

FISA TEHNOLOGICA METODA DE OBTINERE OXID DE GRAFENA

Denumire Procedeu: Sinteza chimica a oxidului de grafena (GO)

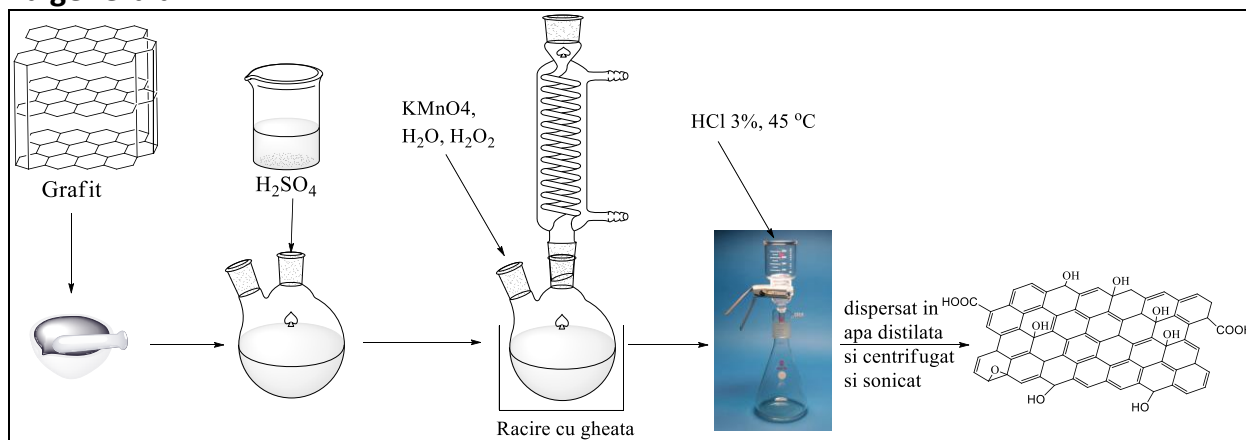
Descriere Procedeu: Metoda constă în mojararea a 10 g de grafit pentru micșorarea agregatelor. Această cantitate de grafit se introduce într-un balon cu fund rotund de 1000 ml ce se află într-o baie de gheață. Peste se adaugă 200 g H_2SO_4 (aproximativ 200 ml). Soluția obținută se amestecă iar apoi timp de 30 de minute sub răcire continuă se adaugă 1.5g $KMnO_4$ în porțiuni mici pentru a păstra o temperatură mai mică de $10\text{ }^\circ\text{C}$ în balon. Treptat se observă o transformare a culorii amestecului în albastru închis. După cele 30 minute se mai adaugă încă 30g $KMnO_4$ în porțiuni mici pentru a nu depăși temperatura de $20\text{ }^\circ\text{C}$. După terminarea adăugării de $KMnO_4$ se crește temperatura reacției la $35\text{ }^\circ\text{C}$ și este păstrată timp de 30 de minute. Cu trecerea timpului soluția devine păstoasă și își schimbă culoarea spre maroniu. La sfârșitul celor 30 de minute se adaugă ușor 450 ml apă distilată pentru a nu provoca efervescentă. Adăugarea apei duce la creșterea temperaturii de reacție la $90\text{-}95\text{ }^\circ\text{C}$. Suspensia diluată este lăsată 15 minute la această temperatură după care este tratată cu 35 ml H_2O_2 și 265 ml apă distilată pentru a reduce permanganatul rezidual și MnO_2 . După tratamentul cu H_2O_2 suspensia devine galbenă.

Suspensia caldă a fost filtrată și spălată de 3 ori cu câte 500 ml soluție 3% HCl având $45\text{ }^\circ\text{C}$. După spălare oxidul de grafit a fost dispersat în 4000 ml apă distilată rece și centrifugat la 4000 rpm timp de 20 de min.

Oxidul de grafit a fost apoi dispersat în 2000 ml apă distilată și centrifugat în aceleași condiții. Procesul a fost repetat de două ori. Pasta a fost uscată la $45\text{ }^\circ\text{C}$ iar filmele obținute au fost mojarate în moara cu bile la 450 rpm.

După mojarare 100 mg de oxid de grafit au fost dispersate în 100 ml de apă distilată și sonicate timp de 2 ore în baia de sonicare la temperatura camerei. Soluția rezultată a fost filtrate și uscată la vid timp de 48 de ore obținându-se oxidul de grafenă (GO).

