, mức độ tinh chế cao với chi phí thấp, sử dụng nguồn nguyên liệu là axit béo thay vì graphit trong các phương pháp thông thường đã biết.

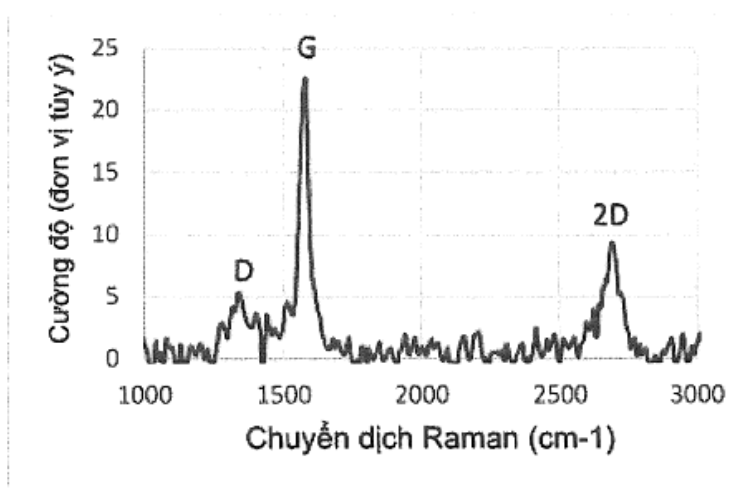


Fig.2 Mẫu 1100-60-2,5

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế thuộc lĩnh vực vật liệu nano, cụ thể là sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất graphen, một vật liệu có vai trò quan trọng trong các ứng dụng điện tử kỹ thuật số, năng lượng và vật liệu composit.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Graphen là vật liệu hai chiều tạo thành từ các nguyên tử cacbon lai hóa sp² được sắp xếp trong mạng lưới tổ ong hình lục giác. Graphen là một vật liệu có các tính chất điện tử, cơ học, quang học và điện hóa đặc biệt, như có độ trong suốt cao, trọng lượng nhẹ, có tính linh hoạt nhưng vẫn đảm bảo đủ độ bền, đồng thời cũng có tính chất dẫn điện và dẫn nhiệt tốt.

Do đó, graphen có thể được ứng dụng trong nhiều lĩnh vực khác nhau, ví dụ trong các thiết bị lưu trữ năng lượng như pin nhiên liệu, siêu tụ điện, pin lithi, v.v.. Những pin làm từ graphen này cho phép ô tô điện chạy lâu hơn và điện thoại thông minh sạc nhanh hơn. Một ví dụ khác, graphen có thể được ứng dụng trong lọc muối, kim loại nặng và dầu ra khỏi nước, hay ứng dụng làm lớp phủ để ngăn thép và nhôm bị gỉ. Ngoài ra, vật liệu graphen còn được kỳ vọng ứng dụng trong lĩnh vực y tế, ví dụ như trong các thiết bị chẩn đoán và trị liệu như cảm biến sinh học, hệ phân phối thuốc, hay ứng dụng để tạo ra võng mạc hay điện cực não nhân tạo.

Hiện nay, graphen có thể được sản xuất bằng nhiều phương pháp khác nhau từ nguyên liệu graphit, chẳng hạn như:

Phương pháp sản xuất graphen bằng cách phá hủy/tách lớp graphit thông qua sự xen kẽ hóa học của nó với các hợp chất halogen, muối kim loại, v.v., sau đó tác dụng ứng suất nhiệt, siêu âm hoặc cắt cơ học (ví dụ, xem các tài liệu KR 20110089625; KR 20100116399; US 2005271574; US 2009026086; US 2009155578; US 3885007).

Phương pháp sản xuất graphen bằng cách xử lý graphit với axit mạnh, sau đó khử oxit graphit bằng các chất khử mạnh, ví dụ như hydrazin, NaBH₄, hydroquinon, v.v. (ví dụ, xem các tài liệu US 2013197256; US 20100303706).

Phương pháp sản xuất graphen bằng cách ăn mòn điện hóa điện cực graphit trong muối nóng chảy bao gồm ion hydro, thu hồi bột cacbon từ muối nóng chảy này và xử lý nhiệt bột cacbon trong môi trường không oxy hóa để tạo thành bột được xử lý nhiệt bao gồm các tấm graphen (ví dụ, xem tài liệu US 10,458,026 B2)

Một số phương pháp sản xuất graphen từ các nguồn nguyên liệu khác ví dụ như phương pháp phân hủy dung dịch alkoxit kim loại trong dung môi để tạo thành graphen (tài liệu US 9,932,227 B2), phương pháp lắng đọng hơi hóa học trong đó bao gồm bước

đốt nóng nền kim loại và nguồn cacbon trong môi trường kín đến nhiệt độ tạo ra hơi cacbon để tiếp xúc với nền kim loại trong thời gian đủ để tạo thành mạng tinh thể graphen (ví dụ, xem tài liệu US 2021/0292891 A1). Ngoài ra, graphen còn có thể được sản xuất từ các nguồn nguyên liệu tự nhiên như đường mía, mật ong, chất thải động vật, tinh dầu, chất thải sinh học, trấu gạo, v.v..

Tuy nhiên, hiện nay các phương pháp để sản xuất graphen từ nguồn nguyên liệu graphit vẫn là chủ yếu, các phương pháp này có quy trình sản xuất phức tạp, có thể kém hiệu quả và có chi phí cao.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất graphen mà có thể sản xuất graphen với số lượng lớn, chất lượng đồng đều, mức độ tinh chế cao với chi phí thấp, sử dụng nguồn nguyên liệu là axit béo thay vì graphit trong các phương pháp thông thường đã biết.

Để đạt được mục đích nêu trên, theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất graphen từ axit béo bao gồm các bước:

- a) gia nhiệt và sấy khô dung dịch chứa mỡ động vật và chất xúc tác để thu được bột;
- b) xử lý nhiệt bột thu được trong môi trường khí trơ; và
- c) tinh chế và sấy khô mẫu thu được sau quá trình xử lý nhiệt nêu trên để thu được graphen;

bước a) nêu trên bao gồm chuẩn bị dung dịch chính bằng cách hòa tan từ 0,2 đến 0,4 phần trăm theo khối lượng (%wt) axit stearic trong dung dịch NaCl trong nước từ 50 đến 60%, sau đó bổ sung thêm dung dịch NaOH từ 22 đến 37% vào dung dịch chính, và sau đó gia nhiệt và sấy khô để thu được bột, và

bước c) nêu trên bao gồm rửa tuần tự mẫu thu được sau quá trình xử lý nhiệt bằng nước và dung môi hữu cơ, và sau đó sấy khô để thu được graphen.

Bước b) có thể bao gồm gia nhiệt bột tới nhiệt độ từ 800 đến 1100°C trong môi trường khí trơ.

Bước b) có thể còn bao gồm gia nhiệt trong khoảng từ 30 đến 90 phút.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1A thể hiện phổ Raman của graphen một lớp, trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} và dải nhỏ D và G lần lượt ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tỉ lệ cường

độ của dải 2D trên dải D và dải G lớn hơn 1.

Fig.1B thể hiện phổ Raman của graphen hai lớp, trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} và dải nhỏ D và G lần lượt ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D và dải G bằng 1.

Fig.1C thể hiện phổ Raman của graphen vài lớp, trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} và dải nhỏ D và G lần lượt ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D và dải G nhỏ hơn 1.

Fig.2 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-60-2,5) là mẫu graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế, trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} và dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.3 thể hiện phổ Raman của mẫu (1000-60-2,5), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} và dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D và dải G nhỏ hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1000°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.4 thể hiện phổ Raman của mẫu (900-60-2,6), trong đó dải lớn D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tương đương về cường độ, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 900°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.5 thể hiện phổ Raman của mẫu (800-60-2,5), trong đó dải lớn D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tương đương về cường độ, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 800°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.6 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-30-2,5), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D nhỏ hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 30 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.7 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-45-2,5), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 45 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.8 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-60-2,5), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.9 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-90-2,5), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 90 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.10 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-60-0), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 90 phút và không có khí nitơ.

Fig.11 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-60-1,0) là mẫu graphene vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế, trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 1,0 ml/giây.

Fig.12 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-60-2,5), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.13 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-60-5,0), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 5,0 ml/giây.

Fig.14 thể hiện kết quả đo quang phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FTIR: Fourier transform infrared) được ghi lại bằng máy quang phổ FTIR Bruker. Các mẫu FTIR được chuẩn bị bằng cách phân tán vật liệu trong các viên KBr. Các nhóm chức được phát hiện bởi FTIR được liệt kê trong Fig.12: Phổ FTIR của graphene thể hiện liên kết C=C ở 1630 cm^{-1} . Đó là graphene một lớp.

Fig.15 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphene vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế, trong đó liên kết C=C ở 1626 cm^{-1} , liên kết O-H ở 3399 cm^{-1} và liên kết C-H ở 663 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.16 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphene trong đó liên kết C=C ở 1631 cm^{-1} và 1442 cm^{-1} , liên kết C-H ở 2924 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1000°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.17 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphene trong đó liên kết C=C ở 1467 cm^{-1}

¹ và 1582 cm^{-1} , liên kết C-H ở 2918 cm^{-1} , liên kết C-O ở 1703 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 900°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.18 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1466 cm^{-1} , liên kết C-O ở 1703 cm^{-1} , và liên kết C-H ở 2918 cm^{-1} và 1106 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 800°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.19 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1467 cm^{-1} và 1629 cm^{-1} , liên kết C-H ở 2919 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 30 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.20 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1471 cm^{-1} và 1541 cm^{-1} và 1617 cm^{-1} , liên kết C-H ở 2916 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 45 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.21 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế, trong đó liên kết C=C ở 1626 cm^{-1} , liên kết O-H ở 3399 cm^{-1} và liên kết C-H ở 663 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.22 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1413 cm^{-1} và liên kết C-H ở 2514 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 90 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.23 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1460 cm^{-1} và ở 1695 cm^{-1} , liên kết C-H ở 2930 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút và không có khí nitơ.

Fig.24 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1627 cm^{-1} và liên kết C-H ở 668 cm^{-1} và ở 2922 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $1,0\text{ ml/giây}$.

Fig.25 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế, trong đó liên kết C=C ở 1626 cm^{-1} , liên kết O-H ở 3399 cm^{-1} và liên kết C-H ở 663 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.26 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1467 cm^{-1} và 1629 cm^{-1} , liên kết C-H ở 2919 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $5,0\text{ ml/giây}$.

