

氧化还原法制备石墨烯的 XRD 表征

XRD-002

摘要：石墨烯的优异性能引起了极大关注。氧化还原法制备石墨烯是很有前景的石墨烯制备方法。本文使用岛津 X 射线衍射仪 (XRD) 对氧化还原法制备石墨烯的原料和产物进行了测试，分析了制备过程中其结构的变化。XRD 是氧化还原法制备石墨烯必不可少的表征手段。

关键词：石墨烯 氧化还原法 X 射线衍射仪 岛津

自从 2004 年曼彻斯特大学 Geim 研究课题小组成功发现二维石墨烯，石墨烯的结构及性能引起了人们极大的关注。石墨烯具有诸多优异性能，比如表面积大、力学性能、导热性能和导电性能非常优异，而且其合成原料是石墨，价格低廉。石墨烯可望在超级电容器、超级电极材料、超强力学材料、锂离子电池、催化剂、超级吸附材料等领域发挥重要的作用。

目前制备石墨烯主要方法有微机械剥离法、化学气相沉积、氧化还原法、水热法等，这些方法的实质都是分离出石墨烯片层。其中最有发展前景的是化学气相沉积和氧化还原法。

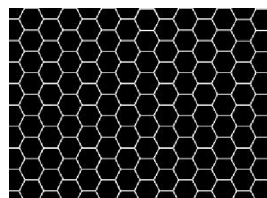
氧化还原法制备石墨烯的步骤：

(1) 将天然石墨与强酸和强氧化性物质反应生成氧化石墨；

(2) 经过超声分散制备成氧化石墨烯 (GO)(单层氧化石墨)；

(3) 加入还原剂去除氧化石墨表面的含氧基团得到石墨烯 (r-GO)；

XRD 作为广泛应用的结构分析手段，可用来表征石墨烯薄膜氧化还原法制备过程中从原料到产物的结构变化。本文使用岛津 XRD 对石墨、氧化石墨烯、还原氧化石墨烯进行了测试。



实验部分

1.1 仪器

岛津 X 射线衍射仪 XRD6100



1.2 分析条件

测试参数

靶材：铜靶 (Cu)

X 光管电压 (XG Voltage): 40 kV

X 光管管流 (XG Current): 25 mA

扫描模式 Scan mode: 连续扫描 0-20

角度范围 Scan Range: 5-60°

步长 step: 0.02°

扫描速度 Scan speed: 3°/min

狭缝 (Slit condition): DS -1°, SS -1°, RS -0.3mm

强度单位 (Unit): CPS

1.3 样品处理

石墨粉末和氧化还原石墨烯粉末直接装入玻璃样品池，刮平，轻轻压实；
氧化石墨烯溶液滴在玻璃样品池背面平整部位，自然晾干成膜；

■ 结果讨论

石墨烯制备过程中，原料石墨、中间产物氧化石墨烯 GO 和最终产物还原氧化石墨烯 r-GO 的衍射花样叠加如图 1 所示。

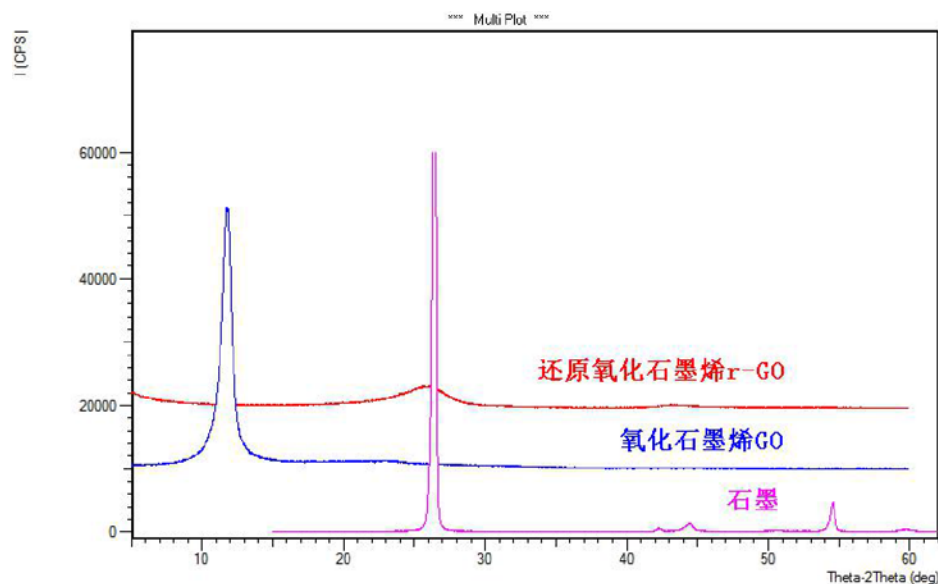


图1 石墨烯制备过程从原料到最终产物的衍射谱图

上述谱图经过 Basic Process 程序处理，得到衍射角的测试值和对应的面间距。

石墨衍射峰位在 26.4°，对应 (002) 衍射峰，c 轴石墨层间距 $d = 0.3372 \text{ nm}$ ，峰型尖锐说明石墨结晶程度很高；

氧化石墨烯 GO 的峰位在 11.76°，对应的层间距 $d = 0.7519 \text{ nm}$ ；相对石墨 (002) 峰位左移，显示氧化过程中石墨层间距变大，26.4° 出石墨峰完全消失，表明氧化完全；

还原氧化石墨烯 r-GO 在 26° 附近有一个宽度很宽的弱衍射峰，显示石墨烯粒径很小，导致峰型宽化，其峰位和石墨峰位近乎重叠，暗示还原石墨烯的自组装导致了石墨烯层间的再聚集。

表1 石墨烯制备过程中层间距的变化

	2θ	层间距
石墨	26.41°	0.3372 nm
氧化石墨烯 GO	11.76°	0.7519 nm
还原氧化石墨烯 r-GO	26.00°	0.3424 nm

■ 结论

本文使用岛津 X 射线衍射仪研究了氧化还原法制备石墨烯过程中原料、中间产物和最终产物，对在衍射图上的峰位变化做了解释。实验表明，XRD 衍射仪是石墨烯及其制备过程的有效表征手段，也是必不可少的表征手段。