

# PROPERTIES OF GRAPHENE OXIDE SOLUTIONS

**Radoslav Mach**

Master Degree Programme (2), FEEC BUT

E-mail: xmachr00@stud.feec.vutbr.cz

Supervised by: Jiří Vaněk

E-mail: vanekji@feec.vutbr.cz

**Abstract:** This paper deals with project based on researching of graphene oxide (GO) layers. Main subject is summarizing the basic factors having influence on graphene oxide solvents and its resultant applications on a substrate. There has been made a special substrate made of FR4 composite material for electrical measuring purposes. The goal of this project is creating of homogeneous layer for measuring physical properties of GO layers.

**Keywords:** graphene, graphene oxide, solution, application, GO

## 1 ÚVOD

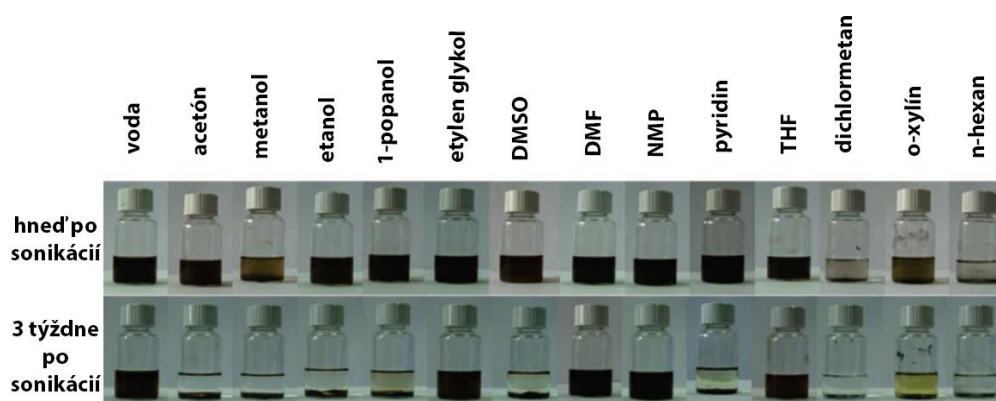
Nanotechnológie a nanomateriály majú každým rokom väčší vplyv na rozvoj materiálového inžinierstva, najmä v elektrotechnickom priemysle. Najväčšími milníkmi na tomto poli boli objavy exotických alotropných modifikácií uhlíka medzi ktoré patril grafén. Značná časť vedeckej spoločnosti upriamuje pozornosť práve na tento materiál, jeho produkciu a využitie. Avšak efektívna a cenovo dostupná výroba väčšieho množstva je stále v počiatočnom štádiu, preto sa pracuje s inými alternatívami v podobe iných materiálov grafénovej podstaty. Jednou z nich je oxid grafénu, ktorý po redukcii nadobúda vlastnosti veľmi blízke práve čistému grafénu.

## 2 GO DISPERZIE

Podstata zhotovovania povrchov z oxidu grafénu tkvie v tvorbe roztokov s kvalitnou disperziou a dobrou homogenitou rozpustených častíc materiálu v rozpúšťadle. Pri tomto procese sa uplatňuje viacero faktorov majúcich veľký vplyv na výsledný nanášaný materiál.

Disperzia, alebo inak povedané rozptyl či rozptýlosť je veľmi dôležitým aspektom pri príprave vzorky GO vrstvičky a priamo súvisí s rozpustnosťou materiálu. Disperzná sústava obsahuje minimálne dve zložky, disperzný podiel a disperzné prostredie. Aby došlo k rozpusteniu a rozptýleniu častíc nejakej pevnej látky v kvapaline je potrebné narušiť sily, ktoré držia častice daného materiálu v pevnom skupenstve. Hlavným faktorom pri tomto deji je veľkosť medzimolekulárnych síl danej pevnej látky. Disperzným prostredím sa v tomto prípade rozumie rozpúšťadlo. S grafenoidom sa používajú výlučne polárne rozpúšťadla ako napríklad etanol, acetonitril, N-metylpirolydon či destilovaná voda. [1]

Pri príprave vhodnej disperzie treba brať ohľad aj na metódu miešania, ktorá môže mať rozhodujúci vplyv na kvalitu rozptýlenia pevných častíc v disperznom prostredí. Okrem klasického mechanického premiešavania roztokov sa často uplatňuje takzvaná sonikácia (ultrazvukové miešanie). Ide o efektívny spôsob rozptýlenia častíc v disperznom prostredí. Vzhľad výslednej disperzie po sonikácii dobre interpretuje Obrázok 1. Avšak ultrazvukové kmity o frekvenciách nad 20 kHz môžu jednotlivé mikročastice grafenoidu rozbiť na menšie. Tento jav môže mať negatívny vplyv na elektrické vlastnosti materiálu, ktoré sú určené práve prekryvmi jednotlivých častíc medzi sebou.