Fig.27 thể hiện kết quả đo nhiễu xạ tia X mẫu graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế, mẫu có thể tạo ra các đỉnh ở hai giá trị theta xấp xỉ $26,5^{\circ}$ ở $d = 3,409$, xấp xỉ $42,5^{\circ}$ ở $d = 2.12358$, và xấp xỉ $54,5^{\circ}$, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.28 thể hiện kết quả đo nhiễu xạ tia X mẫu graphen trong đó mẫu có thể tạo ra các đỉnh ở hai giá trị theta xấp xỉ $26,5^{\circ}$ ở $d = 3,425$, xấp xỉ $42,5^{\circ}$ ở $d = 2.12358$, và

ở xấp xỉ 54,5 độ ở $d = 1,698$, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1000°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.29 thể hiện kết quả đo nhiễu xạ tia X mẫu graphen trong đó mẫu có thể tạo ra các đỉnh ở hai giá trị theta xấp xỉ 26,5 độ ở $d = 3,430$, xấp xỉ 42,5 độ ở $d = 2,13328$, xấp xỉ 44,5 độ ở $d = 2,0403$ và xấp xỉ 54,5 độ ở $d = 1,709$, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 900°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.30 thể hiện kết quả đo nhiễu xạ tia X mẫu graphen trong đó mẫu có thể tạo ra các đỉnh ở hai giá trị theta xấp xỉ 26,5 độ ở $d = 3,430$, xấp xỉ 42,5 độ ở $d = 2,13328$, xấp xỉ 44,5 độ ở $d = 2,0403$ và xấp xỉ 54,5 độ ở $d = 1,709$, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 800°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.31 thể hiện kết quả phân tích nhiệt (TGA) mẫu thu được sử dụng thiết bị Perkin Elmer Pyris-1. Mẫu (5,09888 mg) được đặt trong khay nhôm được đục lỗ trước khi phân tích. Mẫu được gia nhiệt trong khoảng nhiệt độ từ 30°C đến 1000°C ở tốc độ nâng nhiệt 20°C/phút trong điều kiện lọc nitơ (50 mL/phút). Thiết bị phân tích nhiệt TGA bao gồm việc giảm khối lượng từ từ bắt đầu ở khoảng 100°C. Thiết bị phân tích nhiệt đã chứng minh rằng sự thăng hoa của mẫu bắt đầu ở 300°C và sự giảm đột ngột của đường cong TGA ở 800°C tương ứng với sự phân hủy nhiệt của graphene diễn ra trong quá trình nóng chảy, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.32 thể hiện kết quả phân tích nhiệt (TGA) mẫu thu được sử dụng thiết bị Perkin Elmer Pyris-1. Mẫu (8,78215 mg) được đặt trong khay nhôm được đục lỗ trước khi phân tích. Mẫu được gia nhiệt trong khoảng nhiệt độ từ 30°C đến 1000°C ở tốc độ nâng nhiệt 20°C/phút trong điều kiện lọc nitơ (50 mL/phút). Thiết bị phân tích nhiệt TGA bao gồm việc giảm khối lượng từ từ bắt đầu ở khoảng 300°C. Thiết bị phân tích nhiệt đã chứng minh rằng sự thăng hoa của mẫu bắt đầu ở 300°C và sự giảm đột ngột của đường cong TGA ở 800°C tương ứng với sự phân hủy nhiệt của graphene diễn ra trong quá trình nóng chảy, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1000°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.33 thể hiện kết quả phân tích nhiệt (TGA) mẫu thu được sử dụng thiết bị Perkin Elmer Pyris-1. Mẫu (11,5818 mg) được đặt trong khay nhôm được đục lỗ trước khi phân tích. Mẫu được gia nhiệt trong khoảng nhiệt độ từ 30°C đến 1000°C ở tốc độ nâng nhiệt 20°C/phút trong điều kiện lọc nitơ (50 mL/phút). Thiết bị phân tích nhiệt TGA bao gồm việc giảm khối lượng từ từ bắt đầu ở khoảng 200°C. Thiết bị phân tích nhiệt đã chứng minh rằng sự thăng hoa của mẫu bắt đầu ở 300°C và sự giảm đột ngột của đường cong TGA ở 800°C tương ứng với sự phân hủy nhiệt của Graphene diễn ra trong quá trình nóng chảy, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 900°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.34 thể hiện kết quả phân tích nhiệt (TGA) mẫu thu được sử dụng thiết bị Perkin Elmer Pyris-1. Mẫu (19,7719 mg) được đặt trong khay nhôm được đục lỗ trước khi phân tích. Mẫu được gia nhiệt trong khoảng nhiệt độ từ 30°C đến 1000°C ở tốc độ nâng nhiệt 20°C/phút trong điều kiện lọc nitơ (50 mL/phút). Thiết bị phân tích nhiệt TGA bao gồm việc giảm khối lượng từ từ bắt đầu ở khoảng 150°C. Thiết bị phân tích nhiệt đã chứng minh rằng sự thăng hoa của mẫu bắt đầu ở 300°C và sự giảm đột ngột của đường cong TGA ở 700°C tương ứng với sự phân hủy nhiệt của Graphene diễn ra trong quá trình nóng chảy, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 800°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.35 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.36 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1000°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.37 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 900°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.38 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 800°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.39 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 30 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.40 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 45 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.41 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.42 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 90 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.43 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút và không có nitơ.

Fig.44 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 1,0 ml/giây.

Fig.45 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.46 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 5,0 ml/giây.

Fig.47 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.48 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1000°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.49 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 900 trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.50 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.51 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 30 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.52 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 45 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.53 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.54 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 90 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.55 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút và không có nitơ.

Fig.56 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là

1,0 ml/giây.

Fig.57 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.58 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 90 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 5,0 ml/giây.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, các ưu điểm, hiệu quả và bản chất của sáng chế có thể được hiểu rõ hơn thông qua việc mô tả chi tiết các phương án thực hiện ưu tiên của sáng chế. Tuy nhiên, cần hiểu rằng các phương án này chỉ được mô tả như là các ví dụ nhằm tạo thuận lợi cho việc làm rõ bản chất và các ưu điểm của sáng chế, chứ không nhằm giới hạn phạm vi của sáng chế ở các phương án đó.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất graphen sử dụng axit béo là axit stearic, các chất xúc tác NaCl và NaOH.

Ngoài axit stearic, axit béo thích hợp khác cũng có thể được sử dụng.

Phương pháp này bao gồm các bước:

(i) Chuẩn bị hỗn hợp tiền chất dạng rắn từ/bao gồm axit stearic và các chất xúc tác NaCl và NaOH.

Theo một phương án thực hiện, hỗn hợp tiền chất dạng rắn được chuẩn bị bằng cách:

chuẩn bị dung dịch NaCl trong nước;

gia nhiệt dung dịch NaCl đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 85°C;

bổ sung axit stearic dạng rắn vào dung dịch NaCl và khuấy đến khi axit stearic tan hoàn toàn;

bổ sung từ từ dung dịch NaOH vào hỗn hợp nêu trên, nâng nhiệt độ của hỗn hợp (nếu cần) và tiếp tục khuấy đến khi khô thu được hỗn hợp rắn; và

nghiên hỗn hợp rắn thu được thành bột.

Theo một phương án thực hiện, trong đó dung dịch NaCl trong nước có thể được chuẩn bị bằng cách hòa tan NaCl trong nước, hoặc được pha chế từ dung dịch NaCl sẵn có ban đầu.

(ii) Nhiệt phân hỗn hợp tiền chất trong môi trường chân không và có mặt khí trơ thành tiền chất graphen

Theo một phương án thực hiện, trong đó quá trình nhiệt phân được tiến hành bằng cách:

cho hỗn hợp tiền chất thu được ở bước (i) vào cơ cấu dạng kín;

tạo chân không trong cơ cấu dạng kín;
cấp khí nitơ vào trong cơ cấu dạng kín;
gia nhiệt nhanh cơ cấu dạng kín đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 800 đến 1100°C và duy trì ở nhiệt độ này trong 30-90 phút, thu được tiền chất graphen; và
làm nguội cơ cấu dạng kín đến nhiệt độ phòng, sau đó lấy tiền chất graphen ra và nghiền thành bột.

Theo một phương án thực hiện, trong đó cơ cấu dạng kín là ống thạch anh kín có một đầu được nối với đường ống cấp khí trơ, và đầu còn lại được nối với bơm chân không.

Theo một phương án thực hiện, trong đó trong đó khí trơ là khí nitơ.

Theo một phương án thực hiện, trong đó khí trơ được cấp vào có cấu dạng kín với tốc độ dòng từ 1,0 đến 5,0 ml/giây.

(iii) Tinh chế tiền chất graphen

Theo một phương án thực hiện, trong đó quá trình tinh chế tiền chất graphen được tiến hành bằng cách:

rửa sạch tiền chất graphen với nước, ví dụ trong 1 giờ;

cho tiền chất sau rửa phản ứng với axeton ở nhiệt độ phòng, ví dụ trong 1 giờ;

rửa lại tiền chất thu được bằng nước; và

sấy khô tiền chất sau khi rửa lại ở nhiệt độ 80-85°C, ví dụ trong 2 giờ, thu được graphen thành phẩm.

Theo một phương án thực hiện, trong đó

Theo một phương án thực hiện, trong đó graphen thành phẩm là graphen một lớp hoặc graphen vài lớp.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất sản phẩm graphen thu được từ phương án bất kỳ trong số các phương án nêu trên của phương pháp sản xuất graphen theo khía cạnh thứ nhất.

Lưu ý rằng, trong bản mô tả này, từ "khoảng" đi kèm với các trị số hoặc khoảng trị số để biểu thị sai số của trị số hoặc các trị số đầu mút của các khoảng trị số đó, sai số này bằng $\pm 5\%$.

Cũng lưu ý rằng, mặc dù các khoảng con của các khoảng đã nêu không được chỉ ra cụ thể, tuy nhiên đối với sáng chế này, phạm vi của các khoảng đã nêu có thể được điều chỉnh lại để điều chỉnh phạm vi bảo hộ của đối tượng theo sáng chế. Theo một cách thức, có thể điều chỉnh lại phạm vi của các khoảng đã nêu bằng cách loại trừ bớt một hoặc một số trị số bất kỳ trong khoảng đã nêu đó, ví dụ phạm vi của khoảng nhiệt độ gia nhiệt cho dung dịch NaCl từ 80 đến 85°C có thể được điều chỉnh lại bằng cách loại trừ trị số đầu mút hoặc trị số 82°C nằm trong khoảng đó. Theo một cách thức khác, có thể điều chỉnh lại phạm vi của các khoảng đã nêu bằng cách lấy khoảng con bất kỳ trong

khoảng đã nêu, mặc dù trước đó không chỉ ra các trị số đầu mút của khoảng con đó, ví dụ, có thể lấy khoảng con 80-82°C trong khoảng 80-85°C nêu trên, hoặc có thể giới hạn lại phạm vi của khoảng đã nêu chỉ ở một hoặc một số trị số bất kỳ trong khoảng đã nêu đó, ví dụ ở trị số 81; 82; hoặc 83°C chẳng hạn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, phương pháp sản xuất graphene theo sáng chế được tiếp tục giải thích thông qua các ví dụ thực hiện cụ thể.

(i) Chuẩn bị hỗn hợp tiền chất dạng rắn từ/bao gồm axit stearic và các chất xúc tác NaCl và NaOH

hòa tan 75g NaCl trong 50g nước, khuấy đến tan hoàn toàn, thu được dung dịch NaCl;

gia nhiệt dung dịch NaCl đến nhiệt độ 85°C;

bổ sung từ từ 50g axit stearic dạng rắn vào dung dịch NaCl, tiếp tục khuấy đến khi axit này tan hoàn toàn;

bổ sung từ từ 100g dung dịch NaOH 30% vào hỗn hợp nêu trên, nâng nhiệt độ của hỗn hợp đến 100°C và tiếp tục khuấy trong 30 phút để hỗn hợp khô, thu được hỗn hợp rắn; và

nghiền hỗn hợp rắn thu được thành bột với khối lượng là 120g.

