

## AZLAYLI QRAFEN OKSİDİN BƏZİ FİZİKİ XASSƏLƏRİNİN TƏDQIQI

**R.Q. ABASZADƏ<sup>1</sup>, S.A. MƏMMƏDOVA<sup>1</sup>, A.M. NƏBİYEV<sup>2</sup>, E.M. ƏLİYEV<sup>3</sup>,  
R.İ. ƏLƏKBƏROV<sup>1</sup>, S.T.ƏZİZOV<sup>1</sup>, O.Ə. ƏLİYEV<sup>1</sup>, Ş.K. SƏFƏRƏLİYEV<sup>4</sup>**

<sup>1</sup>*Azərbaycan MEA-nın H.M. Abdullayev adına Fizika İnstitutu,*

*Az-1143, Bakı şəhəri, H.Cavid pr. 131.*

<sup>2</sup>*Bakı Dövlət Universiteti, Z.Xəlilov küç., 23, Bakı, 1048, Azərbaycan.*

<sup>3</sup>*Helmholts-Centrum Polimer Araşdırmaları İnstitutu,*

*Almaniya, Maks-Plank küç.1, 21502, Gestac şəhəri, Almaniya.*

<sup>4</sup>*Azərbaycan Dövlət Dəniz Akademiyası, Az1000, Bakı şəhəri, Z.Əliyeva küç., 18.*

e-mail: [abaszada@gmail.com](mailto:abaszada@gmail.com); [samira-1984@inbox.ru](mailto:samira-1984@inbox.ru)

Təqdim olunan məqalədə Hummer metodu ilə sintez olunmuş azlaylı qrafen oksidin bəzi fiziki xüsusiyyətləri analiz edilmişdir. Sintez olunmuş azlaylı qrafen oksidin səth morfologiyası skanedic elektron mikroskopiyası (SEM), istilik xassələri isə differensial skanedic kalorimetriya (DSC) metodları ilə tədqiq edilmişdir. Alınmış nəticələr qrafen oksidin fiziki xüsusiyyətləri haqqında mühakimə yürütməyə imkan verir. İşdə qrafen oksidin müxtəlif metodlarla analizi qrafitin analizinin nəticələri ilə müqayisəli şəkildə təhlil olunmuşdur.

**Açar sözlər:** qrafit, qrafen oksid, SEM analizi, DSK analizi.

**Pacs:** 33.20.Ea, 61.05.C-

### 1. GİRİŞ.

Son illər aparılan tədqiqat işləri məhdud ölçülü sistemlərin inkişaf etdirilməsi ilə yanaşı, onların təbiətinin də, öyrənilməsi kimi, mühüm məsələlərin həlli zəruriyyətini qarşıya qoyur. Odur ki, karbon nanoquruluşların öyrənilməsi istiqamətində intensiv tədqiqatlar aparılır. Müasir dövrün elmi tədqiqatları əsasən həcmi yarımkeçiricilərlə müqayisədə yeni fiziki xassələrin yaranması ilə müşahidə olunan məhdud ölçülü sistemlərin aktuallığını artırmaqdadır. Həcmi yarımkeçiricilərlə müqayisədə nanoquruluşların yeni və fərqli xassələri, təcrübi və nəzəri işlərin intensiv araşdırılmasını labüd edir. Belə sistemlər içərisində nadir xüsusiyyətlərə malik materiallardan biri də qrafit və onun modifikasiyaları hesab olunur.

Bir sıra nadir xassələri sayəsində qrafen xüsusilə cəlbedicidir. Bu onun kinetik və optik xassələri ilə bağlıdır. Qrafen kvazi iki ölçülü karbon nanoquruluşu olub, eyni zamanda kvazi bir ölçülü karbon nanoboruların və kvazi sıfır ölçülü fullerenlərin [1] əsasını da təşkil edir. 2004-cü ildə Nobel mükafatı laureatları A.K. Qeym və K.S. Novoselov sadə üsuldən istifadə edərək, qrafitin səthindən nazik təbəqələrin xüsusi vasitə ilə qoparılması metodunu həyata keçirmişlər [2,3]. Daha sonralar qrafenin alınması üçün müxtəlif metodlar [3,4] təklif olunmuşdur. Qrafen oksid, qrafenin sintezi üçün baza rolunu oynadığından bizim tədqiqatlarımız qrafen oksidin alınmasına və onun müxtəlif fiziki metodlar vasitəsi ilə araşdırılmasına həsr olunmuşdur [6-9].