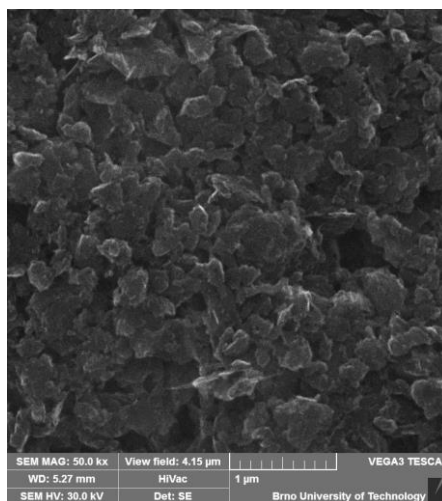


Obrázok 1: Disperzia oxidu grafénu v jednotlivých typoch rozpúšťadiel tesne po ultrazvukovom miešaní a 3 týždne po ňom [2]

### 3 TVORBA VZORKY A JEJ CHARAKTERIZÁCIA

Pre tento projekt boli vyhotovené 2 roztoky. Jeden obsahujúci 100 mg prášku oxidu grafénu zakúpený od spoločnosti SIGMA ALDRICH, ako rozpúšťadlo sme zvolili kombináciu 10 ml destilovanej vody a 2,5 ml etanolu v pomere 4:1. Po namiešaní roztoku nasledovala sonikácia, ktorá prebiehala v štyroch cykloch po 4 minútach. Výsledný roztok bol síce silno koncentrovaný, ale disponoval relatívne dobrou homogenitou. Druhým roztokom bol oxid grafénu značenia GOPAZ poskytnutý Masarykovou Univerzitou mechanicky miešaný v planétovom guľovom mlyne s etanolom.

V rámci určovania vlastností materiálu, bola nanosená kvapka roztoku na čistý kremíkový substrát za cieľom pozorovania rastovacím elektrónovým mikroskopom.



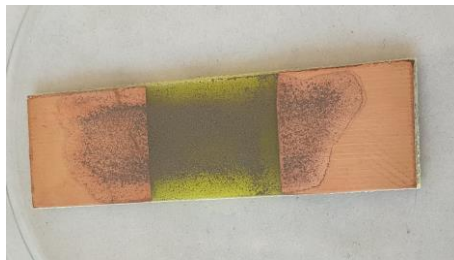
Obrázok 2: Snímka grafenoidovej štruktúry vzorky od SIGMA ALDRICH na mikrometrovej úrovni

Na základe zhotovených snímok sme určili priemernú veľkosť GO častíc, ktorá sa pohybovala na úrovni 0,1 – 0,3 µm.

Pre nanosenie materiálu s perspektívou merania jeho elektrických vlastností sme sa rozhodli pre nekonvenčné riešenie otázky nosného substrátu danej vzorky. Špeciálne pre tieto účely boli narezané obdĺžnikové plôšky FR4 materiálu, ktorých plocha bola rozdelená na tri časti tak aby mohli byť vytvorené na okrajových častiach medené elektródy. Za týmto účelom sa vyleptala len prostredná časť substrátu.



Obrázok 3: Vzorka nanoseného roztoku na vyleptaný FR4 podklad po vysušení



Obrázok 4: Vzorka nanoseného roztoku GOPAZ s etanolom

Nanášanie grafenoidu prebiehalo jednoduchou kvapkovou metódou použitím mikropipety. Na podklady bolo nanosených 200  $\mu\text{l}$  roztoku. Takto vytvorenú vzorku je po vysušení možné podrobiť meraniu rôznych fyzikálnych veličín.

Použitím multimetra LINI-T UT71A bola nameraná hodnota u prvej vzorky 2,517 k $\Omega$  zatiaľ čo pri meraní odporu impedančnou spektroskopiou sa pohybovala hodnota odporu okolo 2,714 k $\Omega$ . Táto odchýlka mohla byť spôsobená vonkajšími faktormi pôsobiacimi pri citlivom meraní touto metódou. Druhá vzorka bola svojou zjavnou nerovnomernosťou a nekvalitou predurčená k nevodivosti. Na impedančnej spektroskopii boli namerané hodnoty rádovo v megaohmoch.

Treba poznamenať, že experimenty pracujú s neredukovaným oxidom grafénu. Redukciou oxidov, ktorá sa vykonáva tepelnou alebo chemickou formou možno doceliť zredukovanie množstva oxidov naviazaných na uhlíkovú štruktúru do takej miery až materiál nadobudne vlastnosti porovnateľne s vlastnosťami čistého grafénu. [3]

#### 4 ZÁVER

Tvorba GO vrstiev za účelom merania fyzikálnych vlastností si vyžaduje množstvo optimalizácií v príprave roztoku a jeho následného nanášania. V tomto projekte bol znázornený pokus s elementárnym kvapkovým nanášaním. Avšak pre tieto účely je výhodnejšie pracovať so sofistikovanejšími metódami ako sú napríklad spin coating, spray coating či metóda nanášania cez filtračný papier. Tento článok predstavuje malú časť z chystanej záverečnej diplomovej práce, ktorej predmetom je nanášanie grafenoidových roztokov roznými metódami a následná charakterizácia materiálu.

#### REFERENCE (REFERENCES)

- [1] Rozpúšťadlo. Internet : [online]. [cit. 2017-02-12]. Odkaz z: <http://www.gsurba.sk/pdf/pk/8/roztoky.pdf>
- [2] Paredes JI, Villar-Rodil S, Martínez-Alonso A, Tascón JMD. *Graphene oxide dispersions in organic solvents*. Langmuir 2008;24:10560–4.
- [3] *Grafén a oxid grafénu*. Internet : [online], [cit. 2017-02-12]. Odkaz z: [http://www.elu.sav.sk/fileadmin/user\\_upload/elu\\_spravy/grafen.pdf](http://www.elu.sav.sk/fileadmin/user_upload/elu_spravy/grafen.pdf)