(ii) Nhiệt phân hỗn hợp tiền chất trong môi trường chân không và có mặt khí trơ thành tiền chất graphene

cho 100g bột thu được ở bước (ii) vào ống thạch anh với 2 đầu kín, một đầu được nối với đường ống cấp khí nitơ, đầu còn lại được nối với bơm chân không;

tạo chân không trong ống trong từ 15-30 phút;

cấp khí nitơ vào trong ống ở tốc độ như được đề cập dưới đây;

gia nhiệt nhanh ống đến các nhiệt độ như được đề cập dưới đây và duy trì ở nhiệt độ này trong thời gian như được đề cập dưới đây, thu được tiền chất graphene; và làm nguội ống đến nhiệt độ phòng, sau đó lấy tiền chất graphene ra và nghiền thành bột, thu được 20g bột.

Các thay đổi về điều kiện nhiệt độ, thời gian và áp suất trong quá trình nhiệt phân theo ví dụ này là như sau:

* Thay đổi về nhiệt độ:

- Quá trình nhiệt phân được tiến hành tại nhiệt độ 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

- Quá trình nhiệt phân được tiến hành tại nhiệt độ 1000°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

- Quá trình nhiệt phân được tiến hành tại nhiệt độ 900°C trong 60 phút với tốc

độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

- Quá trình nhiệt phân được tiến hành tại nhiệt độ 800°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

- * Thay đổi về thời gian:

- Quá trình nhiệt phân được tiến hành tại nhiệt độ 1100°C trong 30 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

- Quá trình nhiệt phân được tiến hành tại nhiệt độ 1100°C trong 45 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

- Quá trình nhiệt phân được tiến hành tại nhiệt độ 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

- Quá trình nhiệt phân được tiến hành tại nhiệt độ 1100°C trong 90 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

- * Thay đổi về áp suất:

- Quá trình nhiệt phân được tiến hành tại nhiệt độ 1100°C trong 60 phút mà không có khí nitơ.

- Quá trình nhiệt phân được tiến hành tại nhiệt độ 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 1,0 ml/giây.

- Quá trình nhiệt phân được tiến hành tại nhiệt độ 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

- Quá trình nhiệt phân được tiến hành tại nhiệt độ 1100°C trong 90 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

(iii) Tinh chế tiền chất graphen

rửa sạch 20g bột tiền chất graphen thu được ở bước (ii) trong 200g nước, khuấy đều và gia nhiệt hỗn hợp tiền chất trong nước đến nhiệt độ 80°C trong 1 giờ, sau đó loại bỏ nước;

cho bột sau rửa phản ứng với 200g axeton ở nhiệt độ phòng trong 1 giờ;

rửa lại bột thu được bằng nước; và

sấy khô bột sau khi rửa lại ở nhiệt độ 85°C trong 2 giờ, thu được 7g graphen thành phẩm.

Kết quả phân tích chất lượng của sản phẩm graphen thành phẩm tương ứng với các điều kiện khảo sát nêu trên được thể hiện trên các Hình vẽ sau:

Fig.1A thể hiện phổ Raman của graphen một lớp, trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} và dải nhỏ D và G lần lượt ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D và dải G lớn hơn 1.

Fig.1B thể hiện phổ Raman của graphen hai lớp, trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} và dải nhỏ D và G lần lượt ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D và dải G bằng 1.

Fig.1C thể hiện phổ Raman của graphen vài lớp, trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} và dải nhỏ D và G lần lượt ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D và dải G nhỏ hơn 1.

Fig.2 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-60-2,5) là mẫu graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế, trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} và dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.3 thể hiện phổ Raman của mẫu (1000-60-2,5), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} và dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D và dải G nhỏ hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1000°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.4 thể hiện phổ Raman của mẫu (900-60-2,6), trong đó dải lớn D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tương đương về cường độ, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 900°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.5 thể hiện phổ Raman của mẫu (800-60-2,5), trong đó dải lớn D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tương đương về cường độ, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 800°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.6 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-30-2,5), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D nhỏ hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 30 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.7 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-45-2,5), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 45 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.8 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-60-2,5), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là $2,5\text{ ml/giây}$.

Fig.9 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-90-2,5), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các

điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 90 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.10 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-60-0), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 90 phút và không có khí nitơ.

Fig.11 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-60-1,0) là mẫu graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế, trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 1,0 ml/giây.

Fig.12 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-60-2,5), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.13 thể hiện phổ Raman của mẫu (1100-60-5,0), trong đó dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} , dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D lớn hơn 1, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 5,0 ml/giây.

Fig.14 thể hiện kết quả đo quang phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FTIR: Fourier transform infrared) được ghi lại bằng máy quang phổ FTIR Bruker. Các mẫu FTIR được chuẩn bị bằng cách phân tán vật liệu trong các viên KBr. Các nhóm chức được phát hiện bởi FTIR được liệt kê trong Fig.12: Phổ FTIR của graphen thể hiện liên kết C=C ở 1630 cm^{-1} . Đó là graphen một lớp.

Fig.15 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế, trong đó liên kết C=C ở 1626 cm^{-1} , liên kết O-H ở 3399 cm^{-1} và liên kết C-H ở 663 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.16 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1631 cm^{-1} và 1442 cm^{-1} , liên kết C-H ở 2924 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1000°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.17 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1467 cm^{-1} và 1582 cm^{-1} , liên kết C-H ở 2918 cm^{-1} , liên kết C-O ở 1703 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 900°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.18 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1466 cm^{-1} , liên kết C-O ở 1703 cm^{-1} , và liên kết C-H ở 2918 cm^{-1} và 1106 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 800°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.19 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1467 cm^{-1} và 1629 cm^{-1} , liên kết C-H ở 2919 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 30 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.20 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1471 cm^{-1} và 1541 cm^{-1} và 1617 cm^{-1} , liên kết C-H ở 2916 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 45 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.21 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen vải lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế, trong đó liên kết C=C ở 1626 cm^{-1} , liên kết O-H ở 3399 cm^{-1} và liên kết C-H ở 663 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.22 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1413 cm^{-1} và liên kết C-H ở 2514 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 90 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.23 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1460 cm^{-1} và ở 1695 cm^{-1} , liên kết C-H ở 2930 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút và không có khí nitơ.

Fig.24 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1627 cm^{-1} và liên kết C-H ở 668 cm^{-1} và ở 2922 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 1,0 ml/giây.

Fig.25 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen vải lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế, trong đó liên kết C=C ở 1626 cm^{-1} , liên kết O-H ở 3399 cm^{-1} và liên kết C-H ở 663 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.26 thể hiện kết quả đo phổ FTIR của graphen trong đó liên kết C=C ở 1467 cm^{-1} và 1629 cm^{-1} , liên kết C-H ở 2919 cm^{-1} , ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 5,0 ml/giây.

Fig.27 thể hiện kết quả đo nhiễu xạ tia X mẫu graphen vải lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế, mẫu có thể tạo ra các đỉnh ở hai giá trị theta xấp xỉ $26,5^{\circ}$ ở $d = 3,409$, xấp xỉ $42,5^{\circ}$ ở $d = 2.12358$, và xấp xỉ $54,5^{\circ}$, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.28 thể hiện kết quả đo nhiễu xạ tia X mẫu graphen trong đó mẫu có thể tạo ra các đỉnh ở hai giá trị theta xấp xỉ $26,5^{\circ}$ ở $d = 3,425$, xấp xỉ $42,5^{\circ}$ ở $d = 2.12358$, và ở xấp xỉ $54,5^{\circ}$ ở $d = 1,698$, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1000°C

trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.29 thể hiện kết quả đo nhiễu xạ tia X mẫu graphen trong đó mẫu có thể tạo ra các đỉnh ở hai giá trị theta xấp xỉ 26,5 độ ở $d = 3,430$, xấp xỉ 42,5 độ ở $d = 2,13328$, xấp xỉ 44,5 độ ở $d = 2,0403$ và xấp xỉ 54,5 độ ở $d = 1,709$, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 900°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.30 thể hiện kết quả đo nhiễu xạ tia X mẫu graphen trong đó mẫu có thể tạo ra các đỉnh ở hai giá trị theta xấp xỉ 26,5 độ ở $d = 3,430$, xấp xỉ 42,5 độ ở $d = 2,13328$, xấp xỉ 44,5 độ ở $d = 2,0403$ và xấp xỉ 54,5 độ ở $d = 1,709$, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 800°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.31 thể hiện kết quả phân tích nhiệt (TGA) mẫu thu được sử dụng thiết bị Perkin Elmer Pyris-1. Mẫu (5,09888 mg) được đặt trong khay nhôm được đục lỗ trước khi phân tích. Mẫu được gia nhiệt trong khoảng nhiệt độ từ 30°C đến 1000°C ở tốc độ nâng nhiệt 20°C/phút trong điều kiện lọc nitơ (50 mL/phút). Thiết bị phân tích nhiệt TGA bao gồm việc giảm khối lượng từ từ bắt đầu ở khoảng 100°C. Thiết bị phân tích nhiệt đã chứng minh rằng sự thăng hoa của mẫu bắt đầu ở 300°C và sự giảm đột ngột của đường cong TGA ở 800°C tương ứng với sự phân hủy nhiệt của graphene diễn ra trong quá trình nóng chảy, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.32 thể hiện kết quả phân tích nhiệt (TGA) mẫu thu được sử dụng thiết bị Perkin Elmer Pyris-1. Mẫu (8,78215 mg) được đặt trong khay nhôm được đục lỗ trước khi phân tích. Mẫu được gia nhiệt trong khoảng nhiệt độ từ 30°C đến 1000°C ở tốc độ nâng nhiệt 20°C/phút trong điều kiện lọc nitơ (50 mL/phút). Thiết bị phân tích nhiệt TGA bao gồm việc giảm khối lượng từ từ bắt đầu ở khoảng 300°C. Thiết bị phân tích nhiệt đã chứng minh rằng sự thăng hoa của mẫu bắt đầu ở 300°C và sự giảm đột ngột của đường cong TGA ở 800°C tương ứng với sự phân hủy nhiệt của graphene diễn ra trong quá trình nóng chảy, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1000°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.33 thể hiện kết quả phân tích nhiệt (TGA) mẫu thu được sử dụng thiết bị Perkin Elmer Pyris-1. Mẫu (11,5818 mg) được đặt trong khay nhôm được đục lỗ trước khi phân tích. Mẫu được gia nhiệt trong khoảng nhiệt độ từ 30°C đến 1000°C ở tốc độ nâng nhiệt 20°C/phút trong điều kiện lọc nitơ (50 mL/phút). Thiết bị phân tích nhiệt TGA bao gồm việc giảm khối lượng từ từ bắt đầu ở khoảng 200°C. Thiết bị phân tích nhiệt đã chứng minh rằng sự thăng hoa của mẫu bắt đầu ở 300°C và sự giảm đột ngột của đường cong TGA ở 800°C tương ứng với sự phân hủy nhiệt của Graphene diễn ra trong quá trình nóng chảy, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 900°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.34 thể hiện kết quả phân tích nhiệt (TGA) mẫu thu được sử dụng thiết bị

Perkin Elmer Pyris-1. Mẫu (19,7719 mg) được đặt trong khay nhôm được đục lỗ trước khi phân tích. Mẫu được gia nhiệt trong khoảng nhiệt độ từ 30°C đến 1000°C ở tốc độ nâng nhiệt 20°C/phút trong điều kiện lọc nitơ (50 mL/phút). Thiết bị phân tích nhiệt TGA bao gồm việc giảm khối lượng từ từ bắt đầu ở khoảng 150°C. Thiết bị phân tích nhiệt đã chứng minh rằng sự thăng hoa của mẫu bắt đầu ở 300°C và sự giảm đột ngột của đường cong TGA ở 700°C tương ứng với sự phân hủy nhiệt của Graphene diễn ra trong quá trình nóng chảy, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 800°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.35 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.36 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1000°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.37 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 900°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.38 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 800°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.39 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 30 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.40 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 45 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.41 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.42 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 90 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.43 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút và không có nitơ.

