



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111535011 A

(43)申请公布日 2020.08.14

(21)申请号 202010511161.2

(22)申请日 2020.06.08

(71)申请人 北京石墨烯研究院

地址 100095 北京市海淀区苏家坨镇翠湖南路13号院中关村翠湖科技园2号楼

申请人 北京大学

(72)发明人 刘忠范 程熠 亓月 王坤

李隽良

(74)专利代理机构 北京律智知识产权代理有限公司

公司 11438

代理人 司丽琦 于宝庆

(51) Int. Cl.

D06M 10/00(2006.01)

D06M 10/06(2006.01)

D06M 10/08(2006.01)

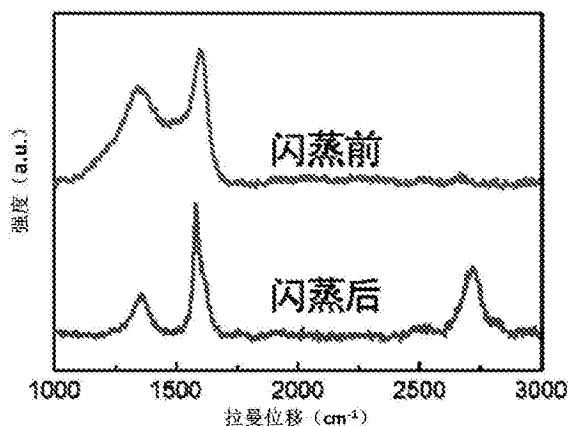
权利要求书1页 说明书6页 附图4页

(54)发明名称

焦耳热闪蒸制备石墨烯纤维的方法

(57)摘要

本公开提供一种焦耳热闪蒸制备石墨烯纤维的方法,包括提供一具有导电性的含碳纤维;及施加电压于所述含碳纤维,以产生焦耳热使所述含碳纤维石墨化,得到石墨烯纤维。本公开的方法利用施加电压产生的焦耳热,使纤维快速达到高温,在短时间内即可实现纤维的石墨化。该方法可有效实现石墨烯纤维的快速、连续化制备,大大降低了石墨烯纤维的生产成本。所得石墨烯纤维截面致密,石墨化程度高,且导电、导热性能优异,具有重要的应用价值。



1. 一种焦耳热闪蒸制备石墨烯纤维的方法,其特征在于,包括:  
提供一具有导电性的含碳纤维;及  
施加电压于所述含碳纤维,以产生焦耳热使所述含碳纤维石墨化,得到所述石墨烯纤维。
2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述具有导电性的含碳纤维通过如下步骤获得:  
对含碳前驱体进行纺丝处理,得到前驱体纤维;及  
所述前驱体纤维于 $10\text{Pa}\sim 10^5\text{Pa}$ 的压力下加热至 $200^\circ\text{C}\sim 500^\circ\text{C}$ ,保温 $10\text{min}\sim 300\text{min}$ ,得到所述具有导电性的含碳纤维。
3. 根据权利要求2所述的方法,其特征在于,所述含碳前驱体选自聚丙烯腈、沥青、聚乙烯吡咯烷酮、聚苯并咪唑、聚对苯撑苯并二噁唑、聚乙烯、聚丙烯、芳纶、黏胶和氧化石墨烯中的一种或多种;所述前驱体纤维置于氩气、氢气、氮气和氩氧混气中的一种或多种的气体中进行所述加热;所述纺丝处理的方法选自熔融纺丝法、干法纺丝法、湿法纺丝法和静电纺丝法中的一种或多种。
4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述具有导电性的含碳纤维为经预还原处理后的氧化石墨烯纤维,所述预还原处理包括:将氧化石墨烯纤维置于还原剂溶液中进行还原反应,得到具有导电性的氧化石墨烯纤维。
5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述施加电压为 $20\text{V}\sim 380\text{V}$ ,所述施加电压的时间为 $0.05\text{s}\sim 30\text{s}$ ,所述施加电压后达到的温度为 $2000^\circ\text{C}\sim 3000^\circ\text{C}$ 。
6. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,通过于所述含碳纤维的两端连接相应的电极以施加所述电压,其中所述含碳纤维的两端连接电极的电位连接点之间的距离为 $0.5\text{cm}\sim 20\text{cm}$ 。
7. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,还包括将所述含碳纤维置于传送装置上施加电压,以实现所述石墨烯纤维的连续制备,所述传送装置的传送速度为 $0.1\text{cm/s}\sim 20\text{cm/s}$ 。
8. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在压强 $<10\text{Pa}$ 的低真空条件或惰性气体保护下施加所述电压,其中施加电压时采用的惰性气体选自氮气、氩气中的一种或多种。
9. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,还包括在施加所述电压时引入含氮前驱体、含硼前驱体中的一种或多种对所述含碳纤维进行掺杂,其中,所述含氮前驱体选自氨气、乙腈、吡啶、吡咯和甲胺中的一种或多种,所述含硼前驱体选自苯硼酸、乙硼烷、硼粉和三乙基硼烷中的一种或多种。
10. 一种石墨烯纤维,采用权利要求1~9中任一项所述的方法制备得到。

## 焦耳热闪蒸制备石墨烯纤维的方法

### 技术领域

[0001] 本公开涉及材料制备领域,具体涉及一种焦耳热闪蒸制备石墨烯纤维的方法。

### 背景技术

[0002] 石墨烯凭借着其优异的导电、导热、力学强度、化学稳定性等特征,在能源、电子电路、生物医药等诸方面展现出广阔的应用价值。发展便捷有效的石墨烯纤维的制备方法有助于推动石墨烯纤维的工业化生产和商品化应用,是当下碳纳米材料领域研究热点之一。

