

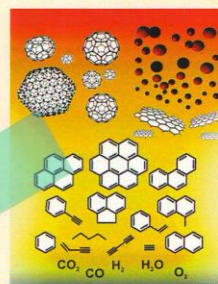
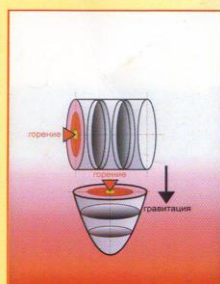
Ministry of Education & Science of the Republic of Kazakhstan / Қазақстан Республикасы Білім және Ғылым Министрлігі
Министерство Образования и Науки Республики Казахстан

al-Farabi Kazakh National University / әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті
Казахский национальный университет им. аль-Фараби



Proceedings of the Joint International VIII Symposium “Combustion & Plasmochemistry”

The Institute of Combustion Problem. Институт проблем горения. МОН РК - Комитет Науки



and

Scientific & Technical Conference “Energy Efficiency-2015”

National Academy of Science of Ukraine / The Gas Institute
Українаның Ұлттық Ғылыми академиясы / Газ Институты
Національна академія наук України / Інститут газу



Бірлескен VIII “ЖАНУ ЖӘНЕ ПЛАЗМОХИМИЯ” халықаралық симпозиумы
мен “ЭНЕРГИЯЛЫҚ ТИІМДІЛІК-2015” ғылыми техникалық конференциясы

Совместный VIII международный симпозиум “ГОРЕНИЕ И ПЛАЗМОХИМИЯ”
и научно-техническая конференция “ЭНЕРГОЭФФЕКТИВНОСТЬ-2015”

September, 16-18, 2015, Almaty, Republic of Kazakhstan

**ВОССТАНОВЛЕНИЕ ОКСИДА ГРАФЕНА В ТРЕХМЕРНЫЕ ПОРИСТЫЕ
СТРУКТУРЫ**

**Ф.Р. Султанов^{1,2}, А.А. Уразгалиева^{1,2}, Б. Бакболат^{1,2}, З. Азизов¹, Байтимбетова Б.А.,
З.А. Мансуров^{1,2}, Shin-Shem Pei³**

¹Институт проблем горения, Алматы, Казахстан

²Казахский Национальный Университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан

³Хьюстонский Университет, Центр перспективных материалов, Хьюстон, США

faiz_23@bk.ru

Аннотация

В данной работе показана возможность получения трехмерных структур – аэрогелей путем восстановления оксида графена рядом химических восстановителей. Полученные аэрогели характеризуются высокой пористостью и низкой относительной плотностью.

Введение

Легковесные, ультрапористые структуры на основе углеродных наноматериалов представляют собой класс веществ, способных сорбировать огромные количества органических жидкостей. Так же они весьма интересны проявлением электропроводности, что делает их несомненным кандидатом в использовании в сфере суперконденсаторов в виду их большой удельной площади поверхности.

Одним из важных свойств аэрогелей является их эластичность, способность восстанавливать прежнюю форму после нагрузки. Легковесные материалы, одновременно поддающиеся сжатию, с последующим упругим восстановлением своей первоначальной формы находят широкое применение [1]

Наиболее перспективным является получение аэрогелей на основе оксида графена [2], углеродных нанотрубок [3], композитных аэрогелей из графена и углеродных нанотрубок [4].

Авторами данной работы была предпринята попытка получить аэрогели на основе оксида графена путем его химического восстановления с последующей сушкой образованных гидрогелей.

Экспериментальная часть

Оксид графена получали из природного графита модифицированным методом Хаммера [5]

Синтез аэрогеля на основе оксида графена проводился в стеклянной емкости с герметично закрывающейся крышкой. В емкость добавляли взвешенное количество оксида графена (0,045 г) и дистиллированной воды (15 мл). Затем полученную смесь подвергали ультразвуковой обработке в течение 40 минут с образованием гомогенной водной дисперсии оксида графена (стойкая жидкость коричневого цвета). Далее к полученной дисперсии добавляли восстановительные агенты – этилендиамин, L-корбиновая кислота, NaHSO₃ доводя pH среды до 10-11. После чего содержимое нагревалось в течение 5-7 часов в сушильном шкафу при температуре 95°C с образованием гидрогеля в результате самосборки

