

# 玉米粉制备生物质石墨烯与结构表征

武卫莉, 于博文, 侯玉双, 李玉峰, 徐双平

(齐齐哈尔大学材料科学与工程学院, 齐齐哈尔 161006)

**摘 要:** 针对目前石墨烯价格昂贵的缺点, 该研究用高温炭化和氧化还原法以玉米粉为原料制备了生物质石墨烯。通过 X 射线光电子能谱对生物质石墨烯的组成元素进行分析, 通过拉曼光谱、X 射线衍射、原子力显微镜和透射电镜分析其结构和形貌。结果显示, 生物质石墨烯的碳质量分数达 95.1%; 在衍射角为  $23.1^\circ$  的 (002) 晶面处具有石墨烯的衍射峰, 与商品石墨烯的位置  $24.1^\circ$  相近; 生物质石墨烯拉曼光谱 D 峰与 G 峰位置与商品石墨烯一致; 生物质石墨烯样品的表面呈现的条形薄片状, 其最大厚度 1.53 nm 为三层石墨烯薄片, 而商品石墨烯样品的原子力图呈树枝状, 较为无序, 其最大厚度为 2.25 nm, 生物质石墨烯厚度要薄于商品石墨烯。所制备的生物质石墨烯结构与商品石墨烯的结构相同。研究结果为生物质石墨烯的研究提供参考。

**关键词:** 生物质; 工艺; 玉米粉; 生物质石墨烯; 制备; 结构

doi: 10.11975/j.issn.1002-6819.2021.2.037

中图分类号: TQ325.1

文献标志码: A

文章编号: 1002-6819(2021)-2-0321-05

武卫莉, 于博文, 侯玉双, 等. 玉米粉制备生物质石墨烯与结构表征[J]. 农业工程学报, 2021, 37(2): 321-325. doi: 10.11975/j.issn.1002-6819.2021.2.037 <http://www.tcsae.org>  
Wu Weili, Yu Bowen, Hou Yushuang, et al. Preparation and structural characterization of biomass graphene by maize flour[J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering (Transactions of the CSAE), 2021, 37(2): 321-325. (in Chinese with English abstract) doi: 10.11975/j.issn.1002-6819.2021.2.037 <http://www.tcsae.org>

## 0 引 言

石墨烯是目前发现的世界上最薄、最坚硬的物质<sup>[1]</sup>, 由英国曼彻斯特大学物理学家 Geim 和 Novoselov, 以机械剥离的方式成功地在石墨中分离出来<sup>[2-3]</sup>, 并且经过了十多年的发展, 石墨烯的各项优异性能逐渐有了用武之地, 尤其在能源、纳米材料加工、生物医学、微材料学和药物传递等方面具有重要的应用前景, 被认为是一种未来革命性的材料<sup>[4-5]</sup>。传统的制备方法是以石墨为原料, 这使得石墨烯的制备成本非常高, 不能够大批量生产<sup>[6]</sup>。

目前国内外解决这一问题的方法是使用生物质作为原料制备石墨烯。生物质是人类利用最早的能源物质之一, 在可再生资源中, 是唯一能够实现连续生产、原料可储存、可运输、规模可控制的全能性能源<sup>[7]</sup>。以生物质为原料合成石墨烯, 相比于传统的制备方法, 其原料来源更丰富、成本更低、工业化可行性更高, 一方面由于生物质本身的特殊结构, 如生物质中的纤维素、灰分等在生物质炭化过程中可以起到很好的支撑和保护孔结构的作用<sup>[8]</sup>; 另一方面由于生物质本身含较高的氮、磷等元素, 可以原位地引入这些杂原子来修饰石墨烯材料的活性位点, 从而对生物质基石墨烯材料的性能产生很大的影响<sup>[9-10]</sup>。因而以生物质为原料制备石墨烯材料已引起了

广大学者的兴趣。

目前国内外学者有用稻谷壳、甘蔗渣等生物质资源制备低成本石墨烯<sup>[11-13]</sup>, 但这些原料不易收集且杂质较多。因此本文选用在全球范围内广泛种植, 具有再生周期短、绿色环保无污染等优点的玉米粉作为原料来制备低成本生物质石墨烯。通过催化石墨化法及氧化还原法<sup>[14-16]</sup>来制备生物质石墨烯, 以期对生物质石墨烯的制备提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 原料及仪器设备

