



# (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107758746 B

(45)授权公告日 2019.11.15

(21)申请号 201711169336.0

(22)申请日 2017.11.22

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 107758746 A

(43)申请公布日 2018.03.06

(73)专利权人 中南大学

地址 410083 湖南省长沙市岳麓区麓山南路932号

(72)发明人 孙伟 纪效波 江锋 侯红帅

唐鸿鹄 李思杰 赵文青

(74)专利代理机构 长沙市融智专利事务所(普通合伙) 43114

代理人 魏娟

(51)Int.Cl.

C01G 39/06(2006.01)

(56)对比文件

CN 103011292 A,2013.04.03,全文.

CN 2484115 Y,2002.04.03,全文.

CN 103351651 A,2013.10.16,全文.

DE 2745423 A1,1979.04.12,全文.

CN 104973593 A,2015.10.14,全文.

CN 101379168 A,2009.03.04,全文.

KR 100812340 B1,2008.03.17,全文.

审查员 张聪

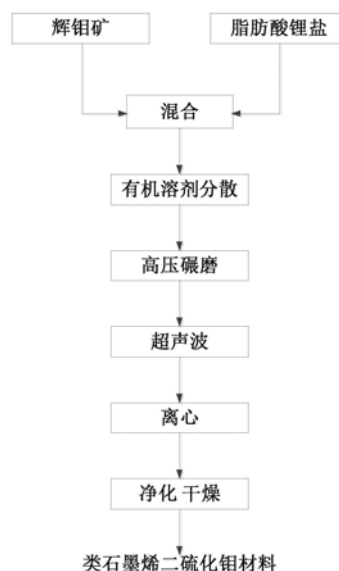
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54)发明名称

一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,将辉钼矿和脂肪酸锂盐按摩尔比1:1~5混合,随后添加至酮类有机溶剂中配成二硫化钼质量分数为5%~25%的混合浊液。将混合浊液给入碾磨机中碾磨12h~24h,碾磨产物转移至超声波破碎仪中处理,超声结束进行固液分离得到固体颗粒,干燥,即得类石墨烯二硫化钼材料。本发明在碾磨机上填充棒状介质,使得腔体内壁与棒状介质曲面边缘的法向具有巨大的挤压力,切向具有巨大的揉搓力。本发明采用物理法制备层状二硫化钼材料,具有连续作业、操作简单、产品性能稳定等特点,为类石墨烯二硫化钼在电池材料领域提供稳定可靠的制备方法。



1. 一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤一:

将辉钼矿和插层剂混合,加入有机溶剂,形成混合浊液,混合浊液中二硫化钼的质量分数为5%~25%;所述插层剂为脂肪酸锂盐;所述有机溶剂为酮类有机溶剂;所述混合浊液中二硫化钼和脂肪酸锂的摩尔比为1:1~5;混合浊液中二硫化钼的质量分数为10%~15%;

步骤二:

将混合浊液从进料口给入碾磨机4中,进行碾磨,碾磨 $\geq 12$ h后,从出料口获得物料,所述碾磨机中间带有轴承、筒套,筒套与轴承之间填充有棒状介质;棒状介质在碾磨机空腔中的填充率为80%~97%;

步骤三:

将碾磨后的物料采用超声破碎仪超声,超声的频率为40KHZ~100KHZ,超声结束进行固液分离得到固体颗粒,干燥,即得类石墨烯二硫化钼材料。

2. 根据权利要求1所述的一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,其特征在于,步骤一中,所述辉钼矿中,二硫化钼的含量 $\geq 90$ wt%;所述辉钼矿的粒径为 $1\mu\text{m}\sim 50\mu\text{m}$ 。

3. 根据权利要求1所述的一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,其特征在于,步骤二中,所述棒状介质为横切面直径为 $1\text{mm}\sim 5\text{mm}$ ,长径比 $\geq 20$ 的圆柱体;所述棒状介质曲面边缘间的平均法向间隙为 $20\mu\text{m}\sim 200\mu\text{m}$ 。

4. 根据权利要求1所述的一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,其特征在于,步骤二中,所述棒状介质的填充采用 $\geq 1$ 种直径的棒状介质进行填充,

