

Достижения RSC

ДОКУМЕНТ

[Просмотреть статью онлайн](#)

[Просмотреть журнал](#) | [Просмотреть выпуск](#)



Отметить крестиком
нажмите для получения обновлений

Прочитайте это: RSC Adv., 2015, 5, 10816

Влияние функциональных групп на диэлектрик, оптический газ чувствительные свойства оксида графена и восстановленный оксид графена при комнатной температуре

Т. Кавинкумар, А. Д. Шастикумарб и С. Маниваннан *а

Оксид графена (GO) был синтезирован из графита с помощью процесса химического окисления и термообработки при 110 и 220°C в вакуумной атмосфере. Частичное восстановление и sp^3 Для sp^2 фазовый переход GO был охарактеризован порошковой рентгеновской дифракцией, инфракрасным преобразованием Фурье, микро комбинационным рассеянием, ультрафиолетово-видимым спектром методами спектроскопии ближнего инфракрасного диапазона. Были изучены диэлектрические свойства первичного GO и термообработанного GO в частотном диапазоне 10^2 Для 10^6 Гц при 27 °C. Удаляются гидроксильные, карбоксильные функциональные группы после термообработки при температуре 220 °C, выражено более высокая электропроводность, диэлектрическая проницаемость и диэлектрические потери в порядке 10^{-2} $S m^{-1}$ 10^3 и 10^5 соответственно, чем у исходного GO 10^{-6} $S m^{-1}$ 10^1 и 10^1 Первозданный и термообработанный GO покрывали частично удаленным полиметилметакрилатом оптическое волокно и использовали в качестве волоконно-оптических газовых датчиков. Волокна с покрытием GO и термообработанные волокна с покрытием GO были чувствительными для обнаружения паров аммиака, этанола и метанола в диапазоне от 0 до 500 частей на миллион при 27 °C. Чувствительность GO для волоконно-оптического датчика с покрытием были рассчитаны значения -0,32, -0,26 и -0,20 отсчетов на промилле для аммиака, паров этанола и метанола соответственно. Влияние функциональных групп на чувствительность к диэлектрикам и газам Были исследованы и представлены свойства GO.

Получено 20 октября 2014 г.
Принято 6 января 2015 г.

DOI: 10.1039/c4ra12766h

www.rsc.org/advances

Введение

Графен - фундаментальный строительный блок углеродных материалов поскольку он состоит из двумерных углеродных листов, скрепленных sp^2 . $IT sp^2$ играет важную роль в науке, технике и технологиях благодаря своим превосходным механическим, тепловым и электрическим свойствам .1-3 За последние несколько лет высококачественные графеновые листы были получены несколькими методами, включая скотч,⁴ химическое / термическое восстановление⁵, химическое осаждение из паровой фазы (CVD) ⁶ и эпитаксиальный рост.⁷ Среди них экономичное массовое производство получение графена было реализовано путем восстановления графоксида фенола (GO). Ковалентно оформленные функциональные группы, такие как в виде гидроксила эпоксиды присутствуют на базальных плоскостях, карбонильные и карбоксильные группы на краях слоев графена приводят к получению термостойкого наноматериала GO. крайне нестабильный наноматериал GO. GO, состоящий из толстых двумерных листов, стал электропроводящим и сильно гидрофильным из-за присутствия большего количества $s p^3$ и меньше sp^2 атомов углерода. Превосходные физические и механические свойства GO находят потенциальное применение в наноэлектронике, полимерный композит, биомедицина, сенсор и фотоэлектрика

устройства.8-12 Удаление функциональных групп кислорода из поверхности GO была получена химическим и термическим методами.¹³ Наиболее часто используемых восстановителей - гидратинк, 5 боргидрид натрия, 14 гидрохинон¹⁵ и аскорбиновая кислота.¹⁶ По сравнению с химическим методом термическая обработка безвреден для окружающей среды и предлагает высококачественный графен. rGO и графен имеют тенденцию быстро оседать после диспергирования в этаноле, воде и этиленгликоле. Это связано с удалением функциональных групп из GO после обжигания. Функциональные группы в GO помогут нам настроить электрические и газочувствительные свойства.

В последнее время GO и графен широко используются в качестве активных материалов для обнаружения молекул газа. Насыщенные кислородом листы графена датчик имеет очень большую площадь поверхности и развивает лучшие газоотдачи возможности обнаружения, чем у его аналога, благодаря адсорбции газа молекулы на поверхности листов.^{17,18} Некоторые и др. продемонстрировали газовые сенсоры, использующие гидрофильный GO и гидрофобно восстановленный оксид графена (rGO) для определения летучих органических газов. Есть сообщается, что чувствительность GO выше, чем у rGO. Это это связано с большой площадью поверхности и наличием различных функциональных групп в GO.¹⁹ С другой стороны, Хуанг и др. сообщили *in situ* исследование изменения электрических свойств GO температура бумаги от -40 до 150 °C. Исследования диэлектрической спектроскопии *In situ* выявлен четырехступенчатый переход электрических свойств GO с повышением температуры.²⁰ Приведенные выше отчеты явно указывают на раскрывает потенциал GO и rGO в области газового зондирования и приложений для гибких электронных устройств.

*Лаборатория углеродных наноматериалов, факультет физики, Национальный институт Технология, Тиручираппали 620 015, Индия. Электронная почта: ksmani@nitt.edu; ksmaniphysics@yahoo.com; Факс: +91-431-2500133; Тел.: +91-431-2503616

Отделение физики Национального технологического института, Тиручираппали, 620 015, Индия

↑ Доступна электронная дополнительная информация (ESI). Смотрите DOI: 10.1039/c4ra12766h

Но для практического применения при работе при комнатной температуре газовый датчик и гибкие электронные устройства требуют четко определенных характеристик GO и rGO. Следовательно, важно поймите роль функциональных групп в отношении газа чувствительные и диэлектрические свойства. Настоящая работа посвящена индивидуальному синтезу веществ, прошедших термическую обработку. Впервые роль гидроксильного, карбоксильного функциональных группы по диэлектрическим и оптическим газочувствительным свойствам GO, сообщается о термической обработке GO паров аммиака, этанола и метанола.

Экспериментальный раздел

Приготовление пленок GO для самостоятельного нанесения

GO готовили из коммерческого графитового порошка (Альфа Аесар 250 меш) с использованием модифицированного метода Хаммерса, о котором сообщалось в другом месте.²¹ Получали стабильную дисперсию синтезированного GO- получали прямым отшелушиванием в дважды дистиллированной воде под обработкой ультразвуком в течение 60 мин при 30°C. Отдельно стоящую бумагу GO получали методом вакуумной фильтрации из коллоидного раствора GO с использованием мембранный фильтра с тефлоновым покрытием 300 нм. Толщину бумаги GO измеряли как 50 мкм с помощью полевого эмиссионного сканирующего электронного микроскопа (FESEM). Бумага GO отжигали при 110, 220°C в вакуумной печи в течение 30 мин и использовали для дальнейших исследований. Термическое восстановление GO на месте схематично представлено на рис. 1. Поверхность и края GO были прикреплены различными кислородными функциональными группами, такими как карбоксильные, гидроксильные и эпоксидные. Наличие функциональных групп увеличивают межслойное расстояние GO и было рассчитано

равны 0,930 нм. Уменьшенное межслойное расстояние было получено после термической обработки GO. Это произошло из-за потери функциональных групп, которые увеличили ван-дер-ваальсовое взаимодействие между слоями GO.

Характеристика

Регистрировали картину порошковой рентгеновской дифракции (XRD) (Rigaku Ultima III) со скоростью сканирования 0,2° мин⁻¹ в диапазоне 5-80° с CuK α_1 излучением (1,5406 Å). Инфракрасное преобразование Фурье (FT-IR) спектры всех образцов были собраны с помощью термо- Спектрофотометра Scientific Nicolet IS5 в диапазоне 4000-1000 см⁻¹. Проводили термогравиметрический анализ (TGA) в диапазоне температур 30-800°C при скорости нагрева 20°C мин⁻¹ при N₂ атмосфера (SIINT, EXSTAR 6200). Ультрафиолетовые- исследования в видимой и ближней инфракрасной областях (UV-vis-NIR) проводились в диапазон 200-800 нм с использованием спектрофотометра JASCO UV-vis-NIR (модель-V-670) спектрофотометр. Микроструктура образца была получено с помощью рамановского спектрометра Princeton Acton SP2500 с длиной волны возбуждения лазерного луча 514,5 нм. В оценивали морфологию нанолистов GO и толщину с использованием FESEM (Quanta 250 FEG, FEI). Комнатная температура измерение диэлектрика проводилось в частотном диапазоне 10² Для 10⁶ Hz (ХИОКИ 3532-50). В 1 cm² СНИМАЙТЕ отдельно стоящий фильм был зажат между двумя серебряными электродами для создания омического контакты на обеих сторонах бумаги. Диэлектрическое исследование материал развивает понимание электрических свойств в зависимости от применяемой частоты, где комплексная диэлектрическая проницаемость определяется формулой²²

