

Министерство науки и высшего образования
Российской Федерации
Федеральное государственное
бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Тверской государственный университет»

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ
ИЗУЧЕНИЯ КЛАСТЕРОВ,
НАНОСТРУКТУР
И НАНОМАТЕРИАЛОВ**

**PHYSICAL AND CHEMICAL ASPECTS
OF THE STUDY OF CLUSTERS,
NANOSTRUCTURES AND
NANOMATERIALS**

**FIZIKO-HIMIČESKIE ASPEKTY
IZUČENIÂ KLASTEROV,
NANOSTRUKTUR I NANOMATERIALOV**

выпуск 12

ТВЕРЬ 2020

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145

ББК Ж36:Г5+В379

Ф50

Рецензирование статей осуществляется на основании Положения о рецензировании статей и материалов для опубликования в журнале «Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов».

Официальный сайт издания в сети Интернет:

<https://www.physchemaspects.ru>

Ф50 Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов [Текст]. – Тверь: Твер. гос. ун-т, 2020. – Вып. 12. – 908 с.

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций, свидетельство о регистрации СМИ ПИ № ФС77-47789 от 13.12.2011.

Издание составлено из оригинальных статей, кратких сообщений и обзоров теоретического и экспериментального характера, отражающих результаты исследований в области изучения физико-химических процессов с участием кластеров, наноструктур и наноматериалов физики, включая межфазные явления и нанотермодинамику. Журнал предназначен для научных и инженерно-технических работников, преподавателей ВУЗов, студентов и аспирантов. Издание подготовлено на кафедре общей физики Тверского государственного университета.

Переводное название: Physical and chemical aspects of the study of clusters, nanostructures and nanomaterials

Транслитерация названия: Fiziko-himičeskie aspekty izučeniâ klasterov, nanostruktur i nanomaterialov

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145

ББК Ж36:Г5+В379

Print ISSN 2226-4442

Online ISSN 2658-4360

© Коллектив авторов, 2020

© Тверской государственный университет, 2020

**ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКА НА СТРУКТУРУ
ВОССТАНОВЛЕННОГО ТИОМОЧЕВИНОЙ ОКСИДА ГРАФИТА**

Н.В. Алемасова¹, С.Р. Сухова¹, В.В. Кравченко¹, М.А. Зозуля¹, Л.А. Прокофьева¹,
В.В. Бурховецкий², М.В. Савоськин¹

¹ГУ «Институт физико-органической химии и углехимии им. Л.М. Литвиненко»
283114, Украина, Донецк, ул. Р. Люксембург, 70

²ГУ «Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина»
283114, Украина, Донецк, ул. Р. Люксембург, 72
alemasova.nv@gmail.com

DOI: 10.26456/pcascnn/2020.12.765

Аннотация: Исследовано влияние ультразвука на процесс восстановления тиомочевинной оксида графита, полученного по методу Хаммера. Установлено, что обработка оксида графита тиомочевинной в водном растворе приводит к частичному удалению кислородсодержащих и образованию серосодержащих функциональных групп на поверхности оксида графита. Ультразвук небольшой мощности способствует увеличению степени функционализации поверхности оксида графита серой. Методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии исследована морфология частиц частично восстановленного и функционализированного оксида графита. Показано, что ультразвук способствует образованию объемного гидрогеля с сильно развитой поверхностью.

Ключевые слова: оксид графита, восстановление, функционализация, тиомочевина, ультразвук, структура, сканирующая электронная микроскопия, просвечивающая электронная микроскопия.

1. Введение

Оксид графита (ОГ) является многообещающим наноматериалом благодаря относительной простоте его синтеза, возможности масштабного производства и ценным свойствам. Это двумерный (2D) материал, структура его схожа с графитом, но базисные плоскости ОГ содержат хаотично расположенные кислородсодержащие группы, что сопровождается значительным увеличением межслоевого расстояния и повышением гидрофильности. Этот материал может быть легко расщеплен на отдельные слои в водной среде под действием ультразвука. Теоретически, при полном удалении функциональных групп с поверхности расщепленных слоев ОГ, можно получить графен [1]. Одним из перспективных путей производства графена в промышленных количествах является химическое восстановление ОГ. На данный момент химики испытали весьма обширный перечень реагентов для восстановления ОГ – более пятидесяти соединений различной природы [2]. Следует отметить, что в настоящее время полного удаления функциональных групп достигнуть не удалось. Поэтому полученный таким способом материал после ультразвукового расщепления на отдельные слои называют восстановленным оксидом графена (ВОГ). Дальнейшие действия

