

# PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

## 307 072

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

*C01B 32/182* (2017.01)  
*C01B 32/184* (2017.01)  
*C01B 32/19* (2017.01)  
*C01B 32/194* (2017.01)  
*C01B 32/198* (2017.01)

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2016-732**  
(22) Přihlášeno: **24.11.2016**  
(40) Zveřejněno: **27.12.2017**  
**(Věstník č. 52/2017)**  
(47) Uděleno: **15.11.2017**  
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: **27.12.2017**  
**(Věstník č. 52/2017)**

(56) Relevantní dokumenty:

CN 105449210 A; CN 105293476 A; US 2013087446 A; EP 3085664 A; CN 103408000 A; US 2012201738 A.

(73) Majitel patentu:  
Masarykova univerzita, Brno, CZ

(72) Původce:  
doc. RNDr. Pavel Pazdera, CSc., Viničné Šumice, CZ  
RNDr. Mgr. Jan Šimbera, Ph.D., Brno - Žabovřesky, CZ  
Mgr. Eva Havránková, Moravská Nová Ves, CZ  
Mgr. Dana Herová, Ph.D., Brno - Slatina, CZ

(74) Zástupce:  
INVENTIA s.r.o., RNDr. Kateřina Hartvichová, Na Bělidle 3, 150 00 Praha 5

(54) Název vynálezu:  
**Způsob přípravy grafenoidů a grafenoid  
připravitelný tímto způsobem**

(57) Anotace:  
Předkládané řešení poskytuje ekonomicky a ekologicky šetrný způsob přípravy grafenoidů zahrnující krok exfoliace a oxidace suspenze expandovatelného grafitu v ultrasonikovaném exfoliačním a oxidačním roztoku obsahujícím kyselinu octovou, kyselinu sírovou a peroxid vodíku jako zdrojové oxidovadlo při teplotě v rozmezí 50 až 70 °C. Způsob poskytuje grafenoidy s funkčními skupinami dovolujícími rozšíření spektra modifikací. Způsob dále umožňuje snadnou recyklaci a opětovné použití exfoliačního a oxidačního roztoku, a snižuje množství a nebezpečnost odpadů z výroby.

CZ 307072 B6

## Způsob přípravy grafenoidů a grafenoid připravený tímto způsobem

### Oblast techniky

5

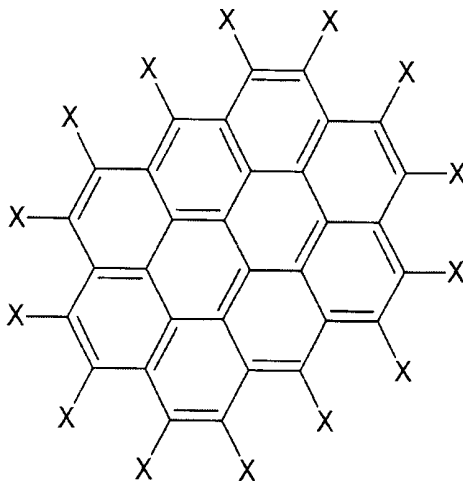
Vynález se týká nového ekonomicky a environmentálně udržitelného procesu pro výrobu grafenoidů, zejména modifikovaných grafenoidů.

### Dosavadní stav techniky

10

Grafen je supertenká forma uhlíku strukturou podobná grafitu (sít' hexagonálních uhlíkových klastrů podobných včelímu plástu – viz vzorec 1), představující nejpevnější známý materiál na světě, který je zároveň velmi lehký.

15



(1)

Vzorec 1 ukazuje schematický strukturální fragment grafenu, tj. jedné planární grafitové vrstvy; X může být atom vodíku, OH, COOH, uhlíkový nebo kyslíkový můstek na další grafenovou vrstvu či spojka na další fragment.

20

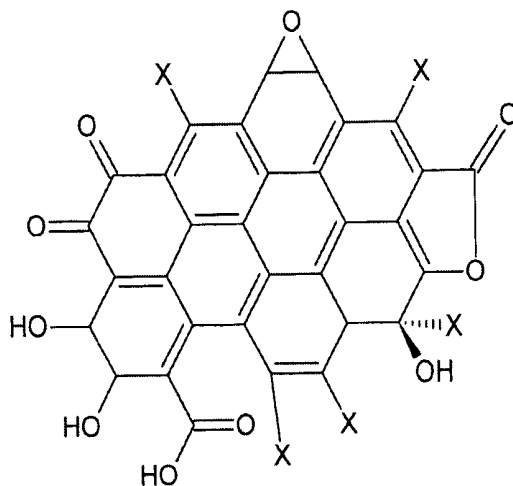
Na výšku má grafen v ideálním případě pouze jeden atom uhlíku a v důsledku této dvoudimenzionální struktury je průhledný a má některé zvláštní fyzikální vlastnosti, které předurčují jeho široké aplikační možnosti např. použití v elektrotechnice (polovodičové součástky, mikroprocesory, (foto)elektrovoltaika, displeje, senzory, lithium iontové a lithium gelové baterie), použití jako kompozitní materiály, sorpční materiály, nosiče léčiv apod.