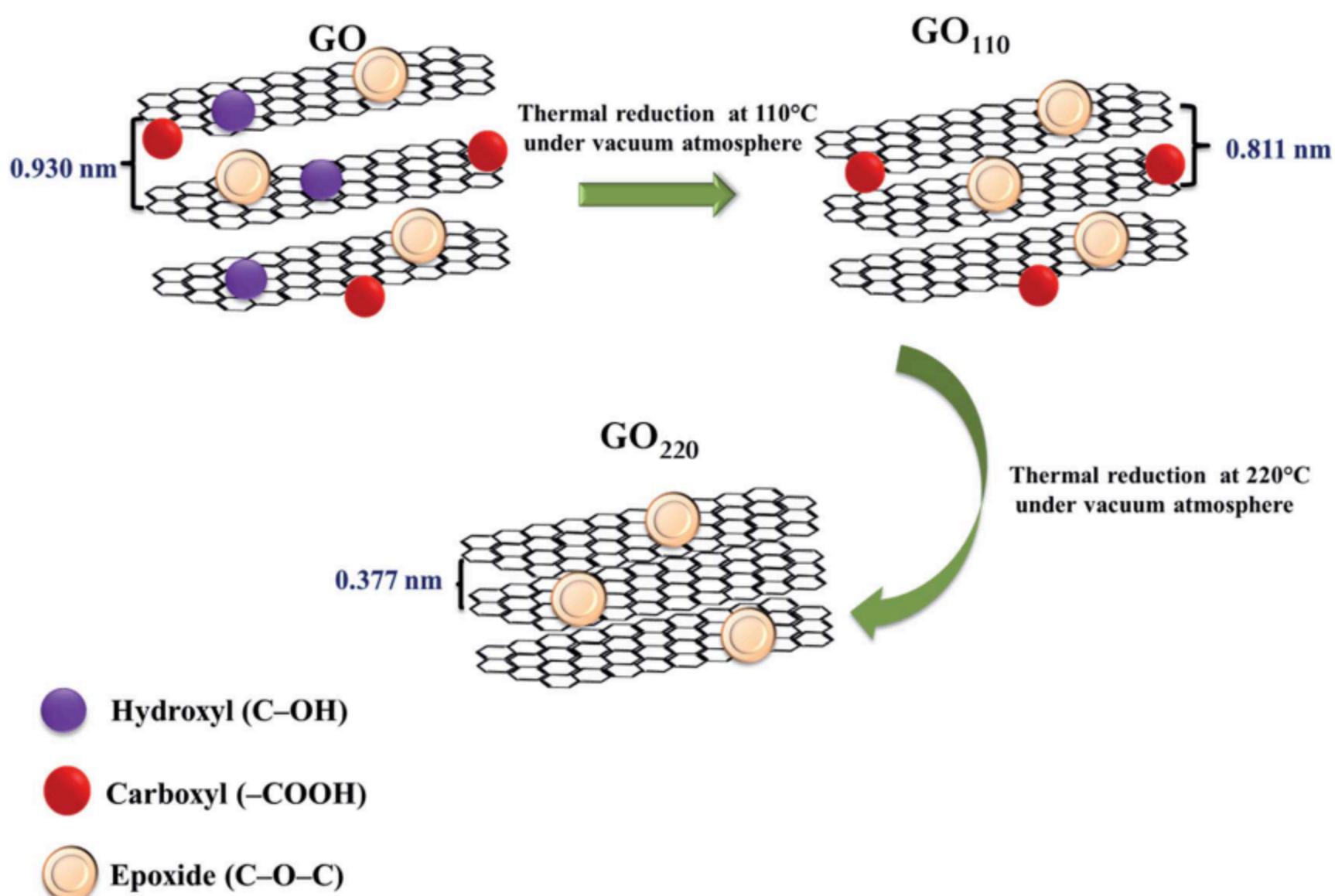


Рис. 1 Принципиальная схема разложения функциональных групп кислорода из листов GO.

$$\epsilon^*(\omega) = \epsilon'(\omega) - i\epsilon''(\omega)$$

(1)

$$\sigma = \epsilon_0 \epsilon' \omega \tan \delta$$

(6)

где ϵ' и ϵ'' - действительная и мнимая части комплекса диэлектрическая проницаемость соответственно. $\omega = 2\pi f$ - угловая частота, f - приложенная частота. Диэлектрические потери материала известны из коэффициента рассеяния или тангенса потерь, который приведен в

$$\tan \delta(\omega) = \frac{\epsilon''(\omega)}{\epsilon'(\omega)}$$

Действительная часть диэлектрической проницаемости получена из следующего соотношения,

$$\epsilon'(\omega) = \frac{C_1 d}{\epsilon_0 A}$$

где C_1 соответствует ли измеренная емкость в фардах, d и A толщине и площади поперечного сечения бумаги GO в метре и m^2 соответственно, ϵ_0 - диэлектрическая проницаемость свободного пространства, $= 8.85 \times 10^{-12} F m^{-1}$. Был рассчитан комплексный электрический модуль диэлектрической проницаемости. Действительная (M') и мнимая M'' части электрического модуля вычисляются с использованием действительной и мнимых частей диэлектрической проницаемости следующим образом

$$M' = \frac{\epsilon'}{\epsilon'^2 + \epsilon''^2}$$

$$M'' = \frac{\epsilon''}{\epsilon'^2 + \epsilon''^2}$$

Электропроводность переменного тока (σ) рассчитывалась с помощью следующего уравнения²⁹

Подготовка волоконно-оптического газового датчика

Газочувствительные свойства изучались с использованием самодельной волоконно-оптической экспериментальной установки с источником белого света (100-2000 нм, модель: SL1, Stellar Net Inc., США) и миниатюрный волоконно-оптический спектрометр (100-1100 нм, модель: EPP-2000, Stellar Net Inc., США). Сигнал в виде света, наблюдавшийся с помощью спектрометра троммер был сопряжен с компьютером и спектральным реакцию волокна на аммиак регистрировали независимо, этиanol и пары метанола, как сообщалось ранее.^{23,24}

(3) Многомодовый полиметилметакрилат с индексом ступенчатости (PMMA)

область оболочки волокна удаляли длиной более 3 см в центре. Волокно длиной 42 см адаптировали к методу механического расщепления. снятое с оболочки волокно затем полировали и наблюдали за его однородностью через оптический микроскоп после очистки этапом. Диаметр волокна PMMA составлял 750 мкм (сердцевина = 735 мкм, оболочка = 15 мкм, NA = 0,51) с показателем преломления 1,492 и 1,402 для сердцевины и оболочки соответственно. Подготовленные GO и термообработанные GO₁₁₀ GO220 были нанесены независимо поверх удаленные участки волокон покрывали методом нанесения покрытия погружением и затем сушили на воздухе. Подготовленный волоконно-оптический газовый датчик был

(4) вставлен в газочувствительную камеру. Принципиальная схема экспериментальной установки для измерения газочувствительностью изображена (5) на рис. 2. Пары аммиака, этианола и метанола, приготовленные на различные концентрации (0-500 частей на миллион) допускались отдельно для прохождения в газочувствительную камеру через входное отверстие для газа с помощью регулятора. После 10 мин пропускания пара изменили интенсивности выходного света непрерывно измеряли для каждой концентрации. Все измерения проводились при 27°C.

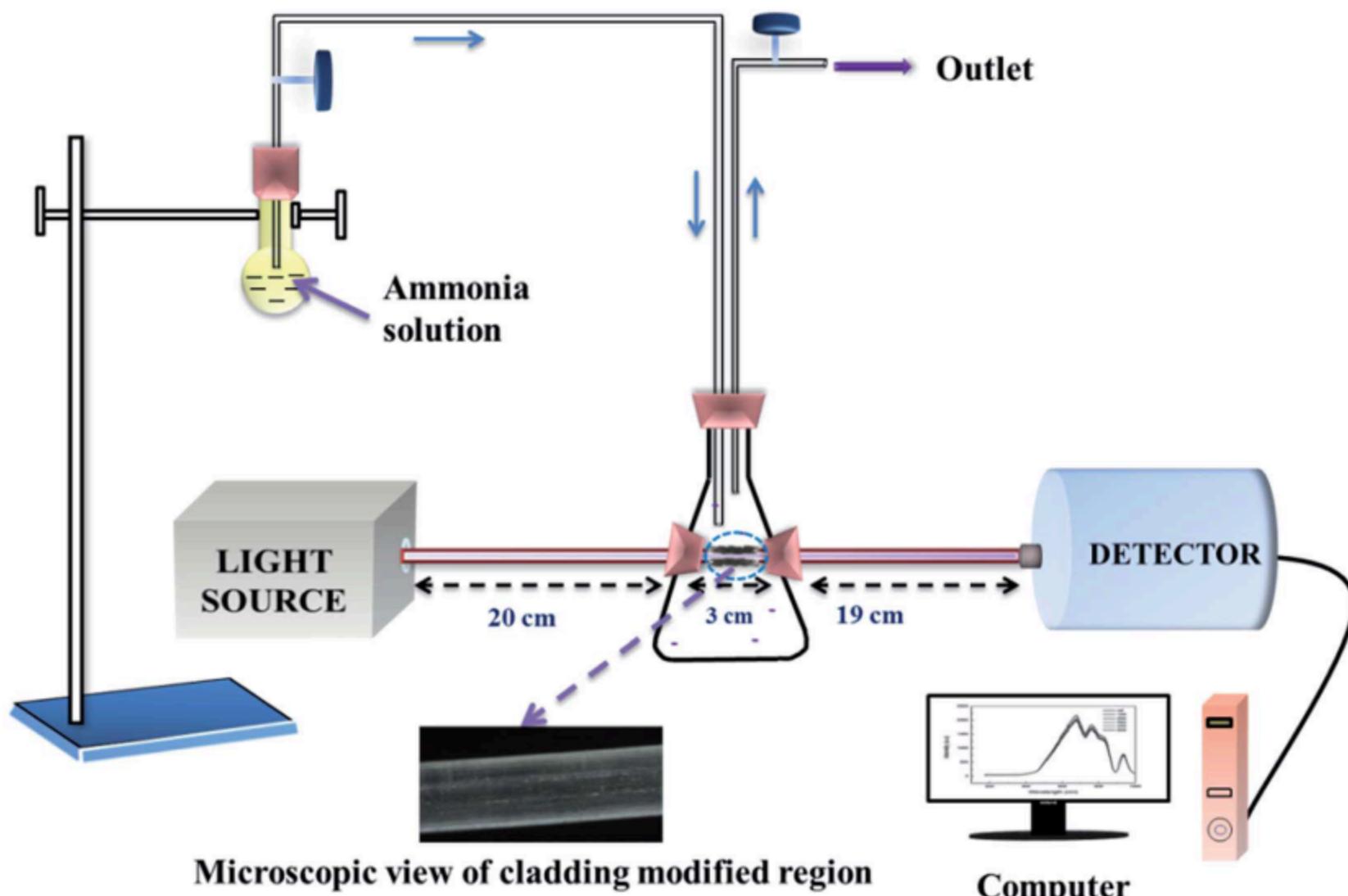
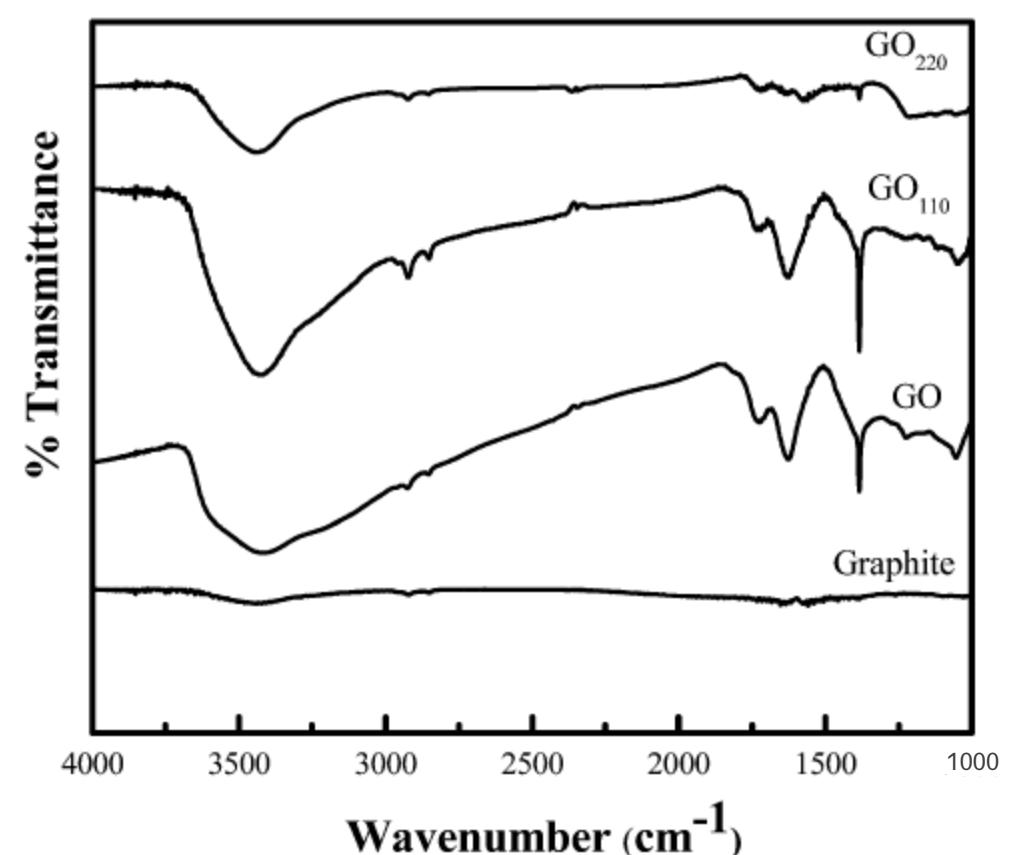