исследователей могут быть направлены либо на поиски способа полного удаления кислородсодержащих групп ОГ, либо на получение модифицированного частично вОГ с коммерчески полезными свойствами. Исходный ОГ или вОГ, декорированный наночастицами металлов, неметаллов или их соединений, обладает различными функциональными свойствами. Так, ОГ, с нанесенными на него наночастицами палладия, успешно зарекомендовал себя в качестве катализатора реакций кросс-сочетания арилгалогенидов и олефинов [3]. В работе [4] нанокompозит, состоящий из ОГ с нанесенным на него ZnO , допированный азотом (в качестве источника азота использовали тиомочевину), исследовали в реакции фотодеградации метиленового синего. Авторы [5] предложили нанокompозит из модифицированной тиомочевинной и Fe_3O_4 ОГ для эффективного извлечения красителя Кумасси бриллиантового синего из водных растворов.

Серосодержащие реагенты достаточно часто применяют для восстановления ОГ. Группа ученых провела комплексные исследования восстановления ОГ рядом серосодержащих реагентов ($NaHSO_3$, Na_2SO_3 , $Na_2S_2O_3$, $Na_2S \cdot 9H_2O$, $SOCl_2$, SO_2) [6]. Роль тиомочевины разные исследователи интерпретируют по-разному. Авторы работ [4, 5] считают тиомочевину источником атомов серы, которые модифицируют поверхность ОГ. В работах [7, 8] тиомочевина выступает в качестве восстановителя ОГ.

Ультразвуковая (УЗ) активация – один из способов ускорения протекания химических реакций. Часто УЗ обработка применяется лишь на стадии приготовления суспензии ОГ либо диспергирования вОГ. Но встречаются работы по применению УЗ для интенсификации химических процессов с участием ОГ. Например, авторы [9] разработали новый сонохимический подход для одновременного восстановления и прямой функционализации оксида графена 2-аминобензоксазолом. Предложен «зеленый» подход к синтезу вОГ с помощью водного раствора L-аскорбиновой кислоты при воздействии УЗ (20 кГц, 400 Вт) при 25 и 60 °С [10].

Целью предлагаемой работы было изучение влияния УЗ небольшой мощности на структуру и морфологию поверхности восстановленного тиомочевинной ОГ. Предполагалось, что УЗ будет способствовать как диспергированию суспензии ОГ, так и активировать процесс химического взаимодействия ОГ с тиомочевинной.

2. Материалы и методы

Использовали очищенный природный чешуйчатый графит Formula BT 2935APH (содержание углерода 99,95 %, Superior Graphite Co,

USA), H_2SO_4 (х.ч., Сигма ТЕК), $NaNO_3$ (ч., Реахим), $KMnO_4$ (ч., Сакский химзавод), H_2O_2 (30%, ч.д.а., Асохим), HCl (х.ч., Сигма ТЕК), тиомочевину ($\geq 99,0\%$, Китай).

Лимитирующей стадией при окислении графита является процесс диффузии окислителя в межслоевое пространство графита [11], поэтому классическая методика синтеза ОГ по методу Хаммерса [12] нами была изменена: к 1 г графита добавляли 0,5 г $NaNO_3$, 23 см³ концентрированной H_2SO_4 , охлаждали смесь в ледяной бане до 0 °С, при непрерывном перемешивании медленно (в течение 20 мин) вносили 3 г $KMnO_4$, выдерживали при 0 ÷ 2 °С в течение 1 ч. Затем реакционную смесь нагревали до 35 ÷ 40 °С и продолжали окисление в течение 30 мин. Далее к реакционной смеси добавляли 46 см³ дистиллированной воды, нагревали до 90 ÷ 95 °С в течение 15 мин. Добавляли 140 см³ охлажденной дистиллированной воды и 50 см³ 3% водного раствора H_2O_2 . Отделяли ОГ от реакционной смеси центрифугированием и декантацией. Далее таким способом промывали продукт один раз 2,5% раствором HCl и дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод. Высушивали ОГ в сушильном шкафу при 50 °С.