氢氧化钾(分析纯)由天津市科密欧化学试剂开发中心提供; 镍粉(分析纯)由中国金属冶金研究总院提供; 无水乙醇(分析纯)由天津市凯通化学药剂有限责任公司提供; 可食用玉米粉(南京益生源生物科技有限公司, 碳水化合物碳质量分数为 74%, 蛋白质质量分数为 17%, 脂肪质量分数为 7%); 商品石墨烯由宁国市龙晟柔性储能材料科技有限公司提供; 其他化学试剂均由天津市科密欧化学试剂开发中心提供。

DHG-9140S 电热鼓风干燥箱由艾德生仪器有限公司提供; MD34 型透析袋由 MFPI 公司提供; TNG1600-60 管式炉由上海向北实业有限公司提供; KQ-500DB 超声波振荡器由昆山市超声仪器有限公司提供; SHZ-D (III) 型循环水式多用真空泵由河南省予华仪器有限公司提供; TDZ5-WS 型台式低速离心机由湖南湘仪实验室仪器开发有限公司提供。

收稿日期: 2020-09-20 修订日期: 2020-12-03

基金项目: 黑龙江省省属高等学校基本科研业务费科研基金 (YSTSXK201864)

作者简介: 武卫莉, 博士, 教授, 研究方向为材料加工改性和复合材料研究。

Email: wuweili2001@163.com

## 1.2 样品制备

### 1.2.1 高温炭化

在借鉴程金生等<sup>[17]</sup>稻谷壳制备石墨烯纳米片基础上,将 20 g 玉米粉倒入装有 100 mL 浓度为 0.1 mol/L KOH 溶液活化剂的烧杯中,用玻璃棒搅拌均匀浸泡 12 h 并烘干后取 10 g 装入密封的石英管中,将石英管放入管式炉中通入氮气,使其速率为 25 mL/min,管式炉的升温速度为 5 °C/min,升温至 800 °C 恒温 1 h,然后降温冷却得到炭化处理玉米粉。

### 1.2.2 催化石墨化

参考 Wang 等<sup>[18]</sup>以植物纤维为原料,在 180 °C 条件下以体积分数为 70% 的稀硫酸水热处理,而后加入 70% 的 KOH 100 mL,在 800 °C 下进行活化处理,催化石墨化。将上面炭化处理玉米粉转入透析袋中,过滤清洗 24 h,去除杂质。而后将试样从透析袋中取出烘干。加入 1 g 镍粉在样品中混合均匀后放入管式炉中,通入氮气升温至 800 °C,保温 2 h,待冷却后取出加入 1 mol/L 的稀盐酸溶液,充分搅拌后静置 6 h,用去离子水多次清洗过滤至中性,得催化石墨化的生物质石墨。其目的是可以起到很好的支撑和保护孔结构的作用;另外可以原位引入杂原子来修饰石墨烯的活性位点。

### 1.2.3 氧化还原

借鉴 Sung 和 Zhao 等<sup>[19-20]</sup>用氧化还原法,将 2 g 生物质石墨和 1 g 硝酸钠装入 500 mL 三颈瓶中,慢慢倒入 30 mL 浓硫酸,搅拌 20 min;分 3 次加入 6 g 高锰酸钾搅拌 1.5 h;加入 160 mL 去离子水,保持体系温度在 90 °C,搅拌 30 min;加入 120 mL 去离子水和体积分数 30% 的双氧水 30 mL,将得到的反应液趁热过滤,用盐酸和去离子水先后洗涤至中性,超声分散处理 1 h,频率 100 kHz、温度 28 °C,离心处理 30 min,转速 5 000 r/min,制备生物质氧化石墨烯。取 0.1 g 生物质氧化石墨烯分散在 30 mL 的去离子水中超声分散 1 h,频率 100 kHz,在 80 °C 水浴条件

下加入 1 mL 水合肼,反应 24 h;过滤,用无水乙醇和去离子水分别多次洗涤;放入 120 °C 干燥箱中干燥 12 h,得到生物质石墨烯。生物质石墨烯的制备过程如图 1 所示。