Рис. 2 Принципиальная схема установки волоконно-оптического газового датчика.

Результаты и обсуждение

На рис. 3 показаны рентгенограммы графита в порошке GO, GO₁₁₀ и GO₂₂₀. GO и графит показали максимальную интенсивность при 9.5° и 26.5° соответственно, соответствующий промежуточному слою расстояние 0,930 нм и 0,338 нм. Максимальная интенсивность при $2\theta = 9.5^\circ$ подтверждает, что графит был полностью окислен до GO. Интеркаляция молекул воды, различных функциональных кислородных групп, прикрепленные к базальным плоскостям, краям и sp^3 связующим дефектам, образовавшимся на однородных графеновых листах, были ответственны за большее расстояние между слоями GO, чем у графита. При нагревании GO до 110 °C максимальная интенсивность была слегка сдвинута на $2\theta = 10.9^\circ$ соответствующее расстояние между слоями 0,811 нм, указывающее на удаление физически адсорбированных молекул воды и функциональных групп кислорода. Характерный дифрагированный рисунок GO исчез, и при 23,6 °C появился широкий рисунок, соответствующий межслою расстояние 0,377 нм при нагревании образца при 220 °C. Это широкая и слабая структура предполагает наличие графеновых слоев в GO₂₂₀. Это подтверждает большую часть кислорода функциональные группы были удалены из графеновых листов.²⁵

Инфракрасные спектры графита, GO, GO₁₁₀ и GO₂₂₀ были предварительно представлены на рис. 4, а назначение приведено в таблице 1. Нет пик поглощения графита подтвердил отсутствие функциональных функциональных групп в промышленном графитовом порошке. Коэффициент поглощения зафиксированы пики на отметках 1725, 3416, 1054 и 1383 см⁻¹ в ГОД наличие функциональных групп C=O, O-H, C-O и C-OH соответственно. Удаление функциональных групп из GO после термической обработки при 110 и 220 °C была ответственна за уменьшенную пиковую интенсивность. Тем не менее, присутствие слабых пиков поглощения, установленных GO, было частично уменьшено после процессов термической обработки. Молекулы воды были выпарены из GO при 110 °C, что привело к снижению O-H пиковая интенсивность GO₁₁₀. Колебаний оставшихся функциональных

Рис. 4. ИК-спектры графита в нетронутом состоянии, GO₁₁₀ и GO₂₂₀

группы, прикрепленные с помощью GO₁₁₀, соответствуют функциональным группам в GO. Этот результат подтвердил, что термообработка действительно не нарушила основную структуру GO. Между тем, большая часть функциональных групп исчезла из GO после нагрева до 220 °C. Однако следы функциональных групп в меде- гребенчатая структура углерода накладывала ограничения на химическое восстановление GO.²⁶

Термическая стабильность графита и GO была рассчитана с использованием TGA (рис. 5). Графит показал лучшую термостойкость, чем GO. Была замечена линейная зависимость между потерей веса и температурой для графита. Между тем, было три основные этапы потери веса, наблюдавшиеся для GO. Потеря веса составила около 20% при температуре около 110 °C, что объясняется удалением слабо связанные, адсорбированные молекулы воды и газа. Около 50% потеря веса, произошедшая при температуре около 220 °C, объясняется удалением O₂, CO и CO₂. Это подтвердило, что высоко активные атомы кислорода в структуре GO хорошо реагируют с образованием CO и CO₂. Кроме того, потеря веса примерно при 500 °C указывает на дальнейший процесс восстановления GO. Была значительная потеря веса, наблюдалась, когда GO нагревали выше 500 °C, что указывает на отсутствие основных функциональных групп кислорода.

Рамановская спектроскопия (рис. 6) подтвердила наличие структурных изменений, вызванных химической обработкой, от перехода графита и термической обработки переходят к частичному пониженному переходу. Спектр комбинационного рассеяния графита показал низкую интенсивную полосу D при 1361 см⁻¹ и использовался для измерения дефекты, возникающие из-за режима дыхания k-точечных фонов A_{1g} симметрия. Интенсивная полоса G соответствует первому порядку рассеяние E_{2g} режим sp² углерод и наблюдался при 1575 см⁻¹. Присутствие функциональных групп, таких как гидроксил, эпоксидная смола вызвало беспорядок в GO. Спектр комбинационного рассеяния в том виде, в каком он был получен GO показал относительно высокую полосу D при 1344 см⁻¹, а полоса G была сдвинута до 1596 см⁻¹ по сравнению с графитом. Трансформация из sp³ Для sp² на степень нарушения указывали соотношение интенсивностей D-диапазона и G-диапазона I_D / I_G . Значение I_D / I_G обратно пропорционально среднему размеру доменов sp².

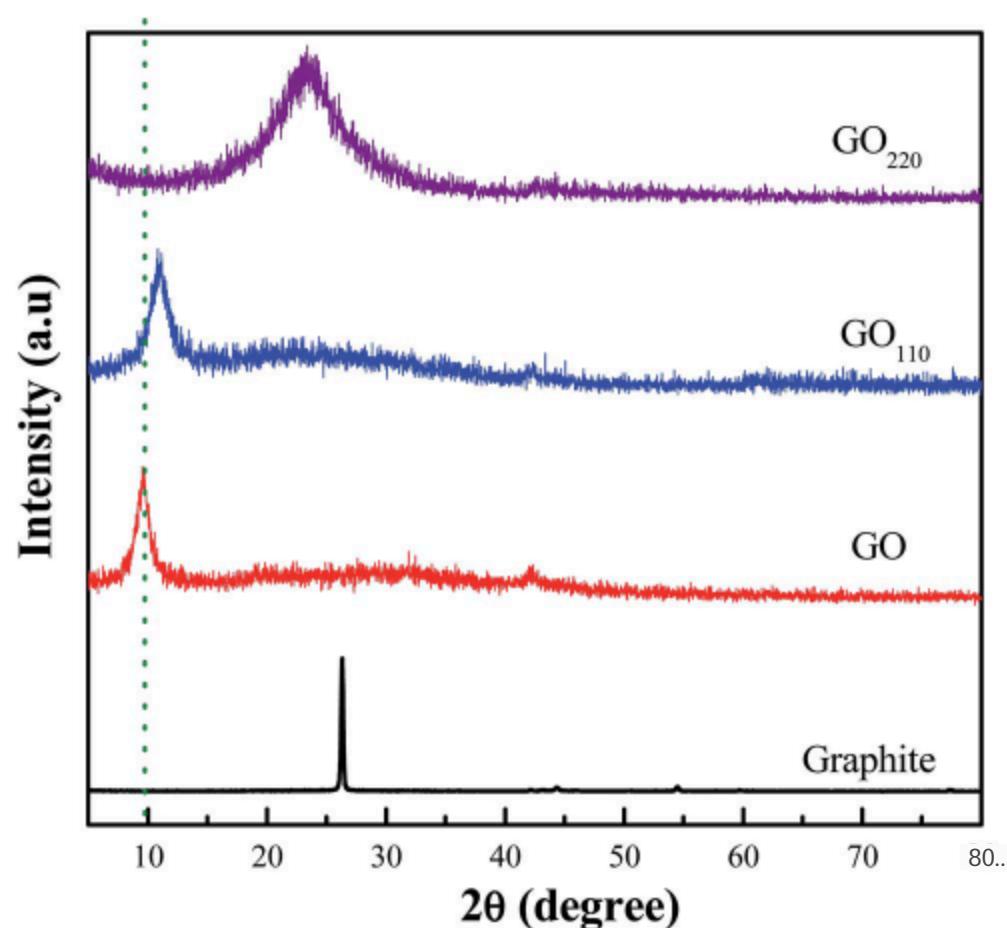
Рис. 3 Рентгенограммы графита, первозданный ВИД. GO₁₁₀ и GO₂₂₀

