



石墨烯/棉织物导电复合材料的制备、表征及应用

李朝利^a, 汪进前^a, 盖燕芳^b, 邓成浩^a, 朱贤敏^a

(浙江理工大学, a.材料与纺织学院; b.建筑工程学院, 杭州 310018)

摘要: 为获得柔性导电纺织复合材料,以纯棉织物和石墨为主要原材料,通过改进的 Hummers 法制备氧化石墨烯(Go),然后利用浸渍法将 Go 与纯棉织物结合,得到 Go/棉织物复合材料,最后使用水合肼通过化学还原法得到石墨烯/棉织物导电复合材料。通过 XRD、SEM、FTIR、TEM、四探针测试仪对复合材料进行表征及性能测试。结果表明:通过改进 Hummers 法可制备得到单片层 Go,经还原后的石墨烯/棉织物具有良好导电性;随着 Go 质量浓度和浸渍次数的增加,Go 与棉织物结合能力增强;所得石墨烯/棉织物复合材料的方阻降低,导电性增强,具有可为柔性导电材料使用的潜力。

关键词: 氧化石墨烯;石墨烯;化学还原法;浸渍;导电

中图分类号: TS195.644

文献标志码: A

文章编号: 1673-3851(2020)01-0001-08

Preparation, characterization and application of graphene/cotton fabric conductive composites

LI Zhao-li^a, WANG Jin-qian^a, GE Yan-fang^b, DENG Cheng-hao^a, ZHU Xian-min^a

(a.College of Materials and Textiles; b.School of Civil Engineering and Architecture, Zhejiang Sci-Tech University, Hangzhou 310018, China)

Abstract: In order to obtain flexible conductive textile composites, pure cotton fabric and graphite were used as the main raw materials to prepare the graphene oxide (Go) by the modified Hummers method. Then, Go/cotton fabric composite was gained by combining Go with the pure cotton fabric with the dipping method. Finally, the flexible graphene/cotton fabric conductive composite was obtained by chemical reduction method and Hydrazinium hydrate. The composites were characterized and tested by XRD, SEM, FTIR, TEM and Four-Probe Testers. The results showed that the monolayer Go could be prepared by the modified Hummers method, and the reduced graphene/cotton fabric had good conductivity. With the increase of Go mass concentration and the number of immersion times, the bonding ability of Go and cotton fabric was strengthened. The square resistance of the resulting graphene/cotton fabric composite was reduced, and the conductivity was enhanced. Thus, it has the potential to be used as a flexible conductive material.

Key words: graphene oxide; graphene; chemical reduction method; impregnation; conductivity

0 引言

随着传统纺织产业的逐渐成熟,纺织行业的研

究重点正转向高附加值、高技术含量的领域^[1]。将导电新材料与纺织材料结合,制备具有优异导电性能的复合材料备受纺织行业的关注^[2]。褚云彬等^[3]

收稿日期:2019-04-15 网络出版日期:2019-07-02

作者简介:李朝利(1993—),男,安徽宿州人,硕士研究生,主要从事纺织复合材料制备及性能表征方面的研究。

通信作者:汪进前, E-mail: wjq5130@163.com

利用磁控溅射技术,在织物上沉积铜薄膜制备导电织物,所得复合织物的表面电阻较低,导电性良好,但该方法成本较高,不适于推广。董猛等^[4]采用原位聚合法,以三氯化铁为氧化剂制备导电织物,所用方法简便,但所得涤纶复合织物的表面电阻仍较高,织物的导电性较差。选用适宜的材料,以简便、快捷、低廉的方法来制备导电性复合织物是近几年的研究热点。