步骤二中,所述进料口、出料口分别设置在筒套的两端,所述筒套的直径为R,筒套的长度为L,进料口与出料口距离 $\geq R$ 或L。

5. 根据权利要求4所述的一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,其特征在于,所述棒状介质的填充采用A、B、C,3种直径规格的棒状介质进行填充,A的直径>B的直径>C的直径,A、B、C的质量比为40%~85%:0%~50%:0%~40%所述A的直径为 $3\text{mm}\sim 5\text{mm}$ ,长径比 $\geq 20$ ,所述B的直径为 $2\text{mm}\sim 4\text{mm}$ ,长径比 $\geq 25$ ,所述C的直径为 $1\text{mm}\sim 2\text{mm}$ ,长径比 $\geq 50$ ;

所述进料口与出料口的距离 $\geq R$ ,并且 $\geq L$ ,同时所述进料口与出料口的距离 $\leq \sqrt{R^2 + L^2}$ 。

6. 根据权利要求1所述的一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,其特征在于,碾磨机内部腔体、棒状介质表面喷涂氧化锆或碳化钨涂层。

7. 根据权利要求1所述的一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,其特征在于,步骤二中,混合浊液从进料口给入碾磨机的速度为 $3.5\text{ml}/\text{min}\sim 7\text{ml}/\text{min}$ ,碾磨时间为 $12\text{h}\sim 24\text{h}$ 。

8. 根据权利要求1所述的一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,其特征在于,步骤二中,所述碾磨时,轴承的转动速率为 $100\text{rpm}\sim 1000\text{rpm}$ ,筒套的转动速率为 $60\text{rpm}\sim 600\text{rpm}$ 。

9. 根据权利要求1所述的一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,其特征在于,步骤三中,所得类石墨烯二硫化钼材料的比表面积为 $50\text{m}^2/\text{g}\sim 250\text{m}^2/\text{g}$ ,平均层数为1.3层~6.4层,平均厚度为 $0.85\text{nm}\sim 4.16\text{nm}$ 。

## 一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于二维纳米材料制备领域,涉及一种制备类石墨烯二硫化钼材料的方法。

### 背景技术

[0002] 随着2004年对石墨烯的发现,探寻其他新型二维材料的研究成为了近十年研究的热点。二硫化钼作为过渡金属硫化物,是一种类石墨烯性质的二维材料。块体二硫化钼是一种间接带隙半导体,其带隙为1.2eV,随着二硫化钼层数的减少,尤其当减到单层的时候,二硫化钼变成了直接带隙半导体,且其带隙增加到1.8eV。正因如此,二硫化钼将是一种在电学、光学、半导体领域具有十分重要应用前景的二维纳米材料。

[0003] 目前,二硫化钼薄膜的制备方法,主要有“自上而下”和“自下而上”两种。“自下而上”法通常为化学气相沉积(CVD)法,主要是利用不同的钼源和硫源在不同的反应条件下在衬底上沉积类石墨烯二硫化钼进行反应,通过气相沉积获得大面积的二硫化钼薄膜。虽然“自下而上”法能获得大尺寸的二硫化钼薄膜,但是光学和电学性质不及“自上而下”法制备出来的样品,同时存在反应温度高、条件苛刻、反应速率低、制备时间长、反应后的尾气对环境有污染等缺点。“自上而下”法包括微机械力剥离法、锂离子插层法、液相超声剥离法、激光法等。微机械力剥离法这种方法制备的二硫化钼样品缺陷很少、晶体结构完美,因此具有非常好的光电学性质,但这种方法制备的二硫化钼样品尺寸很小、产量低以及重复性较差。锂离子插层法与微机械力剥离法相比,剥离的效率高、尺寸大、范围广,但操作复杂、费时费力、成本高。液相超声法是一种非常新的方法,具有操作简单,可实现批量生产等优点,但是剥离率较低。激光法制备出来的二硫化钼形状非常规则,且光电性质和直接用微机械力方法剥离下来的二硫化钼相当,但该法对入料厚度有严格要求( $<20$ 层),且只能制备单层二硫化钼。

