

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 671 498**

51 Int. Cl.:

C01B 32/192 (2007.01)

C01B 32/23 (2007.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.03.2015** E 15382123 (6)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.02.2018** EP 3070053

54 Título: **Método para obtener óxido de grafeno**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.06.2018

73 Titular/es:

GRAPHENEA, S.A. (100.0%)
Tolosa Hiribidea, 76
20018 Donostia - San Sebastián (Gipuzkoa), ES

72 Inventor/es:

ZURUTUZA ELORZA, AMAIA y
ALONSO RODRÍGUEZ, BEATRIZ

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 671 498 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para obtener óxido de grafeno

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a nanoestructuras de carbono y también a la fabricación o el tratamiento de nanoestructuras. Particularmente, la presente invención se refiere a métodos para obtener monocapas de óxido de grafeno.

10

Estado de la técnica

El grafeno se puede sintetizar en diferentes formas según el método de fabricación y la aplicación requerida. Las escamas de grafeno se pueden obtener a partir de grafito de la misma manera que se aisló por primera vez y se determinaron sus propiedades en 2004. La denominada técnica de exfoliación micromecánica representa la formación de escamas individuales y aisladas de grafeno monocapa monocristalino sobre un sustrato como silicio o más específicamente silicio con una fina capa de óxido de silicio sobre él para permitir la visualización de las escamas individuales usando un microscopio óptico convencional. Se ha demostrado que estas escamas individuales y aisladas de grafeno tienen una movilidad portadora de carga extremadamente alta, alta conductividad térmica, excelentes propiedades mecánicas, alta transparencia, flexibilidad, etc. Sin embargo, el principal problema con este método de fabricación es que produce un puñado de escamas que podrían ser adecuados para investigación básica pero no para aplicaciones industriales.

15

20

25

30

35

La expansión del grafito se conoce desde hace varios años y la primera patente relacionada con este material data de 1913, la patente US1137373. Sin embargo, no fue hasta finales de la década de 1960 cuando comenzó a publicarse un número más considerable de patentes relacionadas con el grafito expandido, las patentes US3323869, GB1186727 y US4915925. El grafito expandido normalmente se produce utilizando ácidos y agentes oxidantes como materiales intercalares seguido de un proceso de expansión a altas temperaturas (alrededor de 1000 °C) durante cortos períodos de tiempo. Sin embargo, estos procesos producen material de grafito ligeramente más delgado, pero no escamas de grafeno monocapa. Más recientemente, en el documento US 7550529, se produjeron nanoplaquetas de grafito mediante la expansión de grafito natural. En esta patente, el grafito se expande primero intercalando un ácido (ácido sulfúrico) y un agente oxidante (ácido nítrico) seguido de una etapa de expansión usando un tratamiento de microondas o de radiofrecuencia (RF). Este método produjo grafito ligeramente más delgado con dimensiones de escamas laterales considerablemente más bajas que el material de grafito de partida. Sin embargo, no hubo evidencia de la producción de escamas de grafeno monocapa. Además, no se proporcionaron pruebas sobre la funcionalización química del grafito para obtener escamas de óxido de grafeno covalentemente funcionalizadas.

40

45

En la patente US 8114375, el óxido de grafito intercalado se sometió a dos tratamientos térmicos diferentes con el fin de obtener el material expandido. El grafito de partida se intercala con un ácido y un oxidante antes de los tratamientos térmicos. El primer tratamiento térmico se realiza a 600 °C mientras que el segundo se realiza a alrededor de 1000 °C. Como consecuencia, el material final tiene un contenido de oxígeno de aproximadamente el 5 % en peso. Además, no se proporciona evidencia del espesor final del material y se puede suponer que utilizando este método se produce un material similar al grafito relativamente grueso.

50

En la patente US 7658901, se produce óxido de grafito exfoliado térmicamente en el que se demuestra que el material de grafito de partida se ha sometido a una cierta funcionalización química, especialmente antes del tratamiento a alta temperatura. Esta patente se refiere a la producción de óxido de grafito exfoliado térmicamente en el que el grafito se intercala con un ácido y un oxidante seguido de un tratamiento térmico a altas temperaturas de hasta 2000 °C. Sin embargo, después del tratamiento térmico la mayor parte de la funcionalización desaparece, casi todos los grupos que contienen oxígeno se eliminan debido al tratamiento a altas temperaturas, que además es muy costoso en términos de energía térmica.

55

60

En otra patente más, el grafito US 8524067 se intercalaba con ácidos carboxílicos (ácidos fórmico o acético) seguido de una reacción electroquímica, tratamiento térmico y cizallamiento mecánico. El proceso podría repetirse varias veces hasta que el espesor de las escamas fuera < 30nm. No se proporcionaron pruebas claras acerca de la cantidad y el rendimiento de las escamas en monocapa que podrían obtenerse utilizando este proceso. Además, debido a las muchas etapas de procesamiento, este método podría considerarse bastante ineficiente. No se logró la funcionalización covalente de las escamas de grafito.

65

De forma similar, en el documento US 8747623 el grafito se intercalaba con un ácido y un agente oxidante e inmediatamente se trató con irradiación de microondas. Una vez más, no se proporcionaron pruebas claras sobre la cantidad y el rendimiento de las escamas en monocapa que podrían obtenerse utilizando este proceso. El contenido de oxígeno de las escamas estaba por debajo del 5 % en peso.

En la solicitud de patente WO 2010/042912, se explica la preparación de óxido de grafito. El grafito se oxida en

ácido sulfúrico concentrado, nitrato de sodio y permanganato de potasio. Una vez que se completa la reacción, la mezcla se purifica para obtener el material de óxido de grafito. Dado que este documento no menciona ningún espesor para las escamas producidas y no se describe ninguna etapa de exfoliación, se puede suponer que utilizando este método no se pueden producir escamas en monocapa de óxido de grafito.

5 Hay otros informes relacionados con la producción de óxido de grafito que datan de 1898, en el que Staudenmaier publicó un método para producir óxido de grafito a partir de ácido nítrico, ácido sulfúrico y clorato de potasio. Sin embargo, tenía claras desventajas, tales como tiempos de reacción largos (1 semana) y el uso de reactivos explosivos. Además, no se aislaron escamas en monocapa utilizando este método, solo se obtuvieron escamas gruesas de óxido de grafito.