在各种纺织材料中,棉织物因其舒适性^[5]、高柔软性、高吸湿性^[6]而被大量使用在众多领域中。然而棉纤维的低电导率较低,在导电领域的应用则受到了限制。由于棉纤维表面含有大量可提供活性位点的羟基基团,通过改性使其与导电材料,如石墨烯,结合来制成导电纺织复合材料的研究引起了研究者的密切关注^[7]。石墨烯^[8]作为二维碳纳米材料,因其具有出色的机械、热学、光学、电性能,被认为是一种革命性的材料。制备石墨烯的方法有微机械剥离法^[8]、液相或气相直接剥离法^[9]、化学气相沉积法^[10]、氧化还原法^[11]等。其中氧化还原法又分为 Brodie 法^[12]、Standenmaier 法^[13]、Hummers 法^[14]。相比之下,Hummers 法较安全,效率较高。先将石墨氧化,再将氧化石墨烯涂覆于棉织物上,经还原后制备与棉织物结合良好且具有导电性能的纺织复合材料,该方法简便且成本较为低廉,引起了研究者的关注。贾栋等^[15]通过氢碘酸还原法制备石墨烯复合导电织物,所制得的复合织物方阻较低,但该方法制备的石墨烯在棉织物上的附着能力较差,耐用性不佳。

本文首先以石墨为原料,采用改进的 Hummers 法来制备氧化石墨烯(Go),通过 TEM、FTIR、XRD 对 Go 进行表征;然后通过浸渍法将 Go 涂覆到纯棉织物上,用 SEM 对 Go/棉织物进行表征;最后通过水合肼对 Go/棉织物进行还原,将 Go 还原成石墨烯,得到石墨烯/棉织物复合材料,使用 SEM、拉曼光谱仪、四探针测试仪对石墨烯/棉织物复合材料进行表征及测试。本文通过将改进 Hummers 法的中温反应时间延长,希望达到良好的氧化效果;同时使用水合肼还原氧化石墨烯,以期增强复合材料的还原效果并保持良好的导电性。

1 实验

1.1 实验材料与仪器

1.1.1 实验材料

纯棉胚布(50 mm×50 mm, 85 g/m²),石墨

(325 目)、水合肼(N₂H₄·H₂O, 分析纯),购自上海麦克林生化科技有限公司;硝酸钠(NaNO₃, 分析纯)、氢氧化钠(NaOH, 分析纯),购自上海阿拉丁生化科技股份有限公司;30%过氧化氢(H₂O₂, 分析纯)、氨水(分析纯)、脂肪醇聚氧乙烯醚(渗透剂 JFC),购自杭州米克化工仪器有限公司;稀盐酸(HCl)、浓硫酸(H₂SO₄, 分析纯)、高锰酸钾(KMnO₄, 分析纯),购自浙江三鹰化学试剂有限公司;去离子水(实验室自制)。

1.1.2 实验仪器

DF-101S 型集热式恒温加热磁力搅拌器(杭州惠创仪器设备有限公司),D90-2F 型电动搅拌机(杭州仪表电机厂),HH-4 型数显恒温水浴锅(常州普天仪器制造有限公司),H1850 型台式高速离心机(湖南湘仪实验室仪器开发有限公司),DZF-6030 型真空干燥箱(上海精宏实验设备有限公司),JH2S-12 A 型超声分散机(杭州精浩机械有限公司),DHG-9143BS-III 型电热恒温鼓风干燥箱(上海新苗医疗器械制造有限公司),EL-320 A 型电子天平(常州市天之星仪器设备有限公司),PHS-3D 型 pH 计(上海精密科学仪器有限公司),YG065 型电子织物强力机,SZT-2 A 型四探针测试仪(苏州同创电子有限公司),JEM-2100 型透射式电子显微镜(TEM, 日本 JEOL 公司),JSM-5610LV 型扫描电子显微镜(SEM, 日本 JEOL 公司),Nicolet Roman 960 型傅立叶变换拉曼光谱仪(美国赛默飞公司),ARL XTRA 型 X 射线衍射仪(XRD, 瑞士 Thermo ARL 公司),Nicolet 5700 型傅立叶红外光谱仪(FTIR, 美国赛默飞公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 氧化石墨烯(Go)的制备