### 发明内容

[0004] 针对现有技术的不足,本发明旨在提供一种能连续、高效制备性质稳定的少层类石墨烯二硫化钼材料的方法。

[0005] 为实现上述目的,本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,包括以下步骤:

[0006] 步骤一:

[0007] 将辉钼矿和插层剂混合,加入有机溶剂,形成混合浊液,混合浊液中二硫化钼的质量分数为5%~25%;

[0008] 步骤二:

[0009] 将混合浊液从进料口给入碾磨机中,进行碾磨,碾磨 $\geq 12$ h后,从出料口获得物料,所述碾磨机中间带有轴承、筒套,筒套与轴承之间填充有棒状介质;棒状介质在碾磨机空腔中的填充率为80%~97%;

[0010] 步骤三:

[0011] 将碾磨后的物料采用超声破碎仪超声,超声的频率为40KHZ~100KHZ,超声结束进行固液分离得到固体颗粒,干燥,即得类石墨烯二硫化钼材料。

[0012] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤一中,所述辉钼矿中,二硫化钼的含量 $\geq 90\text{wt}\%$ 。

[0013] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤一中,所述插层剂为脂肪酸锂盐。作为进一步的优选,所述脂肪酸锂盐为硬脂酸锂、12-羟基硬脂酸锂、月桂酸锂等中的至少一种。作为更进一步的优选,所述混合浊液中二硫化钼和脂肪酸锂的摩尔比为1:1~5。

[0014] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤一中,所述辉钼矿的粒径为 $1\mu\text{m}\sim 50\mu\text{m}$ 。

[0015] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤一中,所述有机溶剂为酮类有机溶剂。作为进一步的优选,所述有机溶剂为丙酮、甲基丁酮、甲基异丁酮中的至少一种。

[0016] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤一中,混合浊液中二硫化钼的质量分数为 $10\%\sim 15\%$ 。

[0017] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤二中,碾磨的时间为12h~14h。

[0018] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤二中,混合浊液从进料口给入碾磨机的速度为 $3.5\text{ml}/\text{min}\sim 7\text{ml}/\text{min}$ 。碾磨时,混合浊液通过挤压设备以一定的挤压力从进料口进入,从出料口排出,以实现进料的连续性。

[0019] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,所述进料口、出料口分别设置在筒套的两端,所述筒套的直径为R,筒套的长度为L,进料口与出料口距离 $\geq R$ 或L。优选地,所述进料口与出料口的距离 $\geq R$ ,并且 $\geq L$ ,同时所述进料口与出料口的距离 $\leq \sqrt{R^2 + L^2}$ 。

[0020] 本发明的进料,在实际应用过程中,根据生产的需要即可以采用连续进料的方式,也可以采用分批进料的方式。

[0021] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤二中,所述棒状介质为横切面直径为 $1\text{mm}\sim 5\text{mm}$ ,长径比 $\geq 20$ 的圆柱体。

[0022] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,所述棒状介质曲面边缘间的平均法向间隙为 $20\mu\text{m}\sim 200\mu\text{m}$ 。

[0023] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,所述棒状介质的填充采用 $\geq 1$ 种直径的棒状介质进行填充。作为进一步的优选,所述棒状介质的填充采用A、B、C3种直径规格的棒状介质进行填充,A的直径 $> B$ 的直径 $> C$ 的直径,A、B、C的质量比为 $40\%\sim 85\%:0\%\sim 50\%:0\%\sim 40\%$ ,所述A的直径为 $3\text{mm}\sim 5\text{mm}$ ,长径比 $\geq 20$ ,所述B的直径为 $2\text{mm}\sim 4\text{mm}$ ,长径比 $\geq 25$ ,所述C的直径为 $1\text{mm}\sim 2\text{mm}$ ,长径比 $\geq 50$ 。

[0024] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,碾磨机内部腔体、棒状介质表面喷涂氧化锆或碳化钨涂层。

[0025] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤二中,所述碾磨时,轴承转动的速率为 $100\text{rpm}\sim 1000\text{rpm}$ 。

[0026] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤二中,所述碾磨时,筒套转动的速率为 $60\text{rpm}\sim 600\text{rpm}$ 。