Восстановление ОГ проводили следующим образом. В термостатируемый реактор помещали навеску ОГ, добавляли дистиллированную воду (концентрация ОГ 4 мг/см³). Затем смесь обрабатывали УЗ в ультразвуковой ванне Codyson CD-4800 (42 кГц, 70 Вт) в течение 30 мин для получения суспензии ОГ. Добавляли в реактор навеску тиомочевины (соотношение масс ОГ : тиомочевина 1:3,8). Взаимодействие ОГ с тиомочевинной проводили при температуре 80 °С в течение 1 ч. Перемешивание реакционной смеси проводили двумя способами: механическим (с помощью магнитной мешалки) и с помощью УЗ. Во втором случае термостатируемый реактор помещали в ультразвуковую ванну. О протекании реакции судили по изменению цвета реакционной смеси с коричневого на черный. Полученный продукт промывали пять раз дистиллированной водой, отделяя восстановленный ОГ центрифугированием. Затем высушивали на стеклянных подложках при температуре 25 °С.

Исследование поверхности образцов выполняли с помощью растрового (сканирующего) электронного микроскопа (СЭМ) JSM-6490LV (Япония). Съемка проводилась в двух режимах: режим вторичных (SEI) и отраженных (BEC) электронов. Элементный анализ поверхности образцов выполняли с использованием энергодисперсионного рентгеновского спектрометра INCA Energy-350.

Исследования морфологии и внутренней структуры частиц ОГ и вОГ проводили методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) (микроскоп JEM-200A фирмы «JEOL»). Образцы для микроскопии формировали на специальных покрытых углеродом медных сетках из водных суспензий нанесением с помощью ультразвукового распылителя (35 кГц). Картины электронной дифракции для определения кристаллической структуры образца получали путем изменения фокусной площади магнитной линзы.

Запись порошковых дифрактограмм проводили методом Дебая-Шеррера на дифрактометре «ДРОН-3» с использованием излучения CuK_{α} ($\lambda_{\alpha} = 0,154181$ нм) со скоростью сканирования $1^{\circ}/\text{мин}$. Запись дифрактограмм исходного ОГ проводили с использованием пленки ОГ. Водные суспензии продуктов восстановления ОГ тиомочевинной высушивали непосредственно в кювете для образца.

3. Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены дифрактограммы исходного ОГ и продуктов его восстановления. Межплоскостное расстояние d_{002} исходного ОГ составляет 0,835 нм (см. рис. 1, кривая 1). В отличие от исходного ОГ, продукты восстановления являются рентгеноаморфными. После взаимодействия с тиомочевинной, как при воздействии УЗ, так и без него (см. рис. 1, кривые 2, 3), принадлежащий ОГ рефлекс при $2\theta = 10,60^{\circ}$ исчезает. При этом рефлекс $\{002\}$ в области угла $2\theta = 25 \div 26,8^{\circ}$, характерный для «графитовых» углеродных структур, не появляется, что свидетельствует о глубоком разупорядочении полученной структуры.

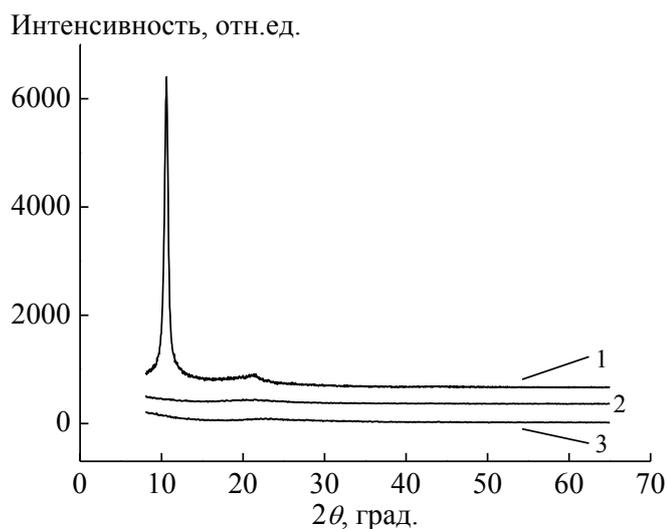


Рис. 1. Рентгенограммы ОГ (1), вОГ, полученного при воздействии УЗ (2) и при механическом перемешивании (3).