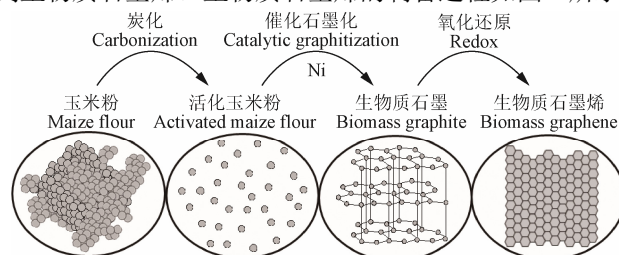


图1 生物质石墨烯的制备过程

Fig.1 The preparation process of the biomass graphene

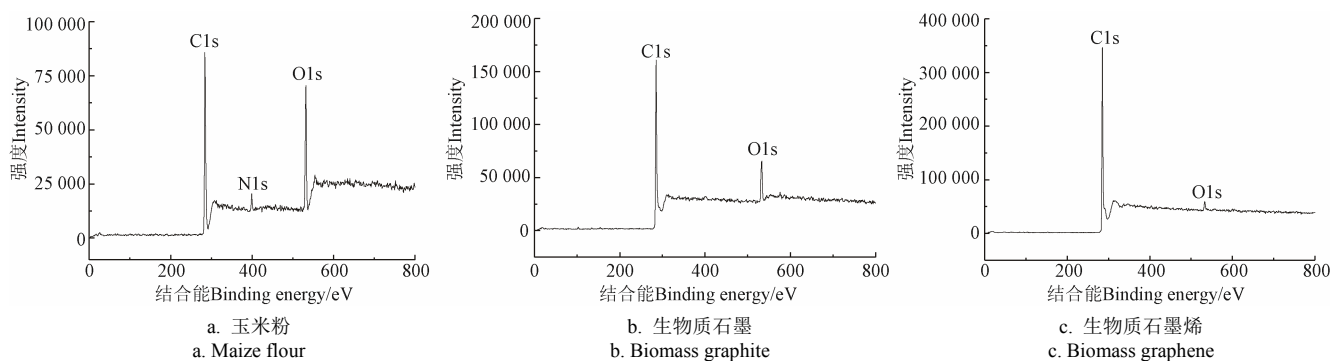
## 1.3 结构表征

使用 Zolix 公司生产的 Finder Vista 型拉曼光谱仪对试样的缺陷进行检测,测试范围 500~3 500  $\text{cm}^{-1}$ 。依据 GB/T6342-1996 标准用 ESCALAB250X 型美国 Thermo 公司制造的 X 射线光电子能谱 (X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS) 测定仪测试试样的组成。依据 GB/T 33839-2017 测试标准用日本日立公司生产的 H-7650 型透射电子显微镜 (Transmission Electron Microscope, TEM) 观察待测样品的微观形貌。根据 GB/T 31227-2014 测试标准用德国 BRUKER 公司生产的原子力显微镜 MultiMode 8 SPM 观察石墨烯粉末试样的表面。依据 GB/T 30904-2014 测试标准用日本理学公司的 Smart Lab 型 X 射线衍射仪 (X-Ray Diffractometer, XRD) 对石墨烯粉末试样进行测试,扫描范围  $2\theta$  为  $5^\circ \sim 90^\circ$ 。

## 2 结果与分析

### 2.1 生物质石墨烯的组成

为了研究玉米粉制备生物质石墨烯的组成,分别对玉米粉、生物质石墨和生物质石墨烯进行了元素分析如图 2 所示。



注: O1s, C1s 和 N1s 为 O, C 和 N 的元素峰。

Note: O1s, C1s and N1s are the element peaks of O, C and N.

图2 玉米粉、生物质石墨和生物质石墨烯的 XPS 光谱图

Fig.2 XPS spectra of the corn flour, biomass graphite and biomass graphene

3 个谱图中都存在 C1s 和 O1s 峰。由于谱峰面积代表元素对应的元素含量,由玉米粉图中可以看出 C1s 的峰面积占比为 55.6%, O1s 的峰面积占比为 42.21%, 而 N1s 元素仅有 2.19%。说明玉米粉除了含有少量的蛋白质中的 N 元素外,还含有大量碳原子,证明用玉米粉作为制备石墨烯原料是可行的。而在生物质石墨的全谱图中含有