Таблица 1 Назначение функциональных групп в спектрах FTIR

Положение вершины cm^{-1}	Назначение	Происхождение и природа		
		Графит	Вперед... GO_{110}	GO_{220}
1054	Растяжение C-O	Нет пика поглощения	Сильный	Сильный
1383	Растяжка C-OH	Нет пика поглощения	Сильный	Сильный
1623	Растяжка C=C	Слабая	Сильная	Слабая
1725	Растяжение C=O	Нет пика поглощения	Сильное	Сильное
3416	Растяжка O-H	Слабая	Широкая	Слабый пик по сравнению с GO
				Очень слабый

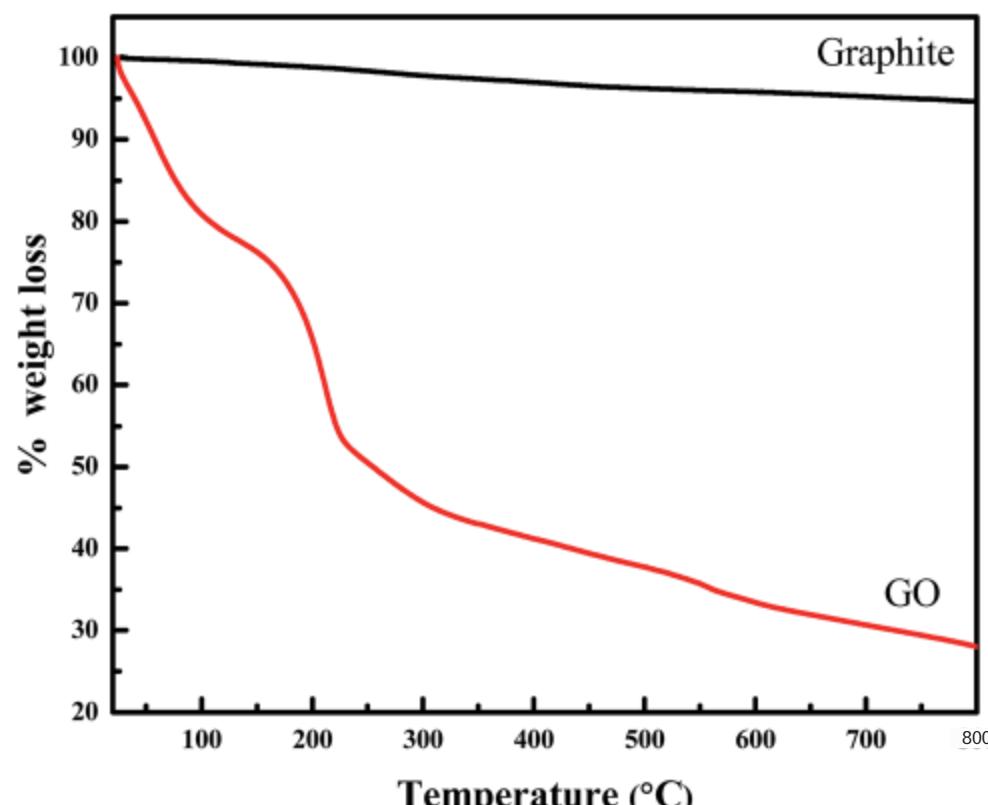
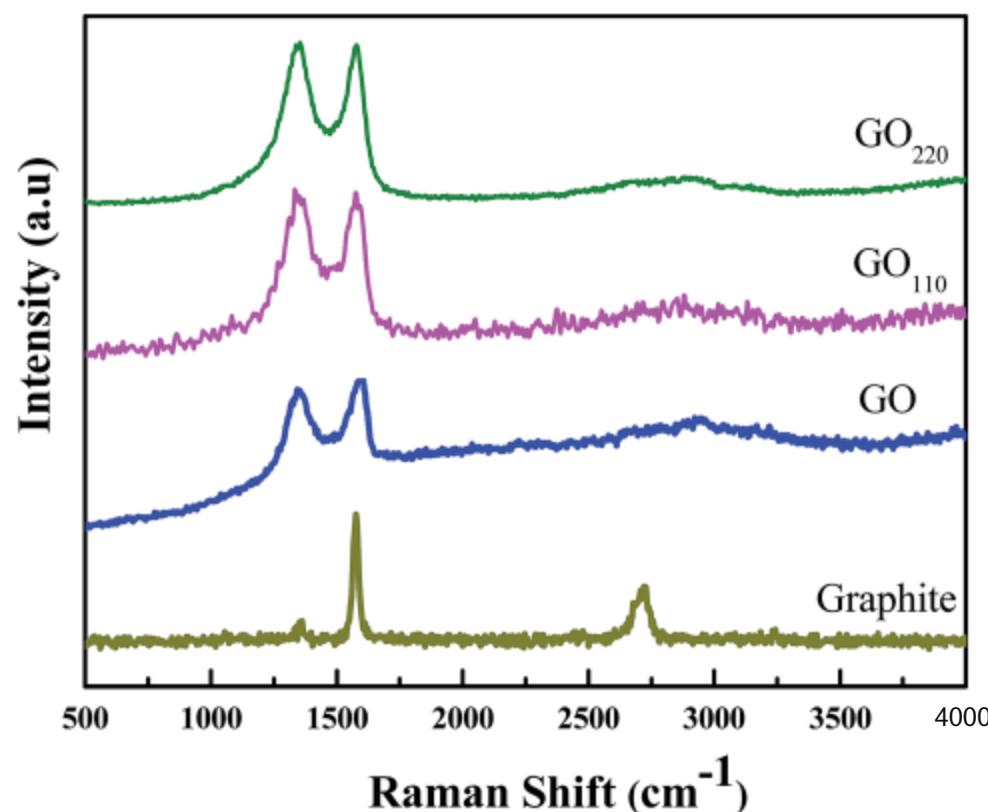


Рис. 5. TGA графита и GO.

Рис. 6 Спектры комбинационного рассеяния графита, первозданный GO, GO_{110} и GO_{220}

Вариации I_D / I_G приведут к изменениям в электронном состоянии сопряжения GO во время термического восстановления. В спектре комбинационного рассеяния света от GO_{110} показаны заметные D и G полосы 1350 и 1578 cm^{-1} соответственно. Между тем, увеличенный коэффициент интенсивности до $0,98$ для GO_{110} по сравнению с GO ($0,94$) был обусловлен удалением молекул воды из

листов графена. Изображение I_D / I_G коэффициент увеличился до $1,01$, когда образец был отожжен при температуре 220°C и был выше, чем GO, и GO_{110} . Это подтвердило эффективное устранение дефектов / восстановление sp^2 атомы углерода и уменьшенные размеры доменов sp^2 .

На рис. 7а показано изображение FESEM в поперечном сечении отдельно стоящая бумага GO, высушеннная в вакууме, полученная фильтрованием Дисперсия GO в воде. Рис. рис. 7б показал, что насыщенные кислородом графеновые листы были сильно расслоены и имели слоистую структуру. Эта качественная информация подтвердила рентгеновское наблюдение на увеличение межслойного расстояния с $0,338 \text{ nm}$ (графит) до $0,930 \text{ nm}$.

УФ-видимые и БИК-спектры GO и термообработанного GO показаны на Рис. 8. GO демонстрирует максимальную оптическую плотность при 230 nm , возникающую обусловленную $\pi-\pi^*$ переходом C-C и C=C в sp^2 гибридном областях, тогда как небольшой выступ при 300 nm был обусловлен $\pi-\pi^*$ переход C=O в sp^3 гибридных областях. Однако пик поглощения перехода $\pi-\pi^*$ был смешен в более высокую область длины волн 238 nm для GO_{110} и плечевой пик при 300 nm

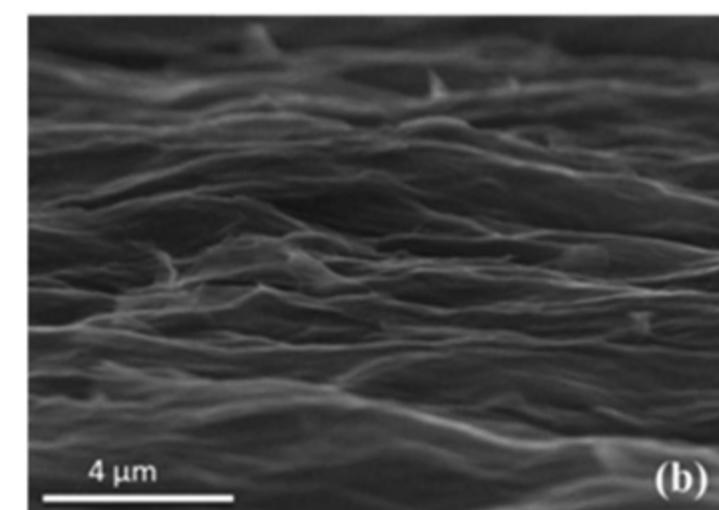
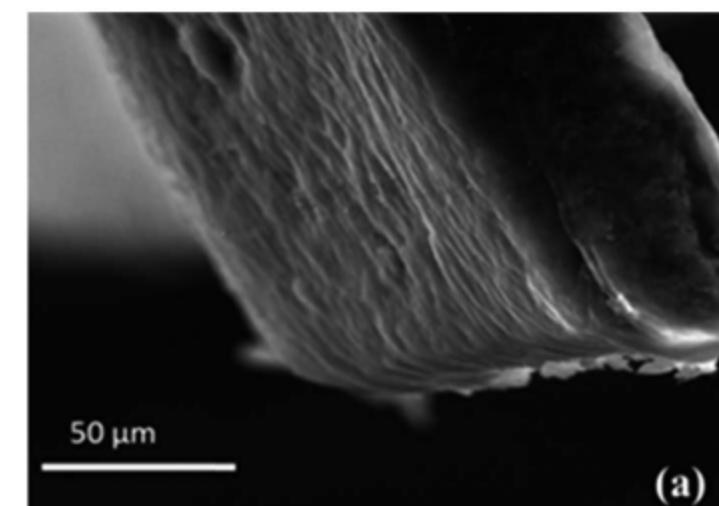


Рис. 7. FE-SEM изображение (а) вида сбоку плотной чистой бумаги GO, (б) слоистые и расслоенные листы GO.