[0003] 传统制备石墨烯纤维的方法是基于氧化石墨烯(GO)的湿法纺丝法。其主要步骤包括将液晶相GO注入凝固浴中形成GO凝胶纤维,之后经过水洗、干燥、拉伸、还原等步骤后得到目标石墨烯纤维(Gao C.et al.Nat.Commun.2011,2:571.)。但该方法制备石墨烯过程后续GO还原过程较繁琐。对于化学还原(Gao,C.et al.ACS Nano 2012,6,7103.)和激光还原(Qu,L.et al.Angew.Chem.Int.Ed.2013,52,10482.)的方法而言,其还原程度有限,还原后的纤维表面不可避免存在氧化官能团、裂纹、褶皱等缺陷位点,这对纤维的导电、导热和力学性能产生不利的影响。后续发展的高温( $\sim 3000^{\circ}\text{C}$ )还原方法极大地降低了纤维表面缺陷、提升了纤维的石墨化程度(Gao,C.et al.Adv.Mater.2016,28,6449.)。但其升降温和长时间高温处理所带来的能耗极大地提升了纤维的制备成本。

[0004] 用化学气相沉积法(CVD)制备石墨烯纤维的方法被认为是较便捷制备石墨烯纤维的方法,但其往往需要借助模板进行石墨烯生长。Dai等用CVD方法在铜丝表面控制条件生长多层石墨烯,刻蚀去除铜丝后得到了相应的石墨烯纤维(Dai L.et al.Angew.Chem.Int.Ed.2015,54,14947.)。运用类似的方法,Zhu等在由铜丝编织成的金属网格上生长石墨烯,刻蚀去除铜网后得到由石墨烯纤维编织成的织物(Zhu H.et al.Sci.Rep.2012,2,395.)。然而,纤维需要经历在刻蚀液刻蚀,纤维转移等过程,在水的表面张力下石墨烯纤维不可避免出现褶皱、破损等现象,使得得到的纤维性能较差。

[0005] 因此,需要一种新的石墨烯纤维的制备方法,以解决现有方法存在的种种问题。

[0006] 需注意的是,前述背景技术部分公开的信息仅用于加强对本公开的背景理解,因此它可以包括不构成对本领域普通技术人员已知的现有技术的信息。

### 发明内容

[0007] 本公开的一个主要目的在于克服上述现有技术的至少一种缺陷,提供一种焦耳热闪蒸制备石墨烯纤维的方法,以解决现有石墨烯纤维制备成本高、产品性能差、难以批量化生产等问题。

[0008] 为了实现上述目的,本公开采用如下技术方案:

[0009] 本公开提供一种焦耳热闪蒸制备石墨烯纤维的方法,包括:提供一具有导电性的含碳纤维;及施加电压于含碳纤维,以产生焦耳热使含碳纤维石墨化,得到石墨烯纤维。

[0010] 根据本公开的一个实施方式,所述具有导电性的含碳纤维通过如下步骤获得:对含碳前驱体进行纺丝处理,得到前驱体纤维;及所述前驱体纤维于 $10\text{Pa}\sim 10^5\text{Pa}$ 的压力下加

热至200℃~500℃,保温10min~300min,得到所述具有导电性的含碳纤维。

[0011] 根据本公开的一个实施方式,含碳前驱体选自聚丙烯腈、沥青、聚乙烯吡咯烷酮、聚苯并咪唑、聚对苯撑苯并二噁唑、聚乙烯、聚丙烯、芳纶、黏胶和氧化石墨烯中的一种或多种;前驱体纤维置于氩气、氢气、氮气和氩氧混气中的一种或多种的气体中进行所述加热。

[0012] 根据本公开的一个实施方式,纺丝处理的方法选自熔融纺丝法、干法纺丝法、湿法纺丝法和静电纺丝法中的一种或多种。

[0013] 根据本公开的一个实施方式,所述具有导电性的含碳纤维为经预还原处理后的氧化石墨烯纤维,所述预还原处理包括:将氧化石墨烯纤维置于还原剂溶液中进行还原反应,得到具有导电性的氧化石墨烯纤维。

[0014] 根据本公开的一个实施方式,施加电压为20V~380V,施加电压的时间为0.05s~30s,施加电压后达到的温度为2000℃~3000℃。

[0015] 根据本公开的一个实施方式,通过于含碳纤维的两端连接相应的电极以施加电压,其中所述含碳纤维的两端连接电极的电位连接点之间的距离为0.5cm~20cm。

[0016] 根据本公开的一个实施方式,还包括将含碳纤维置于传送装置上施加电压,以实现石墨烯纤维的连续制备,传送装置的传送速度为0.1cm/s~20cm/s。

[0017] 根据本公开的一个实施方式,在压强<10Pa的低真空条件或惰性气体保护下施加电压,其中施加电压时采用的惰性气体选自氮气、氩气中的一种或多种。

[0018] 根据本公开的一个实施方式,还包括在施加电压时引入含氮前驱体、含硼前驱体中的一种或多种对含碳纤维进行掺杂,其中,含氮前驱体选自氨气、乙腈、吡啶、吡咯和甲胺中的一种或多种,所述含硼前驱体选自苯硼酸、乙硼烷、硼粉和三乙基硼烷中的一种或多种。

[0019] 本公开还提供一种石墨烯纤维,采用前述方法制备得到。

[0020] 由上述技术方案可知,本公开的有益效果在于:

[0021] 本公开提出的焦耳热闪蒸制备石墨烯纤维的方法,通过施加特定电压于具有导电性的含碳纤维上,利用其产生焦耳热,使得纤维快速达到高温,在短时间内即可实现纤维的石墨化,该方法可有效实现石墨烯纤维的快速、连续化制备,大大降低了石墨烯纤维的生产成本。所得石墨烯纤维具有更加优异的导电、导热性,且纤维截面致密,石墨化程度高,对于拓展石墨烯纤维的工业化生产应用具有重要意义。

## 附图说明

[0022] 以下附图用于提供对本公开的进一步理解,并构成说明书的一部分,与下面的具体实施方式一起用于解释本公开,但并不构成对本公开的限制。

[0023] 图1是本公开一实施方式的制备石墨烯纤维的装置;

[0024] 图2是图1示出的装置的俯视图;

[0025] 图3为实施例1焦耳热闪蒸前后纤维的拉曼光谱的对比图;

[0026] 图4为实施例1制备的石墨烯纤维的扫描电镜图;

[0027] 图5为实施例1制备的石墨烯纤维的电学测试结果;

[0028] 图6为实施例2焦耳热闪蒸前后石墨烯纤维的拉曼光谱的对比图;

[0029] 图7和图8分别为实施例2焦耳热闪蒸前后石墨烯纤维的元素含量对比图。

- [0030] 其中,附图标记说明如下:
- [0031] 100:壳体
- [0032] 101:进气口
- [0033] 102:出气口
- [0034] 103:腔体
- [0035] 210:放丝转轮
- [0036] 211、221:凹槽
- [0037] 212、222:支撑架
- [0038] 220:收丝转轮
- [0039] 310:第一定滑轮
- [0040] 320:第一电极
- [0041] 330:第二定滑轮
- [0042] 340:第二电极
- [0043] 400:水平板

### 具体实施方式

[0044] 以下内容提供了不同的实施例或范例,以令本领域技术人员参照说明书文字能够据以实施。当然,这些仅仅是范例,而非意图限制本公开。在本公开中所披露的范围的端点和任何值都不限于该精确的范围或值,这些范围或值应当理解为包含接近这些范围或值的值。对于数值范围来说,各个范围的端点值之间、各个范围的端点值和单独的点值之间,以及单独的点值之间可以彼此组合而得到一个或多个新的数值范围,这些数值范围应当被视为在本文中具体公开。

[0045] 本公开提供一种焦耳热闪蒸制备石墨烯纤维的方法,包括:提供一具有导电性的含碳纤维;及施加电压于含碳纤维,以产生焦耳热使含碳纤维石墨化,得到石墨烯纤维。

[0046] 根据本发明,现有制备石墨烯纤维的方法多存在制备成本高、产品性能差、难以批量化生产等问题。为此,本发明结合特定装置实现了一种新的焦耳热闪蒸制备石墨烯纤维的方法。该方法通过对纤维施加电压,利用焦耳热产生的高温促使纤维快速石墨化,有效避免了繁琐的模板刻蚀步骤,实现石墨烯纤维的快速、连续化制备,大大降低了石墨烯纤维的生产成本。

[0047] 参阅图1,其代表性地示出了本公开提出的一示例性实施方式的制备石墨烯纤维的装置,图2代表性地示出了能够体现本公开原理的该制备石墨烯纤维的装置的俯视图。下面将结合图1和图2对本公开提出的制备石墨烯纤维的方法进行详细说明。本公开提出的方法是以应用于制备石墨烯纤维为例进行说明的。本领域技术人员容易理解的是,为将本公开的相关设计应用于其他类型的石墨烯复合材料,而对下述的具体实施方式做出多种改型、添加、替代、删除或其他变化,这些变化仍在本公开提出的装置的原理的范围内。

[0048] 如图1所示,在本实施方式中,该制备石墨烯纤维的装置主要包括壳体100、收放丝组件和电压施加组件。需说明的是,图1仅是本公开制备石墨烯纤维的装置的部分示意图,并未示出如电机、真空泵等结构。配合参阅图2所示,图2代表性地示出了能够体现本公开原理的制备石墨烯纤维的装置的俯视图。下面将结合上述图1和图2,对本公开提出的制备石

墨烯纤维的装置的一示例性实施方式的各主要组成部分的结构、连接方式和功能关系进行详细说明。

[0049] 结合图1和图2所示,在本实施方式中,该制备石墨烯纤维的装置包括壳体100、收放丝组件和电压施加组件,其中,壳体100围成腔体103,内部设有水平板400,该水平板400用于放置前述的收放丝组件和电压施加组件。收放丝组件包括放丝转轮210和收丝转轮220,其中,放丝转轮210和收丝转轮220分别通过支撑架212、222固定连接于水平板400的两端。

[0050] 如图2所示,电压施加组件包括第一电极320和第二电极340,第一电极320的一端连接有第一定滑轮310,第二电极340的一端连接有第二定滑轮330。一般地,第一定滑轮310和第二定滑轮330的轴心需要与放丝转轮210和收丝转轮220的轴心位于同一水平线上,且第一定滑轮310和第二定滑轮330位于放丝转轮210和收丝转轮220之间。

[0051] 下面结合图1和图2的装置具体阐述本公开制备石墨烯纤维的工艺流程。

[0052] 首先,提供一具有导电性的含碳纤维。将该导电性的含碳纤维缠绕于前述的收放丝组件上,并使放丝转轮210和收丝转轮220之间的一部分含碳纤维置于第一定滑轮310和第二定滑轮330上,使该导电性的含碳纤维直接与第一定滑轮310和第二定滑轮330表面接触以接入电路。在一些实施例中,放丝转轮210和收丝转轮220分别设有凹槽211、221,含碳纤维置于该凹槽211、221内,以避免放丝转轮210和收丝转轮220转动时含碳纤维脱落。