25

Grafen byl poprvé cíleně připraven v roce 2004 metodou lepicí pásky fyziky ruského původu A. Geimem a K. Novoselovem, kteří za jeho objev dostali Nobelovu cenu v roce 2010.

30

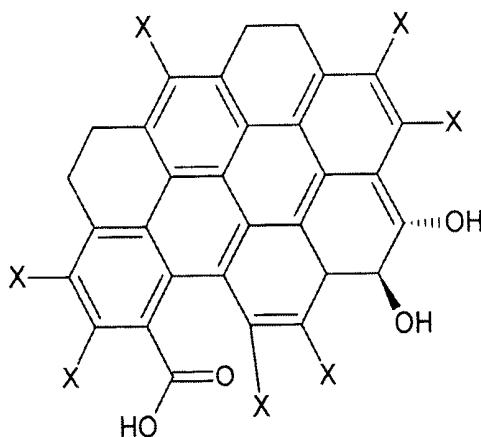
Derivát grafenu byl zřejmě připraven již v roce 1962 chemikem Hanns-Peter Boehmem oxidací grafitu ve směsi s oxidem grafitu metodou popsanou v roce 1859 a upravenou Hummersem v roce 1957.



(2)

Vzorec 2 znázorňuje schematicky strukturní fragment oxidovaného grafenu (grafen oxidu), tj. jedné vrstvy oxidovaného grafitu; význam substituentů X je stejný jako pro vzorec 1.

5



(3)

Vzorec 3 znázorňuje schematicky strukturní fragment oxidovaného grafenu (grafen oxidu), tj. jedné vrstvy oxidovaného grafitu, po redukci; význam substituentů X je stejný jako pro vzorec 1.

10

Vzhledem k rozmanitosti grafitových/grafenových materiálů (lístkováný/exfoliovaný grafit, jeho oxidované a následně redukované produkty, například vzorce 1 až 3) bude v této přihlášce pro grafen, jeho oxidované a částečně nebo úplně redukované formy nadále používán sjednocující termín grafenoidy.

15

Plnému rozvoji potenciálu a využití grafenu i grafenoidů brání zejména nemožnost jeho výroby v dostatečném množství v dané kvalitě a s požadovanými vlastnostmi (správný počet vrstev, délka grafenové vločky, minimum strukturních defektů) a jejich velmi vysoká cena.

20

Principiálně existují dvě základní syntetické strategie přípravy grafenu:

25

1. Syntéza "zdola nahoru", tzv. "růstové metody", kdy produkt roste na substrátu z prekursoru. Tyto metody jsou velmi složité a technologicky náročné.

2. Syntéza "shora dolů", kdy výchozí materiál o vyšší tloušťce je postupně různými postupy ztenčován na požadovaný grafenoid, ideálně monovrstvu.

Metod syntézy obou typuje celá řada, ale vzhledem k zaměření předkládaného vynálezu zde budou stručně popsány chemické metody oxidační exfoliace v roztoku. Podrobnosti jsou uvedeny v nedávném přehledovém článku: Daniel R. Dreyer, Sungjin Park, Christopher W. Bielawski, and Rodney S. Ruoff: The chemistry of graphene oxide. *Chem. Soc. Rev.*, 2010, 39, 228–240. Design syntézy grafenu je obecně následovný. Nejprve je nutno defoliovat grafit jako výchozí materiál, kdy vzniká tzv. expandovatelný grafit, následuje oxidace grafitu na grafit oxid, jehož exfoliací pak vzniká grafen oxid. Uvedené procesy lze spojit do jednoho, např. tzv. vypékáním při teplotách 500 až 800 °C nebo kavitací ultrasonochemicky. Redukcí grafen oxidu vzniká redukovaný grafen oxid, též nazývaný grafen, ve formě jednotlivých vloček s co nejméně funkčními skupinami a defekty, tedy co nejpodobnější monovrstevnému grafenu.

Grafit lze oxidovat řadou metod, požadovaným produktem je v tomto případě grafit oxid. Nejstarší metodou přípravy grafit oxidu je Brodieho oxidace grafitu v přítomnosti chlorečnanu draselného a dýmavé kyseliny dusičné (teplota 60 °C, reakční čas 3 až 4 dny). Tento proces byl později modifikován Staudenmaierem, který pro oxidaci grafitu využíval koncentrované kyseliny sírové a postupných přísadků chlorečnanu draselného v jednotlivých krocích. Oba výše uvedené postupy jsou poměrně nebezpečné kvůli vznikajícímu oxidu chloričitému, který se dále může rozkládat na explozivní směs plynů.

Jednotlivé vločky grafen oxidu vznikají exfoliací grafit oxidu připraveného podle výše uvedených metod. Exfoliace může probíhat sonikací, intenzivním mícháním, teplotní roztažností při tzv. vypékání atd.

