

UŽITNÝ VZOR

(11) Číslo dokumentu:

28 667

(13) Druh dokumentu: **U1**

(51) Int. Cl.:

C01B 31/02 (2006.01)

B01J 19/10 (2006.01)

B82B 3/00 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2015-30971**

(22) Přihlášeno: **16.04.2015**

(47) Zapsáno: **29.09.2015**

(73) Majitel:
Ústav anorganické chemie AV ČR v.v.i., Husinec-
Řež, CZ

(72) Původce:
Václav Štengl, Husinec- Řež, CZ
Jiří Henych, Ústí nad Labem, CZ
Petr Vomáčka, Lomnice, CZ
Petra Ecorchard, Praha 6, CZ
Jakub Tolasz, Havířov - Město, CZ

(74) Zástupce:
Ústav anorganické chemie AV ČR, v.v.i., Ing.
Zbyněk Černý, CSc., Husinec- Řež 1001, 250 68
Husinec-Řež

(54) Název užitého vzoru:
Vodná suspenze grafen oxidu

CZ 28667 U1

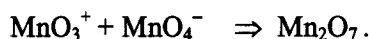
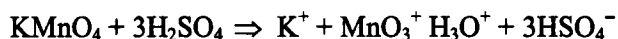
Vodná suspenze grafen oxidu

Oblast techniky

Technické řešení se týká vysoce homogenní vodné suspenze grafen oxidu, která je vhodná pro další syntézy polymerních kompozitů.

5 Dosavadní stav techniky

Grafen oxid se podle prvního postupu Brodieho [1] připravuje zahříváním grafitu, chlorečnanu draselného (KClO_3) a dýmavé kyseliny dusičné (HNO_3); tento postup byl modifikován Hummersem a Olefmanem [2] na rychlejší a efektivnější proces za použití dusičnanu sodného (NaNO_3), kyseliny sírové (H_2SO_4) a manganistanu draselného (KMnO_4). V současnosti je Hummersova metoda nejvíce používána k přípravě grafen oxidu, často však s určitými úpravami a obměnami [3], [4], [5]. Problémem je vznik oxidu manganického Mn_2O_7 , který vzniká reakcí kyseliny sírové a manganistanu draselného [6]:



15 Nevýhodou Hummersovy metody je nestálost oxidu manganického, který se rozkládá při teplotě nad 55°C nebo při kontaktu s organickými látkami. Reakce kyseliny sírové a manganistanu draselného je velmi exotermní a snadno může dojít k překročení bezpečné teploty reakce. Další nevýhodou této metody je vznik jedovatých oxidů dusíku.

Podstata technického řešení

20 Podstata technického řešení spočívá v tom, že grafit je nahrazen grafenem, který snadněji podléhá oxidaci. Z tohoto důvodu je možné snížit množství kyseliny sírové a manganistanu draselného vzhledem k navážce grafenu, což umožní snížit riziko exotermního nárůstu teploty reakce a v konečném důsledku umožní i zvětšování měřítka. Kvůli zamezení vzniku toxických plynných oxidů dusíku byl dusičnan sodný nahrazen kyselinou fosforečnou. Popsaná syntéza vede k vysoce homogenní suspenzi nanočástic grafen oxidu tvořené částicemi grafen oxidu o velikosti v rozmezí 400 až 900 nm a tloušťce částic v rozmezí 0,7 až 1,1 nm a s koncentrací částic grafen oxidu pohybující se v rozmezí 1,2 až 0,8 mg částic v 1 ml suspenze.

Příklady uskutečnění technického řešení

Příklad 1

30 0,75 g práškového grafenu připraveného exfoliací grafitu výkonovým ultrazvukem v tlakovém reaktoru [6], se rozmíchá ve směsi 60 ml konc. kyseliny sírové a 10 ml kyseliny fosforečné. K reakční směsi se přidají 3 g manganistanu draselného a reakční směs se míchá při teplotě 40°C 12 hodin. Získaná temně fialová hustá kapalina se nalije na kostky ledu s 200 ml 30% peroxidu vodíku; za šumivé reakce vzniká citronově žlutý produkt, který se dekantuje vodou a promývá od kyselých reakčních produktů dialýzou, dokud jeho vodivost neodpovídá vodivosti destilované vody. Konečným produktem je suspenze s koncentrací grafen oxidu 1 mg/ml s částicemi grafen oxidu s typickým průměrem v rozmezí 600 až 700 nm a typickou tloušťkou v rozmezí 0,9 až 1 nm.

Průmyslová využitelnost

40 Připravenou vodnou vysoce homogenní suspenzi grafen oxidu (koloidní roztok) je možné použít při přípravě kompozitních polymerů s řízenými vlastnostmi.

Reference:

1. Brodie, B.C., *On the Atomic Weight of Graphite*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 1859. 149: p. 249-259.
2. Hummers, W.S. and R.E. Offeman, *Preparation of Graphitic Oxide*. Journal of the American Chemical Society, 1958. 80(6): p. 1339-1339.
3. Chen, J., et al., *An improved Hummers method for eco-friendly synthesis of graphene oxide*. Carbon, 2013. 64: p. 225-229.
4. Marcano, D.C., et al., *Improved Synthesis of Graphene Oxide*. Acs Nano, 2010. 4(8): p. 4806-4814.
5. Chen, J., et al., *High-yield preparation of graphene oxide from small graphite flakes via an improved Hummers method with a simple purification process*. Carbon, 2015. 81: p. 826-834.
6. Stengl, V., *Preparation of Graphene by Using an Intense Cavitation Field in a Pressurized Ultrasonic Reactor*. Chemistry-a European Journal, 2012. 18(44): p. 14047-14054.

15

NÁROKY NA OCHRANU

1. Vodná suspenze grafen oxidu, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že je tvořena částicemi grafen oxidu o velikosti v rozmezí 400 až 900 nm a tloušťce částic v rozmezí 0,7 až 1,1 nm.
2. Vodná suspenze grafen oxidu podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že koncentrace částic grafen oxidu v suspenzi se pohybuje v rozmezí 1,2 až 0,8 mg částic v 1 ml suspenze.

20

Konec dokumentu