[0053] 根据本公开,前述具有导电性的含碳纤维可通过如下步骤获得:对含碳前驱体进行纺丝处理,得到前驱体纤维,然后将所得前驱体纤维置于一定的气氛中,例如,氩气、氢气、氮气和氩氧混气中的一种或多种,于 $10\text{Pa}\sim 10^5\text{Pa}$ ,例如, $10\text{Pa}$ 、 $100\text{Pa}$ 、 $1000\text{Pa}$ 、 $10^4\text{Pa}$ 等的压力下加热至 $200^\circ\text{C}\sim 500^\circ\text{C}$ ,例如 $200^\circ\text{C}$ 、 $250^\circ\text{C}$ 、 $300^\circ\text{C}$ 、 $320^\circ\text{C}$ 、 $400^\circ\text{C}$ 等,保温 $10\text{min}\sim 300\text{min}$ ,例如, $10\text{min}$ 、 $50\text{min}$ 、 $70\text{min}$ 、 $100\text{min}$ 、 $120\text{min}$ 、 $180\text{min}$ 、 $200\text{min}$ 等,得到具有导电性的含碳纤维。

[0054] 在一些实施例中,含碳前驱体可以为聚丙烯腈、沥青、聚乙烯吡咯烷酮、聚苯并咪唑、聚对苯撑苯并二噁唑(PBO)、聚乙烯、聚丙烯、芳纶、黏胶和氧化石墨烯(GO)中的一种或多种。纺丝处理的方法包括但不限于熔融纺丝法、干法纺丝法、湿法纺丝法和静电纺丝法中的一种或多种。

[0055] 需要说明的是,之所以进行前述操作是为了使含碳纤维能够具有合适的导电性能,从而能够在对其施加电压时产生足够的焦耳热高温生成石墨烯。如果导电性太差电流很小,则产热较少就无法达到相应温度,从而无法得到石墨烯纤维。当然,如果前驱体纤维本身已具有良好的导电性,也可以省略该步骤,直接对纤维施加电压,本公开不限于此。

[0056] 此外,在一些实施例中,本公开的具有导电性的含碳纤维还可以为经过预还原处理后的氧化石墨烯纤维,通过对氧化石墨烯纤维进行预还原处理,可使其中的部分氧化石墨烯还原为石墨烯,从而赋予纤维一定程度的导电性,进而可对其进行后续的施加电压处理,获得性能优异的石墨烯纤维。前述的预还原处理包括将氧化石墨烯纤维置于还原剂溶液中进行还原反应。其中还原剂可以为碘化氢(HI)等还原试剂,本公开不限于此。

[0057] 接着,施加电压于该具有导电性的含碳纤维,以产生焦耳热使含碳纤维石墨化得到石墨烯纤维。

[0058] 具体地,在工作时,通过连接于装置的抽真空装置,例如真空泵、真空发生器等对

腔室103抽真空,使体系处于低真空(压强 $<10\text{Pa}$ )或惰性气体(例如,氮气、氩气)保护状态下。在一些实施例中,还可引入含其他元素的前驱体以对含碳纤维进行掺杂,例如引入含氮前驱体、含硼前驱体中的一种或多种进行掺杂,其中,含氮前驱体包括但不限于氨气、乙腈、吡啶、吡咯和甲胺中的一种或多种,含硼前驱体包括但不限于苯硼酸、乙硼烷、硼粉和三乙基硼烷中的一种或多种。通过在施加电压时对纤维进行掺杂处理,可以根据掺杂元素的不同,按照实际需要不同程度的提升所得产品的导电性能、催化性能或其他性能。

[0059] 放丝转轮210和收丝转轮220一般连接有驱动电机,驱动放丝转轮210和收丝转轮220转动,缠绕于其上的纤维经二者的转动于第一定滑轮310和第二定滑轮330的表面连续经过,此时,通过第一电极320和第二电极340对经过第一定滑轮310和第二定滑轮330表面接触的纤维施加一定电压,产生的焦耳热将促使纤维高温石墨化,随着放丝转轮210和收丝转轮220的连续转动,经过第一定滑轮310和第二定滑轮330的纤维也随之持续石墨化,从而实现石墨烯纤维的连续化生产。一般地,可通过调节放丝转轮210和收丝转轮220的转速控制纤维石墨化的时间,转轮转速为 $0.1\text{cm/s}\sim 20\text{cm/s}$ ,例如, $0.1\text{cm/s}$ 、 $1\text{cm/s}$ 、 $2\text{cm/s}$ 、 $6\text{cm/s}$ 、 $10\text{cm/s}$ 、 $16\text{cm/s}$ 等。需要说明的是,根据实际需要,该装置也可实现静态或间歇制备石墨烯纤维,例如,不转动放丝转轮210和收丝转轮220,而直接于二者之间的纤维施加电压,本公开不限于此。