81.34% C1s 和 18.66% O1s,说明玉米粉经过高温炭化、透析和催化石墨化处理得到的生物质石墨已经不含 N 元素,并且氧原子含量也减少了。生物质石墨烯中含有 95.1% C1s,碳元素含量增加了 39.5 个百分点。氧元素含量 4.9% O1s 下降较多,说明用水合肼还原方法可以除去大部分氧原子,由于水合肼还原方法目前还存在一定的

限制,不能完全还原成石墨烯结构,因此少量的氧元素仍会留在生物质石墨烯的片层之间。

图3为玉米粉、生物质石墨和生物质石墨烯的C1s拟合分峰图,可以看出在结合能284.8 eV处生物质石墨烯的C-C主峰明显大于玉米粉和生物质石墨的C-C主峰,说明生物质石墨烯碳含量高于玉米粉和生物质石墨。生

物质石墨和生物质石墨烯的拟合峰仍然以C-C峰为主峰,说明氧化还原过程并没有破坏石墨片层结构,氧化还原反应发生在生物质石墨层间或表面,致使生物质石墨烯层间距离扩大。随着生物质石墨的氧化还原反应的进行,C=O和C-OH与C-C的谱峰面积比值变小,说明生物质石墨烯的氧含量比例变少,生物质石墨被成功还原。

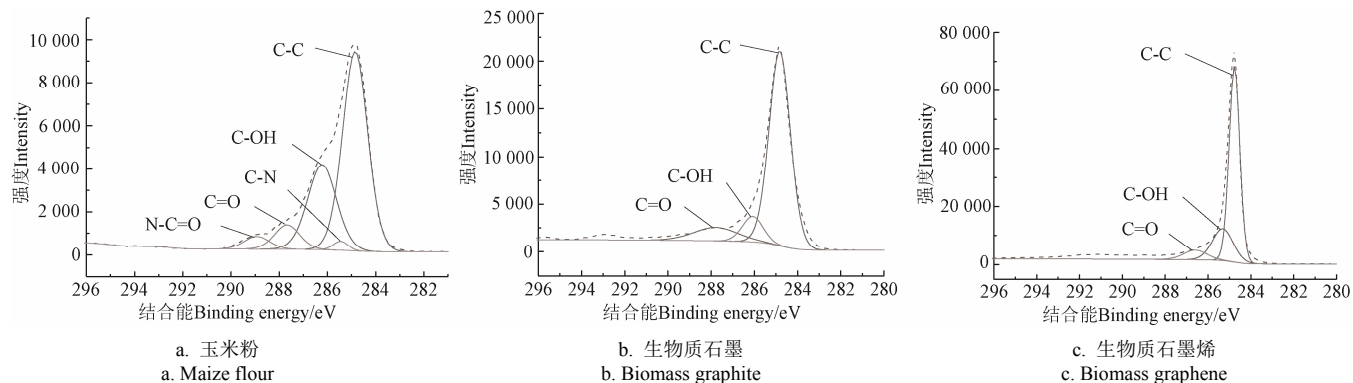


图3 玉米粉、生物质石墨和生物质石墨烯的C1s拟合分峰图

Fig.3 C1s fitting peaks diagrams of the maize flour, biomass graphite and biomass grapheme

## 2.2 生物质石墨烯的结构分析

通过XRD对所制生物质石墨烯的结构进行分析,在图4中生物质石墨的曲线在衍射角 $2\theta$ 为 $26.5^\circ$ 时出现了一个很强衍射峰,这个衍射峰对应石墨(002)晶面特征衍射峰,说明由玉米粉制得的石墨结晶度很好,片层的空间排列十分规整。而用氧化还原方法制备的生物质石墨烯在 $23.1^\circ$ 处出现衍射峰,此峰与商品石墨烯的衍射峰 $24.1^\circ$ 位置接近。与生物质石墨不同的是生物质石墨烯的衍射峰峰型较宽且强度较弱。