10 En 1958, Hummers y Offeman informaron de un método para sintetizar óxido de grafito usando ácido sulfúrico concentrado, nitrato de sodio y permanganato de potasio. Añadieron nitrato de sodio en lugar de ácido nítrico para evitar el uso de un ácido muy corrosivo. De nuevo, no se aislaron y caracterizaron escamas en monocapa de óxido de grafito usando este método, solo se lograron escamas gruesas de óxido de grafito.

15 En la patente US 6596396 se presenta un proceso de fabricación basado en un método modificado de Hummers para sintetizar partículas delgadas de óxido de grafito. El método descrito usa ácido sulfúrico concentrado, nitrato de sodio y permanganato de potasio para producir óxido de grafito. La reacción al producto de óxido de grafito requiere más de cinco días y, por lo tanto, no es un proceso muy rentable. Además, estos 5 días no incluyen el proceso de purificación. De nuevo, el nitrato de sodio se considera un componente crucial para obtener el óxido de grafito.

20 El proceso de purificación también es extremadamente largo en la patente US 6596396, en la que las dispersiones de óxido de grafito se dejan sedimentar varias veces durante más de un día, extendiendo considerablemente el tiempo del proceso de purificación. Además, en el procedimiento de limpieza se utilizan mezclas que contienen ácido y peróxido de oxígeno, lo que hace que el proceso no sea respetuoso con el medio ambiente.

25 Más recientemente, Marcano et al. (ACS Nano 2010, 4 (8) 4806-4814) describió un nuevo método para la síntesis de óxido de grafito basado en un método de Hummers modificado. En este artículo, el nitrato de sodio se reemplaza por ácido fosfórico y se duplica la cantidad de permanganato de potasio.

30 El documento US 2013/045156 A1 describe un método para formar grafito usando óxido de grafito con un método de Hummers modificado. El óxido de grafito se obtiene utilizando grafito y ácido sulfúrico y permanganato de potasio como oxidante.

35 Otros métodos de fabricación que utilizan grafito como material de partida se basan en la denominada técnica de exfoliación en fase líquida. En este caso, no existe una etapa previa de oxidación del grafito y la exfoliación de las escamas generalmente se obtiene a través de ondas ultrasónicas. La exfoliación de grafito se lleva a cabo en medios líquidos, ya sea en tensioactivos que contienen agua o en solventes termodinámicamente favorables para el grafito.

40 En el documento US 7824651, el grafito se dispersa en un medio líquido que contiene un agente tensioactivo o dispersante y se somete a ultrasonidos. Se afirma que el espesor de las escamas después del proceso de exfoliación es inferior a 100 nm, sin embargo, no se proporciona evidencia sobre la eficiencia y el espesor real de las escamas producidas. No se lleva a cabo ninguna etapa de oxidación y, por tanto, no hay funcionalización covalente de las escamas de grafito.

45 El documento WO 2014/140324 A1 describe un proceso para exfoliar material tridimensional no tratado para producir un material bidimensional usando un mezclador de alto cizallamiento.

50 El principal inconveniente de las técnicas de exfoliación directa de grafito en medios líquidos es su rendimiento extremadamente bajo y las cantidades muy pequeñas de escamas en monocapa que se obtienen.

55 En la solicitud de patente US 2013/0302593 se menciona un procedimiento similar para exfoliar MoS₂, MoSe₂, WS₂, BN y tipos de materiales similares. En este caso, la exfoliación se lleva a cabo en soluciones de tensioactivo acuoso usando ultrasonido y fuerza centrífuga para exfoliarlas.

60 El documento US 2014/147648 A1 describe una capa de grafito o un único cristal de grafito que se obtiene después del tratamiento térmico de un gel de óxido de grafito. La capa de grafito o cristal único contiene planos de grafito paralelos estrechamente empaquetados y unidos químicamente con un espaciado entre planos de grafito de 0,335 a 0,40 nm.

Descripción de la invención

65 Para superar los bajos rendimientos y los largos tiempos de obtención del óxido de grafito de los métodos de la técnica anterior, la presente invención proporciona un método de acuerdo con la reivindicación 1.

Por lo tanto, la presente invención se refiere al uso de la mezcla de alto cizallamiento durante la reacción de oxidación de grafito para producir escamas de óxido de grafeno monocapa. La mezcla de alto cizallamiento proporciona una excelente mezcla entre los reactivos y el material de grafito de partida, produciendo escamas de óxido de grafeno monocapa durante la etapa de reacción. Además, esta mezcla de alto cizallamiento acorta considerablemente los tiempos de la reacción de oxidación hasta minutos.

Un mezclador de alto cizallamiento utiliza un impulsor giratorio o un rotor de alta velocidad impulsado por un motor eléctrico que crea flujo y cizallamiento. En un mezclador de alto cizallamiento, la velocidad del fluido en el diámetro exterior del rotor es mayor que la velocidad en el centro del rotor, y es esta diferencia de velocidad la que crea el cizallamiento. Se usa un componente estacionario en combinación con el rotor, y se conoce como estator. El estator crea una brecha de espacio cerrado entre el rotor y él mismo y forma una zona de cizallamiento extremadamente alto para el material a medida que sale del rotor.

Los inventores han descubierto que el método reivindicado permite:

- Un alto nivel de funcionalización del óxido de grafeno
- Un alto contenido de monocapa (> 99,8 %)
- Tiempos de producción cortos
- Un alto rendimiento total de producción
- Ser respetuoso con el medio ambiente
- Un método de producción fácilmente escalable

El proceso propuesto no se limita al uso de grafito natural, y como material de partida se pueden utilizar grafito sintético u otros materiales que contengan carbono.

El proceso propuesto no es obvio para una persona experta en la materia, ya que los expertos en la materia creen que durante la etapa de reacción no se producía la exfoliación en escamas en monocapa, era necesario nitrato de sodio o ácido nítrico o ácido fosfórico como reactivo con el fin de obtener una alta conversión de óxido de grafito, y luego se requería ultrasonificación para obtener las escamas en monocapa después del proceso de purificación.

Preferiblemente, el ácido es ácido sulfúrico y la sal es permanganato de potasio.