[0060] 在一些实施例中,前述施加的电压为 $20\text{V}\sim 380\text{V}$ ,例如, $20\text{V}$ 、 $40\text{V}$ 、 $45\text{V}$ 、 $50\text{V}$ 、 $70\text{V}$ 、 $100\text{V}$ 、 $120\text{V}$ 、 $200\text{V}$ 、 $300\text{V}$ 、 $350\text{V}$ 等,优选为 $100\text{V}\sim 220\text{V}$ ,施加电压的时间为 $0.05\text{s}\sim 30\text{s}$ ,例如, $0.05\text{s}$ 、 $0.1\text{s}$ 、 $1\text{s}$ 、 $2\text{s}$ 、 $5\text{s}$ 、 $10\text{s}$ 、 $13\text{s}$ 、 $19\text{s}$ 、 $25\text{s}$ 、 $27\text{s}$ 等,优选为 $1\text{s}\sim 10\text{s}$ ,以使温度达到 $2000^\circ\text{C}\sim 3000^\circ\text{C}$ 左右的高温。此外,施加电压时,含碳纤维的两端连接电极的电位连接点之间的距离,也即第一定滑轮310和第二定滑轮330之间的距离对于纤维石墨化也有一定影响,优选为,该距离为 $0.5\text{cm}\sim 20\text{cm}$ ,例如 $0.5\text{cm}$ 、 $1\text{cm}$ 、 $4\text{cm}$ 、 $10\text{cm}$ 、 $15\text{cm}$ 、 $18\text{cm}$ 等,优选为 $1\text{cm}\sim 5\text{cm}$ 。电压过低、滑轮距离过短、施加电压时间过短等因素会造成纤维缺陷未完全修复,石墨化程度不高;而相反电压过高、滑轮距离过高、施加电压时间过长等因素会使施加电压的整个回路有短路的风险。

[0061] 下面将通过实施例来进一步说明本发明,但是本发明并不因此而受到任何限制。如无特殊说明,本发明采用的试剂或材料等均可从市售购得。

[0062] 实施例1

[0063] 1) 将PAN(Alfa Aesar,平均分子量为 $M_w=150000$ )溶解于二甲基甲酰胺(DMF)溶液中配置成质量分数为 $10\text{wt}\%$ 的纺丝液,静电纺丝制备前驱体纤维(喷丝口直径为 $100\mu\text{m}$ ,纺丝电压为 $10\text{kV}$ ,接收器为石墨烯纸,注射器与接收器距离为 $10\text{cm}$ ,纺丝时间为 $6\text{min}$ )。

[0064] 2) 将纺丝得到的PAN纤维置于管式炉中,在常压、 $200\text{sccm}$ 氩气, $10\text{sccm}$ 氢气的气氛下以 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升到 $500^\circ\text{C}$ ,保温 $30\text{min}$ 后随炉降温取出。

[0065] 3) 将步骤2)得到的纤维安装在如图1所示的装置上,打开真空泵保持体系压强 $<10\text{Pa}$ ,在纤维两端施加 $150\text{V}$ 电压,启动两端转轮保持转速为 $0.5\text{cm/s}$ 。待纤维反应完全后,关闭电压源和滚轮驱动按钮,待样品冷却后取出目标纤维样品,即得石墨烯纤维。

[0066] 图3为实施例1焦耳热闪蒸前后纤维的拉曼光谱的对比图,从图3可知,经焦耳热闪蒸处理后的纤维中生长有石墨烯。图4为实施例1制备的石墨烯纤维的扫描电镜图,可观察到纤维截面致密;图5为实施例1制备的石墨烯纤维的电学测试结果(测试纤维的长度为

10cm,直径约为60 $\mu$ m),从图5可以看出所制备的石墨烯纤维具有优异的导电性。

[0067] 实施例2

[0068] 1) 将氧化石墨烯(GO)粉末(南京先丰纳米材料有限公司)分散在水溶液中超声1h得到均匀的分散液,湿法纺丝制备得到相应的GO纤维,其中喷丝口直径50 $\mu$ m,挤出速率为5mm/min,凝固浴为CaCl<sub>2</sub>的乙醇溶液,制备得到的GO纤维后续需要经过水洗和干燥等处理的步骤,即用去离子水洗涤3次后,在70℃的烘箱中真空干燥2h。

[0069] 2) 将步骤1)所得GO纤维安装在如图1所示的装置上。之后,打开真空泵,保持体系低压状态,通入100sccm氮气。10min后,依次打开电压和转动系统,保持电压220V,转动系统转速为1cm/s。待纤维反应完全后,关闭电压源和滚轮驱动按钮,待样品冷却后取出目标纤维样品,即得石墨烯纤维。

[0070] 图6为实施例2焦耳热闪蒸前后石墨烯纤维的拉曼光谱的对比图,从图6可知,经焦耳热闪蒸处理后的纤维中缺陷位点明显减少,石墨化程度显著提升。图7和图8分别为实施例2焦耳热闪蒸前后石墨烯纤维的元素含量对比图,可以看到焦耳热闪蒸后纤维中氧元素含量显著降低,说明该GO纤维得到有效还原。

[0071] 综上,本公开提供了一种新的制备石墨烯纤维的方法,可实现焦耳热闪蒸法制备石墨烯纤维。通过对纤维施加电压,利用焦耳热产生的高温促使纤维快速石墨化,有效避免了繁琐的模板刻蚀步骤,实现石墨烯纤维的快速制备,且通过收放丝组件还可实现纤维动态进出电场从而实现纤维批量化连续制备,大大降低了石墨烯纤维的生产成本。相较于制备石墨烯纤维的其他方法,采用本公开的方法制备石墨烯纤维步骤简单、可控性高,可实现石墨烯纤维快速、低成本、批量化制备,且制备得到的石墨烯纤维相较于现有方法具有更加优异的导电、导热性。所得石墨烯纤维的纤维截面致密,石墨化程度高,纤维电导率可达 $5.5 \times 10^5$ S/m,纤维产量可达30m/h,具有良好的应用前景。

[0072] 本领域技术人员应当注意的是,本公开所描述的实施方式仅仅是示范性的,可在本公开的范围内作出各种其他替换、改变和改进。因而,本公开不限于上述实施方式,而仅由权利要求限定。