Qrafen oksid elektronikada, optoelektronika cihazlarında, alternativ enerji mənbələrində, biotibbi tətbiqlərdə, sensorlarda, lazerlərdə və dərman daşınması kimi sahələrdə geniş istifadə olunur [5, 7, 10]. Qrafen oksidin bir sıra sintez metodlarından ən çox tətbiq olunanları Hummer [11], Brodi [12], Ştayanmayer [13],

elektrokimyəvi oksidləşmə [14] metodları hesab olunur.

Məqalədə birgə tədqiqat qrupumuz tərəfindən azlaylı qrafen oksidin sintezi, Hammer metodundan istifadə edilərək həyata keçirilmişdir [15].

### 2. TƏCRÜBƏ, NƏTİCƏLƏR VƏ ONLARIN MÜZAKİRƏSİ.

Bizim qrup tərəfindən Hammer metoduna əsasən alınmış azlaylı qrafen oksidin, keyfiyyəti, təmizliyi, səth morfologiyası və termik xassələri SEM analizindən və DSK analizindən istifadə edilərək öyrənilmişdir.

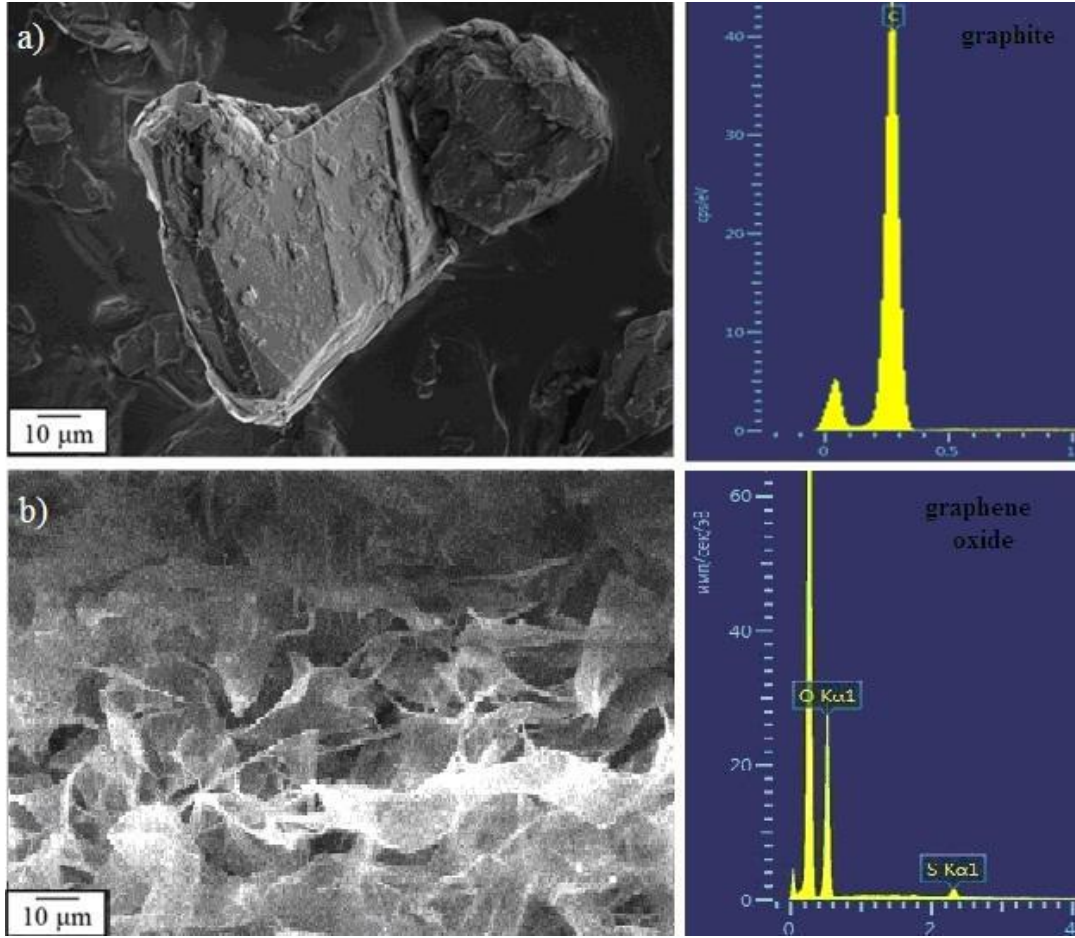
#### 2.1. Skanedic elektron mikroskopiyası (SEM) analizi.