Más preferiblemente, no se añaden otros componentes en las etapas a) o b). Específicamente, de acuerdo con una realización preferida, en la presente invención no se usa nitrato de sodio.

Los autores de la presente patente se dieron cuenta de que sorprendentemente la eliminación de este compuesto daba lugar a rendimientos de reacción mucho más altos. Por lo tanto, a diferencia del experto en la materia que cree que se requiere ácido nítrico o nitrato de sodio para obtener una alta conversión de grafito en óxido de grafito, los inventores encontraron que el papel del nitrato de sodio o el ácido nítrico no es tan crucial como se pensaba al principio cuando se usa un mezclador de alto cizallamiento.

Además, en el proceso propuesto en la presente invención, la reacción de oxidación con grafito solo tarda 60 minutos en completarse en lugar de los más de 7200 minutos (cinco días) presentados en la patente de los Estados Unidos 6596396. Por lo tanto, hay una reducción del 99 % en el tiempo de reacción. Además, debido a que solo se usan ácido sulfúrico y permanganato de potasio para oxidar el grafito, es más económico, más rápido y más respetuoso con el medio ambiente.

Además, en la presente invención, solo se utiliza agua para la limpieza de las mezclas de reacción haciéndola más ecológica y al mismo tiempo un proceso mucho más corto.

Finalmente, el método comprende la siguiente etapa de:

- c) llevar a cabo una segunda etapa de mezcla en el mezclador de alto cizallamiento una vez que se completa la purificación;

Por lo tanto, una vez que se completa la reacción, el material se purifica y se realiza una segunda mezcla de alto cizallamiento para obtener un porcentaje muy elevado (> 99,8 %) de escamas de óxido de grafeno monocapa.

Breve descripción de los dibujos

Para completar la descripción y a fin de proporcionar una mejor comprensión de la invención, se proporciona una serie de dibujos. Dichos dibujos forman una parte integral de la descripción e ilustran una realización de la invención, que no debe interpretarse como una restricción del alcance de la invención, sino solo un ejemplo de cómo puede llevarse a cabo la invención. Los dibujos comprenden las siguientes figuras:

La Figura 1 es un espectro de XPS del óxido de grafeno procedente del lote 2.

La Figura 2 muestra los resultados después del tratamiento de ultrasonidos durante 15 minutos del óxido de grafito purificado.

5 La Figura 3 muestra las escamas en monocapa producidas usando nuestro proceso y 15 minutos de tratamiento de mezcla de alto cizallamiento en el material de óxido de grafito de la presente invención.

Las Figuras 4A y 4B muestran las escamas de óxido de grafito obtenidas usando el proceso de la presente invención. El contenido de la monocapa es superior al 98 %.

10 La Figura 5 muestra las escamas de óxido de grafito obtenidas sin utilizar el proceso de mezcla de alto cizallamiento durante la reacción de oxidación o exfoliación. El contenido de la monocapa es inferior al 50 %.

15 Las Figuras 6 y 7 muestran el perfil de espesor de MFA para una escama de óxido de grafito monocapa producida usando el proceso cubierto en esta patente.

Las Figuras 8 y 9 son imágenes de SEM del papel de óxido de grafito antes y después del tratamiento a 1000 °C, respectivamente.

20 **Descripción de una forma de llevar a cabo la invención**

La presente invención se refiere a un método para obtener óxido de grafito que comprende las etapas de:

- a) añadir un ácido y una sal a grafito para obtener un óxido de grafito;
- b) exfoliar el óxido de grafito mezclándolo;

25 caracterizado por que las etapas a) y b) se llevan a cabo simultáneamente en un mezclador de alto cizallamiento.

Para implementar la presente invención, los inventores usaron un mezclador de alto cizallamiento Dispermat CN30F2, provisto de un disco mezclador.

30 Antes de la presente invención, el escenario más común era no utilizar ninguna mezcla en absoluto durante este tipo de reacciones y ocasionalmente se usaban agitadores magnéticos o agitadores mecánicos. Los agitadores magnéticos y los agitadores mecánicos suspendidos tienen una potencia de mezcla limitada, especialmente los agitadores magnéticos, mientras que la velocidad máxima de los agitadores mecánicos suspendidos generalmente es de aproximadamente 1500 rpm. Por el contrario, en el caso del mezclador de alto cizallamiento, la velocidad puede aumentarse hasta las 5000-10.000 rpm. Esto hace que la mezcla sea mucho más homogénea, aumentando así el rendimiento. Por otro lado, debido a la fuerza de cizallamiento, el material se exfolia al mismo tiempo que se produce la reacción de oxidación.

40 Al comparar ambos métodos, se puede concluir que el mezclador de alto cizallamiento es claramente más efectivo desde el punto de vista del tiempo y el rendimiento, incluso para velocidades de rotación similares.

Tabla 1: Condiciones optimizadas para mezclar los reactivos.

Condiciones	Herramienta	Parámetros		Rendimiento del producto (%)
		rpm/energía	t (min)	
1	Mezclador de alto cizallamiento	1000	80	92
2	Mezclador de alto cizallamiento	3000	60	89
3	Mezclador de alto cizallamiento	5000	40	94
4	Mezclador de alto cizallamiento	8000	30	90
5	Agitador mecánico	1000	180	70
6	Agitador mecánico	1800	100	75

45 Reproducibilidad del proceso

Desde una perspectiva industrial, un proceso de producción no solo tiene que ser rentable, sino que la reproducibilidad también es un factor extremadamente crucial. En este contexto, los inventores han evaluado la reproducibilidad del proceso de fabricación de la invención analizando el material de óxido de grafito producido de diferentes lotes. Se usó análisis elemental para determinar el nivel de oxidación de las escamas de óxido de grafito producidas. Como se puede observar, el nivel de oxidación es casi idéntico para todos los lotes fabricados.

55 En la siguiente tabla se describe el porcentaje de oxidación medido por análisis elemental. El nivel de funcionalización u oxidación alcanzado se encuentra entre el 43 % y el 45 %, lo que muestra una muy buena reproducibilidad.

Tabla 2. Contenido de oxígeno determinado mediante análisis elemental.

