

UŽITNÝ VZOR

(11) Číslo dokumentu:

28 666

(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
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2015-30970**
(22) Přihlášeno: **16.04.2015**
(47) Zapsáno: **29.09.2015**

(73) Majitel:
Ústav anorganické chemie AVČR, v.v.i., 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, Husinec- Řež 1001, 250 68
Husinec- Řež

(54) Název užitého vzoru:
Vodná suspenze nanočástic grafenu

CZ 28666 U1

Vodná suspenze nanočástic grafenu

Oblast techniky

Technické řešení se týká vysoce homogenní vodné suspenze grafenu, k jejíž přípravě byl použit přírodní grafit.

5 Dosavadní stav techniky

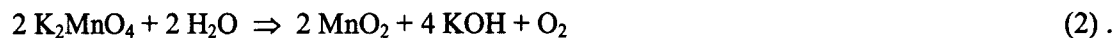
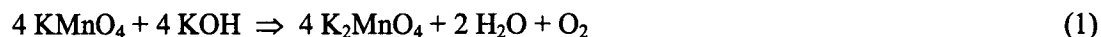
V současné době se grafen z grafitu připravuje mechanickou ex-foliací [Effect of extended ball milling on graphite; N.J. Welham, V. Berbenni, P.G. Chapman. Journal of Alloys and Compounds 349 (2003), 255-263] nebo chemickou ex-foliací působením směsi roztoku kyseliny sírové, dusičné a silných oxidačních činidel (KMnO_4 , KClO_3) na grafit. Tímto způsobem se získají malé grafenové plátky s karboxylovými, hydroxylovými nebo epoxidovými skupinami na jejich Π (pi) vazbách [The chemistry of graphene oxide, D.R. Dreyer, S. Park, Ch.W. Bielawski, R.S. Ruoff, Chem. Soc. Rev. 39 (2010), 228-240]. Další možnosti přípravy představuje ex-foliace grafitových elektrod ve vodném prostředí pomocí elektrického výboje [Properties of carbon onions produced by an arc discharge in water, N. Sano, H. Wang, I. Alexandrou, M. Chhowalla, K.B.K. Teo, G.A.J. Amaratunga, K. Iimura, J. Appl. Phys., 92 (2002), 2783-2788], při které vznikají nanočástice grafitu s „carbon onions“ strukturou.

Výše uvedené metody jsou vzhledem ke své náročnosti a ceně vhodné pouze pro přípravu malých množství koloidního produktu řádu desítek až stovek mg. Další nevýhodou je možnost přítomnosti vedlejších oxidačních produktů, které je nutno odstraňovat redukčními činidly nebo působením redukční atmosféry vodíku.

Podstata technického řešení

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy grafenu v alkalické suspenzi přírodního grafitu (0,1 až 30 % hmotn.) a manganistanu draselného v tlakovém vsádkovém ultrazvukovém reaktoru. Tlak v reaktoru je dán konstrukcí sonifikátoru (tvar a materiál), optimálně 0,4 až 0,6 MPa, maximálně však 2 MPa.

Manganistan draselný, KMnO_4 , reaguje za zvýšené teploty s hydroxidem draselným za vzniku nestabilního mangananu draselného, který se spontánně rozkládá na oxid manganičitý MnO_2 :



Reakční roztok absorbuje ultrazvukové vlnění a ohřívá se na reakční teplotu nutnou pro vznik mangananu draselného. Částice kyslíku ve stavu zrodu, vznikající v průběhu těchto reakcí, způsobují exfoliaci grafitu na grafen. Delaminační procesy indukované působením podélného a stacionárního vlnění probíhají současně.

Tuto metodu lze s výhodou použít také pro exfoliaci dalších materiálů s lamelární strukturou, jako jsou např. přírodní minerály molybdenit (MoS_2) a tungstenit (WS_2) nebo syntetické materiály jako h-BN, h-BCN nebo g- C_3N_4 .

Popsaná syntéza vede k vodné suspenzi nanočástic grafenu s koncentrací částic grafenu v rozmezí 0,5 až 1,5 mg v 1 ml suspenze, která je vhodná zejména pro přípravu vysoce homogenních suspenzí grafen oxidu.

Příklady uskutečnění technického řešení

Příklad 1

5 g přírodního grafitu se za míchání suspenduje ve směsi 130 ml destilované vody, 3 g manganistanu draselného a 24 g KOH. Suspenze se následně ozáří se ultrazvukovým vlněním z generátoru o výkonu 2000 W v tlakovém ultrazvukovém reaktoru za tlaku 0,6 MPa po dobu 10 min. Poté se k roztoku přidá 35% kyselina chlorovodíková tak, aby konečné pH suspenze bylo 4 až 5 a tím se převede veškerý mangan na rozpustnou formu obsahující ionty Mn^{2+} . Suspenze exfoliovaného grafitu se pročistí dialýzou přes Spectra/Por 3 membránu.

Konečným produktem je vysoce homogenní suspenze s koncentrací grafenu 1 mg na 1 ml suspenze částicemi grafenu s typickým průměrem v rozmezí 200 až 600 nm a typickou tloušťkou v rozmezí 0,7 až 0,9 nm.

Příklad 2

1 g přírodního grafitu se za míchání suspenduje ve směsi 130 ml destilované vody, 1,5 g manganistanu draselného a 24 g KOH. Suspenze se následně ozáří ultrazvukovým vlněním z generátoru o výkonu 1000 W v tlakovém ultrazvukovém reaktoru za tlaku 0,6 MPa po dobu 10 min. Poté se k suspenzi přidá 35% kyselina chlorovodíková tak, aby konečné pH suspenze bylo 4 až 5 a tím se převede veškerý mangan na rozpustnou formu obsahující ionty Mn^{2+} . Suspenze exfoliovaného grafitu se pročistí dialýzou přes Spectra/Por 3 membránu.

Konečným produktem je vysoce homogenní suspenze s koncentrací grafenu 1 mg na 1 ml suspenze částicemi grafenu s typickým průměrem v rozmezí 600 až 1000 nm a typickou tloušťkou v rozmezí 0,9 až 1,4 nm.

Průmyslová využitelnost

Vysoce homogenní vodnou suspenzi nanočástic grafenu připravenou z přírodního grafitu lze použít jako plnivo do vodivých polymerních kompozitů, pro přípravu a výrobu průhledných a vodivých vrstev nebo kompozitů na bázi grafenu a zejména je vhodná pro syntézu vysoce homogenních vodných suspenzí grafen oxidu.

N Á R O K Y N A O C H R A N U

1. Vodná suspenze nanočástic grafenu z přírodního grafitu, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že je tvořena částicemi grafenu o velikosti v rozmezí 200 až 1000 nm a tloušťce částic v rozmezí 0,7 až 1,4 nm.

2. Vodná suspenze nanočástic grafenu z přírodního grafitu podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že koncentrace částic grafenu v suspenzi se pohybuje v rozmezí 0,5 až 1,5 mg v 1 ml suspenze.

Konec dokumentu