Sintez olunmuş qrafen oksidin səth morfologiyası və element analizi haqqında məlumat almaq üçün SEM və EDX analizləri aparılmışdır. Ölçmələr sintez zamanı karbon mənbəyi kimi istifadə olunmuş yüksək təmizlik dərəcəsinə malik qrafitin analizi ilə müqayisəli şəkildə aparılmışdır.

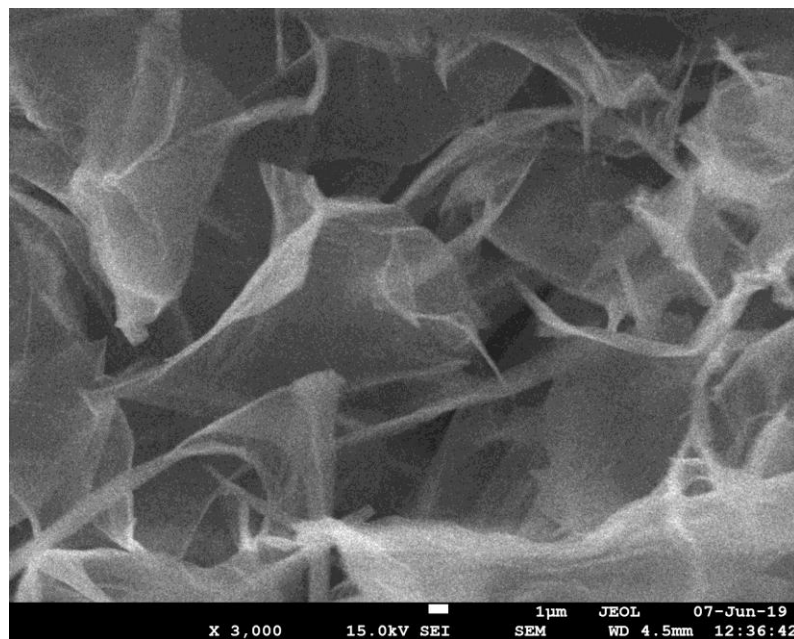
Qrafit və qrafen oksidin səth morfologiyasına və element analizinə, JOEL JSM-7600F skanedic elektron mikroskopunda (SEM) baxılmışdır. Bunun üçün qrafit və qrafen oksiddən müəyyən hissə götürülmüş və otaq temperaturunda ölçmələr aparılmışdır. Şəkil 1-də qrafitin və bu qrafitdən Hummer metodu ilə alınmış azlaylı qrafen oksidin 10µm intervalında olan şəkilləri göstərilmişdir. SEM (skanedic elektron mikroskopu - sol tərəfdə) və EDX (enerjidispers analiz - sağ tərəfdə) analizlərinin nəticəsi olaraq qrafit və qrafen oksidin 10µm ölçüdə, eləcə də uyğun olaraq nümunələrin element tərkibinin təsvirləri verilmişdir. SEM analizinin müqayisəli təsviri göstərir ki, qrafitin SEM analizində həcmi formada qrafit müşahidə olunur (Şəkil

1a), Hummer metodundan istifadə edərək bu qrafitdən alınmış qrafen oksid isə laylı formaya malikdir (şəkil 1 b). SEM analizinin nəticələri göstərir ki, biz yüksək keyfiyyətli qrafen oksid almağa müvəffəq olmuşuq. Element analizinin nəticələri SEM analizinin nəticələrini təsdiq edir. Beləliklə də, qrafitin və qrafen oksidin

müqayisəli EDX analizindən nümunələrin element tərkibinin fərqli olduğu görünür. Qrafen oksidin EDX analizi göstərir ki, karbonla yanaşı oksigenin də miqdarı nəzərə çarpacaq dərəcədə artmışdır. Bu, sintez prosesinin uğurlu aparıldığını bir daha təsdiq edir.