Fig.44 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân

tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 1,0 ml/giây.

Fig.45 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.46 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử quét (SEM) của graphen cho thấy sự phân tách giữa các lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 5,0 ml/giây.

Fig.47 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.48 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1000°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.49 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 900 trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.50 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.51 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 30 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.52 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 45 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.53 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.54 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 90 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.55 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút và không có nitơ.

Fig.56 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 1,0 ml/giây.

Fig.57 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen vài lớp tạo thành từ axit béo bằng phương pháp theo sáng chế cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây.

Fig.58 là phổ ảnh kính hiển vi điện tử truyền của graphen cho thấy số lớp, ở các điều kiện của quá trình xử lý nhiệt là 1100°C trong 90 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 5,0 ml/giây.

Nhận xét:

Từ các hình vẽ trên, có thể thấy các sản phẩm graphen theo sáng chế có đặc trưng sau như sau:

Sản phẩm graphen thành phẩm được đo phổ Raman (xem Fig.2 với mẫu 1100-60-2,5 được xử lý nhiệt ở 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây): Phổ raman của graphen có thể cho thấy dải lớn 2D ở xấp xỉ 2650 cm^{-1} và dải nhỏ D và G ở xấp xỉ 1350 cm^{-1} và ở xấp xỉ 1575 cm^{-1} , và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải G nhỏ hơn 1 và tỉ lệ cường độ của dải 2D trên dải D nhỏ hơn 1. Phổ raman này cho thấy sản phẩm thu được là graphen có vài lớp.

Sản phẩm graphen thành phẩm được phân tích bởi Fourier-transform infrared (FtIR) spectroscopy, cho thấy liên kết C=C ở 1626 cm^{-1} . Điều này chứng minh rằng sản phẩm là graphen có vài lớp (xem Fig.15 với mẫu 1100-60-2 được xử lý nhiệt ở 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2 ml/giây).

Sản phẩm graphen thành phẩm được phân tích qua phổ nhiễu xạ tia X, mẫu graphen này có thể tạo ra các đỉnh ở hai giá trị theta xấp xỉ $26,5^{\circ}$ ở $d = 3,409$, xấp xỉ $42,5^{\circ}$ ở $d = 2.12358$, và xấp xỉ $54,5^{\circ}$. Phổ nhiễu xạ tia X cho thấy sản phẩm graphen thành phẩm là graphen có vài lớp (xem Fig.31 với mẫu 1100-60-2,5 được xử lý nhiệt ở 1100°C trong 60 phút với tốc độ dòng khí nitơ là 2,5 ml/giây).

Sản phẩm graphen thành phẩm được phân tích nhiệt (TGA), cho thấy nhiệt kế đã chứng minh rằng sự thăng hoa của mẫu bắt đầu ở 300°C và sự giảm đột ngột của đường cong TGA ở 800°C tương ứng với sự phân hủy nhiệt của graphen diễn ra trong quá trình nóng chảy (xem Fig.31: Mẫu 1100-60-2,5).

Sản phẩm này cũng được kiểm tra bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM). Phổ hình ảnh của graphen cho thấy sự tách biệt giữa các lớp, chứng tỏ sản phẩm là một graphen có vài lớp (xem Fig.35: Mẫu 1100-60-2,5).

Sản phẩm cũng được kiểm tra bằng kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM), hình ảnh TEM cho thấy sản phẩm là graphen có vài lớp (xem Fig.47).

Hiệu quả đạt được bởi sáng chế

Phương pháp sản xuất graphen theo sáng chế có thể sản xuất graphen với số lượng lớn, chất lượng đồng đều, mức độ tinh chế cao với chi phí thấp, sử dụng nguồn nguyên

liệu là axit béo thay vì graphit trong các phương pháp thông thường đã biết.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất graphen từ axit béo bao gồm các bước:

a) gia nhiệt và sấy khô dung dịch chứa mỡ động vật và chất xúc tác để thu được bột;

b) xử lý nhiệt bột thu được trong môi trường khí trơ; và

c) tinh chế và sấy khô mẫu thu được sau quá trình xử lý nhiệt nêu trên để thu được graphen; trong đó:

bước a) nêu trên bao gồm chuẩn bị dung dịch chính bằng cách hòa tan từ 0,2 đến 0,4 phần trăm theo khối lượng (%wt) axit stearic trong dung dịch NaCl trong nước từ 50 đến 60%, sau đó bổ sung thêm dung dịch NaOH từ 22 đến 37% vào dung dịch chính, và sau đó gia nhiệt và sấy khô để thu được bột, và

bước c) nêu trên bao gồm rửa tuần tự mẫu thu được sau quá trình xử lý nhiệt bằng nước và dung môi hữu cơ, và sau đó sấy khô để thu được graphen.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước b) bao gồm gia nhiệt bột tới nhiệt độ từ 800 đến 1100°C trong môi trường khí trơ.

3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó bước b) bao gồm gia nhiệt trong khoảng từ 30 đến 90 phút.