Modifikace oxidační exfoliace grafitu na grafen oxid podle Hummerse a Offemana, která je bezpečnější a rychlejší než dříve uvedené metody, využívá směs koncentrované kyseliny sírové, dusičnanu sodného a manganistanu draselného (teplota 45 °C, reakční čas pod 2 h) [W. S. Hummers and R. E. Offeman, *J. Am. Chem. Soc.*, 1958, 80, 1339–1339]. Výtěžky a kvalita grafen oxidu získaného Hummersovou metodou, pak byly dále optimalizovány Marcanou et al. [Marcano, D., Kosynkin, D., Berlin, J., et al.: Improved Synthesis of Graphene Oxide. *ACS Nano* [online]. 2010, roč. 4, čís. 8, s. 4806–4814].

Všechny výše uvedené procesy narušují síť v uhlíkovém plástu  $sp^2$  vazeb a zavádějí hydroxylové nebo epoxidové skupiny v bazální rovině, přičemž na okrajích vločky mohou vznikat karbonylové a karboxylové funkční skupiny, společně s laktonovými, fenolovými a chinonovými strukturálními motivy.

Nevýhodou shora uvedených procesů je vedle vzniku produktu s narušenou strukturou také jejich výrazná environmentální zátěž z důvodu vzniku silně salinických vodných odpadů obsahujících ekotoxické soli těžkých kovů manganu(II) a chromu(III), jejichž odpadový management výrazně zvyšuje výrobní náklady.

I přes uvedené nedostatky jsou ale výše uvedené "klasické oxidace" zatím nejefektivnějšími a nejvyužívanějšími metodami přípravy grafen oxidu. Prozatím jedinou efektivní alternativou k těmto klasickým metodám postup je publikovaný Shenem et al. [Fast and Facile Preparation of Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide Nanoplatelets. *Chem Mater.* 2009;21(15):3514–3520.] Jedná se o reakci benzoyl peroxidu s grafitem za zvýšené teploty (110 °C), reakce probíhá v ultrazvuku. Produkované exfoliované vločky oxidu grafenu jsou ale mnohem menší a méně kvalitní (větší množství defektů). Tento proces je však neudržitelný ekonomicky, je rizikový, protože benzoyl peroxid je drahý a výbušný, a je problematický i z hlediska odpadového managementu (vznikající kyselina benzoová).

Pracoviště Ústavu anorganické chemie AV ČR vyvinulo metodu přípravy grafenoidů založenou na použití intenzivního kavitacího pole v tlakovém ultrasonickém reaktoru. Nevýhodou použitého zařízení je vysoká technologická náročnost a rizika spojená s prací při vysokém tlaku.

Dokument CN 10549210 popisuje postup přípravy grafenových mikroplátků. Postup exfoliace je dvoukrokový, nejprve obsahuje krok předošetrění oxidačním činidlem a interkalátorem za působení ultrazvuku, a následně se provede vlastní exfoliace termickým ošetřením. V tomto dokumentu je vždy jako interkalátor použita pouze jedna kyselina samostatně.

5

Dokument CN 105293476 popisuje přípravu grafenoxidu nebo grafenu. Jedná se o vícekrokový postup, kde se nejprve uvede do kontaktu grafit s interkalátorem, kterým může být kyselina, následně pak s botnacím činidlem, kterým může být peroxid vodíku, následně je výsledný grafenový agregát oxidován silným oxidačním činidlem a exfoliován ve vodě. Dále pak může být exfoliovaný grafenoid redukován.

10

US 2013087446 popisuje jednokrokový postup exfoliace s použitím mikrovlákného záření. V tomto dokumentu se doporučuje co nejvíce snížit počet činidel v reakci, tj. například používat pouze interkalační činidla nebo pouze oxidační činidla. Jako interkalační činidla používá buď anorganické kyseliny samostatně, anebo v kombinaci karboxykyseliny a peroxidu vodíku.

15

Je potřeba ale podotknout, že přítomnost kyslíkatých funkčních skupin a dalších defektů nemusí být z hlediska aplikací takto připravovaného oxidu grafenu pouze negativem. Rozmanitost funkčních skupin, tj. polární protické i aprotické funkční skupiny, obohacuje grafenoidy pro jejich další derivatizaci, resp. pro jejich aplikaci jako sorpčních materiálů pro nejrůznější chemické substance.

20

Řešení podle tohoto vynálezu poskytuje nové grafenoidy se širokým spektrem aplikací, přičemž postup splňuje ekonomické i ekologické požadavky kladené na průmyslové výrobní procesy.

25

### Podstata vynálezu

30

Předmětem vynálezu je způsob přípravy grafenoidů založený na šetrné exfoliaci a oxidaci suspenze expandovatelného grafitu v ultrasonikovaném roztoku obsahujícím kyselinu octovou, kyselinu sírovou a peroxid vodíku jako zdrojové oxidovadlo při teplotě v rozmezí 50 až 70 °C, s výhodou po dobu v rozmezí 24 až 48 h. Použitím ultrazvuku dochází ke kavitaci.