Изменения элементного состава (см. данные Таблицы 1)

свидетельствуют, что при взаимодействии с тиомочевинной в структуре ОГ происходят глубокие преобразования. Так, содержание углерода увеличивается с 49,1 до 69,5% и примерно в три раза снижается содержание кислорода. Одновременно происходит сильный рост содержания серы (с 2,4 до 15,9%). По-видимому, это можно объяснить образованием эписульфидных групп. Воздействие ультразвука ведет к некоторому снижению глубины восстановления ОГ, при этом содержание серы оказалось на 5% выше, чем без его использования. Таким образом, тиомочевина в реакциях с ОГ играет двойную роль – восстановителя и модификатора поверхности, образуя химическую связь C–S.

Таблица 1. Химический состав ОГ и вОГ, определенный рентгеноспектральным микроанализом*.

Элемент	Массовая доля, %		
	ОГ	вОГ	
		без воздействия УЗ	с воздействием УЗ
<i>C</i>	49,1	69,5	62,6
<i>O</i>	48,0	14,6	16,6
<i>S</i>	2,4	15,9	20,8
<i>Cl</i>	0,5	< 0,05	< 0,05

* – нормировано на 100%.

Интересное явление наблюдалось при проведении реакции ОГ с тиомочевинной при воздействии УЗ: полученный продукт представлял собой гидрогель – достаточно плотную, объемную массу, принявшую форму реактора. Также наблюдалось практически полное поглощение продуктом водной фазы. После промывки и высушивания продукты восстановления представляли собой черный порошок. В обоих случаях процесс высушивания приводил к агломерации частиц, более ярко выраженный для продукта восстановления при воздействии УЗ. Т.е. высушивание приводило к разрушению структуры гидрогеля. Морфология высушенных частиц вОГ, полученных при воздействии УЗ и при механическом перемешивании, отличается. СЭМ-изображения поверхности исходного графита, ОГ и вОГ приведены на рис. 2.

При высушивании на стеклянной подложке ОГ образует сплошную пленку, в которой отдельные пластинки ОГ неразличимы (см. рис. 2 б). После восстановления ОГ тиомочевинной с механическим перемешиванием основная масса вОГ представляет собой помятое «полотно», состоящее из соединенных графеноподобных пластинок, но все еще можно различить отдельные пластинки, сохранившие форму и размеры чешуек исходного графита (см. рис. 2 а, в). УЗ даже небольшой мощности (70 Вт) приводит к еще большему деформированию «полотна», образуются более мелкие и частые складки, напоминающие хаотично смятую гофрированную бумагу

или листья кудрявого салата (см. рис. 2 г). Таким беспорядочным смятием и, по-видимому, переплетением, скручиванием частиц вОГ можно объяснить образование объемного гидрогеля в реакторе на стадии восстановления.

Попытки изучить текстурные характеристики структуры полученных материалов по изотермам низкотемпературной (-196°C) адсорбции-десорбции азота по методу БЭТ не увенчались успехом, но обнаружилось, что полученный обоими способами материал является микропористым.