Número de lote	% de O
1	44,83
2	44,95
3	45,02
4	43,05
5	43,84
6	44,95
7	45,01
8	43,00

5 Para demostrar aún más la incorporación de la funcionalidad de oxígeno y probar que se ha producido óxido de grafeno, se registraron los espectros de XPS (espectroscopía fotoelectrónica de rayos X), como se muestra en la Fig. 1. Del XPS se puede concluir que el material de grafito de partida se ha oxidado y que las funcionalidades de oxígeno se han unido covalentemente a la estructura en panal sp² del grafeno.

Comparación del tratamiento ultrasónico y la mezcla de alto cizallamiento

10 El procedimiento más establecido en la técnica anterior para producir escamas de óxido de grafeno monocapa es el tratamiento ultrasónico del material de óxido de grafito purificado. El tratamiento ultrasónico exfolia el óxido de grafito en escamas individuales monocapa de óxido de grafeno. Sin embargo, usando dispersiones de alta concentración (2-4 g/l) se necesitan tiempos de exfoliación muy largos para obtener un alto contenido de óxido de grafeno monocapa. Si comparamos el tratamiento ultrasónico con el realizado en esta invención, se puede concluir
15 claramente que el método propuesto es mucho más rápido, y por lo tanto más rentable, y produce un rendimiento mucho más alto de escamas en monocapa.

La Figura 2 muestra una imagen de SEM (microscopio electrónico de barrido) de las escamas de óxido de grafeno obtenidas utilizando un método de Hummers modificado (ácido sulfúrico, nitrato de sodio y permanganato de potasio) seguido de purificación del óxido de grafito producido y posterior tratamiento ultrasónico. Por otro lado, la Figura 3 muestra una imagen de SEM de las escamas de óxido de grafeno obtenidas usando la presente invención. Se añadieron ácido sulfúrico y permanganato de potasio, sin nitrato de sodio, sobre grafito bajo mezcla de alto cizallamiento seguido de purificación del material de óxido de grafeno y una segunda mezcla de alto cizallamiento con el fin de obtener un mayor rendimiento de escamas en monocapa. Un tiempo de exfoliación de 15 minutos es
20 suficiente para obtener resultados mucho mejores en términos de contenido de monocapa y distribución del tamaño de las escamas.

Por el contrario, con 15 minutos de tratamiento de ultrasonificación todavía hay enormes aglomerados presentes y el porcentaje de escamas de óxido de grafeno monocapa es bajo, como se muestra en la Figura 2. Se requiere un
30 tratamiento ultrasónico de hasta 5 h para obtener resultados comparables a nuestro proceso. Además, el tratamiento ultrasónico extendido tiende a dañar el tamaño de las escamas debido a la alta energía que se requiere para deslaminar las escamas.

Contenido de monocapa en dispersiones de óxido de grafeno

35 En las Figs. 4A y 4B se puede ver el alto contenido de monocapa de las dispersiones después del tratamiento de mezcla de alto cizallamiento. Está claro que el 98 % de las escamas de óxido de grafeno producidas usando el proceso inventivo son monocapa. En realidad, las áreas más oscuras corresponden a escamas que están en contacto entre sí y no a escamas en bicapa.

40 A modo de comparación, se puede observar una imagen de SME (Figura 5) de la distribución del tamaño de la escama en la que no se utilizó el mezclador de alto cizallamiento durante el proceso de reacción o exfoliación. El % de monocapa es claramente mucho más bajo.

Escamas de óxido de grafeno monocapa

Se utiliza un MFA (microscopio de fuerza atómica) para probar el espesor de las escamas de óxido de grafeno monocapa producidas. En las Figuras 6 y 7 se puede observar que el espesor de la escama es de unos pocos nanómetros, exactamente el espesor indicado en la bibliografía para escamas de óxido de grafeno en monocapa.
50

Preparación de películas de óxido de grafeno - Mediciones de la conductividad térmica

Con el óxido de grafeno obtenido por el método de esta invención, las películas se pueden preparar vertiendo dispersiones altamente concentradas en un molde y eliminando el agua por evaporación. Después del secado, estos papeles de óxido de grafeno se desprendieron fácilmente del molde y los pequeños trozos se trataron a altas temperaturas (300 °C, 600 °C, 1000 °C) para medir la conductividad térmica utilizando la técnica de destello con
55

láser. Como se puede observar en la Tabla 3, la conductividad térmica aumentó 15 veces cuando el papel se trató a 1000 °C.

5 Este material se puede usar como material de relleno en compuestos para mejorar la conductividad térmica de diferentes materiales de matriz. El comportamiento anisotrópico del material es una ventaja adicional para este tipo de aplicaciones en las que el calor debe ser transportado en una sola dirección.

Tabla 3. Conductividad térmica de papeles de óxido de grafeno tratados térmicamente.

Material	K (W/mK) en el plano	Plano cruzado K (W/mK)
Papel de GO sin tratamiento	3,09	0,165
Papel de GO 300 °C	13,6	0,032
Papel de GO 600 °C	25,6	0,039
Papel de GO 1000 °C	62,6	0,022

10 En resumen, la presente invención cubre la producción de escamas de óxido de grafeno monocapa de una manera rentable, con un alto rendimiento de las escamas en monocapa y excelentes porcentajes de oxidación.

15 Fue sorprendente obtener escamas de óxido de grafeno de monocapa ya durante la etapa de reacción de oxidación mediante el uso de mezcla de alto cizallamiento durante el proceso de reacción. Por otro lado, una vez que se completa la purificación, se realizó una segunda etapa de mezcla de alto cizallamiento durante unos minutos para obtener más del 99,8 % de las escamas en monocapa de óxido de grafeno.

Además, el proceso propuesto produce un material de óxido de grafeno de una manera reproducible y más rentable adecuada para aplicaciones industriales.

20 En este texto, el término "comprende" y sus derivaciones (tales como "que comprende", etc.) no debe entenderse en un sentido excluyente, es decir, estos términos no deben interpretarse como excluyentes de la posibilidad de que lo que se describe y define pueda incluir otros elementos.

REIVINDICACIONES

1. Método para obtener óxido de grafeno que comprende las etapas de:

- 5 a) añadir un ácido y una sal a grafito para obtener un óxido de grafito;
b) exfoliar el óxido de grafito mezclándolo;

caracterizado por que las etapas a) y b) se llevan a cabo simultáneamente en un mezclador de alto cizallamiento a una frecuencia de rotación superior a 1000 rpm.