[0027] 本发明中,在碾磨时,根据转动部件,将本发明的实施方式定义为三种,第一种为

轴承转动,筒套固定;第二种为轴承转动、筒套逆轴承方向转动,第三种为轴承固定,筒套转动。

[0028] 在碾磨运行时通过中间轴承转动带动腔体内的棒状介质,且腔体内壁与棒状介质、棒状介质之间产生强大的挤压、揉搓力,即在腔体内壁与棒状介质曲面边缘的法向具有巨大的挤压力,切向具有巨大的揉搓力。

[0029] 本发明中,碾磨的时间,是指步骤二中的混合浊液中单个颗粒,从进料到出料的时间。

[0030] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤三中,所述超声的时间为10min~30min。

[0031] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤三中,所述固液分离采用离心分离方式,先在转速为1000r/min~3000r/min的条件下离心10min~60min,离心后的悬浮液再在12000r/min~15000r/min的转速下离心30min~90min,获得固体颗粒。

[0032] 本发明一种类石墨烯二硫化钼材料的制备方法,步骤三中,所得类石墨烯二硫化钼材料的比表面积为 $50\text{m}^2/\text{g}\sim 250\text{m}^2/\text{g}$ ,平均层数为1.3层~6.4层,平均厚度为0.85nm~4.16nm。在优选的方案中,所得类石墨烯二硫化钼材料的比表面积为 $80\text{m}^2/\text{g}\sim 250\text{m}^2/\text{g}$ ,平均层数为1.3层~4层,平均厚度为0.85nm~2.6nm。在进一步优选的方案中,所得类石墨烯二硫化钼材料的比表面积为 $100\text{m}^2/\text{g}\sim 250\text{m}^2/\text{g}$ ,平均层数为1.3层~3.2层,平均厚度为0.85nm~2.1nm。

[0033] 本发明的有益效果:

[0034] 本发明添加脂肪酸锂盐与辉钼矿混合碾磨,使锂离子在碾磨过程中插入二硫化钼层间,起到锂插层的作用,使得大幅降低了二硫化钼机械剥离的难度。

[0035] 本发明采用棒状介质对碾磨机的内腔进行填充,棒状介质间的平均间隙为 $20\mu\text{m}\sim 200\mu\text{m}$ ,填充率达到80%~97%,当碾磨机运行时,轴承的转动带动腔体内的棒状介质,使腔体内壁与棒状介质、棒状介质之间产生强大的挤压、揉搓力,即在腔体内壁与棒状介质曲面边缘的法向具有巨大的挤压力,切向具有巨大的揉搓力。另外可以对筒套施加逆向于轴承转动的力,加大棒状介质之间的挤压力更大,更均衡。

[0036] 采用此棒状介质填充的碾磨机进行碾磨,使揉搓力成为主要粉碎力,有利于获得较大面积的少层二硫化钼材料。

[0037] 碾磨机采用前端进料,后端出料,可实现连续、稳定作业。

[0038] 本发明的制备方法简单,高效、可连续、稳定的作业,所制备的二硫化钼材料性能稳定,少层,比表面积大。

[0039] 下面结合附图和具体实施方式对本发明作进一步说明,而非限制本发明。

## 附图说明

[0040] 图1为本发明流程图;

[0041] 图2为本发明高压碾磨机的侧剖面示意图;

[0042] 图3为本发明实施例1、实施例4、实施例6的实施方式的正剖面示意图;采用3种不等直径的棒状介质对碾磨机进行填充,填充率为85%~97%,轴承转动,筒套逆轴承方向转动。

[0043] 图4为本发明实施例2、实施例5的实施方式的正剖面示意图;采用等直径的棒状介质对对碾磨机进行填充,填充率为80~85%,轴承转动,筒套逆轴承方向转动。