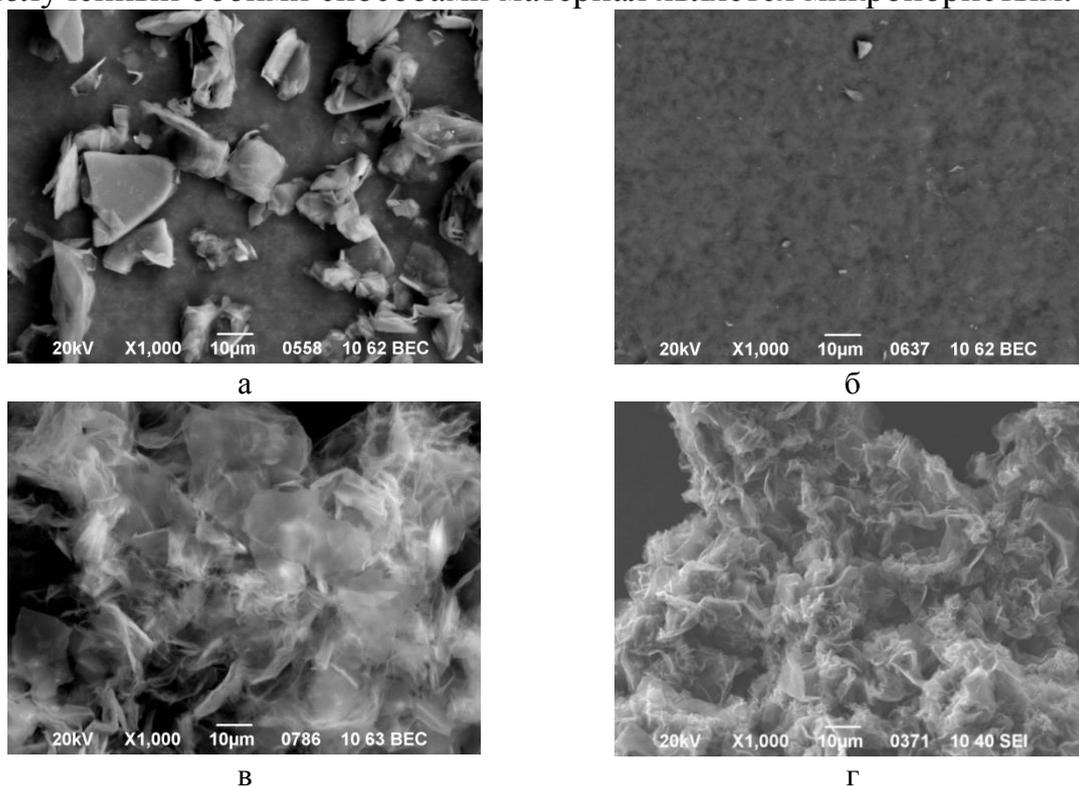


Рис. 2. СЭМ-изображения поверхности исходного графита (а), ОГ (б), вОГ, полученного при механическом перемешивании (в) и при воздействии УЗ (г).

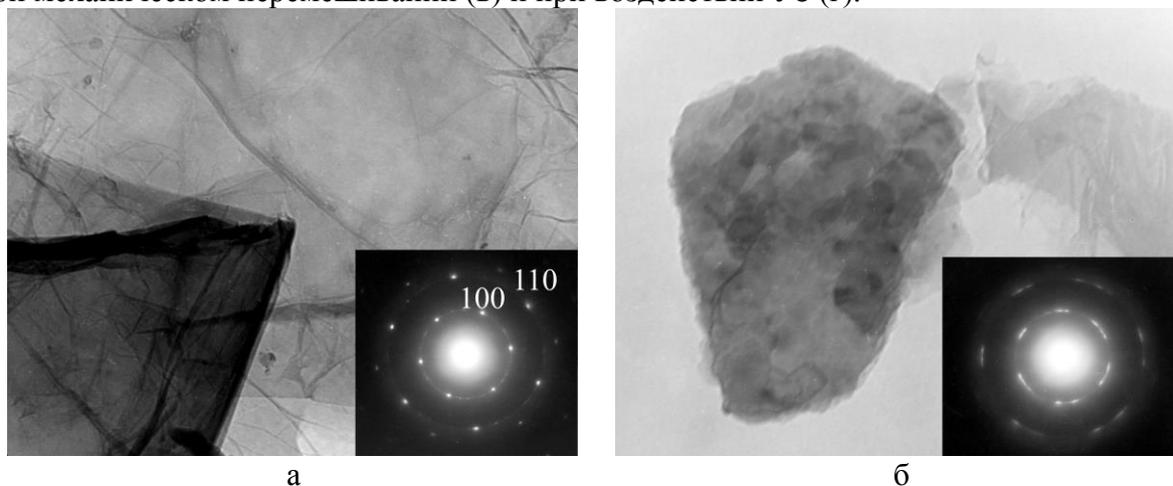


Рис. 3. ПЭМ-изображения вОГ, полученных при механическом перемешивании (а) и при воздействии УЗ (б). На вкладках соответствующие электронограммы.

УЗ влияет и на внутреннюю структуру вОГ, о чем свидетельствуют ПЭМ-изображения образцов вОГ. Восстановление при механическом перемешивании не сильно нарушает форму наночастиц вОГ – слои вОГ морщинистые, со складками, но видны четкие границы чешуек (см. рис. 3 а). Электронограмма подтверждает, что частицы вОГ имеют кристаллическую структуру. После восстановления с УЗ активацией (см. рис. 3 б) вид электронограммы свидетельствует уже о наличии текстуры (рефлексы в виде дуг). «Пакеты» вОГ имеют более расплывчатые границы, по-видимому, за счет того, что слои вОГ смещаются веерообразно под небольшими углами. Интенсивность дифракционных пятен от плоскости {100} больше, чем от плоскости {110}, что, согласно выводам авторов [13], свидетельствует о том, что частицы вОГ, полученные при УЗ-активации восстановления, имеют меньшее количество слоев в «пакете».

