

Ivana Peran, Marijana Kraljić Roković
Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije
Marulićev trg 19, 10000 Zagreb

UVOD:

Grafen, kao dvodimenzionalni monosloj ugljika, je velika aromatska makromolekula koja se ističe svojim specifičnim svojstvima. Proziran, gust toliko da ni najmanji atom plina ne može proći kroz njega, do sto puta jači od čelika, provodi toplinu i elektricitet, te na taj način nalazi šaroliku primjenu u svakodnevnom životu. Koristi se u izgradnji ekrana osjetljivih na dodir, solarnih ćelija, svjetlosnih panela, superjakih kompozitnih materijala, a većinska primjena tek pronalazi svoj put.

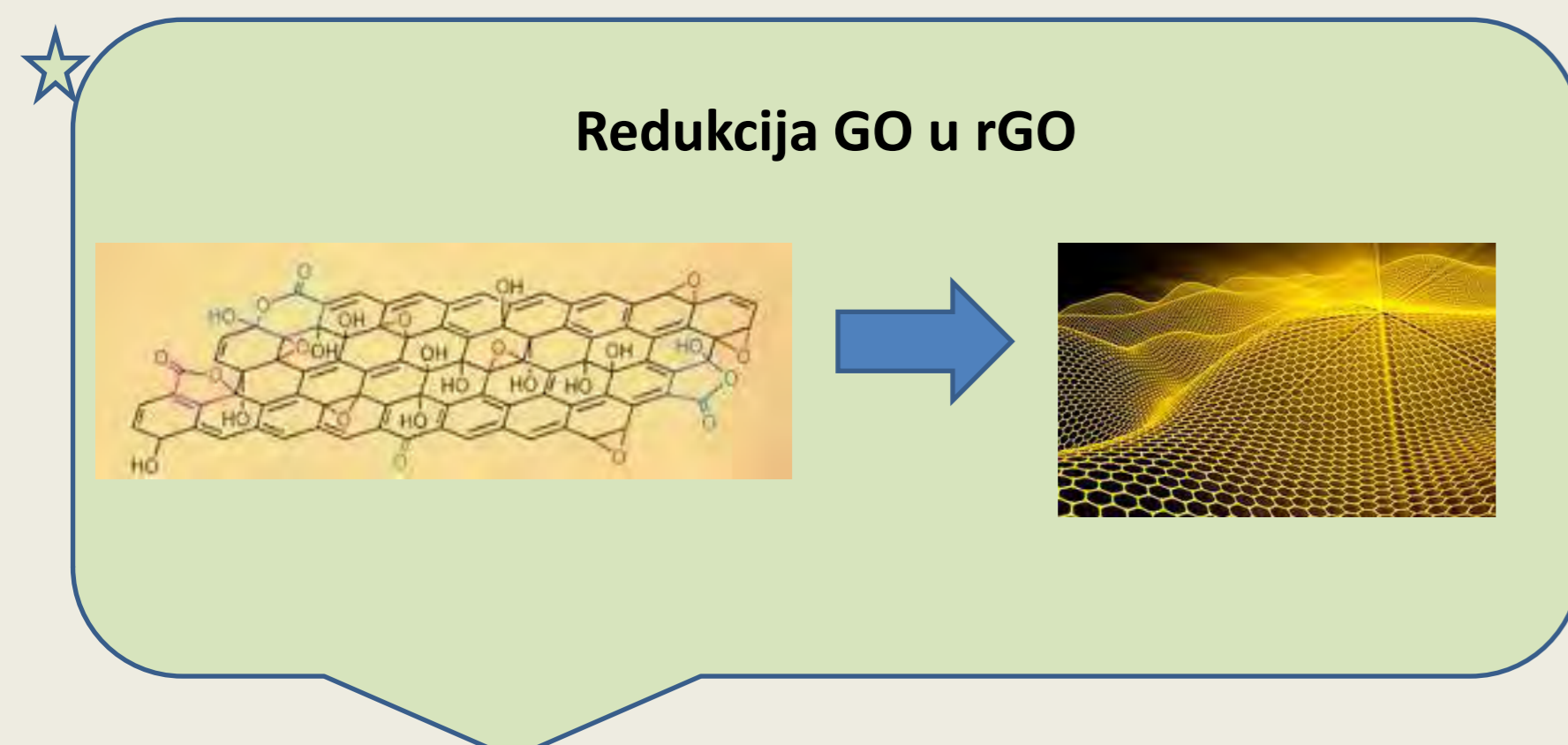
Kemijska sinteza grafena iz grafita je značajan postupak u proizvodnji velikih količina grafena namijenjenih pripremi kompozitnih materijala te aktivnih materijala u elektrokemijskim izvorima energije. Ova metoda uključuje više koraka pri čemu se iz grafita dobiva grafen oksid (GO) koji se naknadno reducira u grafen (rGO). Postupak redukcije (slika 5.) je najzahtjevniji dio procesa, a najčešće korišteni reducensi su natrij borhidrida ili hidrazin hidrata. Iako su korištenjem navedenih reducensa postignuti dobri rezultati kontinuirano se javlja potreba za jeftinijim i manje toksičnim reducensima. Tako se pokazalo da je moguće provesti redukciju GO korištenjem antioksidansa poput C-vitamina ili fenolnih spojeva iz zelenog čaja.