35

Teplota a reakční doba závisí na kvalitě výchozího expandovatelného grafitu, zejména na jeho hustotě, zrnitosti a homogenitě částic. Vyšší hustota a zrnitost ukazuje na nižší stupeň expandovatelnosti grafitové suroviny a při jejím zpracování pak vyžaduje delší reakční dobu, případně vyšší teplotu pro celý proces, nehomogenita částic suroviny pak vede k nižší homogenitě produktu oxidačního procesu. Expandovatelný grafit je komerčně dostupný nebo známými metodami připravitelný materiál.

40

Termín "grafenoid" je zde používán pro grafen, jeho oxidované a částečně nebo úplně redukované formy.

45

Ve výhodném provedení exfoliační a oxidační roztok sestává z

- vodného roztoku kyseliny octové o koncentraci alespoň 90 % hmotn., výhodněji ledové kyseliny octové,
- vodného roztoku kyseliny sírové o koncentraci alespoň 90 % hmotn., výhodněji o koncentraci 92 až 98 % hmotn., nejvýhodněji o koncentraci 95 až 96 % hmotn., a
- vodného roztoku peroxidu vodíku o koncentraci 10 až 32 % hmotn., výhodněji o koncentraci 25 až 30 % hmotn.

50

S výhodou exfoliační a oxidační roztok obsahuje 1 až 5 % hmotn. roztoku kyseliny sírové o koncentraci alespoň 90 % hmotn. (výhodněji o koncentraci 92 až 98 % hmotn., nejvýhodněji o koncentraci 95 až 96 % hmotn.), 1 až 35 % hmotn. vodného roztoku peroxidu vodíku o koncentraci

10 až 32 % hmotn. (výhodněji o koncentraci 25 až 30 % hmotn.), a zbytek do 100 % hmotn. tvoří vodný roztok kyseliny octové o koncentraci alespoň 90 % hmotn. (výhodněji ledová kyselina octová).

5 Vzniklý grafenoid, který je výrazně lehčí než výchozí surovina, přejde po skončení procesu ze dna nádoby do vznášející se suspenze. Může tedy být po skončení exfoliace a oxidace oddělen filtrací (např. na nuči) nebo odstředěním, promyt vodou, s výhodou deionizovanou vodou, vysušen a připraven pro další použití, například pro přímé použití, chemickou modifikaci nebo redukci.

10

Filtrát nebo supernatant je pak možné při doplnění oxidovadla opakovaně použít pro exfoliaci a oxidaci dalších podílů vstupního expandovatelného grafitu. Potřebné množství oxidovadla lze zajistit například zkoušením reakční směsi na test přítomnosti oxidovadla jodidoškrobovým papírkem. Například na zpracování cca 5 kg suroviny lze použít opakovaně cca 1 kg kyseliny octové, 50 až 60 g kyseliny sírové a 0,4 až 0,6 kg 30 % hmotn. vodného roztoku peroxidu vodíku. Exfoliační a oxidační roztok je dále možné regenerovat odstraněním vody frakční destilací. Možnost snadné recyklace exfoliačního a oxidačního roztoku významně snižuje množství odpadu z procesu. Jednou ze značných výhod způsobu podle vynálezu je také to, že odpad není zatížen organickými či anorganickými solemi a může být likvidován obvyklým způsobem.

20

Exfoliační a oxidační proces podle vynálezu je založen na interkalaci malých molekul kyseliny peroxooctové a peroxosírových kyselin vznikajících *in situ* z peroxidu vodíku mezi vrstvy grafitu, namísto velkých molekul oxidů a kyselin manganu(VII) a chromu(VI) při stávajících procesech oxidativní exfoliace. Tím je celý proces k odloupenutým pláštům grafitu šetrnější a nevznikají zde poruchy v tak velkém rozsahu, jako je tomu při užití stávajících procesů (viz Obr. 1 a 2, porovnání grafen oxidu připraveného Hummersovou metodou a grafen oxidu připraveného způsobem podle předkládaného vynálezu), rovněž oxidace probíhá s výrazně vyšším stupněm selektivity.

25

30 Jak ukázala spektroskopie DRIFT (Obr. 3 až 5 – spektra výchozího expandovatelného grafitu, grafen oxidu připraveného Hummersovou metodou a grafen oxidu připraveného způsobem podle předkládaného vynálezu), produkt připravený způsobem podle vynálezu vedle početně zastoupených karboxylových a laktamových funkčních skupin, hydroxyskupin a cyklických etherů (oxiranové kruhy) obsahuje na okrajích plástu také karbonylové funkční skupiny v chinonových  
35 strukturních fragmentech, které při sorpčních dějích umožňují další typy mezimolekulových interakcí oproti stávajícím grafenoidům. Produkt tedy dále umožňuje širší spektrum chemických modifikací pro další praktické aplikace.