Şəkil 1. Qrafit (a) və Qrafen oksidin (b) SEM və EDX analizinin müqayisəli təsviri.



Şəkil 2. Hummer metodu ilə sintez olunmuş qrafen oksidin 1 µm miqyasında SEM şəkli.

Sintez olunmuş qrafen oksidin 1µm miqyasında olan SEM analizinin nəticəsi şəkil 2-də göstərilmişdir. Şəkildən aydın olur ki, sintez zamanı laylı şəkilli, nazik, mikro- və nano- ölçüyə malik qrafen oksid layları almağa müvəffəq olunmuşdur. Belə nazik qrafen oksid layları nazik təbəqəli kompozit membranlarının hazırlanmasında və kütləvi şəkildə qrafenin sintezində əvəzolunmaz rol oynayır.

**2.2. Differensial skanedici kalorimetriya (DSC) metodu.**

Hal-hazırda geniş yayılmış termik analiz metodlarından biri də differensial skanedici kalorimetr (DSC) metodu hesab olunur. Burada nümunənin xüsusi istilik tutumunun temperatur asılılığından da istifadə olunur. Bu metoddan istifadə edərək istiliyin udulması və ayrılması kimi effektlərlə bağlı olan nümunələr haqqında fikir söyləmək olar. Belə ki, bu metod temperatur, entalpiya, entropiya, relaksasiya keçidlərinin xarakteri, istilik tutumu və onun dəyişməsi haqqında, temperaturun dəyişməsi ilə kinetik və energetik xarakteristikalar haqqında məlumatlar almağa imkan verir [18].

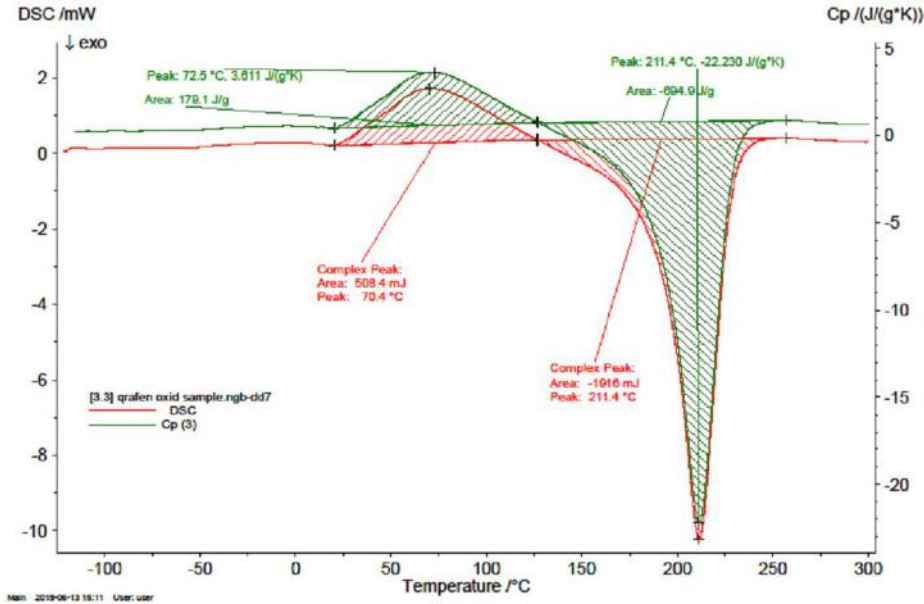
Differensial skanedici kalorimetriya “NETZSCH DSC 204F1” (Almaniya) istehsalı olan cihazda, arqon atmosferində aparılmışdır. Analiz edilən nümunə alüminium yuvacıqda yerləşdirilir. Etalon nümunə kimi safir götürülmüş, qızma sürəti 10K/dəq, təsirsiz qaz axınının sürəti 20ml/dəq, nümunənin çəkisi 10mq seçilmişdir. Tədqiqatlar 100÷300°C temperatur intervalında aparılmışdır.