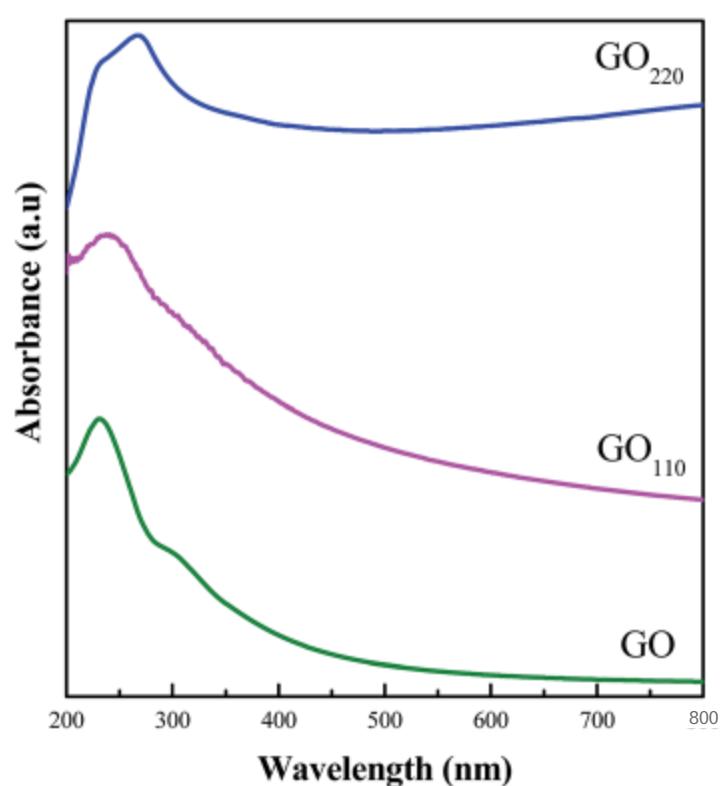


Рис. 8 Спектры поглощения в УФ-видимом и БИК-диапазоне первозданного GO, GO₁₁₀ и GO₂₂₀ диспергирован в этиленгликоле.

также начал исчезать, указывая на содержание воды функциональные группы на поверхности GO были частично удалены. Пик поглощения GO₂₂₀ для π–π* перехода C–C был сдвинут на 273 нм. Это произошло из-за удаления некоторого количества кислорода функциональные группы и восстановление связей C=C в GO₂₂₀ листы. Этот результат поддерживает ИК-Фурье наблюдений на пре- Чии и отсутствие функциональных групп кислорода в Go и GO₂₂₀ nanosheets соответственно.

На рис. 9 показана частотная зависимость электрического тока переменного тока проводимость, рассчитанная для бумаг GO, GO₁₁₀ и GO₂₂₀ at

27 °C Бумага GO рассматривалась как слоистый композит состоит

из изолирующих sp³ матрица и проводящие кластеры. sp²

B первозданная бумага обладает электрической зависимостью от частоты

проводимость увеличивается с увеличением частоты.

проводимость демонстрировала меньшие колебания при приложенной частоте

была низкой из-за более активных границ зерен. Изменение при высокой

частота областей была обусловлена менее активными границами зерен. Интеркалированные молекулы воды и дополнительные функциональные группы кислорода группы в гофрированной бумаге играли важную роль в электрической проводимости. Проводимость гофрированной бумаги контролировалась наличием изолирующей sp³ структуры внутри ГО листа. функциональные группы разрушают sp²-гибридизированную структуру sp² расположенных друг на друга графеновых листов и создают электрически слабое соединение. поведение воздуховодов. GO₁₁₀ отображается ионная проводимость увеличивается с увеличением частоты примерно на два порядка по сравнению с предыдущим периодом происходит за счет удаления молекул воды. Это подтверждает, что увеличение sp² образование кластеров во время термического восстановления. А аналогичная тенденция наблюдалась для GO₂₂₀ и была обусловлена устранением увеличение функциональных групп кислорода. Эти результаты свидетельствуют о преобладании проводящих кластеров и удалении кислорода функциональных групп, которые важны для достижения максимальной проводимости.

На рис. 10а показано поведение диэлектрической проницаемости (ϵ') по отношению к приложенной частоте при 27°C. Диэлектрик постоянная - это мера зарядов, хранящихся внутри образца в присутствии приложенного электрического поля и определяющая силу выравнивания диполей в диэлектрике. Замечено, что диэлектрическая проницаемость увеличивается с уменьшением частоты из-за межфазной поляризации, которая возникает из-за пространственных зарядов, образующихся в образце. В присутствии электрического поля эти объемные заряды были ограничены дефектами и локализованы накопление заряда происходило на границе электрода и образца. Следовательно, ϵ' показывает большие значения на низких частотах. Хотя проводимость была высокой на более высоких частотах, электроны не могут следовать за переменным электрическим полем, и поэтому ϵ' из индикатор GO был примерно постоянным и почти независимым зависящим от частоты.

Поведение диэлектрических потерь и мнимых частей комплексный модуль диэлектрика M'' of GO исследовали при 27°C в зависимости от приложенной частоты (рис. 10б). В целом, диэлектрические потери (ϵ''), возникающие из-за потери энергии в диэлектрике ϵ'' материал из-за проводимости (потери, связанные с транспортировкой), медленный поляризационный ток (биполярные потери) и другие обманчивые явления, такие как вклад межфазной поляризации. 22,27,28 В низких частотах диэлектрические потери показали максимальное значение и были связаны с проникновением воды в ГО. Увеличение приложенной частоты уменьшает потери и приближает их к стабильное значение на высоких частотах. Электрический модуль использовался для изучения процесса дипольной релаксации, межфазной поляризации и процесс дальнодействующей проводимости в сыпучих материалах. Настоящее исследование указывает на процесс релаксации, связанный с межфазной поляризацией, четко наблюдаемой на M'' кривых электрический модуль GO.29,30 увеличивается с увеличением частоты, и на определенной частоте существует пик релаксации с более высоким значением. Здесь межфазная поляризация проявляется только на определенных частотах для GO, и электрический модуль падает до нуля для более высоких частот.

GO₁₁₀ показано, что более высокие ϵ'' по отношению к приложенной частоте (Рис. 11а), чем GO, и был отнесен к межфазной поляризации на низких частотах. ТНЕ и ϵ'' уменьшается с увеличением частоты. Удаление адсорбированных молекул воды сыграло ключевую роль в увеличении диэлектрической проницаемости. Диэлектрические потери GO₁₁₀ был значительно улучшен благодаря увеличению на

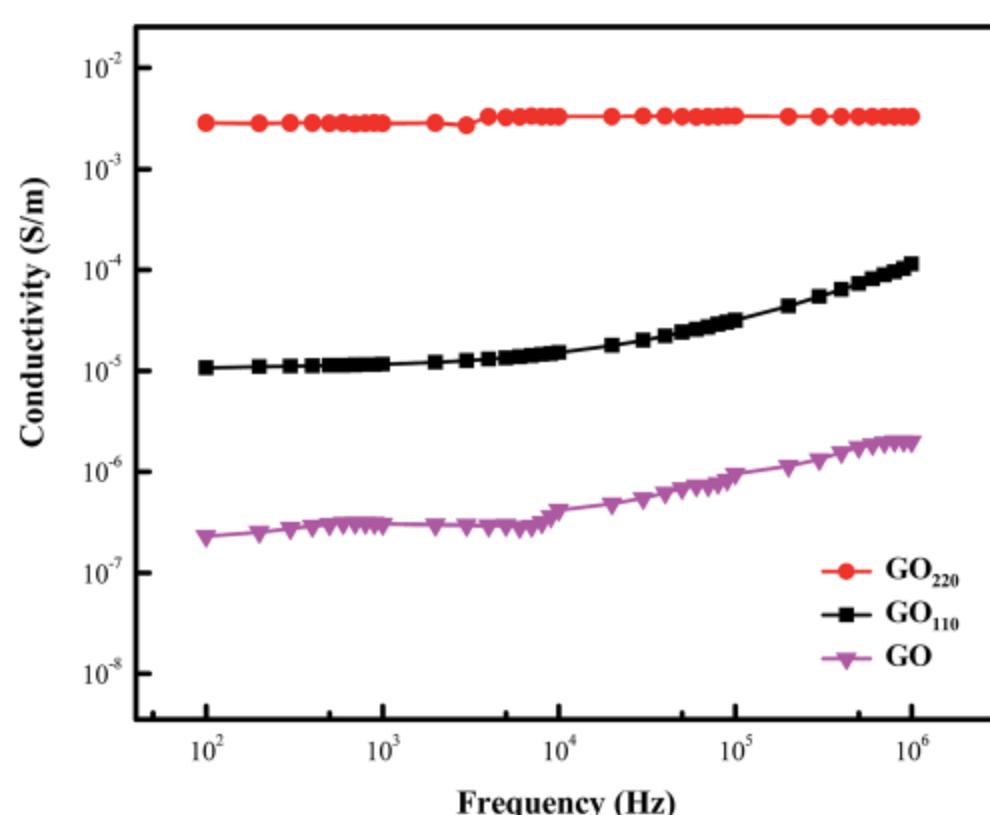


Рис. 9 Изменение электропроводности в зависимости от приложенной частоты первозданного ПЕРЕХОДА, GO₁₁₀ и GO₂₂₀