35

Předkládaný vynález tedy dále zahrnuje grafenoidy připravitelné způsobem podle vynálezu, obsahující karboxylové, laktamové, hydroxy funkční skupiny, oxiranové kruhy, a karbonylové funkční skupiny v chinonových strukturních fragmentech.

40

#### 45 Objasnění výkresů

45

Obrázek 1. Snímky z rastrovacího elektronového mikroskopu, zleva doprava: A = expandovatelný grafit (zorné pole 1,22 mm); B = oxid grafenu připravený Hummersovou metodou (zorné pole 1,45 mm); C = oxid grafenu připravený podle vynálezu (zorné pole 689  $\mu\text{m}$ ).

50

Obrázek 2. Snímky z rastrovacího elektronového mikroskopu, zleva doprava: A = expandovatelný grafit (zorné pole 6,52  $\mu\text{m}$ ); B = oxid grafenu připravený Hummersovou metodou (zorné pole 9,34  $\mu\text{m}$ ); C = oxid grafenu připravený podle vynálezu (zorné pole 7,13  $\mu\text{m}$ ).

Obrázek 3. DRIFT spektrum expandovatelného grafitu.

55

Obrázek 4. DRIFT spektrum oxidu grafenu, připravený Hummersovou metodou.

Obrázek 5. DRIFT spektrum oxidu grafenu, připravený způsobem podle vynálezu.

5

### Příklady uskutečnění vynálezu

Do skleněné varné baňky objemu 2000 ml se postupně umístí za protřepávání 100 g expandovatelného grafitu, 1000 g ledové kyseliny octové, 10 g kyseliny sírové o koncentraci 95 % hmotn. a 10 g vodného roztoku peroxidu vodíku o koncentraci 30 % hmotn. Poté se baňka umístí do ultrazvukové sonikační vany, která je při sonikačním procesu vyhřívána na teplotu lázně 60 °C +/- 5 °C. Po dvou hodinách se proces přerušuje a provede se test přítomnosti oxidovadla jodidoškrobovým papírkem. V případě, že test je negativní, přidá se do reagující suspenze další dávka 10 g vodného roztoku peroxidu vodíku o koncentraci 30 % hmotn. a v sonikačním procesu se při shora uvedených teplotě pokračuje do té doby, až na dně reakční nádoby nejsou patrné zbytky sedimentovaného expandovatelného grafitu. Celý proces trvá cca 24 až 40 hodin podle kvality použité grafitové suroviny. Test na přítomnost oxidovadla se průběžně po cca 5 hodinách opakuje s případným doplněním oxidovadla. Po ukončení reakce se produkt odsaje přes filtrační nuči se skleněnou fritou a filtrát se uschová pro opakované použití. Produkt se pak promývá deionizovanou vodou do neutrální reakce a suší se na vzduchu nebo ve vakuu při teplotě 20 °C až 30 °C do konstantní hmotnosti, která se pohybuje v rozmezí 80 g +/- 3 g.

Exfoliační a oxidační roztok (filtrát) po odsátí produktu se smísí s další porcí 100 g grafitové suroviny, přidá se 1 g kyseliny sírové o shora uvedené koncentraci, podle potřeby peroxid vodíku (dle testu přítomnosti oxidovadla pomocí jodidoškrobového papírku) a sonikační proces se shora uvedeným postupem zopakuje. Opakováním sonikačního procesu je pak možné při doplnění oxidovadla a kyseliny sírové zpracovat cca 5 kg grafitové suroviny tak, že se použije cca 1 kg kyseliny octové, 50 až 60 g kyseliny sírové a 0,4 až 0,6 kg 30 % hmotn. vodného roztoku peroxidu vodíku.

30

### Charakteristiky:

Spektrum DRIFT připraveného grafenoidu (Obr. 5), FTIR spektrometr Tensor 27 (Bruker) s DRIFT-nástavcem, vlnčet/cm<sup>-1</sup> (intenzita vibračního pásu – vs=velmi silná, s=silná, m=střední, w=slabá): 3850 (m) O–H, 3402 (m) asoc. O–H, 3381 (m) asoc. O–H, 1695 (s) C=O, 1672 (s) C=O, 1645 (vs) C=O chinon, 1574 (m), 1435 (m), 1213 (m) C–O–C, 1054 (vs) C–O alkohol, 901 (m) =C–H, 871 (m) cis-oxiran.

Elementární analýza C, H, N, S, (O), elementární analyzátor Flash 2000 (Thermo Fisher Scientific Inc.): 53,25±0,04 % C, 2,48±0,02 % H, 0,05±0,02 % N, 0,05±0,02 % S (44,17 % O – dopočteno do 100 %). Uváděná procenta jsou hmotnostní procenta.

Elektronová mikroskopie, rastrovací elektronový mikroskop VEGA3, katoda LaB<sub>6</sub> (Tescan), snímky připraveného grafenoidů Obr. 1,2.