Bu tədqiqat işində DSC analizi sintez edilmiş qrafen oksidin termik stabilliyini öyrənmək üçün aparılmışdır. Şəkil 3-dən görüldüyü kimi, DSC spektrində 70,4°C temperaturda kiçik ekzotermik pik müşahidə olunur. Bizim fikrimizə görə bu ekzotermik pik temperaturun artması ilə qrafen oksiddə olan oksigen tərkibli funksional qrupların (CO, CO<sub>2</sub>) parçalanması ilə əlaqədardır. Burdan belə nəticə çıxartmaq olur ki, artıq 70°C-dən başlayaraq oksigen tərkibli qruplar parçalanmağa başlayır. Temperaturun artması ilə növbəti mərhələlərdə belə bir ekzotermik ikinci pik müşahidə olunur. Temperaturun 125°C qiymətindən sonra isə pikin kəskin düşməsi və endotermik reaksiyanın baş verməsi müşahidə olunur. Endotermik pik 211,4°C-temperaturda müşahidə olunur. Yəni, bu temperaturda artıq karbon-karbon əlaqələrini qırmaq üçün çox miqdarda istiliyin udulmasına ehtiyac vardır.

DSC əyrisindən və aşağıdakı ifadədən istifadə edərək xüsusi istilik tutumunun (C<sub>p</sub>) qiymətini hesablamaq olar:

$$C_p = \frac{m_{standart}}{m_{simple}} * \frac{DSC_{sample} - DSC_{bas}}{DSC_{standart} - DSC_{bas}} * C_{p,standart}$$

Burada C<sub>p</sub> və C<sub>p,standart</sub> - nümunənin və etalonun T temperaturundakı istilik tutumu, m -standart və m<sub>nümunə</sub> -uyğun olaraq etalonun və nümunənin kütləsidir. DSC<sub>standart</sub> və DSC<sub>nümunə</sub> uyğun olaraq etalonun və nümunənin T temperaturuna uyğun DSC siqnalın qiymətidir.



Şəkil 3. Qrafen oksid nümunəsinin -100 ÷ 300°C temperatur intervalında DSC analizi.

**3. NƏTİCƏ.**

Hummer metodu ilə azlaylı qrafen oksid sintez edilmiş və iki müxtəlif üsulla analizi aparılmışdır. SEM və EDX analizinin nəticələri göstərmişdir ki, yüksək keyfiyyətli azlaylı nazik qrafen oksid layları

sintez olunmuşdur. DSC əyrisində 70,4°C temperaturda ekzotermik pik, 211,4°C temperaturunda isə endotermik pik müşahidə olunmuşdur. Müşahidə olunan ekzotermik pikin temperaturun artmasıyla qrafen oksiddə olan oksigen tərkibli funksional qrupların (CO, CO<sub>2</sub>) parçalanması ilə əlaqədar olması müəyyən olun-

muşdur. Endotermik pik 211,4°C-temperaturunda müşahidə olunur. Göstərilmişdir ki, bu temperaturda qalıq karbon-karbon əlaqələrinin qırılması üçün daha çox istilik miqdarının udulmasına zərurət vardır.

Müəlliflər SEM analizinin aparılması üçün dosent Zöhrab Ağamalıyevə, DSC analizinin aparılmasına imkan yaratdığı üçün isə professor Mirzə Qurbanova və Fuad Yəhyayevə dərin təşəkkürlərini bildirirlər.