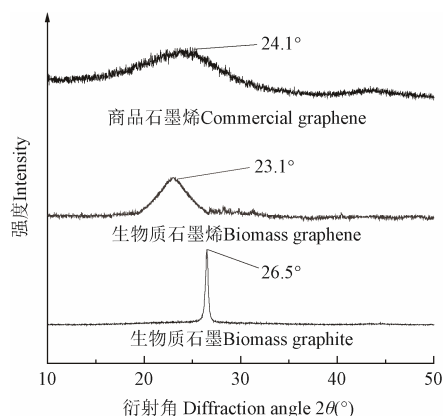
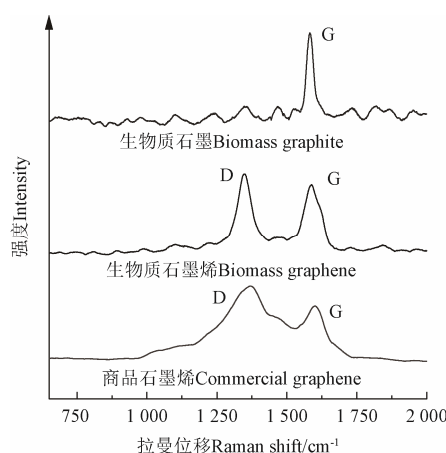


图4 商品石墨烯、生物质石墨烯和生物质石墨的XRD光谱图

Fig.4 XRD spectra of the commercial graphene, biomass graphene and biomass graphite

对于碳材料,拉曼光谱是最有效的表征方法,可以分析碳材料的结构缺陷程度<sup>[21]</sup>。拉曼图谱中D峰可认为碳原子 $sp^3$ 杂化结构或 $sp^2$ 键杂化缺陷,表征碳材料的缺陷程度,结构完整的石墨晶体一般不会出现D峰。G峰是由 $sp^2$ 碳原子的伸缩运动产生的,表征材料的结晶结构<sup>[21]</sup>。ID/IG为D峰与G峰的强度比,表征碳材料无序度。从图5中可以看出生物质石墨在 $1584\text{ cm}^{-1}$ 处出现了一个尖峰而且是强度很大的吸收峰G峰,并没有出现D峰,这是由于石墨结构规整,结晶度较高,这与XRD光谱的显示一

致。与生物质石墨相比,生物质石墨烯在 $1346\text{ cm}^{-1}$ 处出现D峰,在 $1584\text{ cm}^{-1}$ 处出现G峰,且峰型和峰宽有了明显的改变,D峰变强变宽,同时G峰也变宽,生物质石墨烯的ID/IG变大,说明生物质石墨经过氧化和还原反应后,生物质石墨烯的表面片层部分晶体结构被破坏,无序度增加,部分 $sp^2$ 杂化碳原子转变成 $sp^3$ 形式,使D峰增强,缺陷度增加。与商品石墨烯相比,生物质石墨烯的D峰与G峰位置基本一致,但商品石墨烯的ID/IG要大于生物质石墨烯,分析原因可能是由于所购买商品石墨烯是通过水合肼还原法制备部分石墨未完全炭化所致。可以看出由玉米粉为原料制备的生物质石墨烯具有石墨烯相似的结构<sup>[22]</sup>,由此可以认为由玉米粉制备石墨烯是可行的,生物质石墨烯可以被认为是石墨烯。



注: D和G峰为C的 $sp^3$ 和 $sp^2$ 杂化结构。

Note: D and G peaks are the  $sp^3$  and  $sp^2$  hybrid structures of carbon.

图5 生物质石墨、生物质石墨烯和商品石墨烯的拉曼谱图

Fig.5 Raman pattern of the biomass graphite, biomass graphene and commercial grapheme

## 2.3 生物质石墨烯的形貌分析

为了探讨生物质石墨烯的形貌结构,对生物质石墨



烯和商品石墨烯进行了原子力结构分析。图 6 中生物质石墨烯样品的表面呈规整的条形薄片状, 其右侧图中显示生物质石墨烯的最大厚度 1.53 nm ( $-0.72 \sim 0.81$  nm), 约为三层石墨烯薄片的厚度<sup>[23]</sup>, 而商品石墨烯样品呈树枝状的, 在分散液中分散的不均匀, 且其最大厚度为 2.25 nm ( $-1.00 \sim 1.25$  nm), 说明经过氧化还原方法制备的生物质石墨烯厚度要薄于商品石墨烯。