10 2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el ácido es ácido sulfúrico y la sal es permanganato de potasio.

15 3. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que en las etapas a) o b) no se añaden otros componentes.

4. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende la etapa adicional de:

- 20 c) llevar a cabo una segunda etapa de mezcla en el mezclador de alto cizallamiento una vez que se ha completado la purificación.

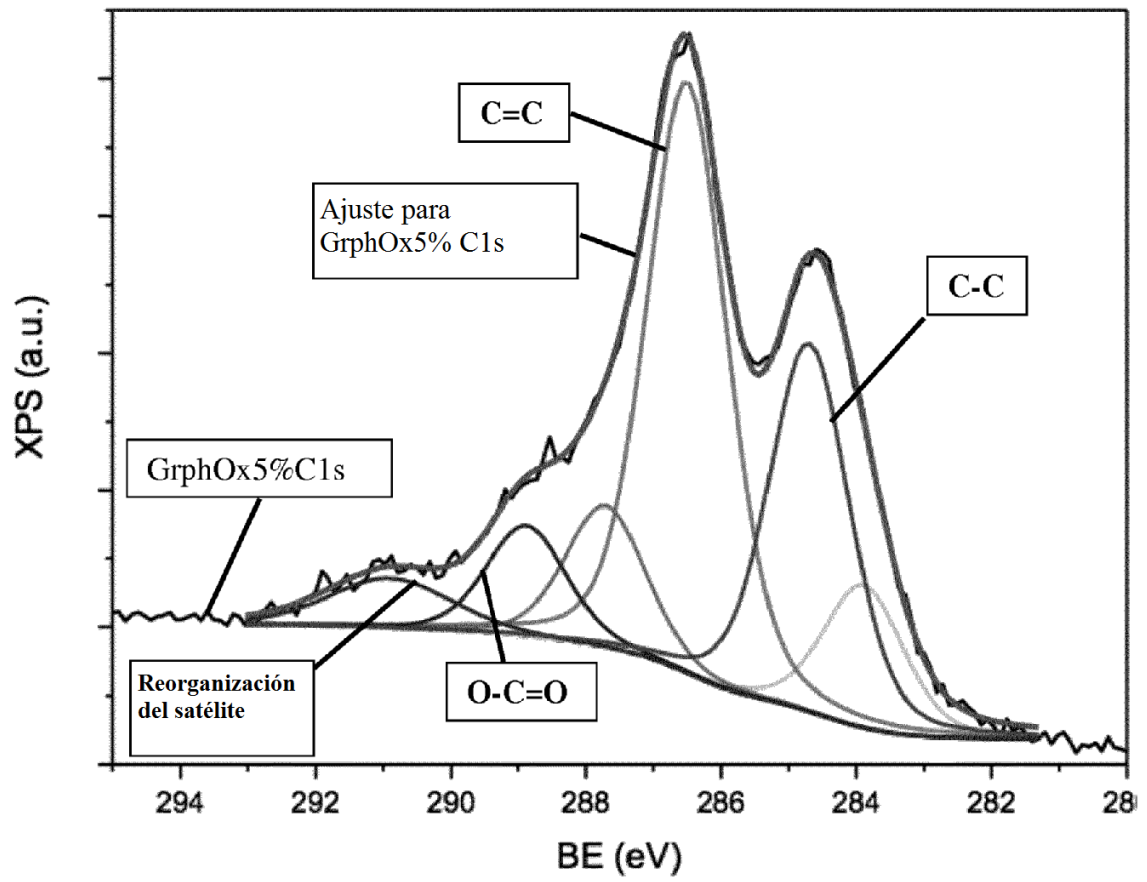