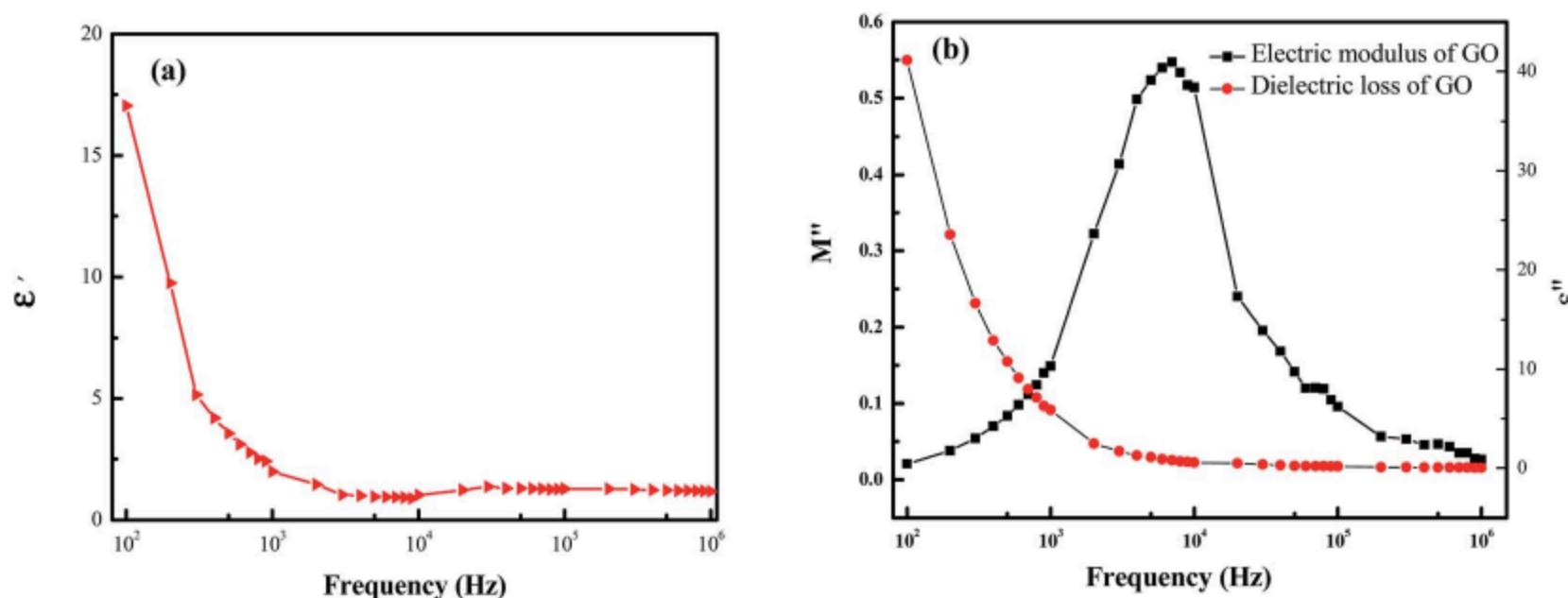


Рис. 10 (а) изменение диэлектрической проницаемости, (б) диэлектрические потери и мнимая часть электрического модуля с приложенной частотой для первозданного Вперед.

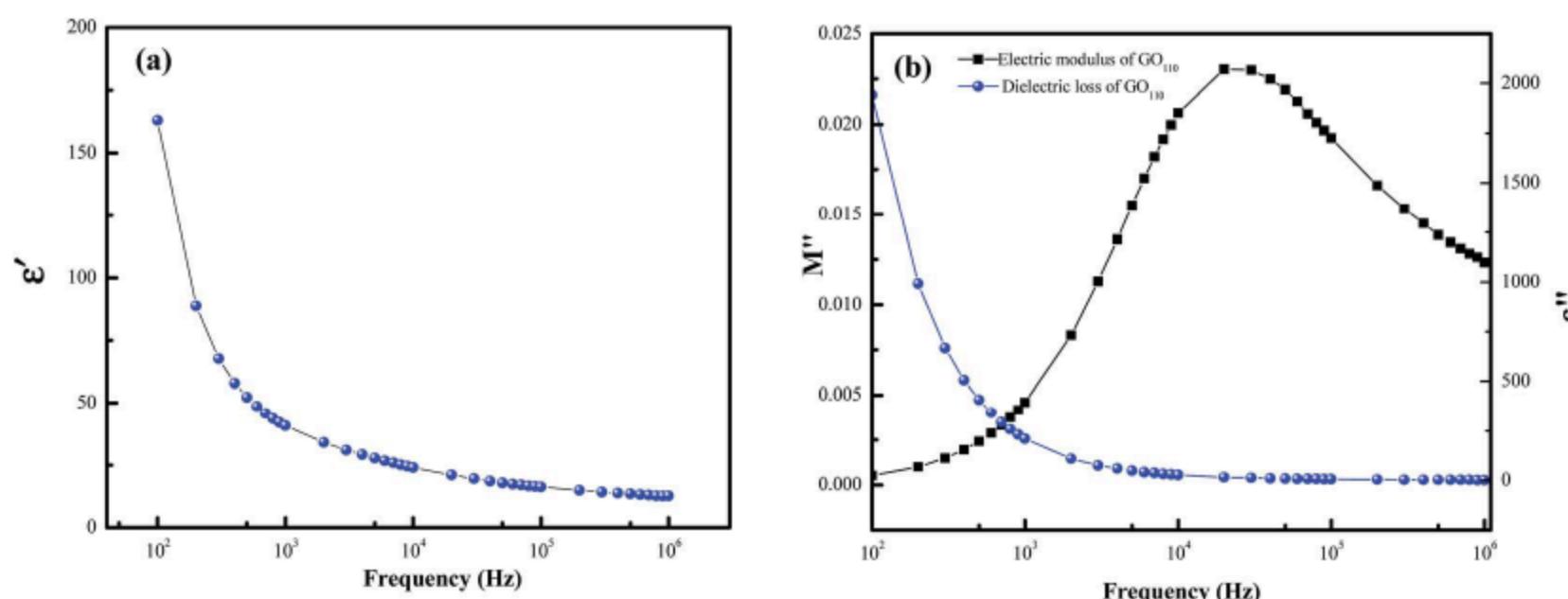


Рис. 11 (а) изменение диэлектрической проницаемости, (б) диэлектрические потери и мнимая часть электрического модуля с приложенной частотой для 110°C термообработанные ГО.

проводящие sp^2 кластеры. На рис. 11b показана мнимая часть комплексного электрического модуля в., GO_{110} по отношению к приложенной частоте. Пик релаксации смещен в сторону более высокого частота по сравнению с GO из-за устранения функциональных групп. Следовательно, время релаксации уменьшается с увеличением пика смещается в область более высоких частот.

Тем временем, GO_{220} показали самые высокие ϵ' и ϵ'' среди трех образцов (рис. 12а и б). Это свойство возникло из преобладания проводящих sp^2 кластеров после восстановленного sp^2 атомы углерода в результате термического восстановления. Рис. 12б отображает мнимую часть комплексного электрического модуля из GO_{220} в зависимости от частоты. Пик релаксации был смешен в область более высоких частот по сравнению с GO, GO_{110} и произошло из-за исключения функциональных групп в бумаге GO.

Согласно Хуангу и др. очень высокая электропроводность, ϵ' и ϵ'' значения были измерены в порядке $10^{-2} S m^{-1}$, 10^5 и 10^9 соответственно при 150 °C для GO. Настоящее время измерение электропроводности GO_{220} был в том же порядке, что и в предыдущей работе. Однако наблюдалось снижение на два и четыре порядка ϵ' и ϵ'' по сравнению с литературными данными.²⁰ Все три образцы имеют сильную частотную зависимость от ϵ' , ϵ'' и электрического модуля. Большое значение ϵ' для GO_{220} было связано с большинством проводящих sp^2 кластеров после удаления

изоляции sp^3 путем термической обработки. Более того, ϵ'' встречается в GO_{220} было вызвано потерями на проводимость, дипольными и колебательными потерями. В потеря электропроводности была вызвана устранением функциональных групп, что, в свою очередь, увеличивает диэлектрические потери.

В оптическом волокне, когда свет пересекает границу раздела между сердцевиной и модифицированной оболочкой с разными показателями преломления, луч света частично преломляется и частично отражается на границе раздела зависит от угла падения. Когда угол падения был эквивалентен критическому углу, свет отражался обратно в ядро. Проникший или преломленный свет интенсивность, называемая мимолетным полем, и ее интенсивность уменьшается экспоненциально по мере удаления от границы раздела сердцевина–оболочка. Мимолетность- центральные волны в области оболочки использовались для разработки волоконных оптических газовых датчиков. Поглощение явления затухающего поля область модифицированной оболочки изучалась с помощью изменения интенсивности выходного света для обнаружения молекул газа. Общая внутреннее отражение происходило на границе раздела между сердцевиной и модифицированной оболочкой, когда показатель преломления сердцевины был больше, чем оболочка оптического волокна.^{23,24} Таким образом, часть света проникала в материал оболочки, когда показатель преломления модифицированной оболочки был выше, чем у сердцевины и попадает на границу раздела модифицированная оболочка–воздух. Изменение интенсивность выходного света зависит от показателей преломления активной зоны

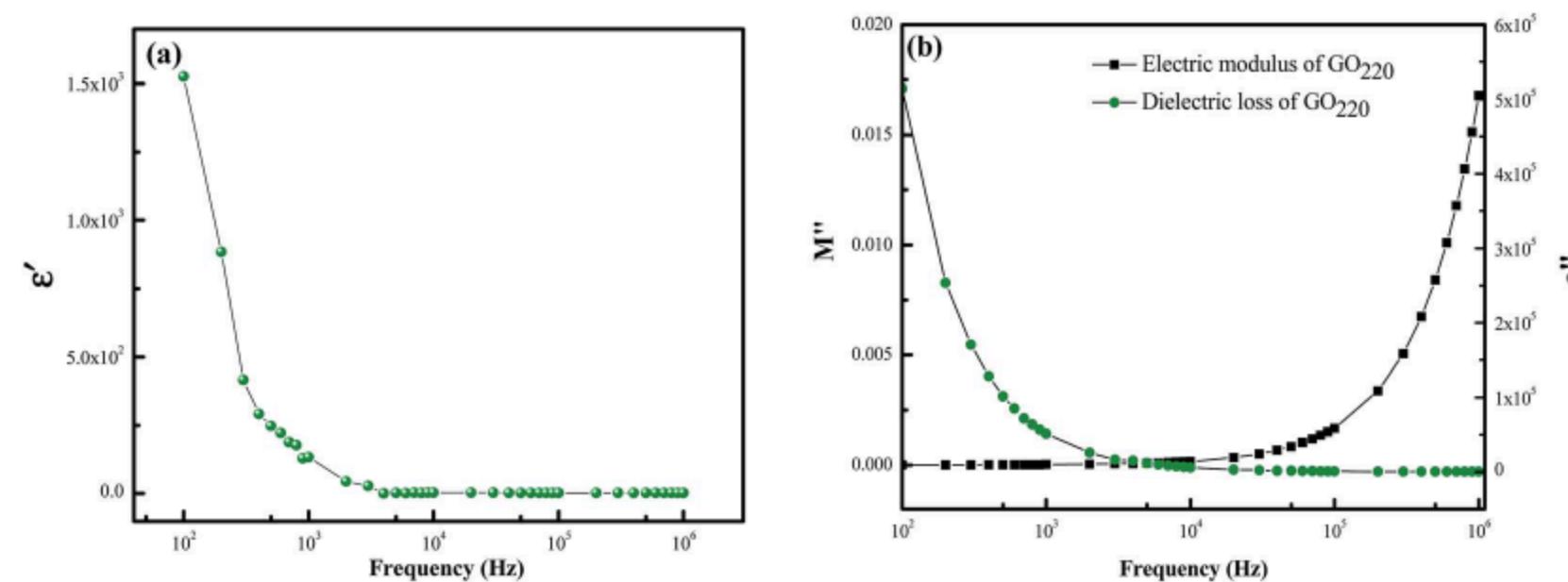


Рис. 12 (а) изменение диэлектрической проницаемости, (б) диэлектрические потери и мнимая часть электрического модуля упругости при приложенной частоте для 220 °C Термообработанный GO.