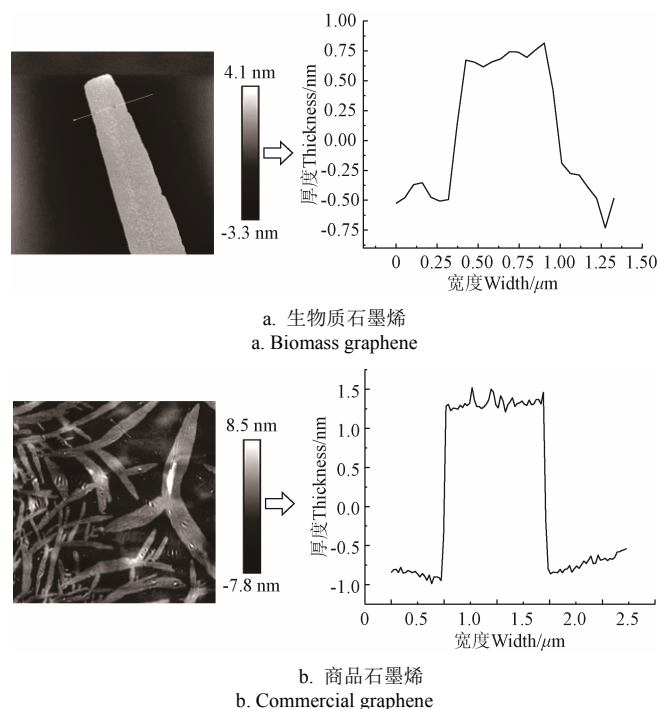


图 6 生物质石墨烯和商品石墨烯的原子力显微镜图

Fig.6 Atomic force microscopy images of biomass graphene and commercial graphene

对商品石墨烯、生物质石墨烯和生物质石墨 3 种样品进行了透射电镜分析。从图 7 可以看到商品石墨烯与生物质石墨烯呈现出多层卷曲, 而生物质石墨不透明, 说明两种石墨烯片层很薄。与商品石墨烯相比, 生物质石墨烯的透射电镜图片透明度更高, 说明生物质石墨烯要比商品石墨烯薄, 由此进一步证明了所制备的生物质石墨烯具有较薄的石墨烯片层结构。

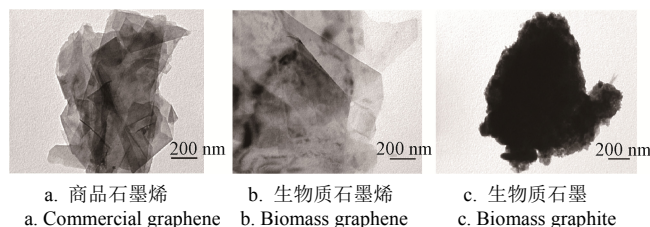


图 7 商品石墨烯、生物质石墨烯和生物质石墨的透射电子显微镜图

Fig.7 Transmission electron microscope images of commercial graphene, biomass graphene and biomass graphite

### 3 结 论

1) 本研究采用高温炭化和氧化还原法, 以玉米粉为原料制备了生物质石墨烯, 生物质石墨烯的碳元素含量为 95.1%, 氧元素含量为 4.9%, 碳元素含量由玉米粉的

55.6%增加了 39.5 个百分点。

2) 生物质石墨烯在  $23.1^\circ$  的 (002) 晶面, 与商品石墨烯的衍射峰  $24.1^\circ$  位置接近, 且拉曼光谱分析的生物质石墨烯 D 峰与 G 峰位置与商品石墨烯一致。

3) 生物质石墨烯样品的表面呈现的条形薄片状, 形状规整, 其最大厚度为 1.53 nm, 约为三层石墨烯薄片的厚度, 而商品石墨烯样品的原子力图呈树枝状, 较为无序, 其最大厚度为 2.25 nm, 生物质石墨烯厚度要薄于商品石墨烯。由此可以证明所制备的生物质石墨烯结构与商品石墨烯的结构相同。此方法有望为生产生物质石墨烯提供参考。

