Способы пробоподготовки образцов оксида графена для ИСП-АЭС анализа

*Жукова Е. Ю., Пойменова Ю.А.*,

*Студентка, 3 курс специалитета*

*Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова,*

*Москва, Россия*

*E-mail: beatlinka@yandex.ru*

Оксид графена (ОГ) является перспективным материалом, находящим широкое применение в различных областях науки и техники — от электроники и систем накопления энергии до экологии, медицины и катализа. На сегодняшний день наиболее распространённым методом получения оксида графена является модифицированная методика Хаммерса, основанная на окислении графита смесью окислителей: KMnO₄, H₂SO₄ и NaNO₃.

Одной из ключевых проблем этого метода остаётся высокое межплоскостное содержание металлических примесей, в первую очередь марганца (Mn). Дополнительное использование ультразвука для эксфолиации (расслоения) и получения водных дисперсий оксида графена приводит к дополнительному загрязнению образцов компонентами ультразвуковых зондов, в частности титаном (Ti). Для корректной оценки биосовместимости материала и его истинной нанозимной активности необходимо точное определение содержания примесных металлов.

Цель работы — оценка методик пробоподготовки порошков оксида графена, полученных по методике Хаммерса для дальнейшего ИСП-АЭС определения переходных элементов.

В ходе работы рассмотрено две методики подготовки проб. В условиях варьирования времени при кипячении (от 1 до 4.5ч) с обратным холодильником рассмотрены: (1) HNO3 дымящая — синтезирована в лаборатории, (2) смесь H2SO4(конц.):H2O2 (30 % или 50 %) (так называемый, Piranha Solution), используемый в различных объемных соотношениях. Масса навески составляла 50÷100 мг. При разложении оксида графена в смеси H₂SO₄:H₂O₂ выявлена корреляция между временем разложения и объёмом добавленного пероксида водорода. Разложение проб в дымящей HNO₃ привело к образованию крупнодисперсной смеси, в то время как применение растворов H₂SO₄(конц.):H₂O₂ способствовало получению более гомогенной взвеси. Важно отметить, что ввод декантированной пробы и slurry-метод (прямое введение дисперсии) дали статистически сопоставимые результаты.

Анализ водных дисперсий оксида графена показал, что предварительное выдерживание пробы с HNO₃ (150 мкл на 1 мл пробы) с последующим центрифугированием крупных агрегатов даёт результаты, сопоставимые с анализом прямого введения дисперсии без предварительного подкисления.

Полученные результаты служат основой для дальнейшего совершенствования методик пробоподготовки оксида графена для элементного анализа. Разработанный подход может быть применён к анализу допированных образцов оксида графена (S-, P-, N-), а также других углеродных материалов, включая 1D (нанотрубки), 2D (оксид графена, синтезированный другими методами) и 3D (наноалмазы).

*Благодарность.* Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (РНФ), грант № 24-73-10012.

Список литературы:

1. Таратайко А. В., Мамонтов Г. В. Синтез оксида графена по модифицированному методу Хаммерса //Вестник Томского государственного университета. Химия. – 2023. – №. 30. – С. 67-79.

2. André R. F. et al. Inductively coupled plasma spectroscopy for heteroatom-doped carbonaceous materials: Limitations and acid choice for digestion //Carbon. – 2024. – Т. 223. – С. 118946.