Fig. 1

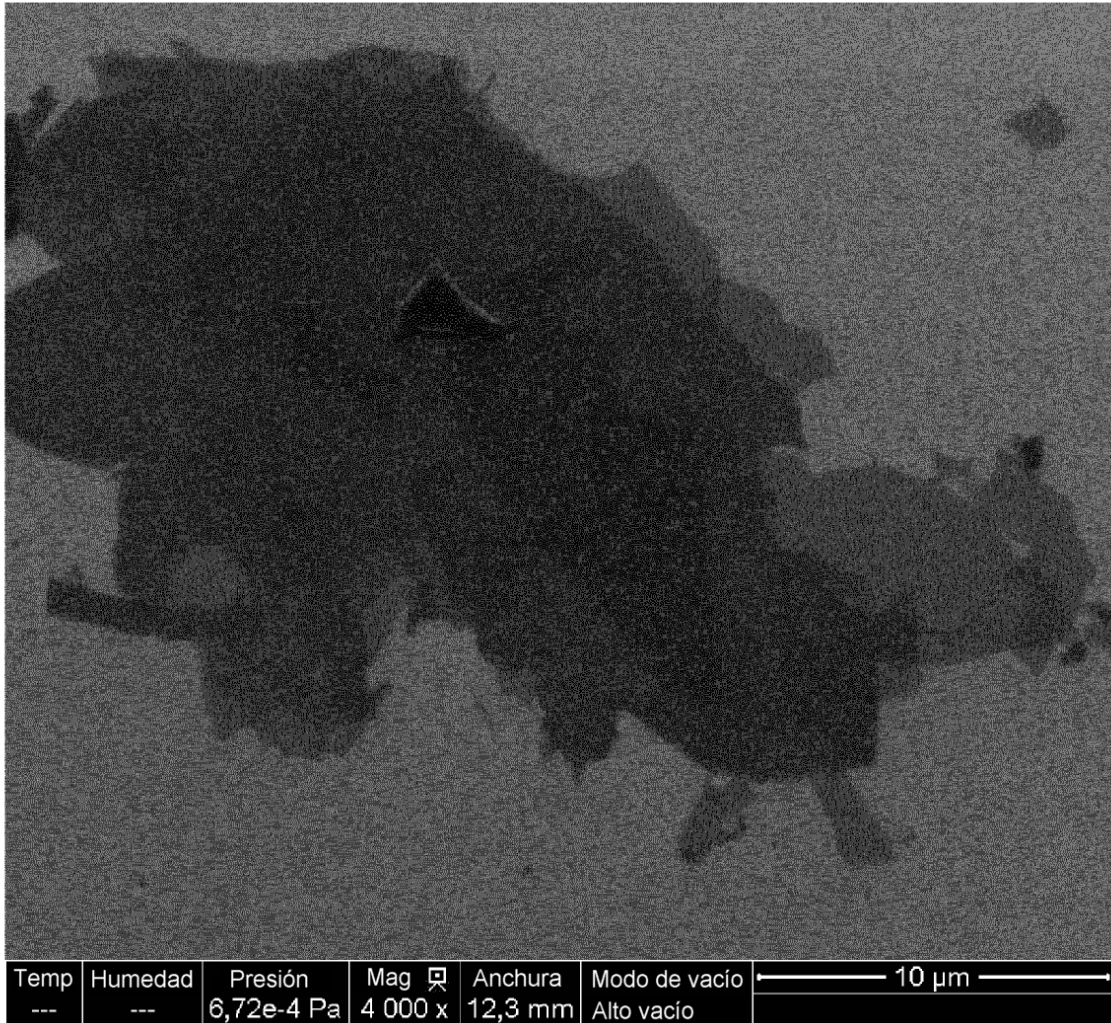


Fig. 2

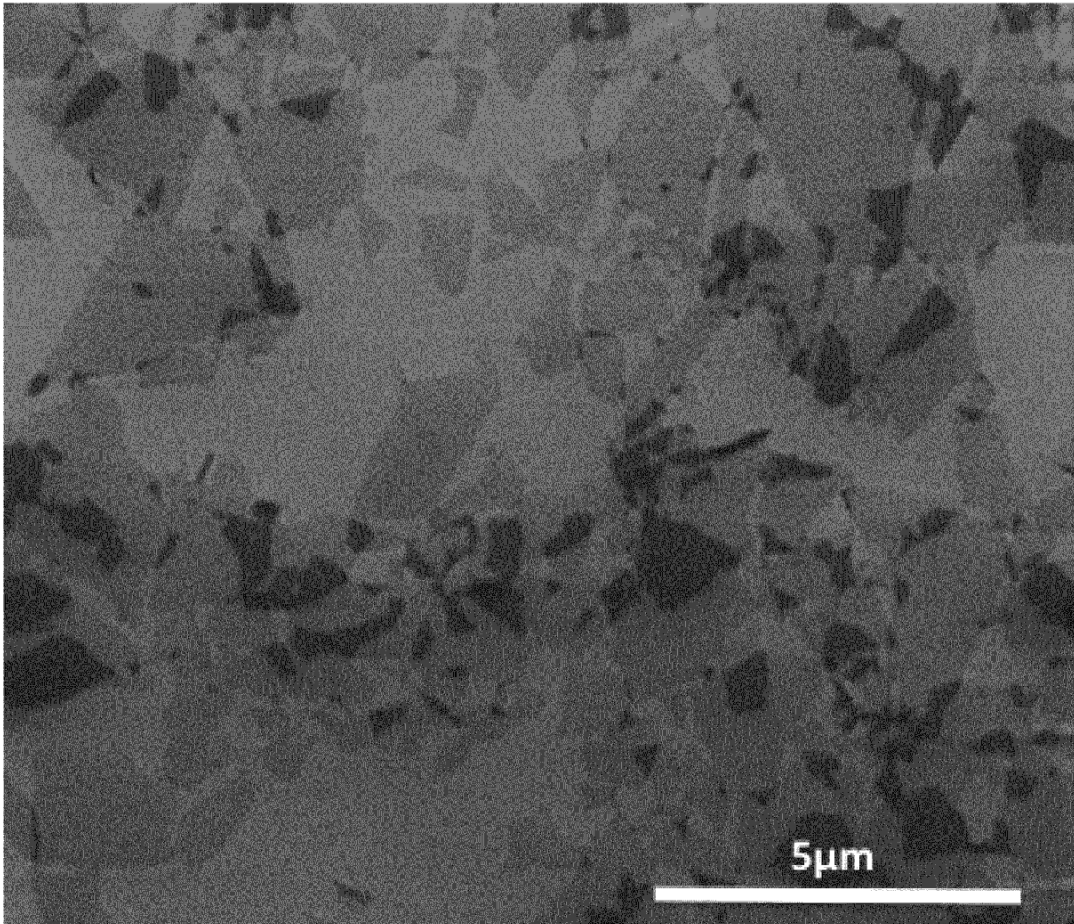


Fig. 3

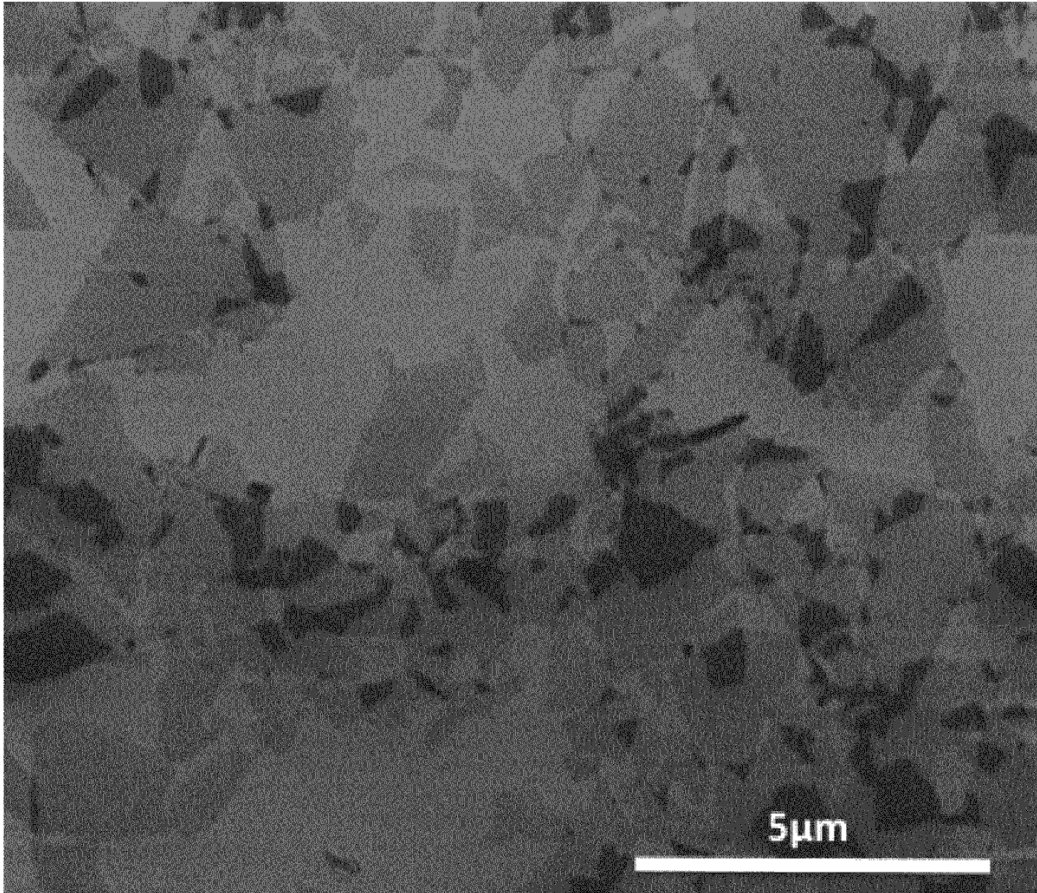


Fig. 4A

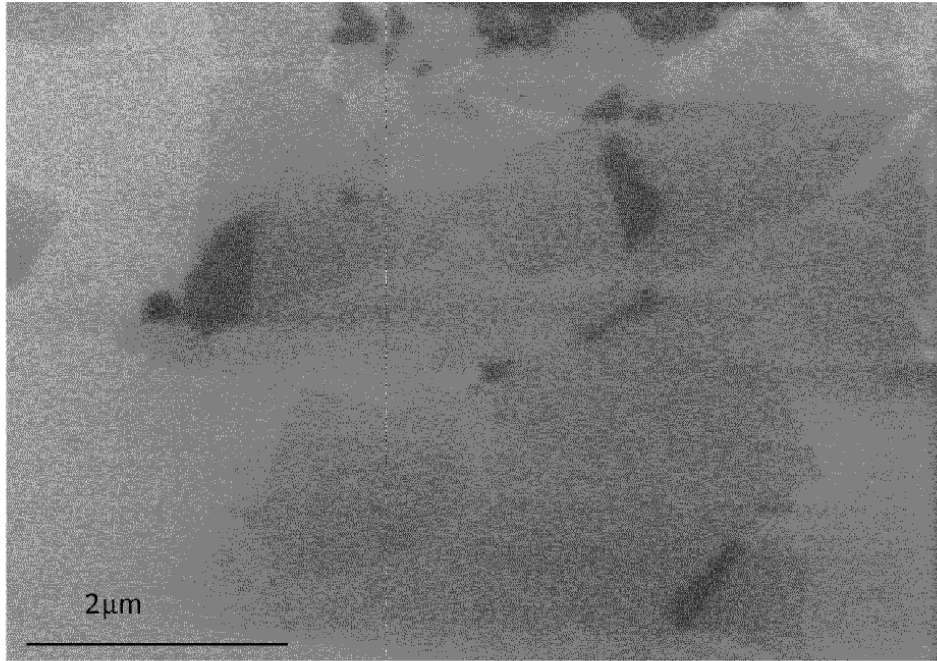


Fig. 4B