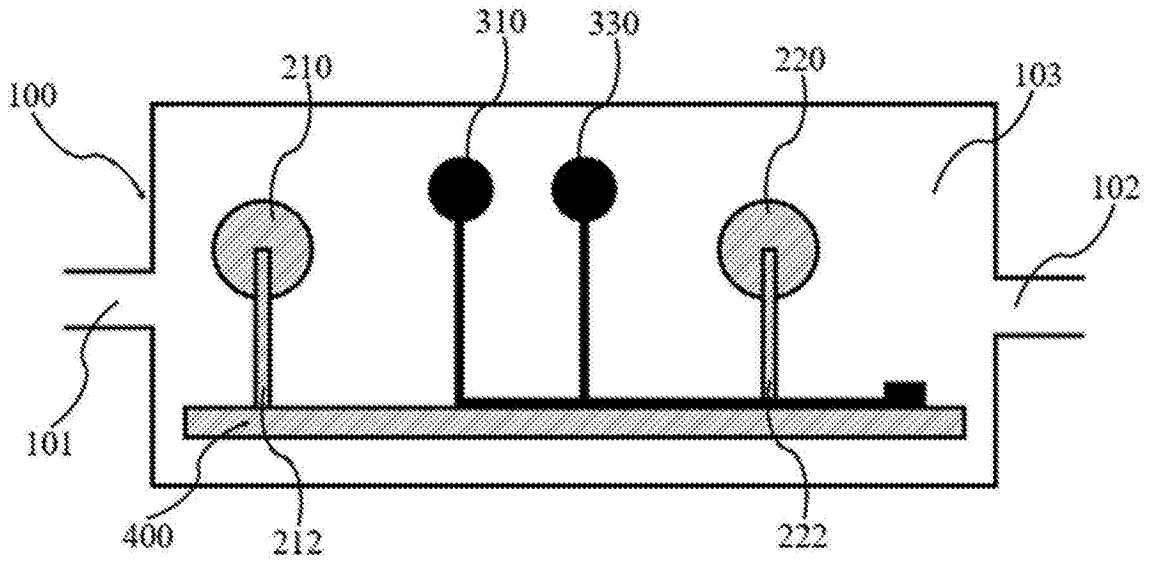


图1

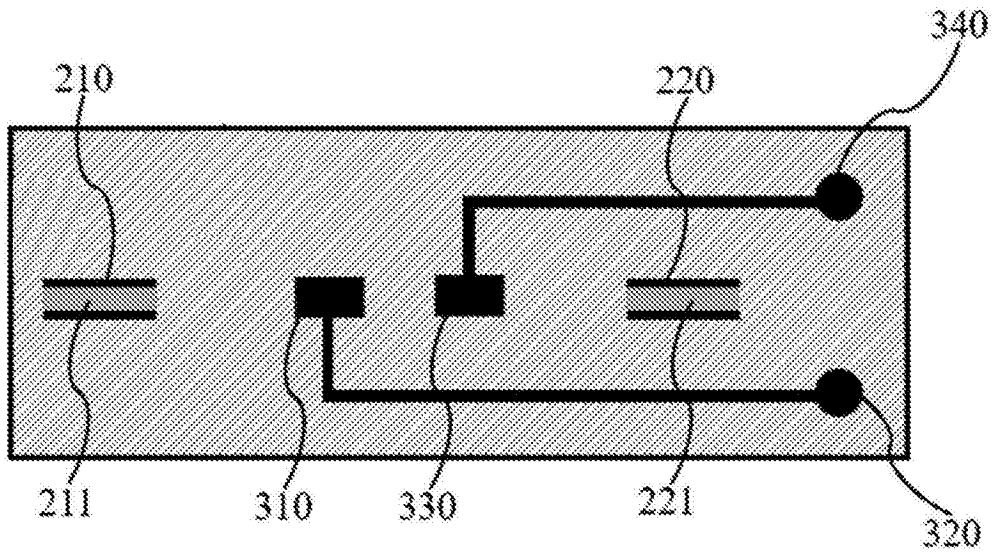


图2

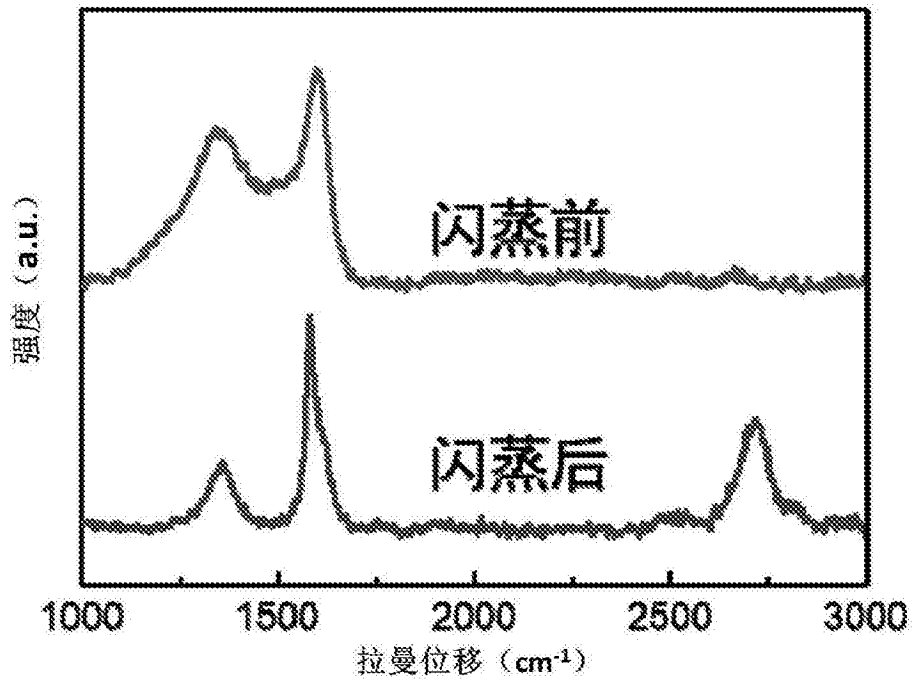