- [1] P.E. Smolli. Открывая фуллерены, УФН, 1998, Т.168, № 3, с.323 – 325.
- [2] A.K. Geim. Graphene: status and prospects, Science, 2009, vol. 324, p.1530-1534.
- [3] A.K. Geim, K.S. Novoselov. The rise of grapheme, Nat.Mater., 2007, vol.6., p.183-191.
- [4] K.S.Novoselov, D.Jiang, F.Schedin, T.J.Booth, V.V.Khotkevich, S.V.Morozov, A.K.Geim, Proc.Nat.Acad.Sci., 2005, vol.102, №30, p.10451–10453.
- [5] R. Mahendran, D. Sridharan, K. Santhakumar et al.. Indian Journal of Materials Science, 2016, Article ID 4169409, p. 10.
- [6] Shun Mao, Haihui Pua and Junhong Chen, RSC Adv.,2012, vol.2, № 3, p.2643 –2662.
- [7] C. Lee, X.D. Wei, J.W. Kysar, J. Hone. Science, 2008, vol.321, p.385 – 390.
- [8] Bunch J.Scott, van der Zande Arend M., Verbridge Scott S., Frank Ian W., Tanenbaum David M., Parpia Jeevak M. Science, 2007, vol.315, p.490-493.
- [9] C-Y. Su, Y. Xu, W. Zhang, J. Zhao, X. Tang, C.H. Tsai and L-J. Li. Chem.Mater., 2009, 21 5674–80.
- [10] K.P. Loh, Q. Bao, G. Eda, M. Chhowalla. Nature Chemistry, 2010, vol.1(11), p.1015–1024.
- [11] W.S. Hummers, R.E. Offeman. J. Am. Chem. Soc., 1958, vol. 80, p.1339.
- [12] M.J. Hudson, F.R. Hunter-Fujita, J.W. Peckett, P.M. Smith. Chemically prepared colloidal, oxidised graphite, J.Mater.Chem.,1997, vol.7, N.2, p.301-305.
- [13] L.Staudenmaier. Ber, Dtsch. Chem. Ges., 1898, vol.31, p.1481-1487.
- [14] C.Y.Su, A.Y.Lu, Y.Xu, F.R.Chen, A.N. Khloubystov, L.J. Li. HighQuality Thin Graphene Films from Fast Electrochemical Exfoliation, ACS Nano, 2011, vol.5, №3, p.2332–2339.
- [15] R.Q. Abaszadə, S.A. Məmmədova, S.T. Əzizov, O.A. Əliyev, E.M. Əliyev, A.M. Nəbiyev. Azerbaijan Journal of Physics, vol.XXV, №2, 2019, Series:Az, pp.46-49
- [16] D. Graf, F. Molitor, K. Ensslin, C. Stampfer, A. Jungen, C. Hierold, L. Wirtz. Nano Lett.7, 2007, p.238-242.
- [17] A.C. Ferrari, J.C. Meyer, V. Scardaci, C. Casiraghi, M. Lazzeri, F. Mauri, S. Piscanec, D.Jiang, K.S. Novoselov, S. Roth, A.K. Geim. Raman Spectrum of Graphene and Graphene Layers, Physcal Review Letters. 2006 97, 187401.
- [18] В.А. Берштейн, В.М. Егоров. Дифференциальная сканирующая калориметрия в физикохимии полимеров, Л.: Химия., 1990, с.256.

**R.G. Abaszade, S.A. Mammadova, A.M. Nabiyev, E.M. Aliyev, R.İ. Alakbarov,  
S.T. Azizov, O.A. Aliyev, Sh.K. Safaraliev**

### **SOME PHYSICAL FEATURES OF FEW-LAYERED GRAFENE OXIDE SAMPLES**

In the presented article, some physical properties of the synthesized grafen oxide by the group were analyzed. The surface morphology of the graphene oxide was investigated by SEM and thermal properties were investigated by the Differential Scanners Colorimeter (DSC). The obtained results supply us with ideas about graphene oxide nature and physical properties. Analysis of grafhane oxide by various methods was made comparatively with the results of graphite analysis.

**Р.Г. Абасзаде, С.А. Мамедова, А.М. Набиев, Е.М. Алиев, Р.И. Алакбаров,  
С.Т. Азизов, О.А. Алиев, Ш.К. Сафаралиев**

### **НЕКОТОРЫЕ ФИЗИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ОБРАЗЦОВ ОКСИДА ГРАФЕНА, СОСТОЯЩИХ ИЗ НЕСКОЛЬКИХ СЛОЕВ**

В представленной статье проанализированы некоторые физические свойства синтезированного оксида графена. Морфология поверхности оксида графена была исследована с помощью СЭМ и тепловые свойства с помощью колориметра дифференциальных сканеров (DSC). Полученные результаты позволяют составить представление о природе и физических свойствах оксида графена. Анализ оксида графена различными методами проводился сравнительно с результатами анализа графита.

*Qəbul olunma tarixi: 09.07.2019*