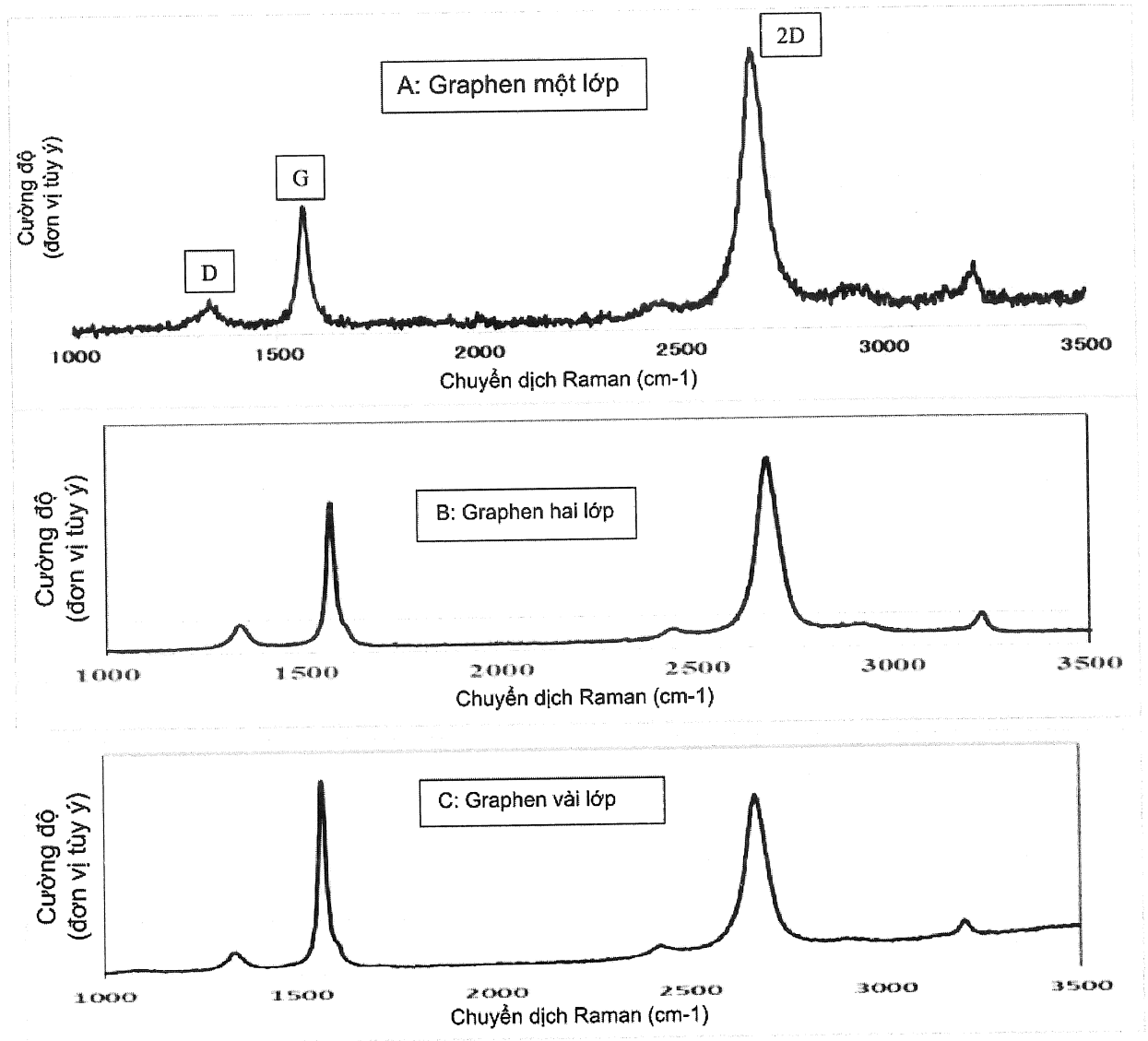


Fig.1

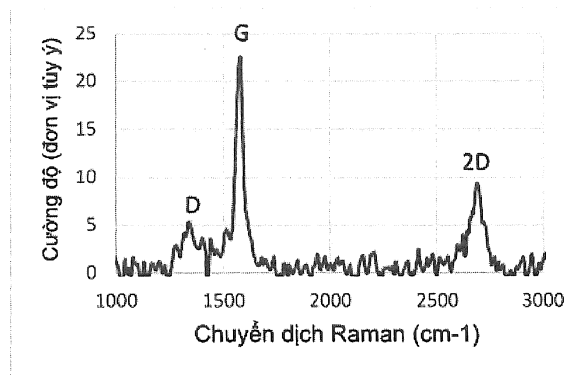


Fig.2 Mẫu 1100-60-2,5

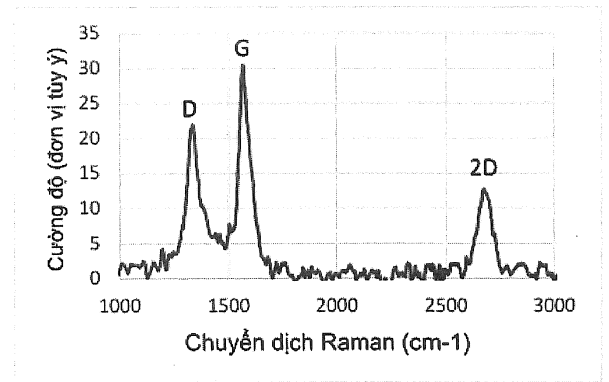


Fig.3 Mẫu 1000-60-2,5

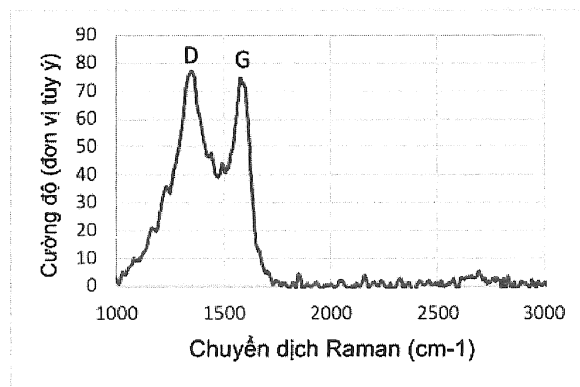


Fig.4 Mẫu 900-60-2,5

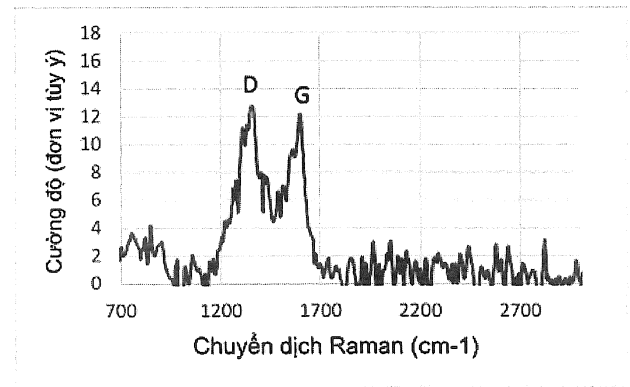


Fig.5 Mẫu 800-60-2,5

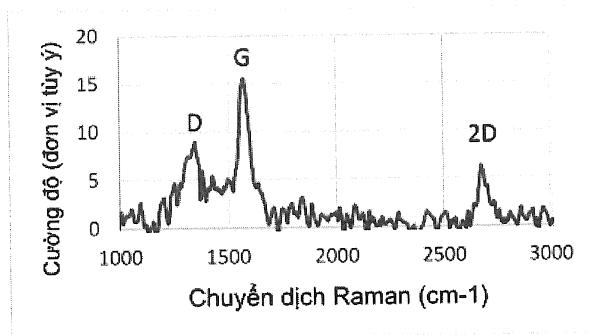


Fig.6 Mẫu 1100-30-2,5

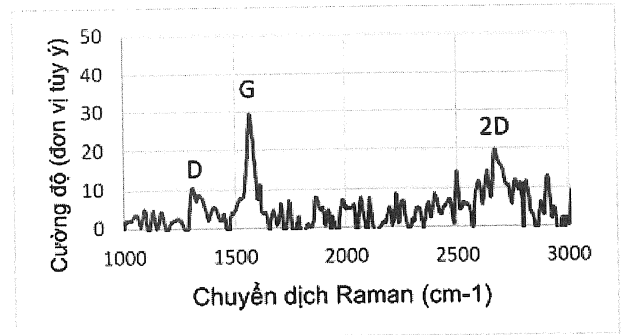


Fig.7 Mẫu 1100-45-2,5

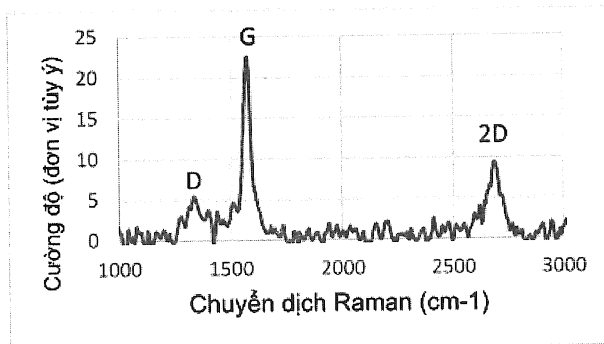


Fig.8 Mẫu 1100-60-2,5

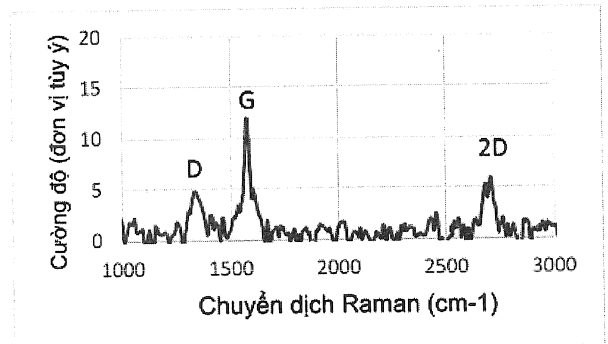


Fig.9 Mẫu 1100-90-2,5

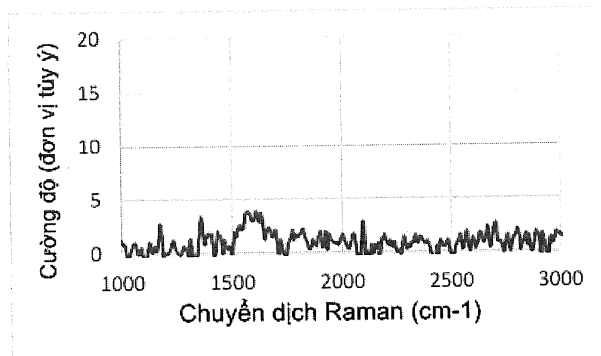


Fig.10 Mẫu 1100-60-0

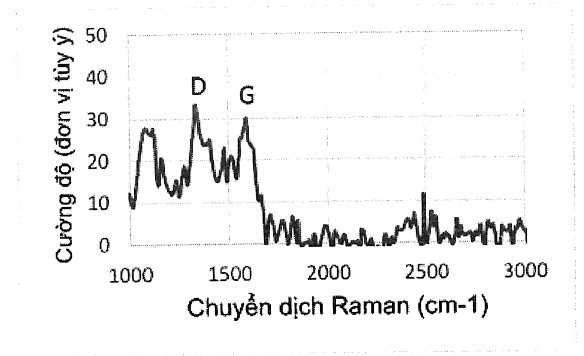


Fig.11 Mẫu 1100-60-1,0

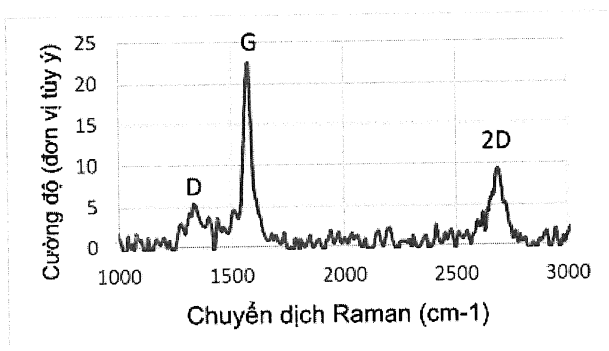


Fig.12 Mẫu 1100-60-2,5

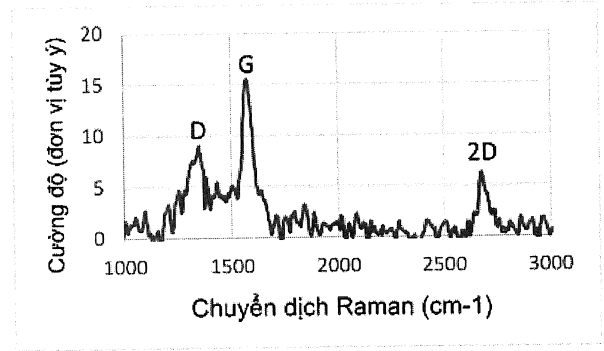


Fig.13 Mẫu 1100-60-5,0

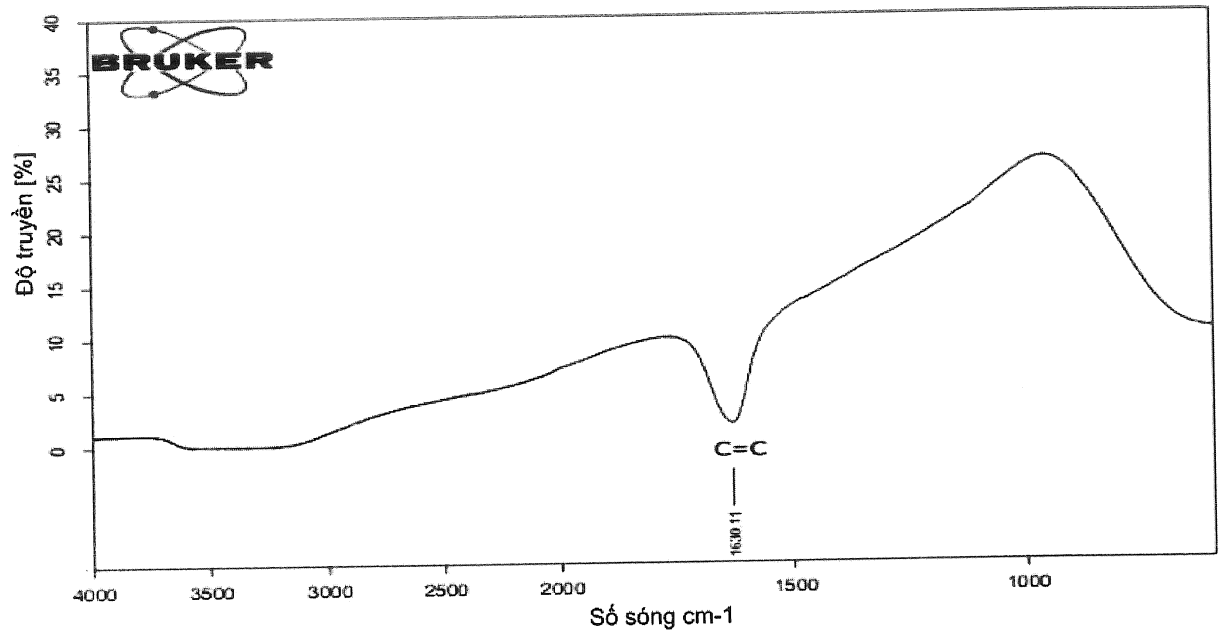