采用改进的 Hummers 法制备氧化石墨烯。将三口烧瓶置于冰水浴中,然后倒入 50 mL 浓硫酸并缓慢搅拌,接着将 1 g 石墨和 1 g 硝酸钠依次缓慢加入三口烧瓶中,同时加大搅拌力度,再将 6 g 高锰酸钾以 0.2 g/min 的速率进行缓慢滴加,在此过程中始终保持冰水浴且再次加大搅拌力度;反应 1 h 后,将溶液升温至 35 ℃,并缓慢加入 100 mL 去离子水,保持反应 6 h 后升温至 95 ℃,继续反应 30 min;反应结束后,将烧瓶移出水浴,把反应液倒入烧杯中,同时加入 200 mL 去离子水;待冷却至室温后,缓慢滴加 30%过氧化氢溶液至反应液由红棕色变成金黄色。所得产物进行离心后取沉淀,用 5%稀盐酸和去离子水洗涂至 pH 接近中性,然后再在 50 ℃真空烘箱中

干燥 24 h, 即制得氧化石墨烯(Go)。

1.2.2 Go/棉织物复合材料的制备

将 1000 mL 去离子水加入烧杯中, 然后将 10 g 氢氧化钠倒入烧杯中, 搅拌至完全溶解后再加入 1 g 渗透剂 JFC, 持续搅拌使溶液混合均匀。将预先准备好的纯棉胚布浸入配制好的溶液中, 加热至沸腾(100 °C), 保持沸腾状态并不断搅拌 30 min, 接着取出织物, 充分洗涤至中性, 取出后放入 80 °C 烘箱中烘干待用。

分别称取 400、1200、2000 mg 氧化石墨烯。将以上三份 Go 分别放入烧杯中, 加入适量去离子水, 然后超声分散 2 h, 制得质量浓度分别为 1、3、5 mg/mL 的 Go 溶液, 分别标记为 Go1、Go2、Go3。将处理好的纯棉胚布分别浸入 Go1、Go2、Go3 中, 浸渍 30 min, 接着将织物取出后放入 60 °C 烘箱中干燥 15 min。设定浸渍次数为 5 次、10 次和 15 次, 所得 Go/棉织物复合材料, 依次标记为 (Go1/C)₅、(Go1/C)₁₀、(Go1/C)₁₅、(Go3/C)₅、(Go3/C)₁₀、(Go3/C)₁₅、(Go5/C)₅、(Go5/C)₁₀、(Go5/C)₁₅。

1.2.3 石墨烯/棉织物复合材料的制备

在 500 mL 烧杯中, 加入 300 mL 去离子水, 用氨水调节 pH 至 10 左右, 然后加入 1 mL 水合肼溶液, 再将烧杯置于 95 °C 的恒温水浴锅中; 将制备完成的 Go/棉织物复合材料浸入反应液中, 不断搅拌, 持续反应 5 h 后取出复合材料, 用 80 °C 左右的去离子水洗涤 2 次, 再用 50 °C 去离子水冲洗 10 min, 最后用常温去离子水冲洗 10 min, 最后放入 80 °C 烘箱中干燥 5 h, 即得石墨烯/棉织物复合材料。

1.3 测试与表征

1.3.1 透射式电子显微镜表征

采用透射式电子显微镜对制成的氧化石墨烯进行表征, 将 Go 粉末溶于去离子水中制成合适浓度的 Go 溶液, 然后采用提拉法制样。

1.3.2 红外光谱仪测试

采用傅立叶红外光谱仪对氧化石墨烯样品进行红外光谱测试。测试采用溴化钾压片法, 扫描次数设定为 64 次, 分辨率设定为 4 cm⁻¹。

1.3.3 X 射线衍射仪测试

采用 X 射线衍射仪对氧化石墨烯样品进行晶体结构表征。测试条件: 管电压为 40 kV, 管电流为 40 mA, 扫描范围为 5°~60°。

1.3.4 扫描电子显微镜表征

采用扫描电子显微镜对纯棉胚布, 氧化石墨烯/棉织物复合材料和石墨烯/棉织物复合材料进行表

征, 观察织物表面 Go 及石墨烯的微观形貌。样品剪成 3 mm×3 mm 大小, 进行喷金处理, 测试电压为 5 kV。

1.3.5 拉曼光谱仪测试

采用傅立叶变换拉曼光谱仪分别对氧化石墨烯/棉织物复合材料, 石墨烯/棉织物复合材料进行测试。扫描波数范围 1100~1800 cm⁻¹, 激发波长为 1064 nm。