### [参 考 文 献]

- [1] Zhang B, Ma X H, Ma J, et al. Fabrication of rGO and g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> co-modified TiO<sub>2</sub> nanotube arrays photoelectrodes with enhanced photocatalytic performance[J]. Journal of Colloid and Interface Science, 2020, 557: 75-85.
- [2] Geim A K, Novoselov K S. The rise of graphene[J]. Nature Materials, 2007, 6(3): 183-191.
- [3] Deacon R S, Chuang K C, Nicholas R J, et al. Cyclotron resonance study of the electron and hole velocity in graphene monolayers[J]. Physical Review B Condensed Matter, 2007, 76(8): 1406-1410.
- [4] Rabita M F, Nawal B, Alexandre D, et al. From 2D graphene nanosheets to 3D graphene-based macrostructures[J]. Chemistry-An Asian Journal, 2020, 15(19): 2902-2924.
- [5] Sandhya P K, Sreekala M S, Abderrahim B, et al. Thermal and electrical properties of phenol formaldehyde foams reinforcing with reduced graphene oxide[J]. Polymer Composites, 2020, 41(10): 4329-4339.
- [6] Adel A A, Ahmed H N, Mohamed A, et al. Ruthenium nanoparticles uniformly designed chemically treated graphene oxide nanosheets for simultaneous voltammetric determination of dopamine and acetaminophen[J]. Electroanalysis, 2020, 32(10): 2156-2165.
- [7] 陈商奇, 应惠娟, 楼洒. 生物质基石墨烯的制备及应用研究进展[J]. 现代化工, 2019, 39(1): 32-38.
- [8] Hu L Z, Cheng S Q, Xiao S H, et al. Dually decorated Na<sub>3</sub>V<sub>2</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>F<sub>3</sub> by carbon and 3D graphene as cathode material for sodium-ion batteries with high energy and power densities[J]. ChemElectroChem, 2020, 7(19): 3975-3983.
- [9] Gehad H, Taher F A. Enhanced chlorine-resistant and low biofouling reverse osmosis polyimide-graphene oxide thin film nanocomposite membranes for water desalination[J]. Polymer Engineering & Science, 2020, 60(10): 2567-2580.
- [10] Zhang C, Jiang Z L, Zhao L, et al. Synthesis and characterization of multilayer graphene oxide on yttria-zirconia ceramics for dental implant[J]. Journal of Materials Research, 2020, 35(18): 2466-2477.
- [11] Mao J H, Milovanović S P, Anđelković M, et al. Evidence of flat bands and correlated states in buckled graphene superlattices[J]. Nature, 2020, 584(7820): 215-220.
- [12] Cao G Q, Wang Z K, Bi D, et al. Atomic-scale dispersed Fe-based catalysts confined on nitrogen-doped graphene for Li-S batteries: Polysulfides with enhanced conversion efficiency[J]. Chemistry-A European Journal, 2020, 26(45): 10314-10320.

- [13] Santanu G, Kaushik C. Poly (Ethylene Glycol) functionalized graphene oxide in tissue engineering: A review on recent advances[J]. *International Journal of Nanomedicine*, 2020: 5991-6006.
- [14] Sun J C, Feng S, Wang X J, et al. Regulation of electronic structure of graphene nanoribbon by tuning long-range dopant-dopant coupling at distance of tens of nanometers[J]. *The Journal of Physical Chemistry Letters*. 2020, 11(16): 6907-6913.
- [15] Kim H J, Lee K J, Park J, et al. Photoconductivity switching in MoTe<sub>2</sub>/graphene heterostructure by trap-assisted photogating[J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2020, 12(34): 38563-38569.
- [16] Song Y H, Xu Q T, He T, et al. Efficient biodegradation of azo dyes catalyzed by the anthraquinone-2-sulfonate and reduced graphene oxide nanocomposite[J]. *ACS Omega*, 2020, 5(33): 21137-21144.
- [17] 程金生, 万维宏, 陈信炎, 等. 稻谷壳制备石墨烯纳米片及结构表征[J]. *农业工程学报*, 2015, 31(12): 288-294.  
Cheng Jinsheng, Wan Weihong, Chen Xinyan, et al. Preparation and structural characterization of graphene by rice husk[J]. *Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering (Transactions of the CSAE)*, 2015, 31(12): 288-294. (in Chinese with English abstract)
- [18] Wang H L, Xu Z W, Kohandehghan A, et al. Interconnected carbon nanosheets derived from hemp for ultrafast supercapacitors with high energy[J]. *Acs Nano*, 2013, 7(6): 5131-5141.
- [19] Sung P M, Cai Z Y, Zhang J L. Fe-catalyzed thermal conversion of sodium lignosulfonate to grapheme[J]. *Materials Letters*, 2013, 100: 180-183.
- [20] Zhao Y C, Liu Y, Zhang X B, et al. Environmental transformation of graphene oxide in the aquatic environment[J]. *Chemosphere*, 2020, 262: 127885-127885.
- [21] Mahmoud A H, Zahra M A, Nada Y T. Hybrid polyvinyl alcohol/polyvinyl chloride nanocomposites reinforced with graphene-carbon nanotube for acid red environmental treatments[J]. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 2020, 59(13): 1447-1462
- [22] Abdelhalim A O E, Sharoyko V, Meshcheriakov A A, et al. Reduction and functionalisation of graphene oxide with L-cysteine: Synthesis, characterization and biocompatibility[J]. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, 2020, 29: 102284-102284.
- [23] Xu J, Xu K K, Han Y, et al. A 3D porous graphene aerogel@GOx based microfluidic biosensor for electrochemical glucose detection[J]. *Analyst*, 2020, 145(15): 5141-5147.