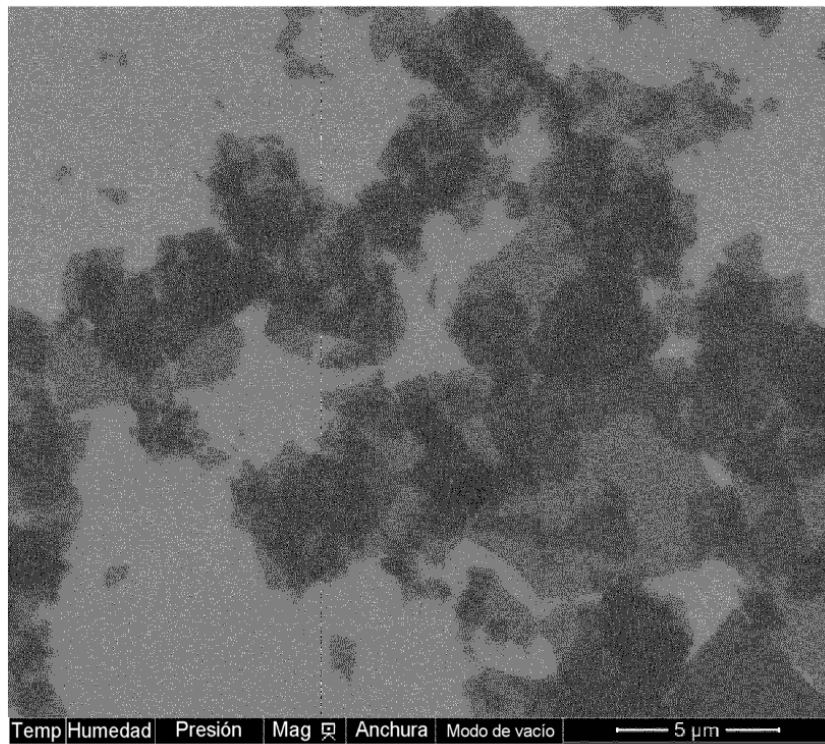


Fig. 5

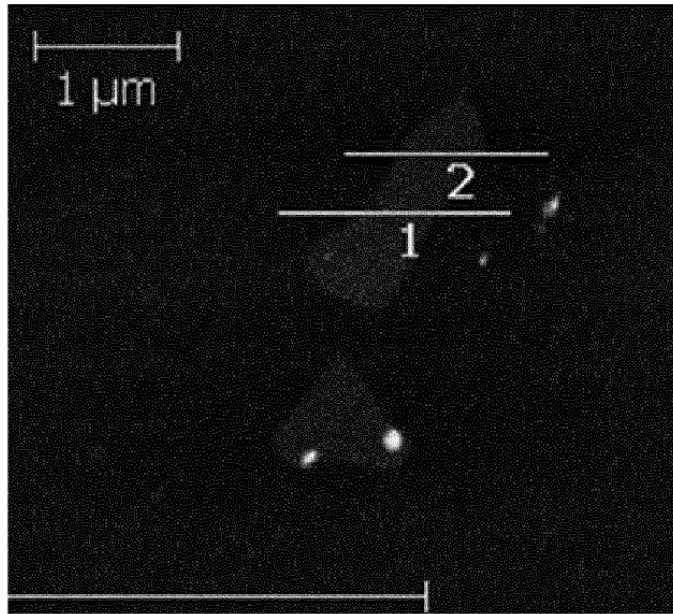


Fig. 6

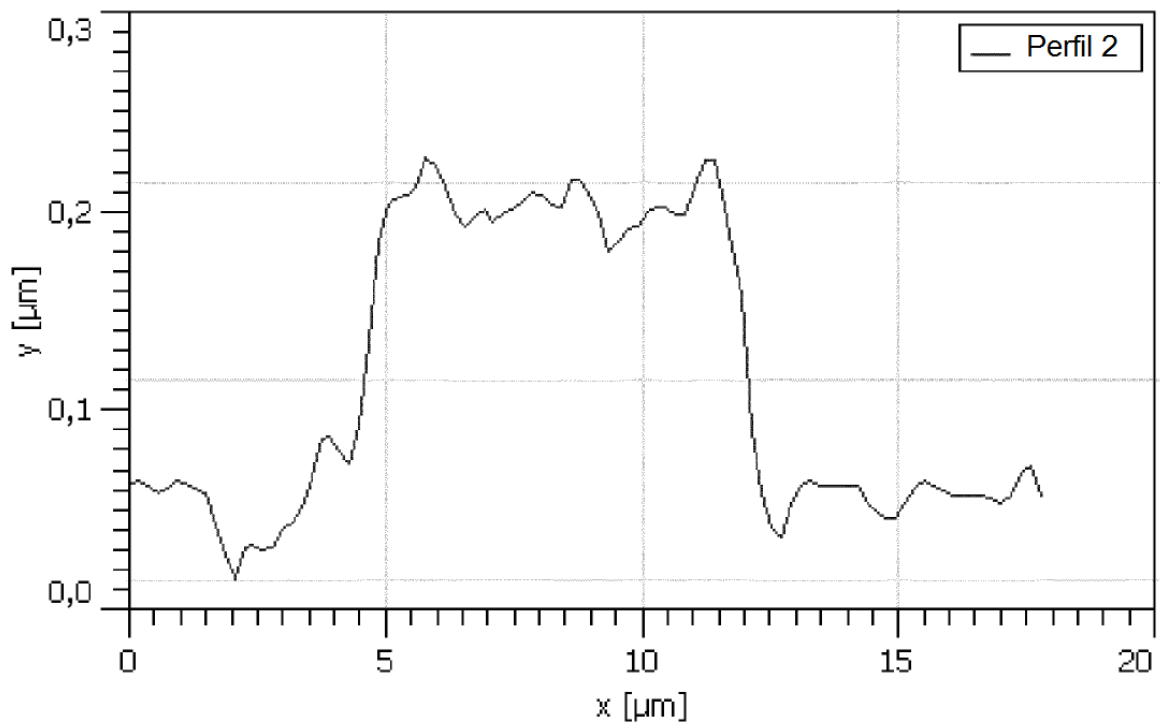


Fig. 7

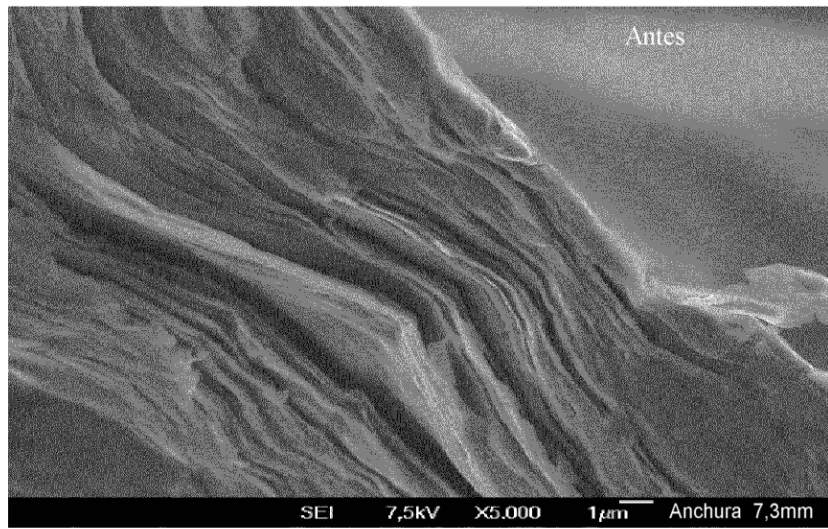


Fig. 8

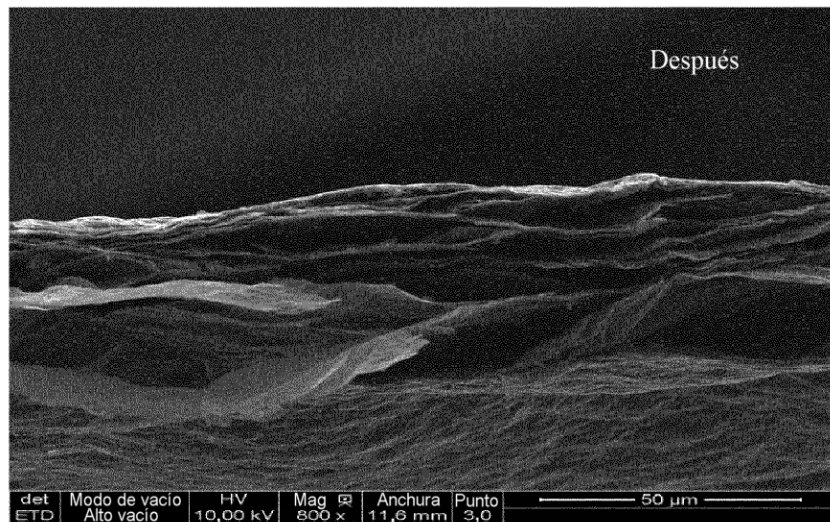


Fig. 9