1.3.6 织物强力机测试

采用电子织物强力机测试石墨烯/棉织物复合材料的断裂强力和断裂伸长率。根据 GB/T 3923.1—2013《纺织品 织物拉伸性能》进行测试, 设定测试条件: 温度(21±1)°C, 相对湿度(50±2)%。样品规格: 200 mm×50 mm。伸长速度为 100 mm/min, 重复 5 次, 取平均值。

1.3.7 四探针测试仪测试

采用四探针测试仪对石墨烯/棉织物复合材料进行方块电阻的测试。测试条件: 电压为 2 V, 电流为 1000、100 μA 和 10 μA, 测试样品的 5 个部位, 分别是样品的 4 个角及中心, 取平均值。

2 结果与讨论

2.1 氧化石墨烯的透射电镜分析

使用透射电子显微镜来表征制备所得氧化石墨烯的亚显微结构, 结果如图 1 所示。从中能够看出 Go 呈现薄片状并且略透明, Go 片层并不是在同一平面内, 而是有许多褶皱, 褶皱呈现不规则状且随机分布。在 Go 的边缘部分, 褶皱数量增多, 且沿边缘分布较为紧密。Go 之所以会出现褶皱, 是为了降低表面能, 而片层中的深色部分则可能是 Go 片层堆叠导致。

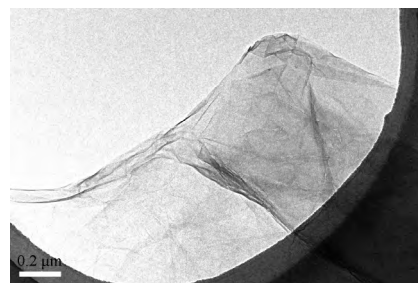


图1 氧化石墨烯的透射电镜图

2.2 氧化石墨烯的红外光谱分析

采用傅立叶红外光谱仪对制得氧化石墨烯的结构进行表征。如图 2 所示, 在 3407 cm⁻¹ 处出现较强的宽吸收峰为羟基(—OH)的伸缩振动, 在 1402 cm⁻¹ 处出现的峰为羟基的面内变形振动; 在

1721 cm^{-1} 处出现的峰为羰基($\text{C}=\text{O}$)或者羧基($-\text{COOH}$)的伸缩振动;在 1624 cm^{-1} 处出现的峰为碳碳双键($\text{C}=\text{C}$)的伸缩振动或者有水分子存在;在 1223 cm^{-1} 处出现的峰和在 1054 cm^{-1} 处出现的峰为碳氧碳键($\text{C}-\text{O}-\text{C}$)中 $\text{C}-\text{O}$ 的弯曲振动。综合以上结果,可认为 Go 表面分子层上含有丰富的含氧官能团,如羟基($-\text{OH}$)、羰基($\text{C}=\text{O}$)、羧基($-\text{COOH}$)、碳氧碳键($\text{C}-\text{O}-\text{C}$),这将使氧化石墨烯表面带负电且具有良好的亲水性。