图3

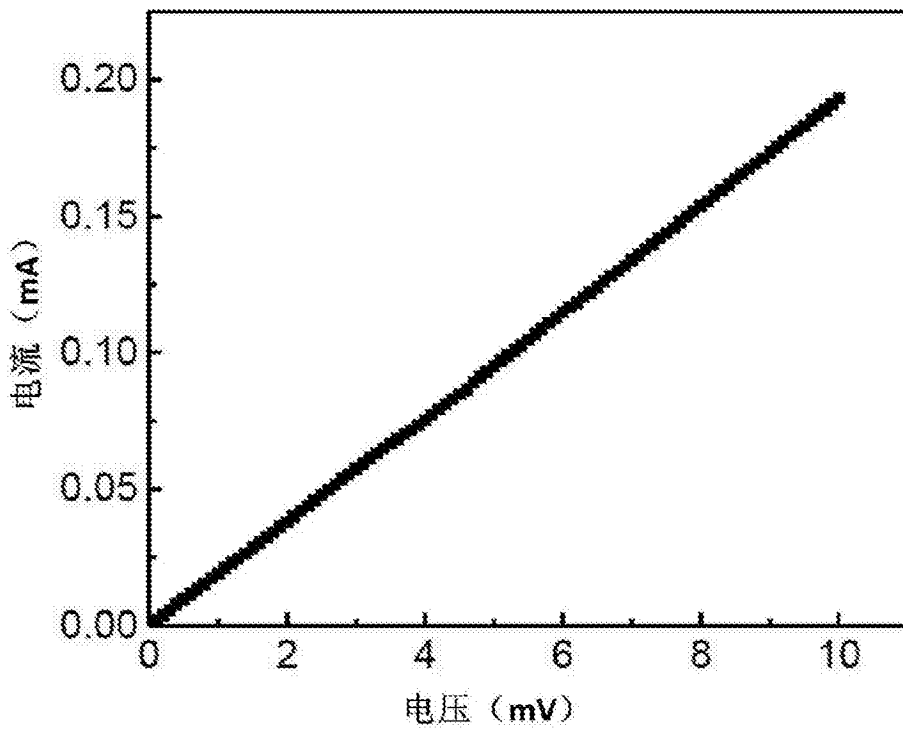


图4

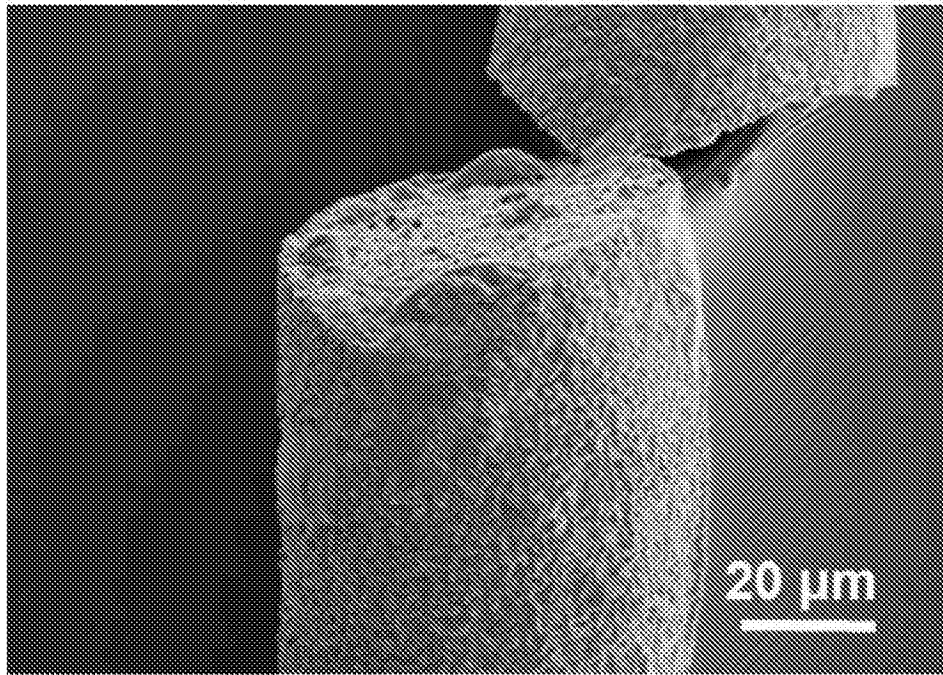


图5