Svrha ovog rada je bila je ispitati mogućnost redukcije GO fenolnim spojevima iz ekstrakta lista masline među kojima je najzastupljeniji oleuropein. Ova vrsta spojeva je zanimljiva s obzirom da je zastupljena u otpadnoj vegetacijskoj vodi masline čije zbrinjavanje u praksi nije u potpunosti riješeno. Stoga bi se ova vrsta otpadne vode mogla upotrijebiti u navedenom procesu kao jeftina i ekološki prihvatljiva alternativa.

EKSPERIMENTALNI DIO:

U ovom radu je korišten GO dobiven Hofmannovim postupkom iz uzorka prirodnog grafita. Proces redukcije proveden je na način da je ekstrakt lista masline (Magdis d.o.o., slika 10.) pomiješan u različitim omjerima s otopinom GO nakon čega je smjesa zagrijavana pri 80°C uz početnu pH vrijednost otopine 7. U ovom postupku su kao produkti dobiven rGO1 i rGO2. Provedena je i redukcija s NaBH₄ pri čemu je dobiven rGO3.

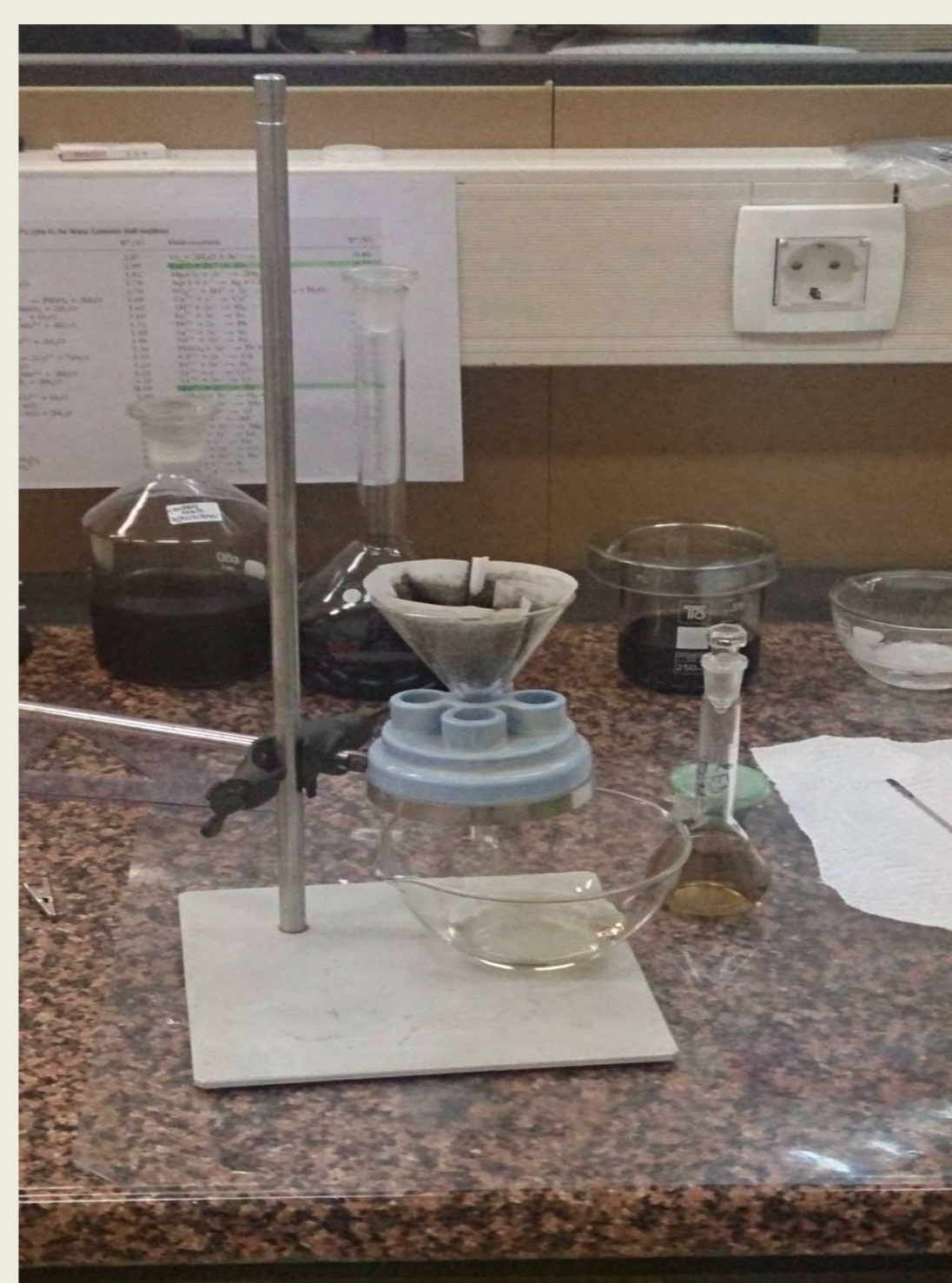
Priredena je suspenzija 5 mg rGO u 1 mL otopine PVDF u N-metil piroolidonu koja je nanosena na površinu staklastog ugljika u svrhu formiranja elektroda za provođenje elektrokemijskih ispitivanja.