n_{core} и модифицированный материал

оболочки n_{mclad} Изменения. Когда $n_{core} > n_{mclad}$ полное внутреннее отражение происходит на границе раздела ядро–оболочка–звук. Характеристики газочувствительности проявляются, когда $n_{core} < n_{mclad}$ и частичное отражение света происходит на границе раздела сердцевина–оболочка, и свет проникает в модифицированную оболочку–звук. Потеря частично преломленного света через оптическое волокно приводит к снижению интенсивности выходного сигнала. Характеристика газа восприятия происходило на модифицированной границе раздела оболочка–воздух.

The на этой границе произошло полное внутреннее отражение, и оно вернулось проникновение просочившегося света изменило интенсивность излучения.

Поглощение мимолетного поля существует во внешнем воздухе Средний. Световой луч подвергается полному внутреннему отражению на границе раздела модифицированная оболочка–воздух и интенсивности излучения свет будет меняться при взаимодействии молекул газа с модифицированной оболочкой. Потеря интенсивности света происходит в отсутствие молекул газа из-за поглощения мимолетных волн во внешней воздушной среде. Поглощение затухающих волн может быть выше или ниже контрольного значения в присутствии газов и величины поглощения затухающих волн.²³ В настоящее исследование, поскольку приобретенное сырье из ПММА и оболочка удаленного непокрытое волокно подвергалось воздействию аммиака, этилена и пары метанола в диапазоне концентраций 0–500 частей на миллион при 27 °C. Никаких изменений интенсивности выхода не наблюдалось в отсутствие GO и термообработанного GO. Волокна с покрытием GO и термообработанные волокна с покрытием GO подвергались воздействию водяного пара, чтобы определить влияние водяного пара на характеристики датчика. Влияние водяного пара на характеристики датчика. Интересно, что во время воздействия не было получено заметного отклика. Затем волокна с покрытием GO, GO₁₁₀ и GO₂₂₀ с покрытием были протестированы на воздухе в отсутствие испытуемых паров. Никаких изменений в выходной мощности не произошло интенсивность была замечена, и эта выходная мощность была принята за эталонную интенсивность (эталонная или нулевая интенсивность указана пунктирная линия на рис. 13) для измерения.

Изменение интенсивности выходного света измеряли в диапазоне длин волн от 200 до 1000 нм во время взаимодействия между исследуемыми газами и чувствительным материалом. Концентрация измеряемый газ был зафиксирован в диапазоне 0–500 промилле и изменялся с шагом 100 промилле. Максимальное изменение интенсивности наблюдалось на определенной длине волны для каждого пара и было принято для расчета чувствительности. В случае с нетронутым GO, GO₁₁₀ и GO₂₂₀ волокна с покрытием, подвергающиеся воздействию паров NH₃, уменьшаются

(для ПЕРЕХОДА и GO₁₁₀ и увеличения GO₂₂₀ интенсивности производства

(от контрольного значения) при длине волны 672 нм наблюдалось, как показано на ESI 1.+ Аналогично, максимальные характеристики длины волны для нетронутый GO, GO₁₁₀ и GO₂₂₀ волокна с покрытием для этанола/ наблюдались пары метанола 675/672, 665/672 с на то, что листы GO, GO₁₁₀ и GO₂₂₀ были чувствительны к парам.

Изменение интенсивности по сравнению с контролльным значением по отношению к парам концентрация NH₃, этилена и метанола для GO, GO₁₁₀ и

датчики GO₂₂₀ показаны на рис. 13. Чувствительность оптоволоконного датчика газа была определена как коэффициент изменения выходного сигнала интенсивность совпадает с интенсивностью изменения концентрации исследуемого газа. Таким образом, чувствительность первозданных датчиков GO, GO₁₁₀ и GO₂₂₀ датчиков с покрытием были обнаружены значения -33, -15 и +7 на 100 частей на миллион соответственно для NH₃ (рис. 13a). В случае паров этилена, чувствительность рассчитывали как -31, -15 и +6 отсчетов на 100 ppm для GO, GO₁₁₀ и GO₂₂₀ соответственно (рис. 13b). Слабый взаимодействие между полярными группами в чувствительном материале и пары метанола отразились на чувствительности и были рассчитаны рассчитано как -21, -9 и +3 отсчета на 100 частей на миллион для GO, GO₁₁₀ и

GO₂₂₀ соответственно (рис. 13c). Здесь положительный и

отрицательный значения знаки представляют увеличение и уменьшение выходной мощности интенсивности по сравнению с эталонным значением волоконно-оптического датчика. Интересно, что нетронутые волокна с покрытием GO и GO₁₁₀ показали уменьшение интенсивности выходного света по сравнению с контролльным значением в зависимости от концентрации пара (ESI 1-2 +). Это произошло из-за большего поглощения рассеянного поля на границе раздела идти/GO₁₁₀ и тест паров. В отличие от, GO₂₂₀ покрытием датчик показал увеличенная выходная интенсивность света от данного исходного значения с в зависимости от концентрации пара (ESI 3+). Это произошло из-за меньшего поглощения затухающего поля на границе между GO₂₂₀ и исследуемыми парами. Наличие

функциональных групп кислорода в GO сделал материал гидрофильным. Большая площадь поверхности за счет отшелушивание, наблюдаемое при порошковом рентгенофлуоресцентном анализе, обеспечивает гораздо лучшие свойства восприятия пара, чем у термообработанного GO. Взаимодействие между функциональными группами кислорода в чистом GO и содержание паров в тестируемых образцах было выше, чем в термообработанных образцах, из-за образования межмолекулярных полярных взаимодействий.^{31,32} Термическая обработка улучшение приводит к удалению функциональных групп, подтвержденных из

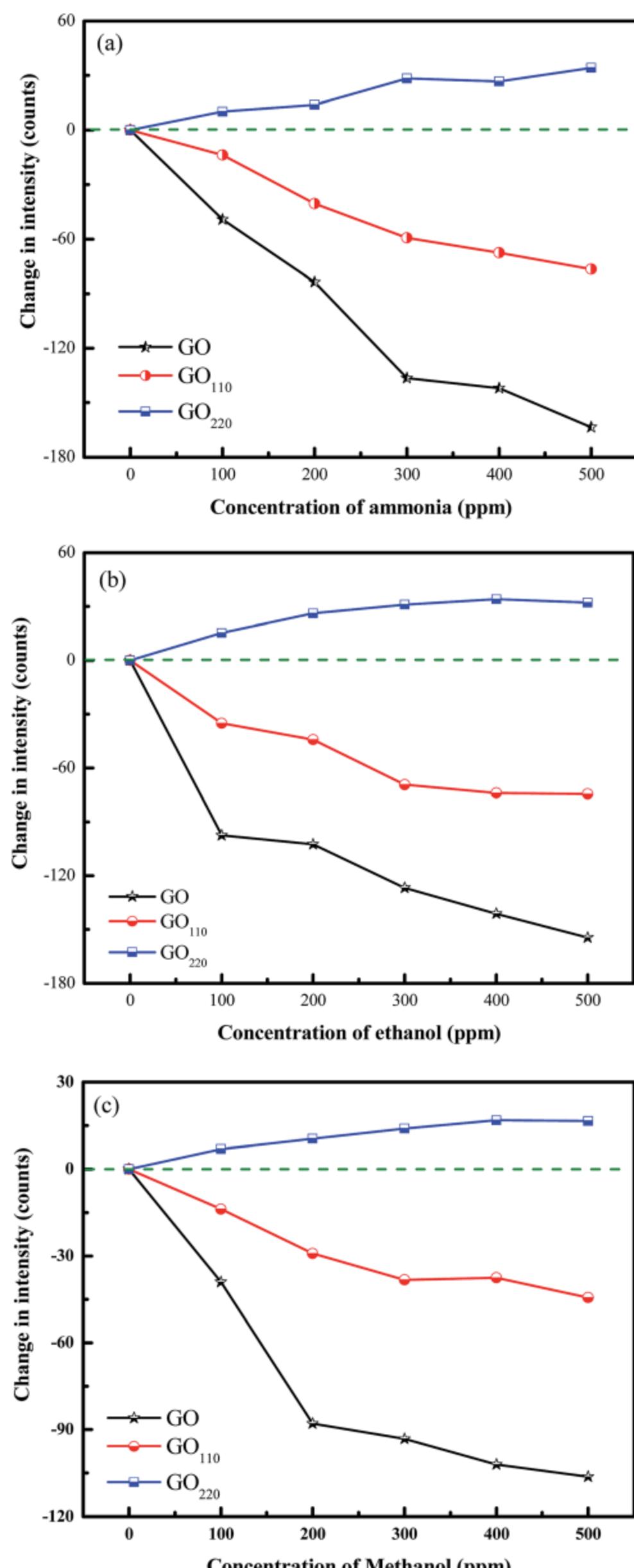


Fig. 13. На фиг. 13 график изменения интенсивности выпуска газов в зависимости от концентрации (0-500 ppm) в (в) аммиаком, (б) этанолом, (в) метанолом для Go, GO₁₁₀, GO₂₂₀

TGA и FT-IR сделали материалы гидрофобными. Гидрофильная и гидрофобная природа GO и термообработанный GO были дополнительно подтверждены путем диспергирования материала в воде. The

диспергирование GO в H₂O оставалось стабильным даже через три недели и будет полезно для обработки растворов на водной основе. Напротив, осаждение GO₁₁₀ и GO₂₂₀ было обнаружено, что он диспергирован в H₂O через три часа были введены ограничения в отношении обработки на водной основе.