[0044] 图5为本发明实施例3的实施方式的正剖面示意图;采用等直径的棒状介质对对碾磨机进行填充,填充率为80~85%,轴承转动,筒套固定。

### 具体实施方式

[0045] 以下结合实施例子再进一步说明本发明,而非限制本发明。

#### [0046] 实施例1

[0047] 将辉钼矿和硬脂酸锂按摩尔比为1:1的比例混合,随后添加至丙酮中配成二硫化钼质量分数为10%的悬浮液。将悬浮液以5ml/s的速度,从进料口给入自制高压碾磨机,出料口收集碾磨产物,碾磨机中采用A、B、C三种直径的棒状介质进行填充,填充率达95%,A的直径为4mm,长径比为25,B的直径为2mm,长径比为50,C的直径为1mm,长径比为100,A、B、C的质量比为50%:30%:20%;碾磨时轴承转动,筒套逆轴承转动方向转动,轴承转动的速率为500rpm,筒套转动的速率为300rpm(图3),碾磨18h后,碾磨产物转移至超声波破碎仪中处理20min,随后先在转速为2000r/min的条件下离心20min,离心后的悬浮液再在转速为13000r/min的条件下离心60min,离心结束后收集固体颗粒,在60℃下真空干燥24h,即得到类石墨烯二硫化钼材料。检测结果显示所制备的类石墨烯二硫化钼材料的产率为52.76%,比表面积为106m<sup>2</sup>/g,推算该二硫化钼材料平均厚度为2nm、平均层数为3层。

#### [0048] 实施例2

[0049] 将辉钼矿和12-羟基硬脂酸锂按摩尔比为1:2的比例混合,随后添加至甲基丁酮中配成二硫化钼质量分数为10%的悬浮液。将悬浮液以3.5ml/s的速度,从进料口给入自制高压碾磨机,出料口收集碾磨产物,碾磨机中采用直径为3mm,长径比为33的棒状介质进行填充,填充率达85%,碾磨时轴承转动,筒套逆轴承转动方向转动,轴承转动的速率为500rpm,筒套转动的速率为300rpm(图4),碾磨20h后,碾磨产物转移至超声波破碎仪中处理25min,随后先在转速为2000r/min的条件下离心30min,离心后的悬浮液再在转速为13000r/min的条件下离心80min,离心结束后收集固体颗粒,在60℃下真空干燥36h,即得到类石墨烯二硫化钼材料。检测结果显示所制备的类石墨烯二硫化钼材料的产率为47.71%,比表面积为80m<sup>2</sup>/g,推算该二硫化钼材料平均厚度为2.58nm、平均层数为4层。

#### [0050] 实施例3

[0051] 将辉钼矿和月桂酸锂按摩尔比为1:3的比例混合,随后添加至甲基异丁酮中配成二硫化钼质量分数为10%的悬浮液。将悬浮液以3.5ml/s的速度,从进料口给入自制高压碾磨机,出料口收集碾磨产物,碾磨机中采用直径为3mm长径比为33,的棒状介质进行填充,填充率达85%,碾磨时轴承转动,筒套逆轴承转动方向转动,轴承转动的速率为500rpm,筒套转动的速率为300rpm(图5),碾磨24h后,碾磨产物转移至超声波破碎仪中处理30min,随后先在转速为3000r/min的条件下离心20min,离心后的悬浮液再在转速为14000r/min的条件下离心50min,离心结束后收集固体颗粒,在60℃下真空干燥48h,即得到类石墨烯二硫化钼材料。检测结果显示所制备的类石墨烯二硫化钼材料的产率为45.19%,比表面积为64m<sup>2</sup>/g,推算该二硫化钼材料平均厚度为3.23nm、平均层数为5层。

#### [0052] 实施例4

[0053] 将辉钼矿和硬脂酸锂按摩尔比为1:5的比例混合,随后添加至丙酮中配成二硫化钼质量分数为10%的悬浮液。将悬浮液以3.5ml/s的速度,从进料口给入自制高压碾磨机,出料口收集碾磨产物,碾磨机中采用A、B、C三种直径的棒状介质进行填充,填充率达97%,A的直径为3mm,长径比为33,B的直径为2mm,长径比为50,C的直径为1mm,长径比为100,A、B、C的质量为40%:20%:40%;碾磨时轴承转动,筒套逆轴承转动方向转动,轴承转动的速率为1000rpm,筒套转动的速率为600rpm(图3),碾磨24h后,碾磨产物转移至超声波破碎仪中处理30min,随后先在转速为3000r/min的条件下离心30min,离心后的悬浮液再在转速为15000r/min的条件下离心90min,离心结束后收集固体颗粒,在60℃下真空干燥48h,即得到类石墨烯二硫化钼材料。检测结果显示所制备的类石墨烯二硫化钼材料的产率为54.64%,比表面积为228m<sup>2</sup>/g,推算该二硫化钼材料平均厚度为0.9nm、平均层数为1~2层。