Slika 6. Početak redukcije GO u rGO

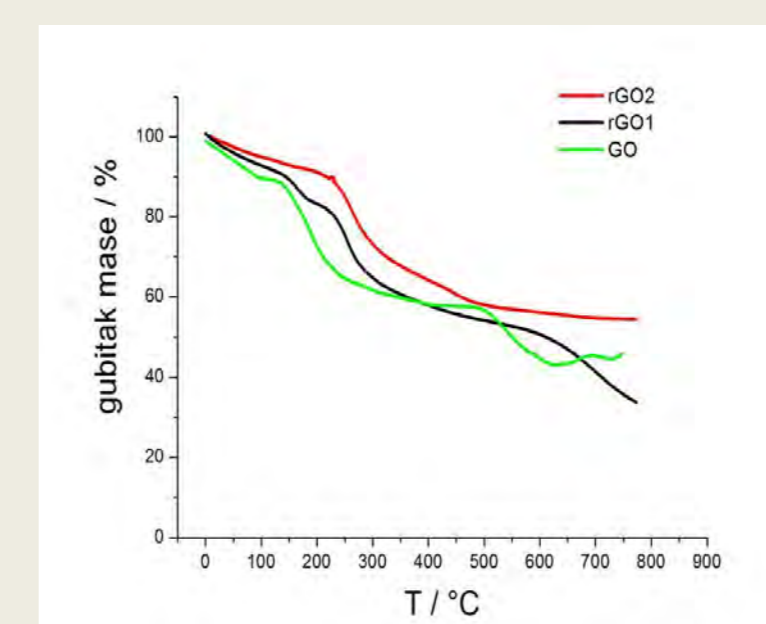


Slika 7. Reducirani grafen oksid (rGO)

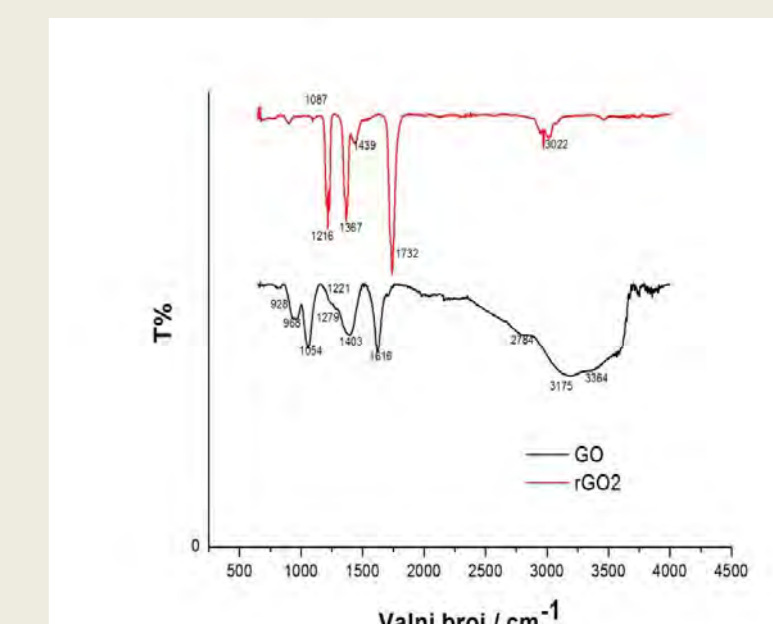


Slika 8. Proces izolacije rGO nakon procesa redukcije.