Schema generala:



Control Calitate: Caracterizarea și controlul conformității parametrilor fizico-chimici ai oxidului de grafena vizează structura, dimensiunea și morfologia. Caracteristicile structurale sunt determinate

prin difracție de raze X pe un echipament Bruker D8 ADVANCE, pe un spectrometru în infraroșu cu transformată Fourier - Bruker Vertex 70 în domeniul $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ cu o rezoluție de 4 cm^{-1} și un număr de 32 scanări, pe un spectroscop de fotoelectroni cu raze X Thermo Scientific. Pentru studierea morfologiei s-au obținut imaginile SEM ale GO utilizând un echipament Zeiss EVO 50 SEM având un catod LaB6 și un sistem Bruker EDX.

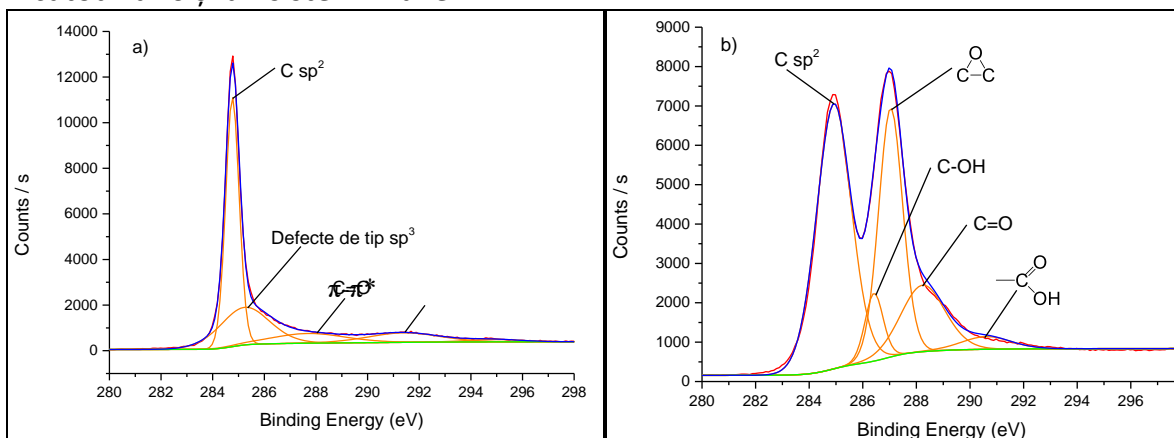


Figura 1. Spectrele de înaltă rezoluție pentru C1s ale probelor a) Grafită și b) GO

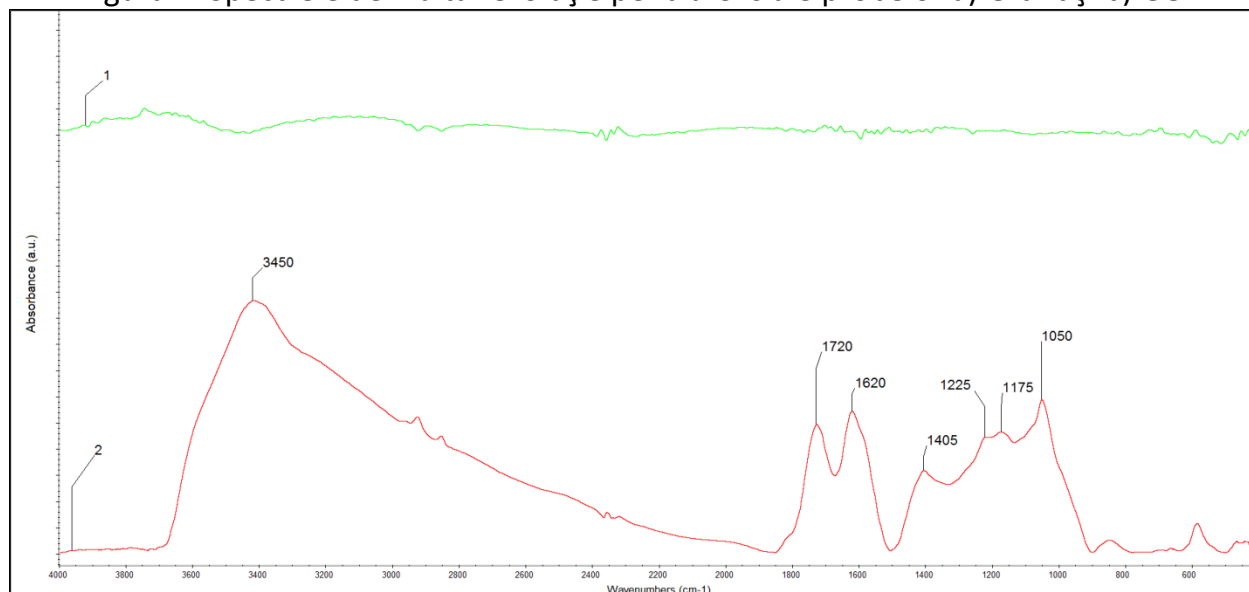


Figura 2. Spectrele FT-IR pentru 1) Grafită și 2) GO