4. Заключение

Варьируя условия проведения реакций химического восстановления ОГ, можно направлено создавать наноматериалы с заданными свойствами. Взаимодействие тиомочевины с ОГ приводит к его частичному восстановлению и появлению серосодержащих функциональных групп. Воздействие УЗ способствует увеличению содержания серы на поверхности ОГ, а также значительно изменяет морфологию получаемого материала. Образуется нанокпозиционный материал с сильно развитой поверхностью – гидрогель, характеризующийся микропористой структурой. Подобные 3D структуры могут быть перспективны в катализе, в электронике, в качестве сенсорных или фильтрующих материалов.

Работа выполнена в соответствии с государственным заданием и планами НИР ГУ «Институт физико-органической химии и углехимии им. Л.М. Литвиненко» (№ госрегистрации 0120D000022).

Библиографический список:

1. **Brisebois, P.P.** Harvesting graphene oxide – years 1859 to 2019: a review of its structure, synthesis, properties and exfoliation / P. P. Brisebois, M. Siaj // Journal of Materials Chemistry C. – 2020. – V. 8. – I. 5. – P. 1517-1547. DOI: 10.1039/C9TC03251G.
2. **Chua, С.К.** Chemical reduction of graphene oxide: a synthetic chemistry viewpoint / С.К. Chua, M. Pumera // Chemical Society Reviews. – 2014. – V. 43. – I. 1. – P. 291-312. DOI: 10.1039/c3cs60303b.
3. **Иони, Ю.В.** Использование наночастиц палладия на оксиде графена в реакции Мизороки – Хека / Ю.В. Иони, С.Е. Любимов, В.А. Даванков, С.П. Губин // Журнал неорганической химии. – 2013. – Т. 58. – № 4. – С. 451-453. DOI: 10.7868/s0044457x13040065.
4. **Ramos-Corona, A.** Photocatalytic performance of nitrogen doped ZnO structures supported on graphene oxide for MB degradation / A. Ramos-Corona, R. Rangel, J.J. Alvarado-

- Gil et al. // Chemosphere. – 2019. – V. 236. – Art. № 124368. – 9 p. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2019.124368.
5. **Sun, M.** Thiourea-modified Fe_3O_4 / graphene oxide nanocomposite as an efficient adsorbent for recycling Coomassie brilliant blue from aqueous solutions / M. Sun, J. Ma, M. Zhang et al. // Materials Chemistry and Physics. – 2020. – V. 241. – Art. № 122450. – 8 p. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2019.122450.
6. **Chen, W.** Chemical reduction of graphene oxide to graphene by sulfur-containing compounds / W. Chen, L. Yan, P. R. Bangal // The Journal of Physical Chemistry C. – 2010. – V. 114. – I. 47. – P. 19885-19890. DOI: 10.1021/jp107131v.
7. **Satheesh, K.** Synthesis and electrochemical properties of reduced graphene oxide *via* chemical reduction using thiourea as a reducing agent / K. Satheesh, R. Jayavel // Materials Letters. – 2013. – V. 113. – P. 5-8. DOI: 10.1016/j.matlet.2013.09.044.
8. **Liu, Y.** Reduction of graphene oxide by thiourea / Y. Liu, Y. Li, Y. Yang et al. // Journal of Nanoscience and Nanotechnology. – 2011. – V. 11. – I. 11. – P. 10082-10086. DOI: 10.1166/jnn.2011.4985.
9. **Maktedar, S.S.** Ultrasound assisted simultaneous reduction and direct functionalization of graphene oxide with thermal and cytotoxicity profile / S.S. Maktedar, G. Avashthi, M. Singh // Ultrasonics Sonochemistry. – 2017. – V. 34. – P. 856-864. DOI: 10.1016/j.ultrasonch.2016.07.016.
10. **Abulizi, A.** Ultrasound assisted reduction of graphene oxide to graphene in *L*-ascorbic acid aqueous solutions: Kinetics and effects of various factors on the rate of graphene formation / A. Abulizi, K. Okitsu, J.J. Zhu // Ultrasonics Sonochemistry. – 2014. – V. 21. – I. 3. – P. 1174-1181. DOI: 10.1016/j.ultrasonch.2013.10.019.
11. **Dimiev, A.M.** Mechanism of graphene oxide formation / A.M. Dimiev, J.M. Tour // ACS Nano. – 2014. – V. 8. – I. 3. – P. 3060-3068. DOI: 10.1021/nn500606a.
12. **Hammers Jr, W.S.** Preparation of graphitic oxide / W.S. Hammers Jr, R.E. Offeman // Journal of the American Chemical Society. – 1958. – V. 80. – I. 6. – P. 1339. DOI: 10.1021/ja01539a017.
13. **Hernandez, Y.** High-yield production of graphene by liquid-phase exfoliation of graphite / Y. Hernandez, V. Nicolosi, M. Lotya et al. // Nature Nanotechnology. – 2008. – V. 3. – I. 9. – P. 563-568. DOI: 10.1038/nnano.2008.215.