REZULTATI:

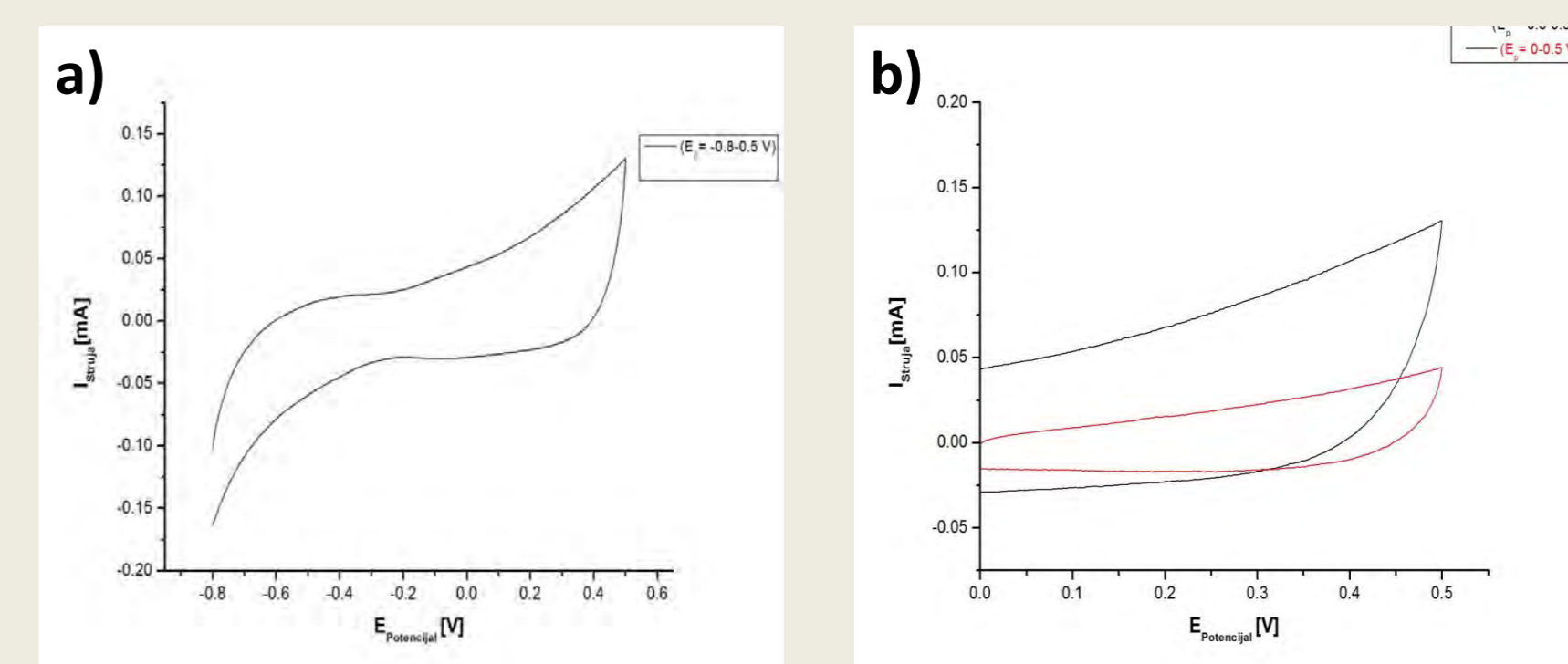


Slika 1. Termogravimetrijska analiza GO i rGO uzoraka

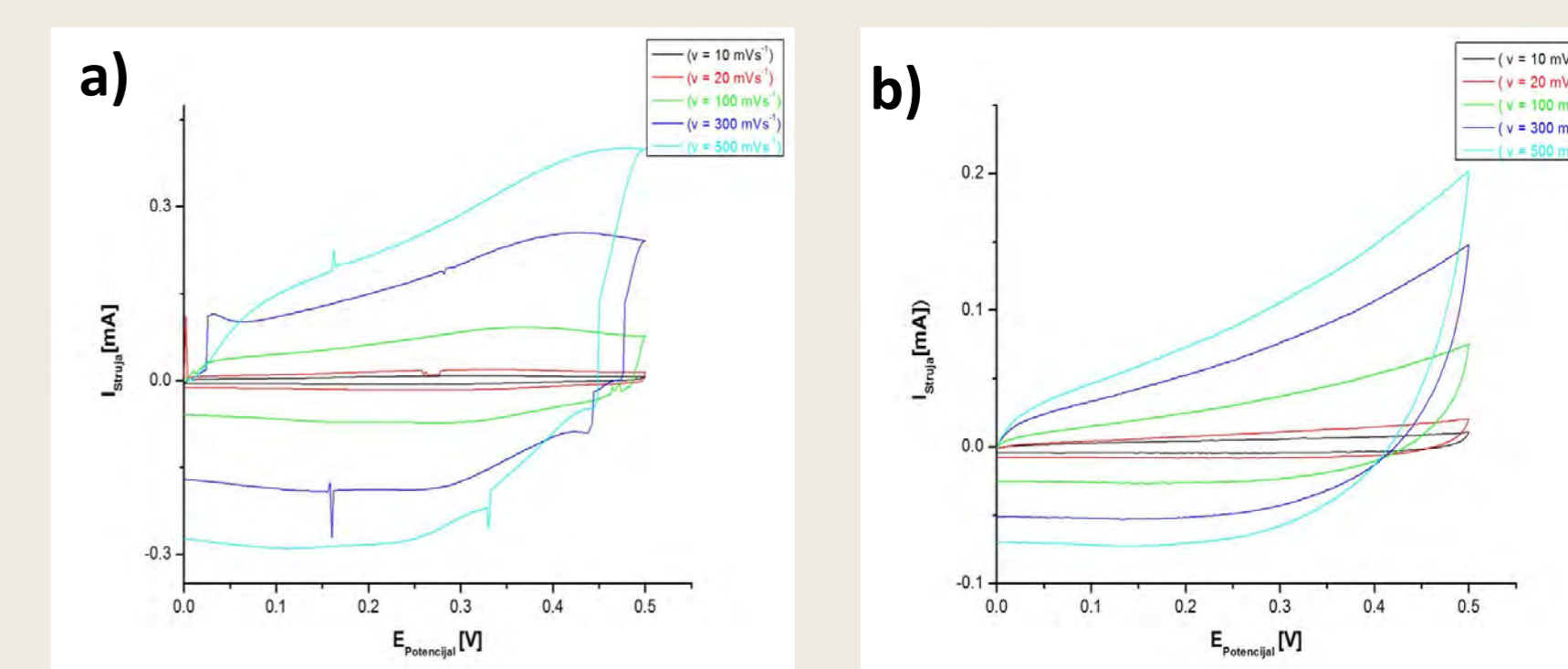


Slika 2. FTIR spektrofotometrija analiza GO i rGO uzoraka

Elektrokemijska ispitivanja



Slika 3. Ciklički voltamogrami uzoraka dobiveni nakon redukcije a) ELM (rGO1) i b) NaBH₄ (rGO3), v=50 mV s⁻¹



Slika 4. Ciklički voltamogrami uzoraka dobiveni nakon redukcije a) ELM (rGO1) i b) NaBH₄ (rGO3), pri različitim brzinama promjene potencijala



Slika 10. Ekstrat lista masline korišten kao reducens

ZAKLJUČAK:

Pomoću termogravimetrijske analize (slika 1.) i FTIR spektroskopije (slika 2.) utvrđeno je da je proces redukcije proveden uspješno te da je dobiven produkt (rGO, slika 6.) kod kojeg je, u odnosu na GO, značajno smanjen udio kisikovih funkcionalni skupina. Metoda cikličke voltametrije (slike 3. i 4.) je pokazala da dobiveni uzorak pokazuje dobra kapacitivna svojstva što znači da osim što su uklonjene kisikove skupine povećan je udio delokaliziranih p elektrona. Upravo iz tog razloga osigurana je dobra električna provodnost uzorka zbog čega prilikom polarizacije rGO elektrode dolazi do nabijanje i izbijanje elektrokemijskog dvosloja pa je prilikom elektrokemijskih ispitivanja dobivena konstantna struja po potencijalu (slika 3 i 4). Dobiveni rezultati ukazuju da je korištenjem fenolnih spojeva iz ekstrakta lista masline moguće djelotvorno provesti redukciju GO, a dobiveni produkt (rGO) je moguće upotrijebiti kao aktivni materijal u elektrokemijskim izvorima struje. Dobiveni uzorak također pokazuje dobra kapacitivna svojstva te su zabilježeni specifični kapaciteti od 63 F/g, pri čemu su zapažena mala odstupanja kapaciteta pri različitim uvjetima.