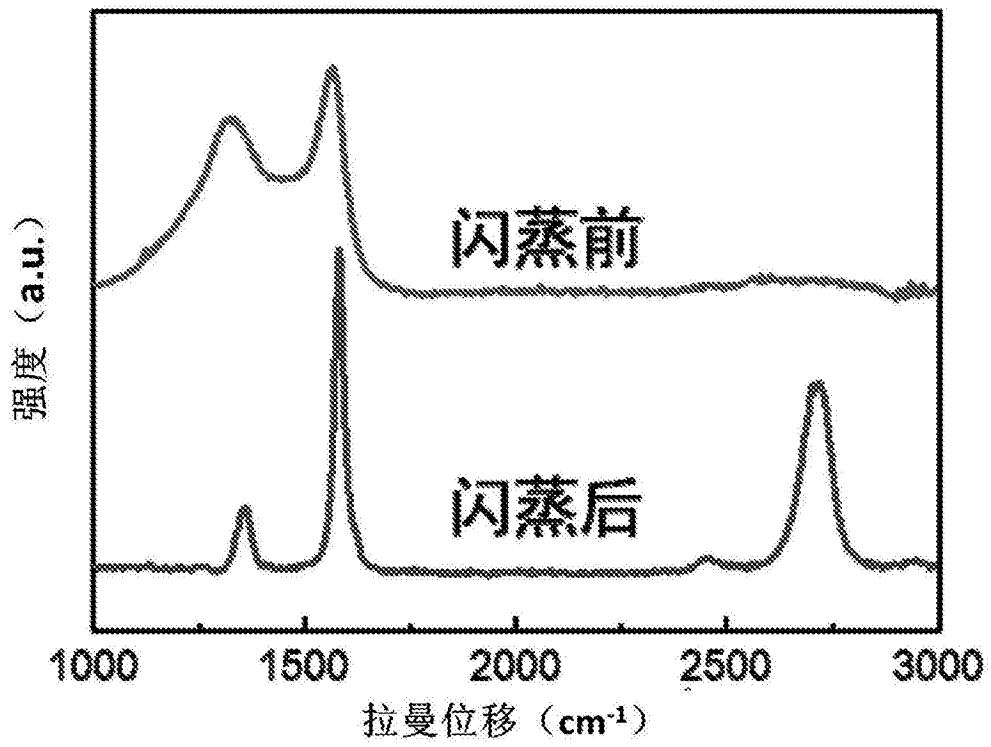


图6

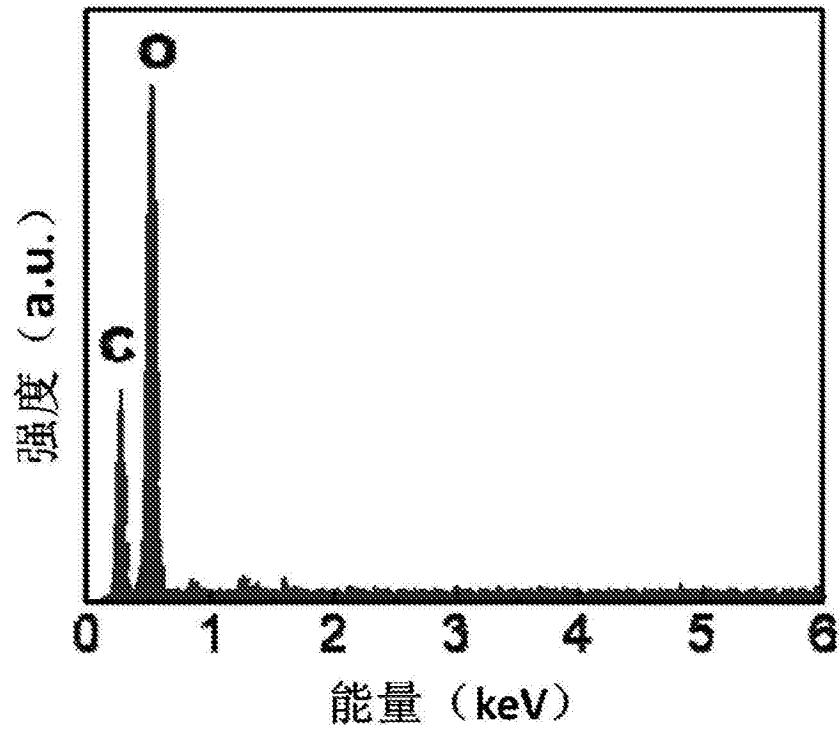


图7

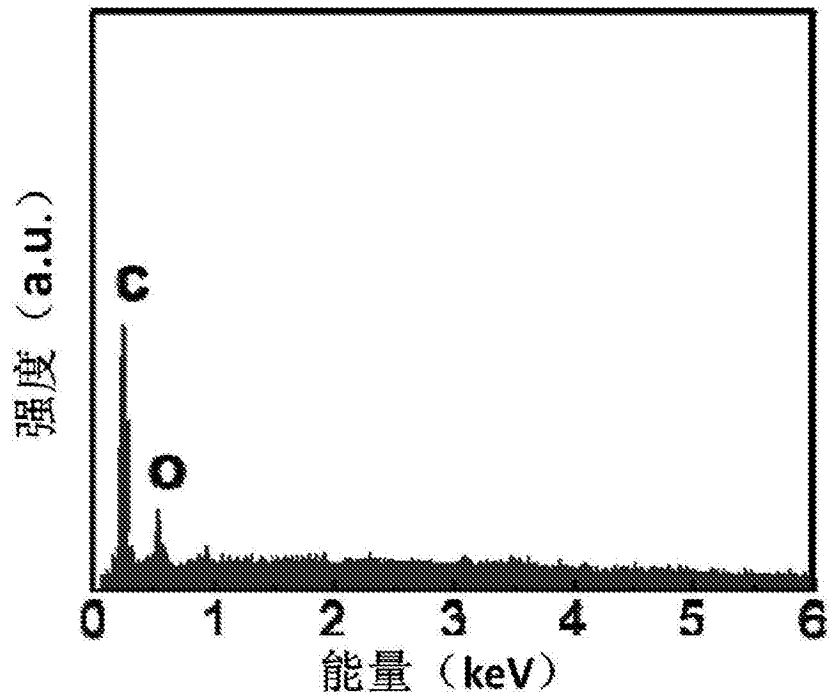


图8