#### [0054] 实施例5

[0055] 将辉钼矿和硬脂酸锂按摩尔比为1:5的比例混合,随后添加至丙酮中配成二硫化钼质量分数为13%的悬浮液。将悬浮液以5ml/s的速度,从进料口给入自制高压碾磨机,出料口收集碾磨产物,碾磨机中采用直径为4mm,长径比为25的棒状介质进行填充,填充率达82%,碾磨时轴承转动,筒套逆轴承转动方向转动,轴承转动的速率为100rpm,筒套转动的速率为60rpm(图4),碾磨12h后,碾磨产物转移至超声波破碎仪中处理20min,随后先在转速为2000r/min的条件下离心20min,离心后的悬浮液再在转速为13000r/min的条件下离心60min,离心结束后收集固体颗粒,在60℃下真空干燥36h,即得到类石墨烯二硫化钼材料。检测结果显示所制备的类石墨烯二硫化钼材料的产率为40.39%,比表面积为75m<sup>2</sup>/g,推算该二硫化钼材料平均厚度为2.75nm、平均层数为4~5层。

#### [0056] 实施例6

[0057] 将辉钼矿和12-羟基硬脂酸锂按摩尔比为1:3的比例混合,随后添加至丙酮中配成二硫化钼质量分数为15%的悬浮液。将悬浮液以7ml/s的速度,从进料口给入自制高压碾磨机,出料口收集碾磨产物,碾磨机中采用A、B、C三种直径的棒状介质进行填充,填充率达85%,A的直径为5mm,长径比为20,B的直径为4mm,长径比为25,C的直径为2mm,长径比为50,A、B、C的质量比为50%:20%:30%;碾磨时轴承转动,筒套逆轴承转动方向转动,轴承转动的速率为100rpm,筒套转动的速率为60rpm(图3),碾磨12h后,碾磨产物转移至超声波破碎仪中处理10min,随后先在转速为1000r/min的条件下离心10min,离心后的悬浮液再在转速为12000r/min的条件下离心30min,离心结束后收集固体颗粒,在60℃下真空干燥36h,即得到类石墨烯二硫化钼材料。检测结果显示所制备的类石墨烯二硫化钼材料的产率为42.91%,比表面积为76m<sup>2</sup>/g,推算该二硫化钼材料平均厚度为2.72nm、平均层数为4~5层。

#### [0058] 对比例1

[0059] 对实施例1中制备过程,其它操作参数按实施例1步骤,仅不添加插层剂硬脂酸锂。最终得到的二硫化钼材料的产率为22.76%,比表面积为12m<sup>2</sup>/g,推算该二硫化钼材料平均厚度为17.22nm、平均层数为26层。

#### [0060] 对比例2

[0061] 对实施例1中制备过程,其它操作按实施例1步骤,仅改变棒状介质填充率为75%。最终得到的二硫化钼材料的产率为30.44%,比表面积为21m<sup>2</sup>/g,推算该二硫化钼材料平均厚度为9.84nm、平均层数为15层。

[0062] 对比例3

[0063] 对实施例1中制备过程,其它操作按实施例1步骤,仅将有机溶剂丙酮改为乙醇。最终得到的二硫化钼材料的产率为17.59%,比表面积为 $15\text{m}^2/\text{g}$ ,推算该二硫化钼材料平均厚度为13.78nm、平均层数为21层。

[0064] 对比例4

[0065] 对实施例2中制备过程,其它操作按实施例2步骤,仅将棒状介质A的直径改为10mm、棒状介质B的直径改为7mm、棒状介质C的直径改为5mm。最终得到的二硫化钼材料的产率为28.45%,比表面积为 $32\text{m}^2/\text{g}$ ,推算该二硫化钼材料平均厚度为6.5nm、平均层数为10层。