45

### Průmyslová využitelnost

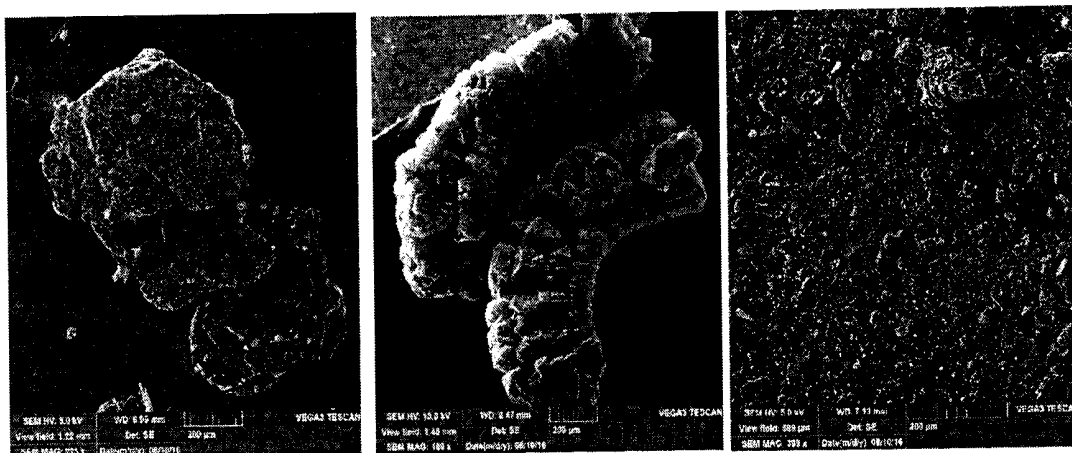
Předkládaný vynález poskytuje účinnou levnou nízkoodpadovou produkční technologii, která poskytuje grafenoidní materiály pro přímé použití či pro další zpracování, např. modifikace s využitím přítomných funkčních skupin, s možností velkého spektra aplikací. Aplikace výsledný materiál nalezne zejména v rovině sorpčně/desorpčních průmyslových procesů – čištění vod od speciálních kontaminantů, jako je např. (nano)stříbro nebo těžce biologicky odbouratelná léčiva včetně hormonální antikoncepce, čištění a skladování plynů (analogie s tlakovými lahvemi pro acetylen), použití pro čištění prostorů bojové techniky po střelbě apod., a dále pro přípravu lehkých kompozitních materiálů, ale také v elektrotechnice (lithiové články).

50

## PATENTOVÉ NÁROKY

- 5 1. Způsob přípravy grafenoidů, zahrnující krok exfoliace a oxidace suspenze expandovatelného grafitu v exfoliačním a oxidačním roztoku, **vyznačený tím**, že exfoliační a oxidační roztok obsahuje kyselinu octovou, kyselinu sírovou a peroxid vodíku jako zdrojové oxidovadlo, a že exfoliační a oxidační roztok se podrobí ultrasonikaci při teplotě v rozmezí 50 až 70 °C.
- 10 2. Způsob podle nároku 1, **vyznačený tím**, že se provádí po dobu v rozmezí 24 až 48 h.
3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, **vyznačený tím**, že exfoliační a oxidační roztok sestává z
- 15 – vodného roztoku kyseliny octové o koncentraci alespoň 90 % hmotn., výhodněji ledové kyseliny octové,  
– vodného roztoku kyseliny sírové o koncentraci alespoň 90 % hmotn., výhodněji o koncentraci 92 až 98 % hmotn., nejvýhodněji o koncentraci 95 až 96 % hmotn., a  
20 – vodného roztoku peroxidu vodíku o koncentraci 10 až 32 % hmotn., výhodněji o koncentraci 25 až 30 % hmotn.
4. Způsob podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačený tím**, že exfoliační a oxidační roztok obsahuje 1 až 5 % hmotn. roztoku kyseliny sírové o koncentraci alespoň 90 % hmotn., 1 až 35 % hmotn. vodného roztoku peroxidu vodíku o koncentraci 10 až 32 % hmotn., a zbytek do 100 % hmotn. tvoří vodný roztok kyseliny octové o koncentraci alespoň 90 % hmotn.
- 25 5. Způsob podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, **vyznačený tím**, že vzniklý grafenoid se po skončení exfoliace a oxidace oddělí filtrací nebo odstředěním, a s výhodou dále promyje vodou a vysuší.
- 30 6. Způsob podle nároku 5, **vyznačený tím**, že filtrát nebo supernatant po filtraci nebo odstředění se po doplnění oxidovadla opakovaně použije pro exfoliaci a oxidaci dalších podílů vstupního expandovatelného grafitu.
- 35 7. Způsob podle nároku 6, **vyznačený tím**, že potřebné množství oxidovadla se zajistí zkoušením reakční směsi na test přítomnosti oxidovadla jodidoškrobovým papírkem.
8. Způsob podle nároku 6 nebo 7, **vyznačený tím**, že exfoliační a oxidační roztok se dále regeneruje odstraněním vody frakční destilací.
- 40 9. Grafenoid připravitelný způsobem podle kteréhokoliv z nároků 1 až 5, obsahující karboxylové, laktamové, hydroxy funkční skupiny, oxiranové kruhy, a karbonylové funkční skupiny v chinonových strukturních fragmentech.
- 45