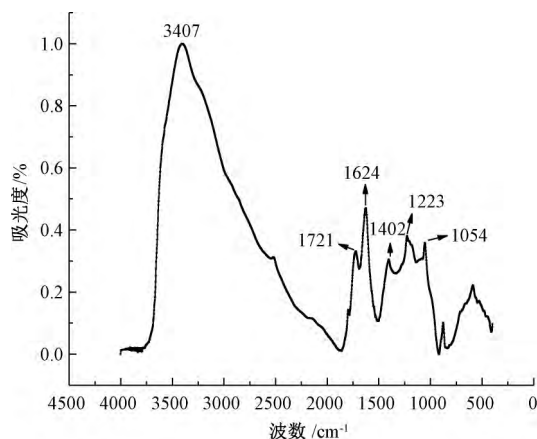


图2 氧化石墨烯的红外光谱图

2.3 氧化石墨烯的X射线衍射分析

图3为氧化石墨烯和石墨的XRD图,从中可以看出Go在 $2\theta \approx 11.09^\circ$ 和 $2\theta \approx 26.6^\circ$ 处有明显的衍射峰出现,石墨的衍射峰出现在 $2\theta \approx 26.7^\circ$ 处。与石墨相比,氧化石墨烯在 $2\theta \approx 11.09^\circ$ 处出现的衍射峰为新的衍射峰,且峰较尖锐,衍射强度强,说明石墨已经被氧化成Go。由布拉格方程 $2d \sin \theta = n\lambda$ (其中 d 为晶面间距, θ 为衍射角, λ 为X射线的波长, n 为衍射级数,设定 $n=1$, $\lambda=0.154$),计算出Go的晶面间距 $d \approx 0.797$ nm,而石墨的晶面间距约为0.333 nm。可知,Go的晶面间距明显大于石墨的晶面间距。产生此现象的原因是氧化过程中,在浓硫酸,高锰酸钾的作用下,含氧官能团(羟基($-\text{OH}$)、羰基($\text{C}=\text{O}$)、羧基($-\text{COOH}$)、碳氧碳键($\text{C}-\text{O}-\text{C}$))破坏了石墨的原子层,并插入原子层间,从而使得层间距增大。这也使得Go带有良好的亲水性,利于后续选用浸渍法将Go与棉织物结合。

2.4 复合材料的扫描电镜分析

图4为不同Go质量浓度、浸渍次数下Go/棉织物复合材料的扫描电镜图。从图4(a)中可以看出,未经Go处理的棉织物棉纤维表面较光滑,带有特征性条纹并伴有天然扭曲。从图4(b)—(e)中可

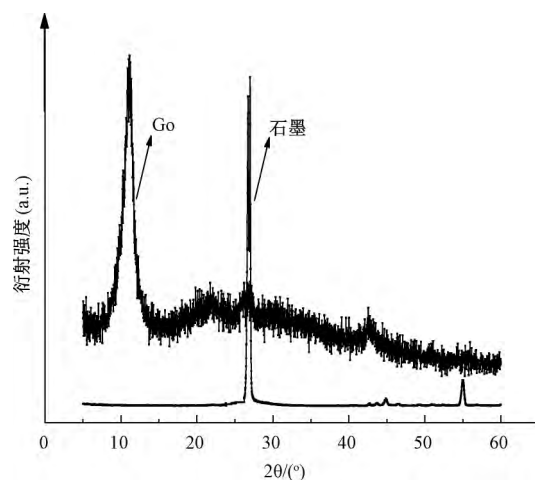


图3 氧化石墨烯和石墨的XRD图

以看出氧化石墨烯片层包覆在棉纤维表面的情况。比较图4(b)—(e)可知,在Go质量浓度相同的情况下,随着浸渍次数不断增加,棉纤维表面包覆的Go片层越来越多,纤维表面粗糙程度不断增大,Go片层褶皱增多,相邻棉纤维经过Go片层连接程度加深,纤维间空隙中Go片层增加;当浸渍次数相同的情况下,随着Go质量浓度的增加,棉纤维表面包覆的Go片层随之增加,片层间的连续性增强,均匀地分布在棉纤维表面。图5为图4中Go/棉织物复合材料经化学还原后得到的石墨烯/棉织物复合材料的扫描电镜图。比较图4(b)和图5(a)、图4(c)和图5(b)、图4(d)和图5(c)、图4(e)和图5(d)可知,经水合肼还原后,棉纤维表面结合的石墨烯减少,原因可能是还原过程中石墨烯发生了团聚及水洗过程中发生脱落。比较图5(a)—(d)可知,低Go质量浓度、低浸渍次数的复合材料经化学还原后棉纤维表面石墨烯结合量少,分布不均匀,纤维间通过石墨烯连接点较少,导致导电性不明显;高Go质量浓度、高浸渍次数的复合材料经化学还原后棉纤维表面石墨烯结合量较多,层数增加,分布较均匀,有明显褶皱,纤维间通过石墨烯连接点增多,使得复合材料具有良好导电性。