References:

1. **Brisebois, P.P.** Harvesting graphene oxide – years 1859 to 2019: a review of its structure, synthesis, properties and exfoliation / P. P. Brisebois, M. Sijaj // Journal of Materials Chemistry C. – 2020. – V. 8. – I. 5. – P. 1517-1547. DOI: 10.1039/C9TC03251G.
2. **Chua, C.K.** Chemical reduction of graphene oxide: a synthetic chemistry viewpoint / C.K. Chua, M. Pumera // Chemical Society Reviews. – 2014. – V. 43. – I. 1. – P. 291-312. DOI: 10.1039/c3cs60303b.
3. **Ioni, Yu.V.** The use of palladium nanoparticles supported on graphene oxide in the Mizoroki-Heck reaction / Yu.V. Ioni, S.E. Lyubimov, V.A. Davankov, S.P. Gubin // Russian Journal of Inorganic Chemistry. – 2013. – V. 58. – I. 4. – P. 392-394. DOI: 10.1134/S0036023613040062.
4. **Ramos-Corona, A.** Photocatalytic performance of nitrogen doped *ZnO* structures supported on graphene oxide for MB degradation / A. Ramos-Corona, R. Rangel, J.J. Alvarado-Gil et al. // Chemosphere. – 2019. – V. 236. – Art. № 124368. – 9 p. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2019.124368.

5. **Sun, M.** Thiourea-modified Fe_3O_4 / graphene oxide nanocomposite as an efficient adsorbent for recycling Coomassie brilliant blue from aqueous solutions / M. Sun, J. Ma, M. Zhang et al. // *Materials Chemistry and Physics*. – 2020. – V. 241. – Art. № 122450. – 8 p. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2019.122450.
6. **Chen, W.** Chemical reduction of graphene oxide to graphene by sulfur-containing compounds / W. Chen, L. Yan, P. R. Bangal // *The Journal of Physical Chemistry C*. – 2010. – V. 114. – I. 47. – P. 19885-19890. DOI: 10.1021/jp107131v.
7. **Satheesh, K.** Synthesis and electrochemical properties of reduced graphene oxide *via* chemical reduction using thiourea as a reducing agent / K. Satheesh, R. Jayavel // *Materials Letters*. – 2013. – V. 113. – P. 5-8. DOI: 10.1016/j.matlet.2013.09.044.
8. **Liu, Y.** Reduction of graphene oxide by thiourea / Y. Liu, Y. Li, Y. Yang et al. // *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. – 2011. – V. 11. – I. 11. – P. 10082-10086. DOI: 10.1166/jnn.2011.4985.
9. **Maktedar, S.S.** Ultrasound assisted simultaneous reduction and direct functionalization of graphene oxide with thermal and cytotoxicity profile / S.S. Maktedar, G. Avashthi, M. Singh // *Ultrasonics Sonochemistry*. – 2017. – V. 34. – P. 856-864. DOI: 10.1016/j.ultsonch.2016.07.016.
10. **Abulizi, A.** Ultrasound assisted reduction of graphene oxide to graphene in *L*-ascorbic acid aqueous solutions: Kinetics and effects of various factors on the rate of graphene formation / A. Abulizi, K. Okitsu, J.J. Zhu // *Ultrasonics Sonochemistry*. – 2014. – V. 21. – I. 3. – P. 1174-1181. DOI: 10.1016/j.ultsonch.2013.10.019.
11. **Dimiev, A.M.** Mechanism of graphene oxide formation / A.M. Dimiev, J.M. Tour // *ACS Nano*. – 2014. – V. 8. – I. 3. – P. 3060-3068. DOI: 10.1021/nn500606a.
12. **Hammers Jr, W.S.** Preparation of graphitic oxide / W.S. Hammers Jr, R.E. Offeman // *Journal of the American Chemical Society*. – 1958. – V. 80. – I. 6. – P. 1339. DOI: 10.1021/ja01539a017.
13. **Hernandez, Y.** High-yield production of graphene by liquid-phase exfoliation of graphite / Y. Hernandez, V. Nicolosi, M. Lotya et al. // *Nature Nanotechnology*. – 2008. – V. 3. – I. 9. – P. 563-568. DOI: 10.1038/nnano.2008.215.