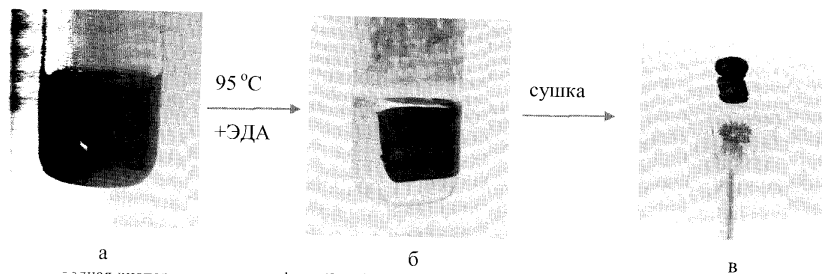
VIII Международный симпозиум
«Горение и плазмохимия»
Международная научно-техническая конференция
«Энергоэффективность-2015»

Из рисунка 1 а наглядно видно, что при использовании в качестве восстановительного агента L-аскорбиновой кислоты при одинаковой концентрации оксида графена в дисперсии происходит значительное сжатие структуры образованного гидрогеля. Сформированный гидрогель неправильной формы, с большим количеством дефектов. Данное явление так же наблюдалось при использовании NaHSO_3 в качестве восстановительного агента. Однако при использовании этилендиамина в качестве восстановительного агента, полученный гидрогель образует равномерно сшитую структуру, при этом значение усадки минимально.

Устойчивость оксида графена и его водной дисперсии в основном заключается в наличии карбоксильных групп в среде. Наиболее подходящим значением pH среды для формирования трехмерной структуры гидрогеля находилось в интервале от 10 до 12. Было установлено, что при значении pH 12, что говорит о содержании большого количества этилендиамина в водной дисперсии, так же происходило сжатие образца. Поэтому при синтезе аэрогелей на основе оксида графена, этилендиамин добавлялся специальным микрошприцом при постоянном перемешивании и замере pH используемой дисперсии. Наиболее благоприятный pH при использовании этилендиамина находился в интервале 10-11.

Интересным и перспективным представился тот факт, что при самосборке графеновых слоев в трехмерную структуру при его восстановлении, формируемый гидрогель принимает форму сосуда, в котором производится его химическое восстановление. Данное явление открывает возможность получения образцов аэрогелей заданных форм.

В целом синтез аэрогелей на основе оксида графена заключался в основных 3-х этапах: создание водной дисперсии оксида графена под воздействием ультразвука; химическое восстановление оксида графена посредством ввода этилендиамина в качестве восстановительного агента и строительного блока с термическим прогревом при 95°C ; сушка полученных образцов (рисунок 2).



а – водная дисперсия оксида графена (3 мг/мл; 15 мл); б – образованный в результате химического восстановления гидрогель на основе оксида графена; в – образец высушенного аэрогеля на основе оксида графена после сублимационной сушки на поверхности одувачника

Рис. 2 – Иллюстрация процесса получения аэрогелей на основе оксида графена

Из рисунка 2 в видно, что полученный аэрогель на основе восстановленного оксида графена представляет собой легковесную систему, способной удержаться на поверхности одувачника. Данное явление подтверждает возможность его применения для селективной очистки органических растворителей ввиду его низкой относительной плотности. природной способности восстановленного оксида графена.

VIII Международный симпозиум
«Горение и плазмохимия»
Международная научно-техническая конференция
«Энергоэффективность-2015»

графеновых слоев в трехмерную структуру при восстановлении функциональных гидроксигрупп на поверхности слоев оксида графена.

После формирования устойчивого, химически сшитого гидрогеля, важным этапом является удаление воды из его структуры. Для удаления воды из структуры аэрогеля использовали сублимационную сушку.

Образцы замораживались в жидком азоте, после чего перемещались в откачивающую камеру с температурой среды от -5 до -15 °С. Давление в откачивающей камере составляло 20-60 Па. При таких условиях лед переходит в газообразное состояние, минуя жидкую фазу и сублимирует. В результате формируется ультрапористая структура аэрогеля, т.к. при заморозке образцов в жидком азоте происходило формирование его пор из-за образования частиц льда в структуре.

Результаты и их обсуждение

При проведении синтеза аэрогелей на основе оксида графена важным этапом является создание его гомогенной и стабильной водной дисперсии. Было установлено, что при обработке ультразвуком навески порошка оксида графена в 15 мл дистиллированной воды в течение 60 минут, происходило образование устойчивой дисперсии темно коричневого цвета. Цвет дисперсии зависел от концентрации оксида графена.