Fig.14

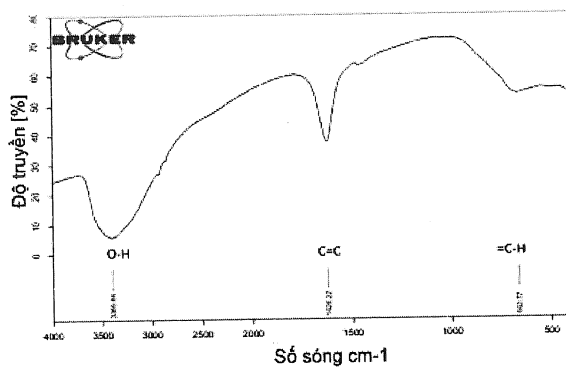


Fig.15 Mẫu 1100-60-2,5

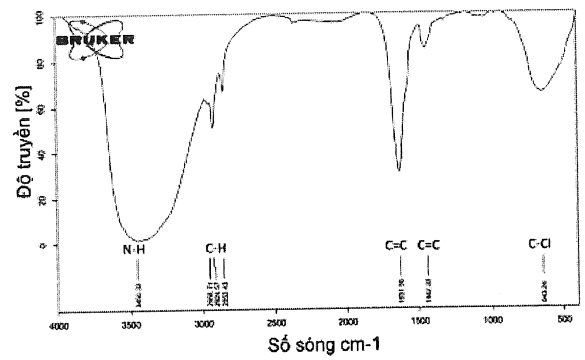


Fig.16 Mẫu 1000-60-2,5

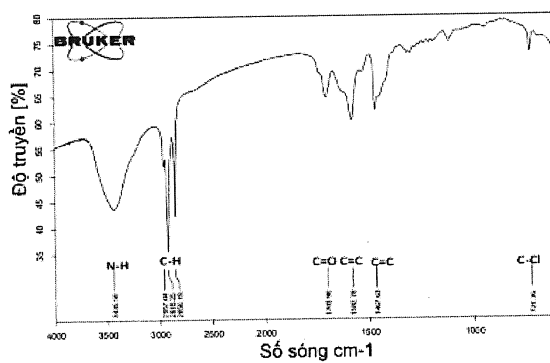


Fig.17 Mẫu 900-60-2,5

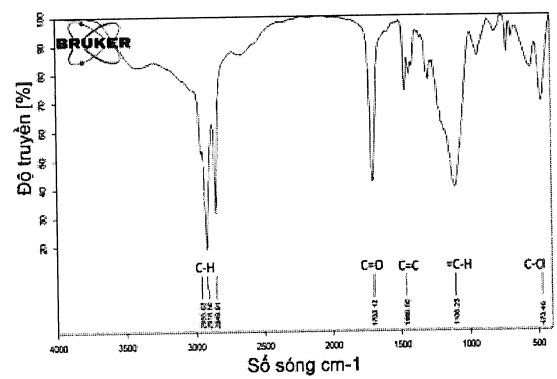


Fig.18 Mẫu 800-60-2,5

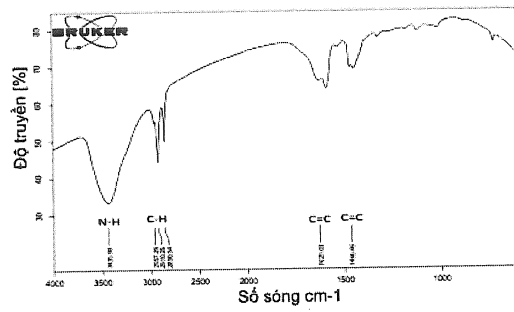


Fig.19 mẫu 1100-30-2,5

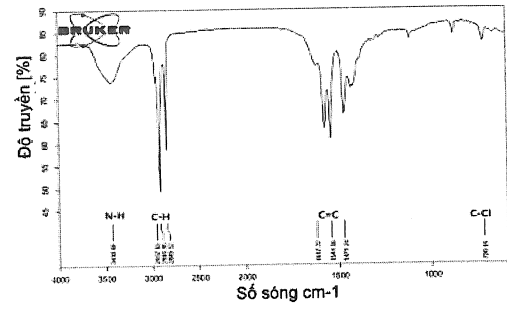


Fig.20 mẫu 1100-45-2,5

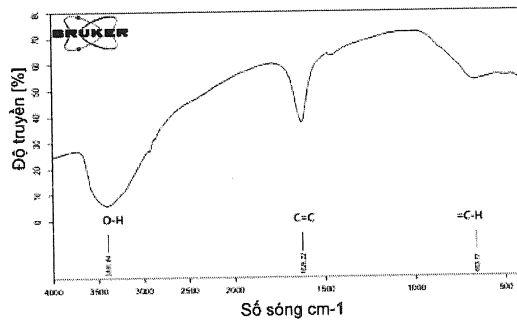


Fig.21 mẫu 1100-60-2,5

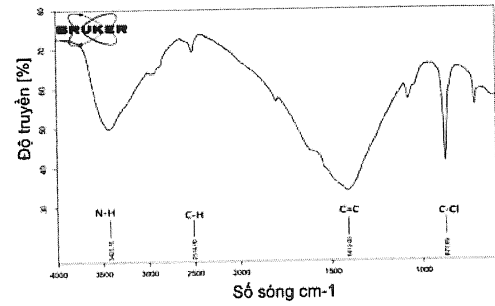


Fig.22 mẫu 1100-90-2,5

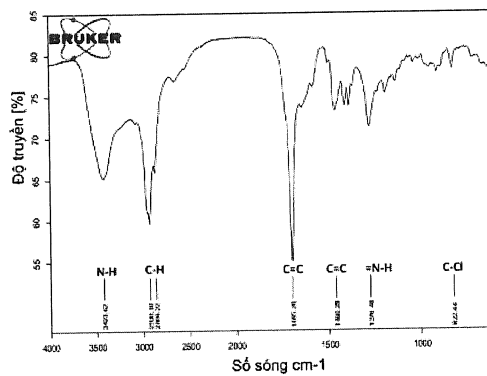


Fig.23 mẫu 1100-60-0

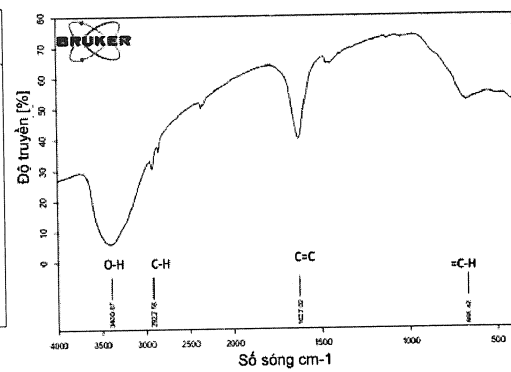


Fig.24 mẫu 1100-60-1,0

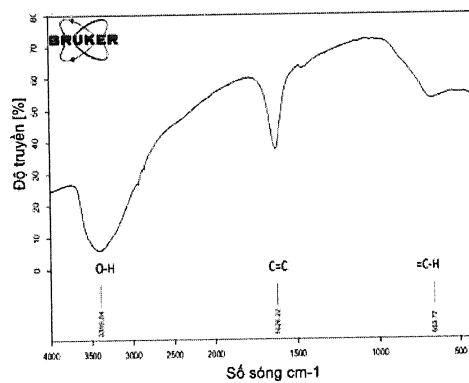


Fig.25 mẫu 1100-60-2,5

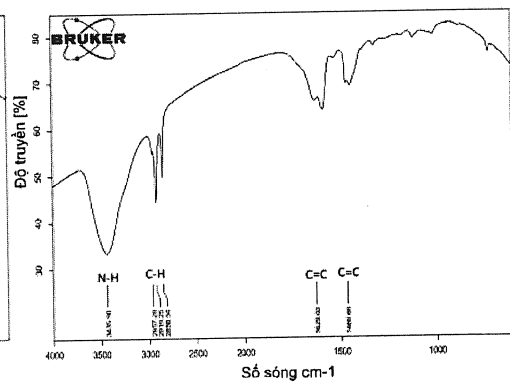


Fig.26 mẫu 1100-60-5,0

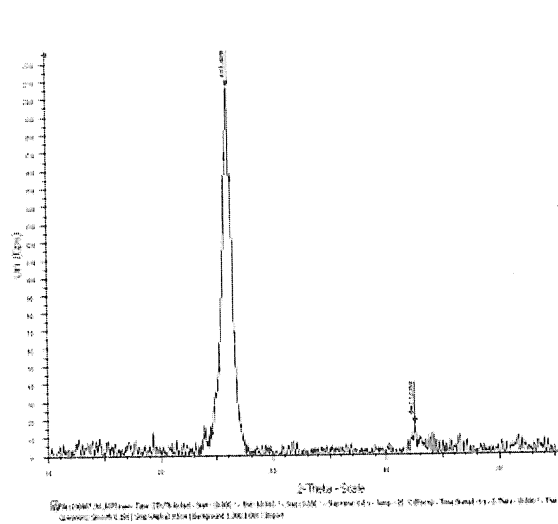


Fig.27 Mẫu 1100-60-2,5