Original paper

SONICATION IMPACT ON THE STRUCTURE OF GRAPHITE OXIDE REDUCED BY THIOUREA

N.V. Alemasova¹, S.R. Sukhova¹, V.V. Kravchenko¹, M.A. Zozulya¹, L.A. Prokofieva¹,
V.V. Burkhovetskiy², M.V. Savoskin¹

¹*L.M. Litvinenko Institute of Physical Organic and Coal Chemistry, Donetsk, Ukraine*

²*Donetsk Institute for Physics and Engineering named after A.A. Galkin», Donetsk, Ukraine*

DOI: 10.26456/pcascnn/2020.12.765

Abstract: The sonication impact on the process of the Hummers graphite oxide reduction by thiourea was investigated. It was found that treatment of the graphite oxide with thiourea leads to the partial removing of oxygen-containing and formation of sulfur-containing functional groups on the graphite oxide surface. The low-power ultrasound promotes an increase in the graphite oxide surface functionalization by sulfur. The morphology of the partially reduced and functionalized graphite oxide particles was studied by using the scanning and transmission electron microscopy. It was shown that ultrasound promotes the formation of a hydrogel with a highly developed surface.

Keywords: *graphite oxide, reduction, functionalization, thiourea, sonication, structure, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy.*

Алемасова Наталья Витальевна – к.х.н., старший научный сотрудник, ГУ «Институт физико-органической химии и углехимии им. Л.М. Литвиненко»

Сухова Светлана Романовна – младший научный сотрудник, ГУ «Институт физико-органической химии и углехимии им. Л.М. Литвиненко»

Кравченко Виолетта Владимировна – младший научный сотрудник, ГУ «Институт физико-органической химии и углехимии им. Л.М. Литвиненко»

Зозуля Михаил Александрович – инженер, ГУ «Институт физико-органической химии и углехимии им. Л.М. Литвиненко»

Прокофьева Людмила Алексеевна – ведущий инженер, ГУ «Институт физико-органической химии и углехимии им. Л.М. Литвиненко»

Бурховецкий Валерий Викторович – научный сотрудник, ГУ «Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина»

Савоськин Михаил Витальевич – к.х.н., старший научный сотрудник, ГУ «Институт физико-органической химии и углехимии им. Л.М. Литвиненко»

Natalya V. Alemasova – Ph. D., Senior Researcher, L.M. Litvinenko Institute of Physical Organic and Coal Chemistry

Svetlana R. Sukhova – Junior Researcher, L.M. Litvinenko Institute of Physical Organic and Coal Chemistry

Violetta V. Kravchenko – Junior Researcher, L.M. Litvinenko Institute of Physical Organic and Coal Chemistry

Michael A. Zozulya – Engineer, L.M. Litvinenko Institute of Physical Organic and Coal Chemistry

Lyudmila A. Prokofieva – Lead Engineer, L.M. Litvinenko Institute of Physical Organic and Coal Chemistry

Valeriy V. Burkhovetskiy – Researcher, Donetsk Institute for Physics and Engineering named after A.A. Galkin

Michael V. Savoskin – Ph. D., Senior Researcher, L.M. Litvinenko Institute of Physical Organic and Coal Chemistry

Поступила в редакцию/received: 01.08.2020; после рецензирования/ revised: 16.08.2020; принята/accepted 01.09.2020.