## Preparation and structural characterization of biomass graphene by maize flour

Wu Weili, Yu Bowen, Hou Yushuang, Li Yufeng, Xu Shuangping

(College of Materials Science and Engineering, Qiqihar University, Qiqihar 161006, China)

**Abstract:** Graphene has attracted much attention in the past several years, due mainly to its two-dimensional structure, excellent chemical, physical, mechanical and thermal properties. The fabrication of graphene, as a new carbon nanomaterial, is normally to utilize the traditional Hummers-hydrazine hydrate, mechanical stripping, and Chemical Vapor Deposition (CVD) with the expensive graphite or gases. However, the high price of fabrication has confined the graphene to widely popularize on a large scale. In this study, feasible biomass graphene was made from corn flour using the high-temperature carbonization and oxidation-reduction method. Two steps were selected to fabricate the biomass graphene: The first step was high-temperature carbonization of corn meal, and the second step was redox of graphitized corn meal to biomass graphene. The specific preparation procedure was: Firstly, 20 g corn flour was placed into a beaker containing 100 mL potassium hydroxide solution of 0.1 mol/L, while stirred for 12 h further to dry, and then 10 g dried sample was placed into the quartz tube, where the temperature was elevated by a heating rate of 5°C/min to 800°C in the atmosphere of N<sub>2</sub> with the flow rate of 25 mL/min, and kept 1 hour to carbonize corn flour. Secondly, the carbonized corn flour was filtered by the dialysis bag for 24 hours, and then 1 g nickel powder was added into the sample in the quartz tube to carbonize again, in which the temperature was raised to 800°C with a nitrogen atmosphere and kept for 2 hours. After that, the sample was taken out and cooled down, while 1 mol/L hydrochloric acid solution was put into the previous sample to be neutral to prepare biomass graphite. Finally, the 2 g biomass graphite and 1 g sodium nitrate were filled into a 500 mL three-necked bottle and slowly added 30 mL concentrated sulfuric acid with stirring for 20 min, while added 6 g potassium permanganate 3 times with stirring for 1.5 h, as well as added the deionized water until neutralizing and drying to obtain biomass graphene. The structural characterization of the sample was analyzed using an X-ray photoelectron spectrometer (XPS) for the composition, an X-ray diffractometer (XRD) for the crystalline structure, a Raman spectrometer for the crystal defects, atomic force microscopy (AFM) on a Multimode 8 SPM platform for the surface topography, and a transmission electron microscope (TEM) for the inner atomic morphology. The carbon content of biomass graphene prepared from corn flour was 95.1%, an increase of 39.5 percentage points from the original 55.6 %, while the oxygen content was 4.9%, showing that the preparation of graphene from corn flour was feasible. In the XRD pattern, the (002) crystal surface of biomass graphene was close to the diffraction peak of commercial graphene at 24.1°. In Raman analysis, the positions of the D and G peak of biomass graphene were consistent with those of commercial graphene. The surface of the biomass graphene sample showed a thin strip and regular shape with a thickness of about three layers of graphene flakes at 1.53 nm, while the commercial graphene sample showed a dendritic and disorderly state with a thickness of about 2.25 nm. It infers that the thickness of the biomass graphene sample was thinner than that of commercial graphene. It can be proved that the structure of prepared biomass graphene is better than that of the commercial graphene. This approach is expected to provide a promising reference for the production of biomass graphene.

**Keywords:** biomass; technology; corn flour; biomass graphene; preparation; structure