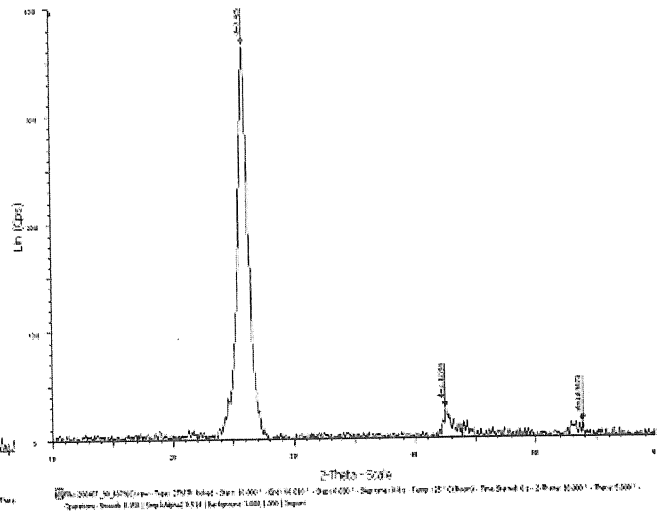


Fig.28 Mẫu 1000-60-2,5

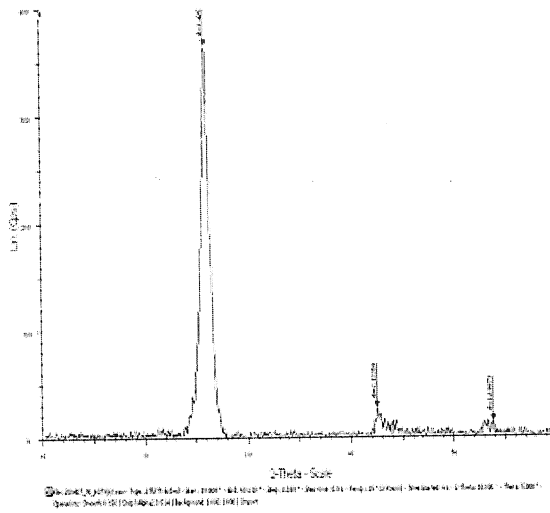


Fig.29 Mẫu 900-60-2,5

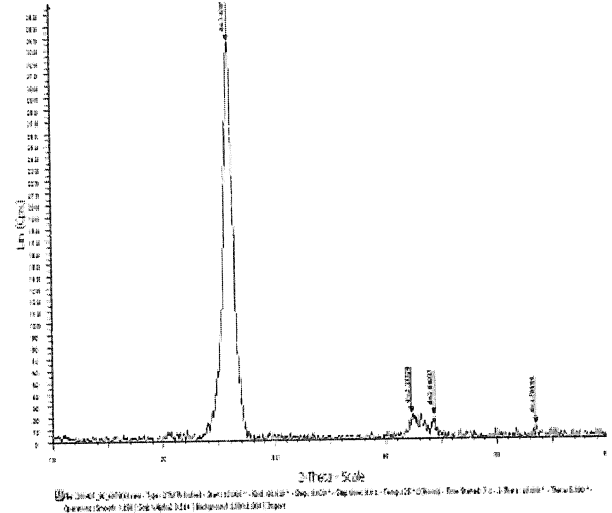


Fig.30 Mẫu 800-60-2,5

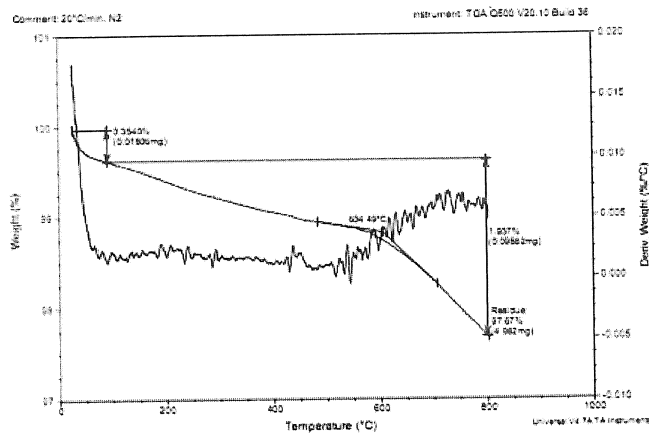


Fig.31 Mẫu 1100-60-2,5

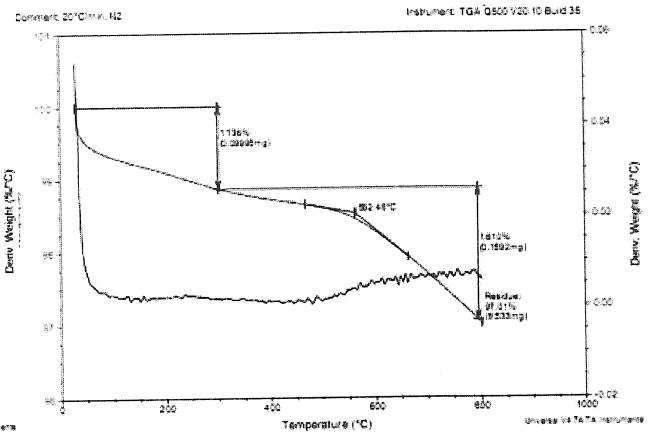


Fig.32 Mẫu 1000-60-2,5

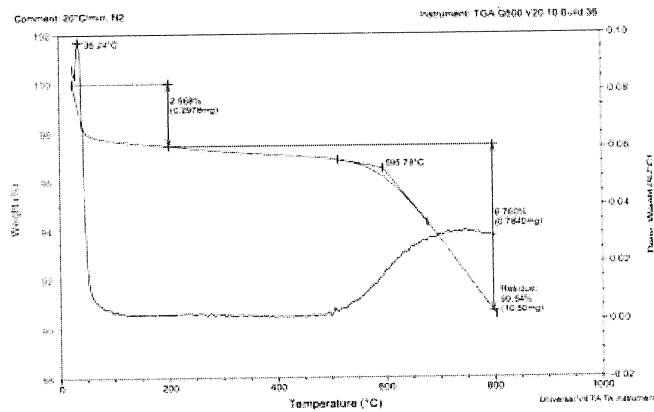


Fig.33 Mẫu 900-60-2,5

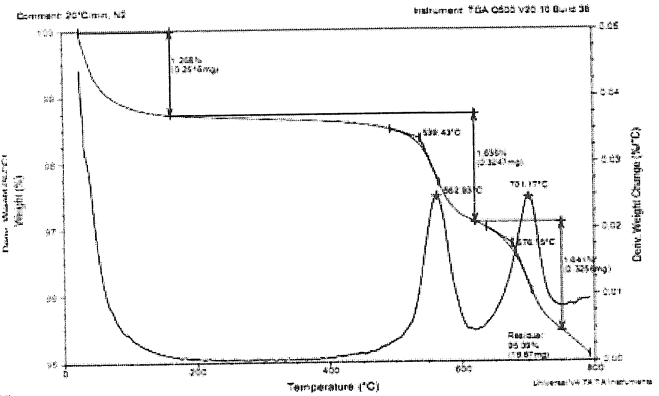


Fig.34 Mẫu 900-60-2,5

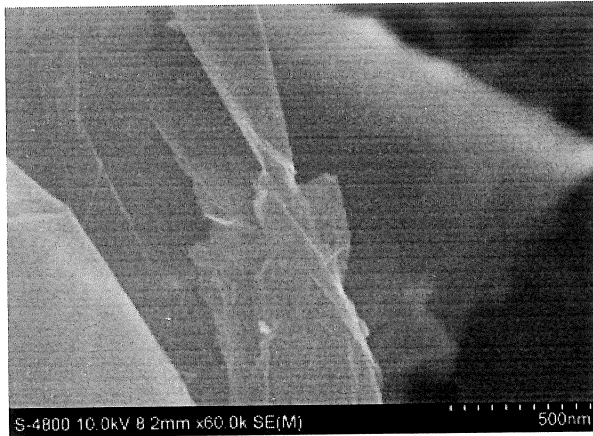


Fig.35 Mẫu 1100-60-2,5

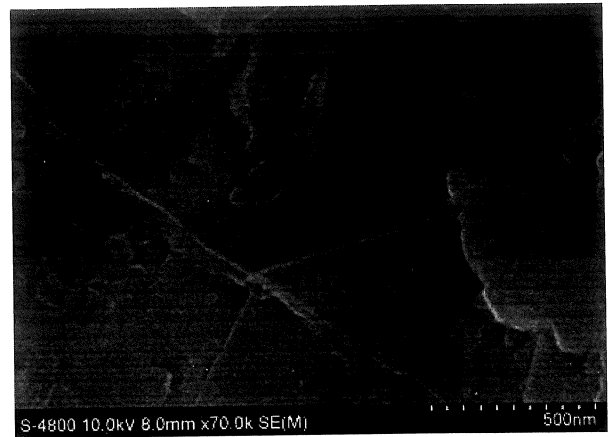


Fig.36 Mẫu 1000-60-2,5

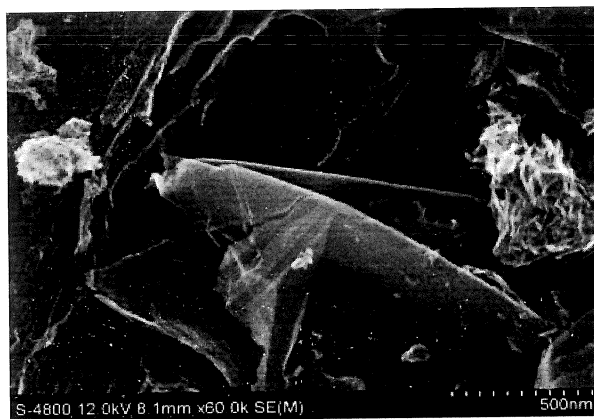


Fig.37 Mẫu 900-60-2,5



Fig.38 Mẫu 800-60-2,5

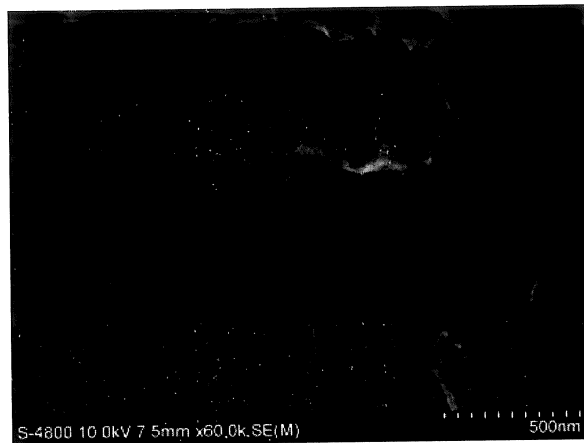


Fig.39 Mẫu 1100-30-2,5

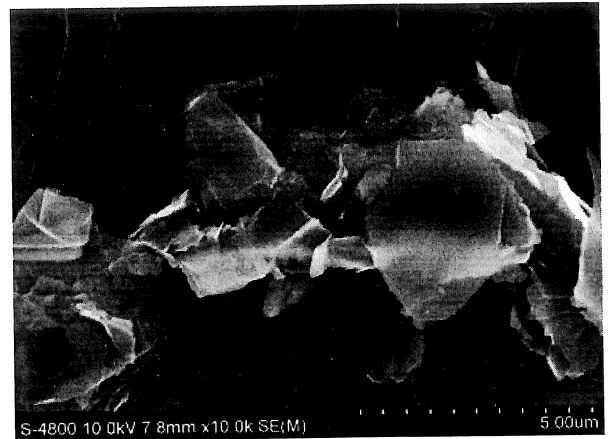


Fig.40 Mẫu 1100-45-2,5

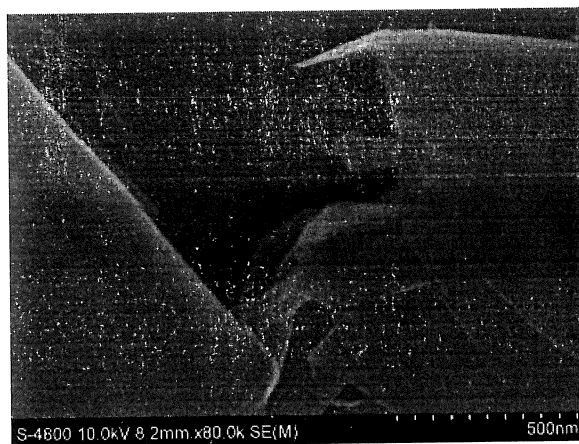


Fig.41 Mẫu 1100-60-2,5