В настоящем исследовании возникает изменение интенсивности выходного света преимущественно за счет физической адсорбции молекул газа на поверхности чувствительных материалов. Показатель преломления GO был контролируется количеством гидроксильных и карбоксильных функциональных групп путем взаимодействия с анализируемым веществом. В случае NH₃ считывание, ионы -OH и -COO в GO, возможно, были вовлечены в образование водородных связей с аммиаком. Это приводит к изменению показатель преломления модифицированной оболочки и, следовательно, снижение интенсивности излучения. Первозданный GO был гидрофильным и имел более количество присоединенных функциональных групп кислорода больше, чем у термообработанного GO. Следовательно, первозданный GO показал лучшую чувствительность производительность, чем у GO, подвергнутого термообработке. Таким образом, недолговечное поглощение волн происходило на модифицированной границе раздела оболочка-воздух во время взаимодействия аммиака с GO. Здесь магни- степень поглощения была выше, чем в среде с чистым воздухом. В низкой концентрации паров молекулы аммиака адсорбировались на поверхность листов GO до достижения критической концентрации. При критической концентрации и выше сосуществование паровой и жидкой фаз молекул аммиака не сильно повлияло на показатель преломления модифицированной оболочки. На данном этапе, толстый слой адсорбированного аммиака образовался на листах GO, что привело к незначительному изменению выхода интенсивности. Эта гипотеза была подтверждена достижением изменения интенсивности насыщения на выходе после критической концентрации. Аналогичная тенденция наблюдалась для этанола и паров метанола с меньшей чувствительностью, чем для аммиака. Здесь водородные связи между -OH в спирте и Ионы -OH /-COO в GO отвечают за восприятие. Меньшие электроотрицательность спирта по сравнению с аммиаком отразилась на изменении чувствительности. Таким образом, результаты эксперимента ясно указывают на роль функциональных групп в волоконно-оптическом зондировании газа.

Заключение

GO был синтезирован с использованием модифицированного метода Хаммерса и восстановлен до GO₁₁₀ и GO₂₂₀ частично путем термической обработки в вакуумной атмосфере. Существование различных функциональные группы кислорода в GO и термообработанном GO были охарактеризованы методом порошковой рентгеновской дифракции с преобразованием Фурье методы инфракрасной, микро-рамановской и УФ-видимой БИК-спектроскопии методы. В sp³ гибридизованные атомы углерода присоединены ковалентно с кислородом в форме оксидных, карбоксильных, гидроксильных и карбонильных групп, подавляющих ионную проводимость GO. GO₂₂₀ имел максимальную проводимость порядка 10² S m⁻¹ получено при 27 °C. Дизэлектрическая проницаемость и потери на GO₂₂₀ были рассчитаны как 10³ и 10⁵ соответственно. Были продемонстрированы волоконно-оптические датчики с покрытием GO, GO₁₁₀ и GO₂₂₀ для аммиака, измерение паров этанола и метанола при 27 °C. Вперед, GO₁₁₀ и GO₂₂₀ датчики открывают хорошие перспективы для использования при низкой стоимости и удобстве изготовления устройства. Большая площадь поверхности, отслаивание При использовании порошкового рентгеновского излучения наблюдалось улучшение чувствительности к парам по сравнению с термообработанным GO. Чувствительность датчика GO

были рассчитаны значения -0,32, -0,26 и -0,20 единиц на промилле для паров аммиака, этанола и метанола соответственно. Стабильные электрические и химические свойства GO и термообработанного GO обладают потенциалом для производства гибких электронных устройств, более чувствительный волоконно-оптический датчик и новые фотонные устройства для комнатных Приложения при комнатной температуре.

Благодарности

Мы хотели бы поблагодарить доктора Джастина Джозефса, мистера Т. Аруна (НИТТ, Индия) для определения характеристик TGA и д-р Н. В. Гиридхаран, Mr. М. Мунесваран (NITT, Индия) для диэлектрических измерений.

Список литературы

- 1 С. Парк и Р. С. Руофф, Нац. Нанотехнол., 2009, 4, 217-224.
- 2 Д. А. Дикин, С. Станкович, Э. Дж. Зимни, Р. Д. Пинер, Г. Х. Б. Домметт, Г. Евмененко, С. Т. Нгуен и Р. С. Руофф, Природа, 2007, 448, 457-460.
- 3 Ю. В. Чжу, С. Мурали, В. В. Цай, Х. С. Ли, Дж. У. Сук, Дж. Р. Поттс и Р. С. Руофф, Адв. матер., 2010, 22, 3906-3924.
- 4 К. С. Новоселов, А. К. Гейм, С. В. Морозов, Д. Цзян, Ю. Чжуан, С. В. Дубонос, И. В. Григорьева и А. А. Фирсов, Наука, 2004, 306, 666-669.
- 5 С. Станкович, Д. А. Дикин, Р. Д. Пинер, К. А. Колхас, А. Кляйнхаммс, Ю. Цзя, Ю. Ву, С. Б. Т. Нгуен и Р. С. Руофф, Carbon, 2007, 45, 1558-1565.
- 6 К. С. Ким, Ю. Чжао, Х. Чан, С. Ю. Ли, Дж. М. Ким, К. С. Ким, Дж. Х. Ан, П. Ким, Дж. Я. Чой и Б. Х. Хонг, Природа, 2009, 457, 706-710.
- 7 Х. Лу, М. Ю, Х. Хуан и Р. С. Руофф, нанотехнологии, 1999, 10, 269-272.
- 8 Г. Эда и М. Чховалла, Адв. матер., 2010, 22, 2392-2415.
- 9 Г. Эда и М. Чховалла, Nano Lett., 2009, 9, 814-818.
- 10 Н. Моханти и В. Берри, Nano Lett., 2008, 8, 4469-4476.
- 11 Х. Ван, Л. Чжи и К. Маллен, Nano Lett., 2008, 8, 323-327.
- 12 О. К. Комптон и С. Т. Нгуен, Малый, 2010, 6, 711-723.
- 13 С. Пей и Х. М. Ченг, Углерод, 2012, 50, 3210-3228.
- 14 Х. Дж. Шин, К. К. Ким, А. Бенаяд, С. М. Юн, Х. К. Пак, И. С. Юнг, М. Х. Джин, Х. К. Чжон, Дж. М. Ким, Дж. Я. Чой и Ю. Х. Ли, Adv. Функционируют. Mater., 2009, 199, 1987-1992.
- 15 Г. Ван, Дж. Янг, Дж. Пак, Х. Гоу, Б. Ван, Х. Лю и Дж. Яо, Дж. Физ. Chem. C, 2008, 112, 8192-8195.
- 16 Дж. Чжан, Х. Ян, Г. Шен, П. Ченг, Дж. Чжан и С. Го, Хим. Comm., 2010, 46, 1112-1114.
- 17 Ф. Щедин, А. К. Гейм, С. В. Морозов, Э. В. Хилл, П. Блейк, М. И. Кацнельсон и К. С. Новоселов, Нац. Матер., 2007, 6, 652-655.
- 18 Дж. Т. Робинсон, Ф. К. Перкинс, Э. С. Сноу, З. Вэй и П. Э. Шиэн, Nano Lett., 2008, 8, 3137-3140.
- 19 С. Соме, Ю. Сюй, Ю. Ким, Ю. Юн, Х. Цинь, А. Кулкарни, Т. Ким и Х. Ли, научный сотрудник, 2013, 3, 1868.
- 20 Х. Хуан, К. Чжи, П. Цзян, Д. Гольберг, Ю. Бандо и Т. Танака, Нанотехнологии, 2012, 23, 455705.
- 21 У. С. Хаммерс и Р. Э. Оффман, J. Am. Chem. Soc., 1958, 80, 1339.
- 22 М. М. Эль-Нахасс, Х. А. М. Али, М. Саадельдин и М. Заглол, Физика. В, 2012, 407, 4453-4457.
- 23 Б. Ренганатан, Д. Шастикумар, Г. Гоби, Н. Р. Йогамалар и А. К. Бозе, сенс. Приводы, В, 2011, 156, 263-270.
- 24 С. Маниваннан, А. М. Саранья, Б. Ренганатан, Д. Шастикумар, Г. Гоби и К. К. Парк, сенсоры. Приводы, В, 2012, 171-172, 634-638.
- 25 З. Ху, Ю. Чен, К. Хоу, Р. Инь, Ф. Лиуа и Х. Чена, Нью-Йорк Химия., 2012, 36, 1373-1377.
- 26 С. Такур и Н. Карак, Углерод, 2012, 50, 5331-5339.
- 27 М. М. Эль-Нахасс и Х. А. М. Али, Сообщество твердых тел., 2012, 152, 1084-1088.
- 28 Дж. Чжуан, М. Майн, Д. Чжуан и М. Мацуо, Углерод, 2009, 47, 1311-1320.
- 29 Ю. Ли, Х. Хуан, З. Ху, П. Цзян, С. Ли и Т. Танака, приложение ACS. Матер. Интерфейсы, 2011, 3, 4396-4403.
- 30 Б. Г. Соарес, М. Э. Лейва, Г. М. О. Барра и Д. Хастгир, Eur. Полим. Дж., 2006, 42, 676-686.
- 31 О. К. Комптон, С. В. Кренфорд, К. В. Путц, З. Ан, Л. К. Бринсон, М. Дж. Бюлер и С. Т. Нгуен, ACS Nano, 2012, 6, 2008-2019.
- 32 Дж. И. Паредес, С. Вильяр-Родил, А. Мартинес-Алонсо и Дж. М. Д. Таскон, Ленгмюр, 2008, 24, 10560-10564.