Важным параметром при формировании трехмерной структуры аэрогеля является концентрация оксида графена в используемой для синтеза его водной дисперсии. Экспериментальным путем был определен интервал концентраций оксида графена для синтеза аэрогелей от 1 до 5 мг/мл. При концентрациях оксида графена 1-2 мг/мл происходило формирование связанной трехмерной структуры, гидрогель был механически связан и при малейших внешних воздействиях его структура разрушалась. Однако при концентрации 3 мг/мл происходило формирование крепко сшитой структуры гидрогеля с минимальным значением усадки – до 20 %. Дальнейшее увеличение концентрации оксида графена приводило к росту его относительной плотности. Таким образом для получения ультралёгких аэрогелей была взята постоянная концентрация оксида графена 3 мг/мл.

Для получения аэрогелей на основе оксида графена в качестве восстановительного агента было использовано несколько химических веществ: этилендиамин, L-аскорбиновая кислота, NaHSO_3 . Полученные данные говорят, что тип восстановительного агента оказывает значительное влияние на формирование структуры гидрогеля.

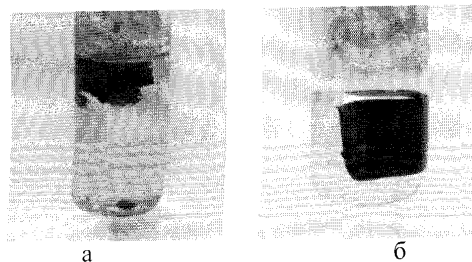


Рис. 1 – Фотоснимки гидрогелей на основе оксида графена, восстановленного L-аскорбиновой кислотой (а) и этилендиамином (б)

I
агента
присое
гидрог
наблю
исполь
образу
У
наличи
формир
станов
этилен
синтезе
гидрог
гидроф

Из
связи в
образу
структа
В
струк
структ
структ
структ

Из
структ

Из
структ
структ
структ
структ

Институт

VIII Международный симпозиум
«Горение и плазмохимия»
Международная научно-техническая конференция
«Энергоэффективность-2015»

Заключение

Изучен процесс химического восстановления оксида графена рядом восстановителей. При использовании этилендиамина при восстановлении оксида графена были получены аэрогели, которые характеризуются низкой плотностью и высокой пористостью

Литература

1. Hu H., Zhao Z., Wan W., Gogotsi Yu., Qiu J. Polymer/Graphene Hybrid Aerogels with High Compressibility, Conductivity, and “Sticky” Superhydrophobicity // ACS Applied Materials Interfaces. – 2014. – Т. 6. – С. 3242-3249. DOI: 10.1021/am4050647
2. Hu H., Zhao Z., Wan W., Gogotsi Yu., Qiu J. Ultralight and Highly Compressible Graphene Aerogels // Adv. Mater. – 2013. – Т.25. – С.2219-2223. DOI: 10.1002/adma.201201411
3. Kim K.H., Vural M., Islam M.F. Single wall carbon nanotube aerogel-based thermal conductors // Adv. Mater. – 2011. – Т. 23. – С. 2865-2869. DOI: 10.1002/adma.201100317
4. Sultanov F.R., Pei S S., Auyelkhankyzy M., Smagulova G., Lesbayev B.T., Mansurov S. Aerogels Based on Graphene Oxide with Addition of Carbon Nanotubes: Synthesis and Properties // Eurasian Chemico-Technological Journal. – 2014. – V.16. – С. 265-269
5. Hummers W.S., Offeman R.E. Preparation of graphitic oxide // J. Am. Chem. Soc. – 1958. – V. 80. № 6. P. 1339–1339

Abstract

The possibility for obtaining of 3D structures – aerogels, via graphene oxide reduction using various reducing agents is shown in this article. The as-obtained aerogels are characterized by high porosity and low relative density

РА

АНОТА
Ключевые
слова

Заключен
У
Тема
Ключевые

Ключевые

В
Второй
Ключевые
Ключевые
Ключевые
Ключевые
Ключевые
Ключевые
Ключевые
Ключевые
Ключевые

Результ

У
Ключевые
Ключевые
Ключевые
Ключевые
Ключевые

Ключевые