Fig.42 Mẫu 1100-90-2,5



Fig.43 : Mẫu 1100-60-0

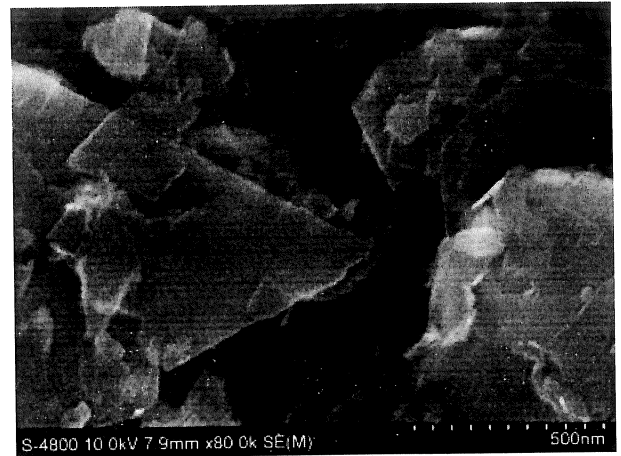


Fig.44 Mẫu 1100-60-1,0

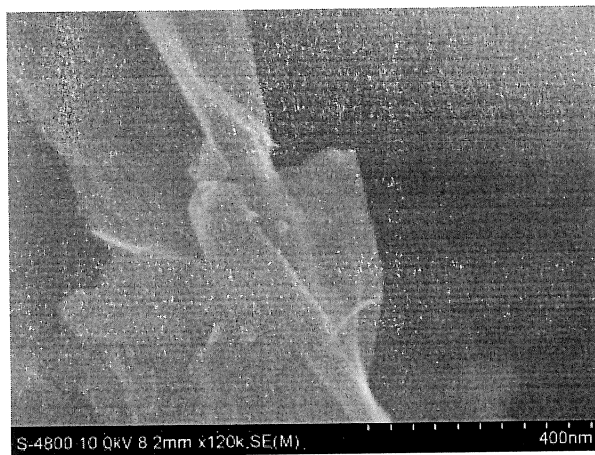


Fig.45 : Mẫu 1100-60-2,5

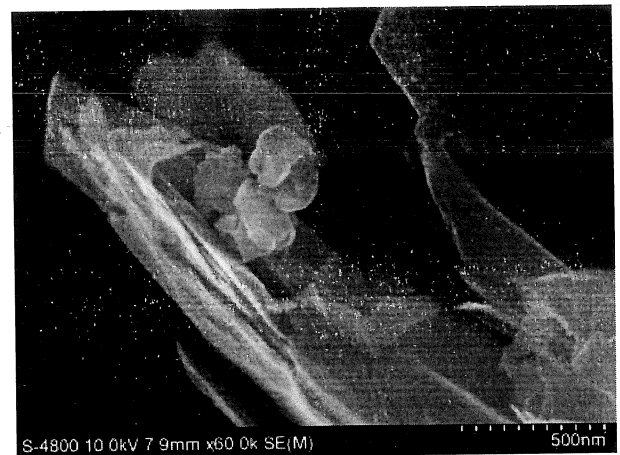


Fig.46 Mẫu 1100-60-5,0

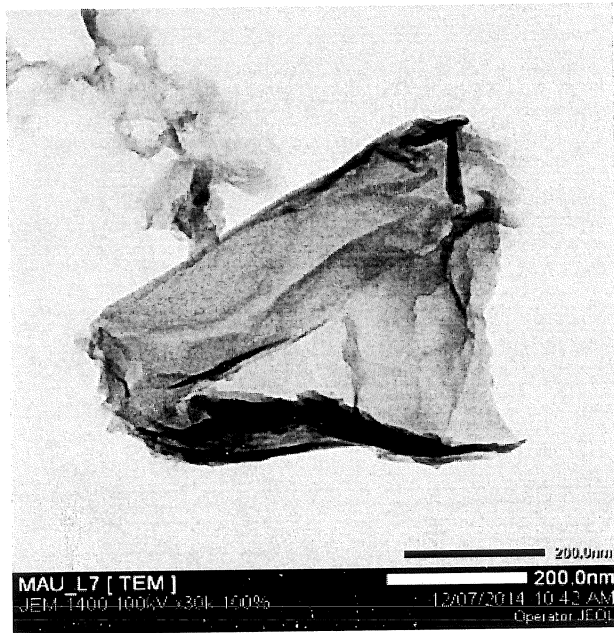


Fig.47 Mẫu 1100-60-2,5



Fig.48 Mẫu 1000-60-2,5

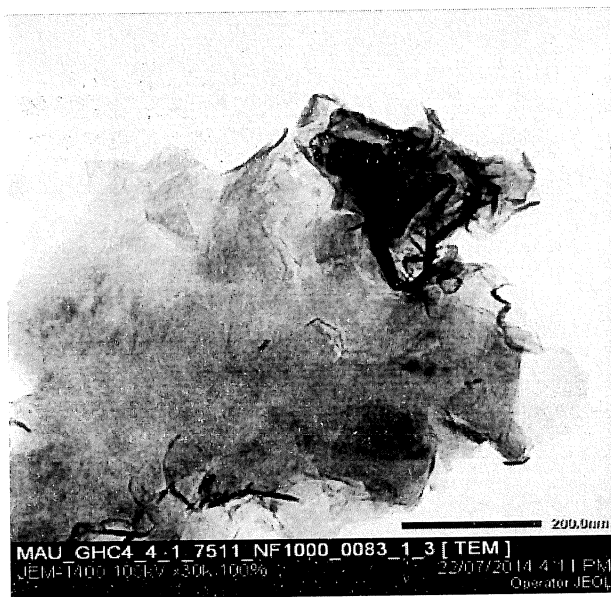


Fig.49 Mẫu 900-60-2,5

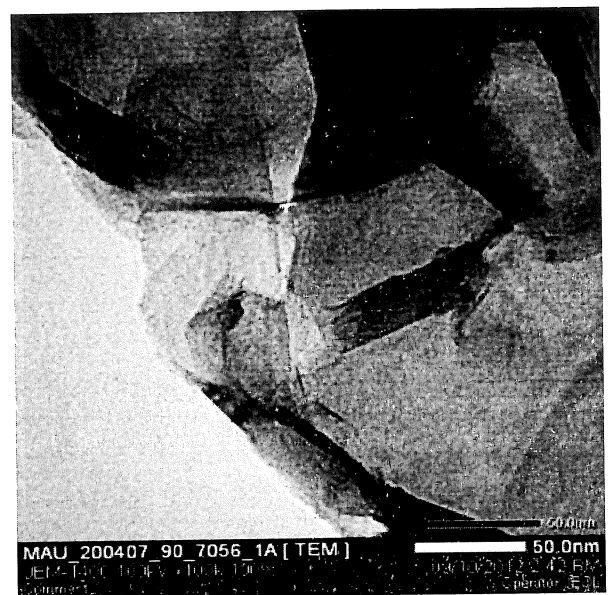


Fig.50 Mẫu 800-60-2,5



Fig.51 Mẫu 1100-30-2,5

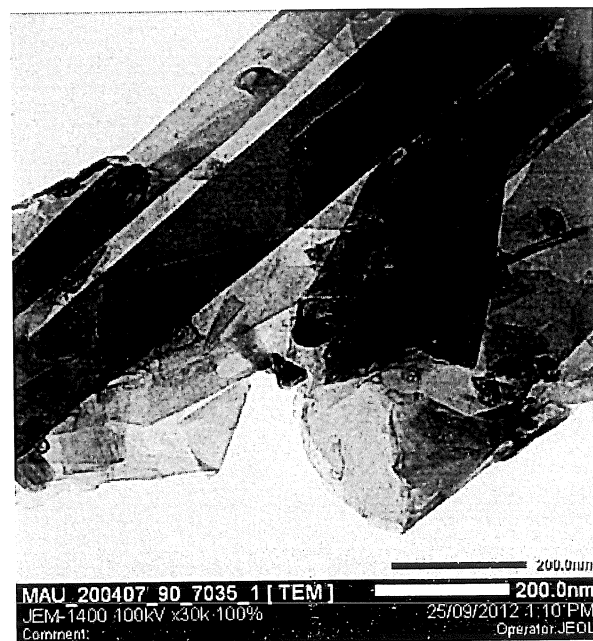


Fig.52 Mẫu 1100-45-2,5

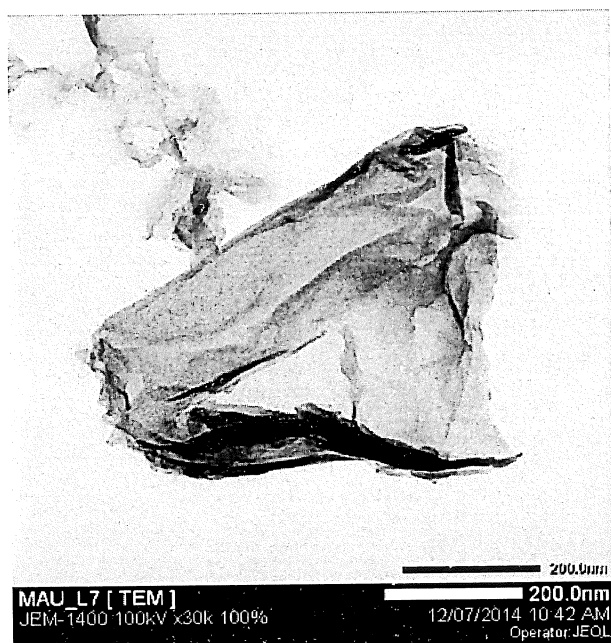


Fig.53 Mẫu 1100-60-2,5



Fig.54 Mẫu 1100-90-2,5

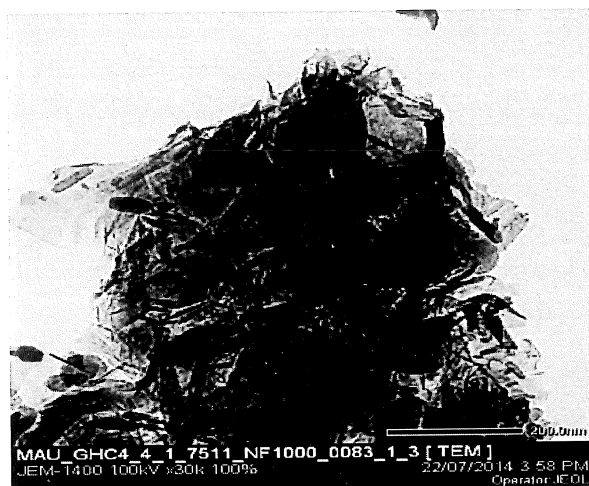


Fig.55 : Mẫu 1100-60-0



Fig.56 Mẫu 1100-60-1,0

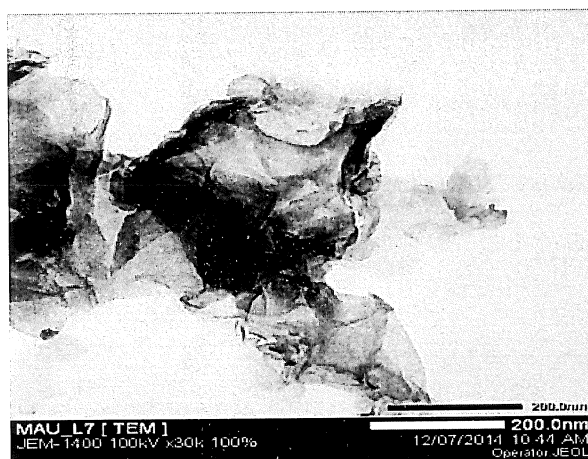


Fig.57 Mẫu 1100-60-2,5

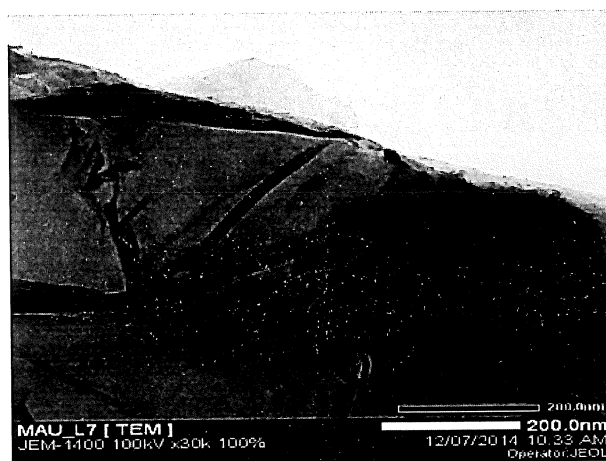


Fig.58 Mẫu 1100-60-5,0