[0066] 对比例5

[0067] 对实施例6中制备过程,其它操作按实施例6步骤,仅不添加插层剂12-羟基硬脂酸锂。最终得到的二硫化钼材料的产率为16.25%,比表面积为 $9.5\text{m}^2/\text{g}$ ,推算该二硫化钼材料平均厚度为21.75nm、平均层数为33层。

[0068] 对比例6

[0069] 对实施例3中制备过程,其它操作按实施例3步骤,仅不添加插层剂月桂酸锂。最终得到的二硫化钼材料的产率为14.88%,比表面积为 $8.7\text{m}^2/\text{g}$ ,推算该二硫化钼材料平均厚度为23.76nm、平均层数为36层。

[0070] 所属领域的普通技术人员应当理解:以上所述仅为本发明的具体实施例而已,并不用于限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所做的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。



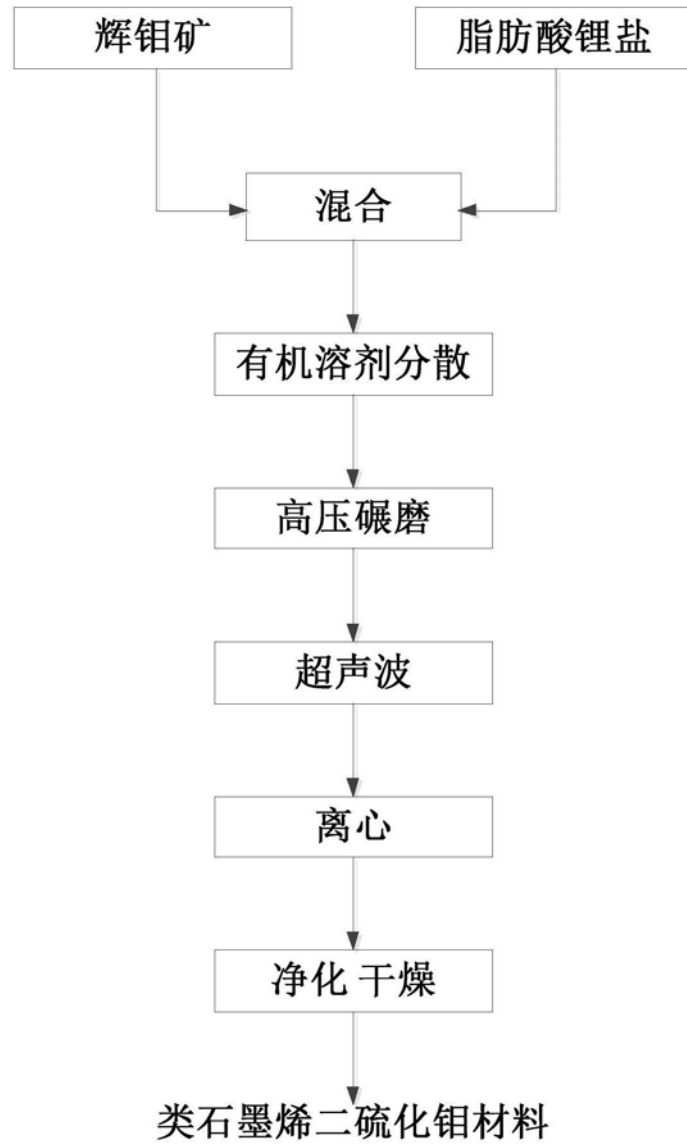


图1

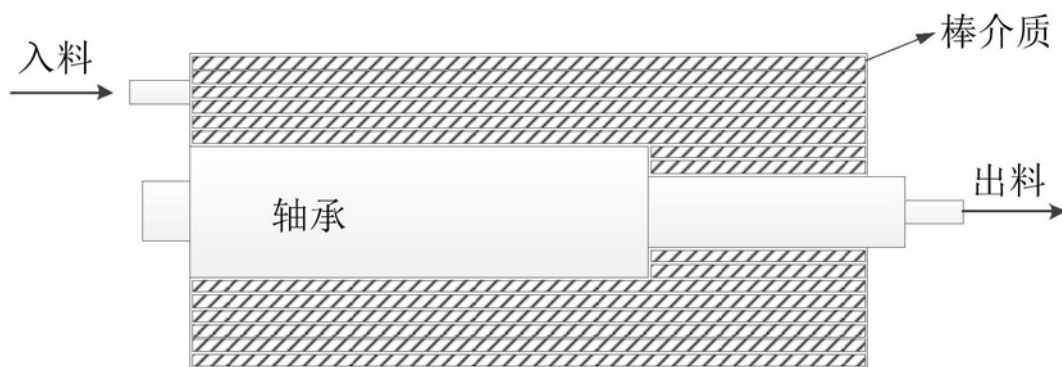


图2

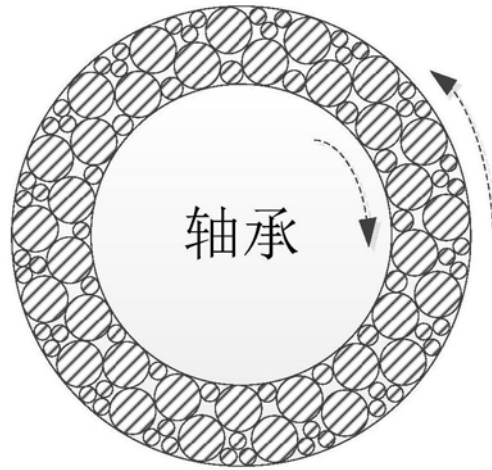
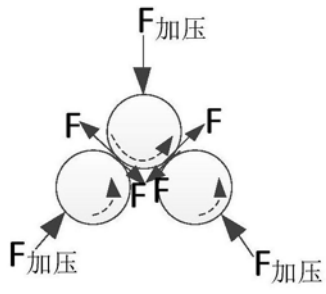


图3

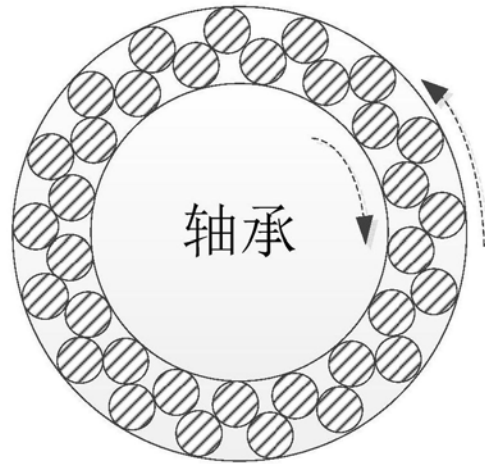
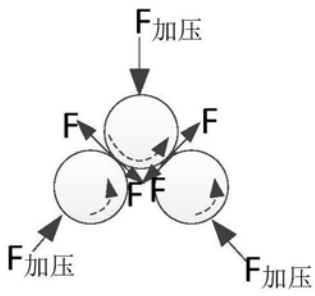


图4

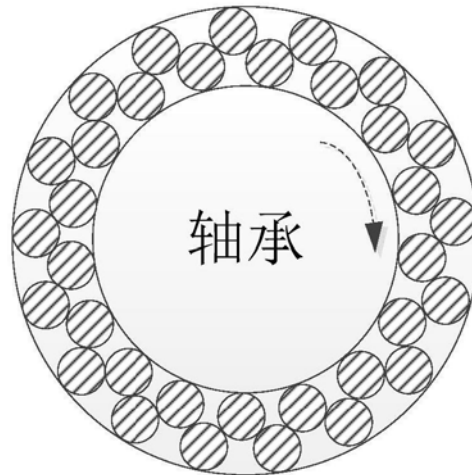
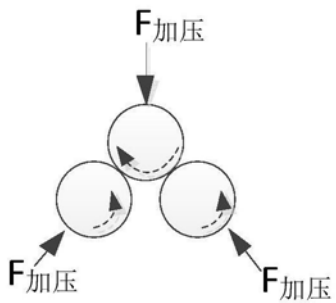


图5