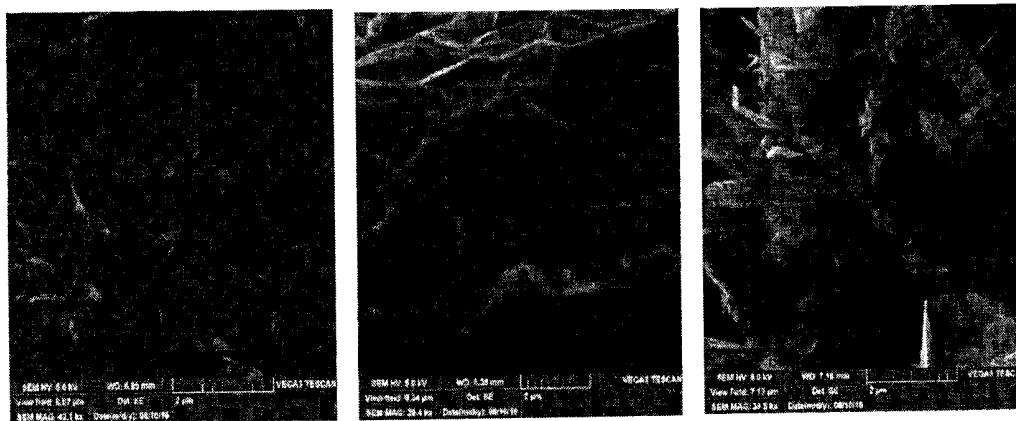


A

B

C

Obrázek 1.

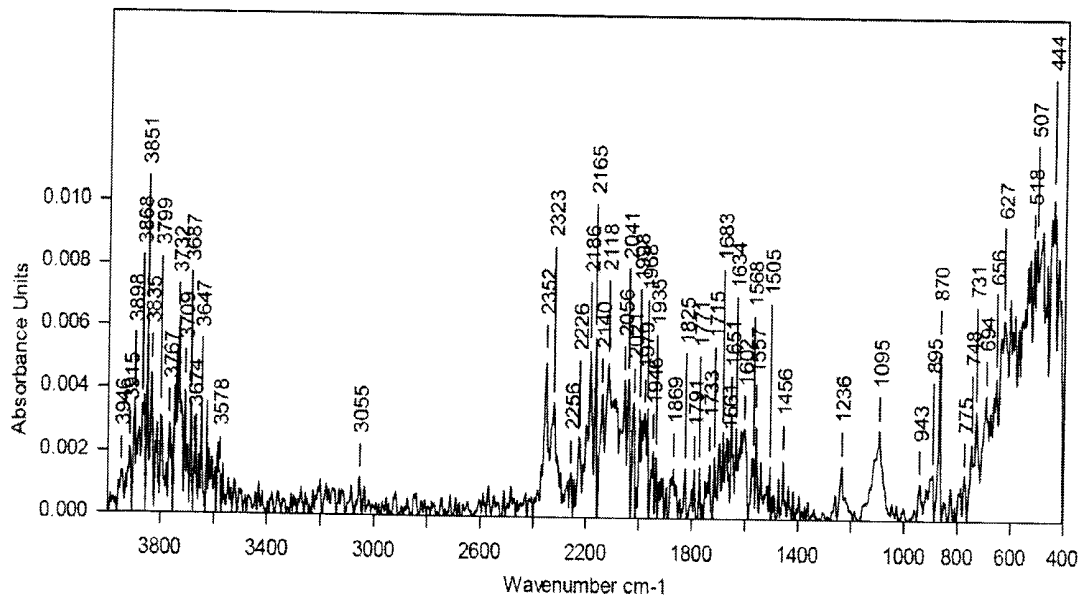


A

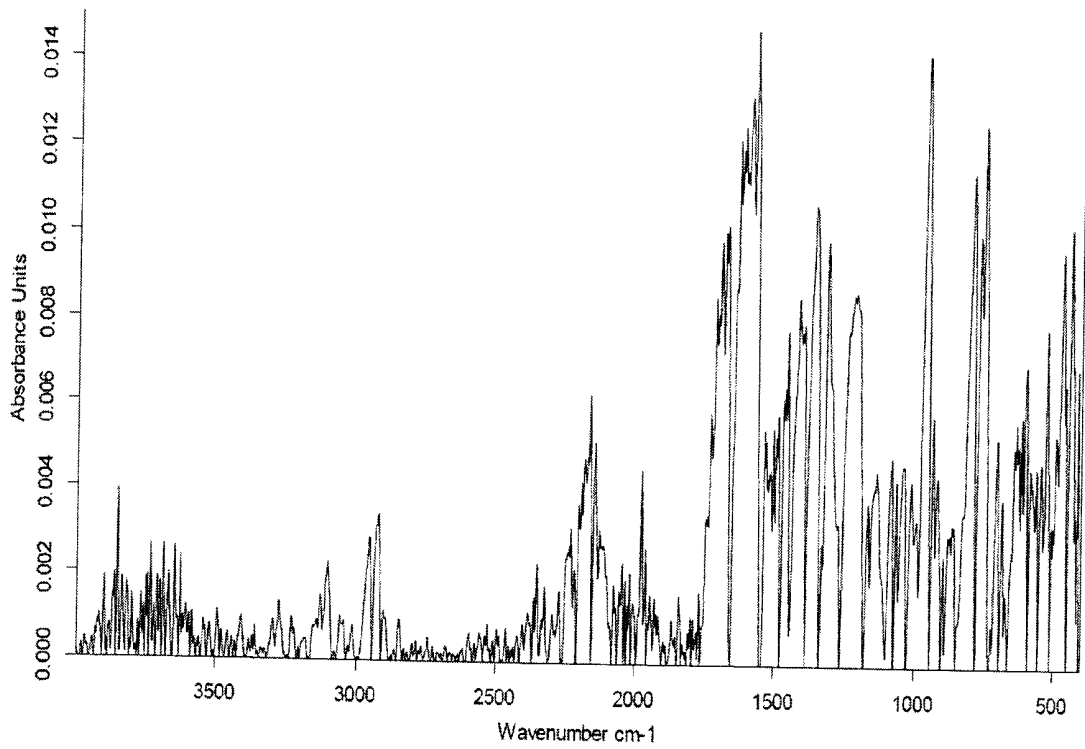
B

C

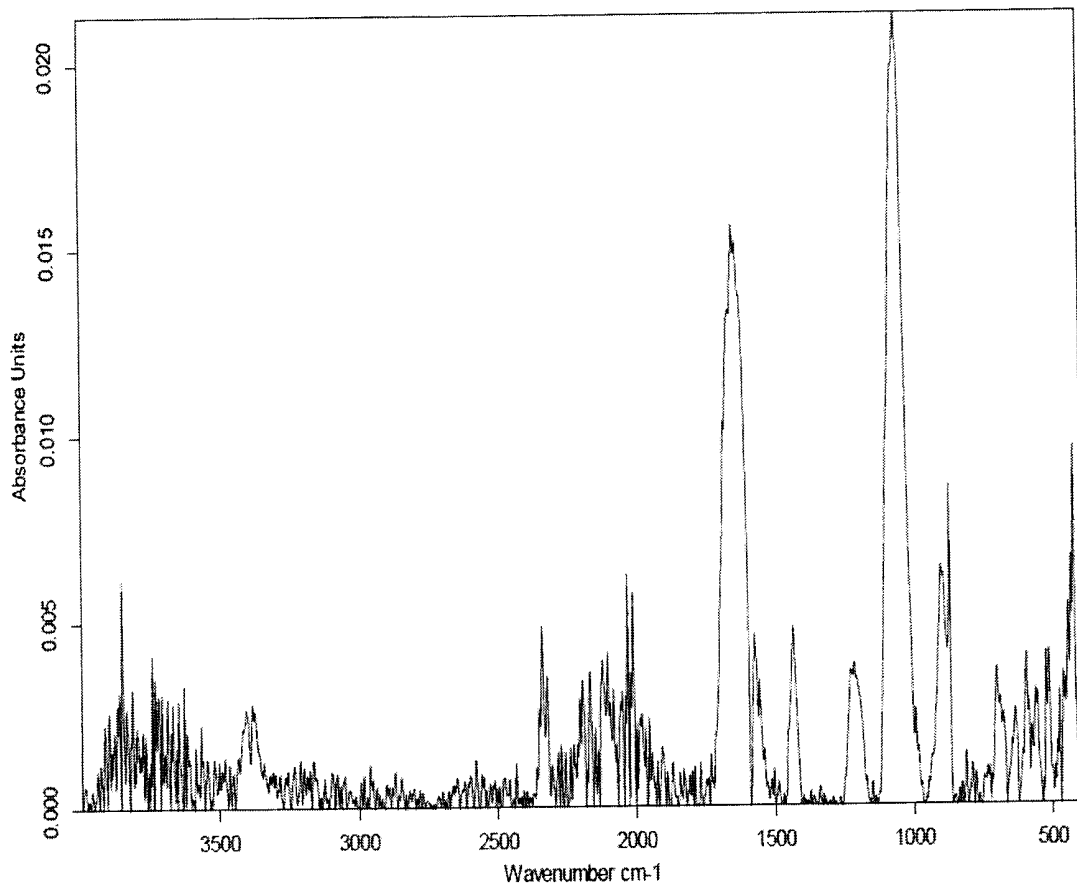
Obrázek 2.



Obrázek 3.



Obrázek 4.



Obrázek 5.

---

Konec dokumentu

---