2.5 复合材料的拉曼光谱分析

图6为样品的拉曼光谱图,其中1为Go/棉织物的谱图,2为石墨烯/棉织物的谱图。从图中能够明显看出Go/棉织物和石墨烯/棉织物谱图中各有两个明显的特征峰,分别为D峰和G峰。D峰是由结构缺陷引起的,G峰是由C原子 sp^2 杂化的面内伸缩振动引起的,能够反映分子结构的一阶有序性。D峰和G峰的强度比(I_D/I_G)数值的大小可以用来描述结构缺陷的程度,比值越大代表结构缺陷越大。

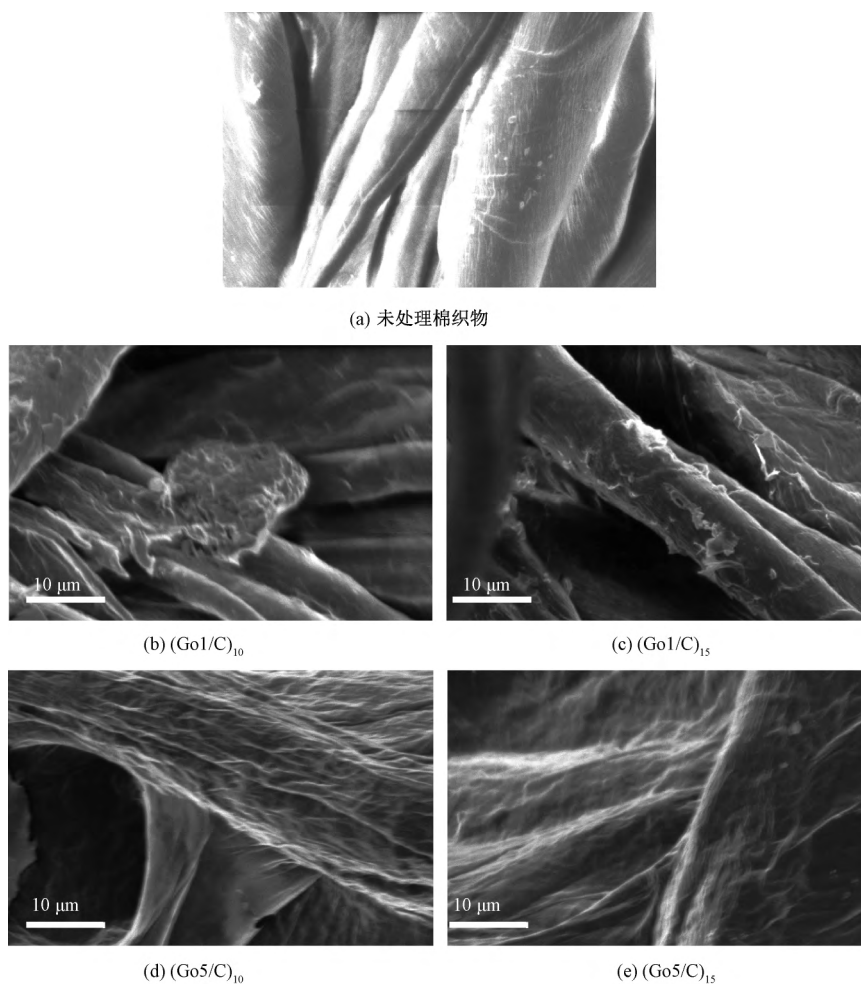


图 4 Go/棉织物复合材料的扫描电镜图

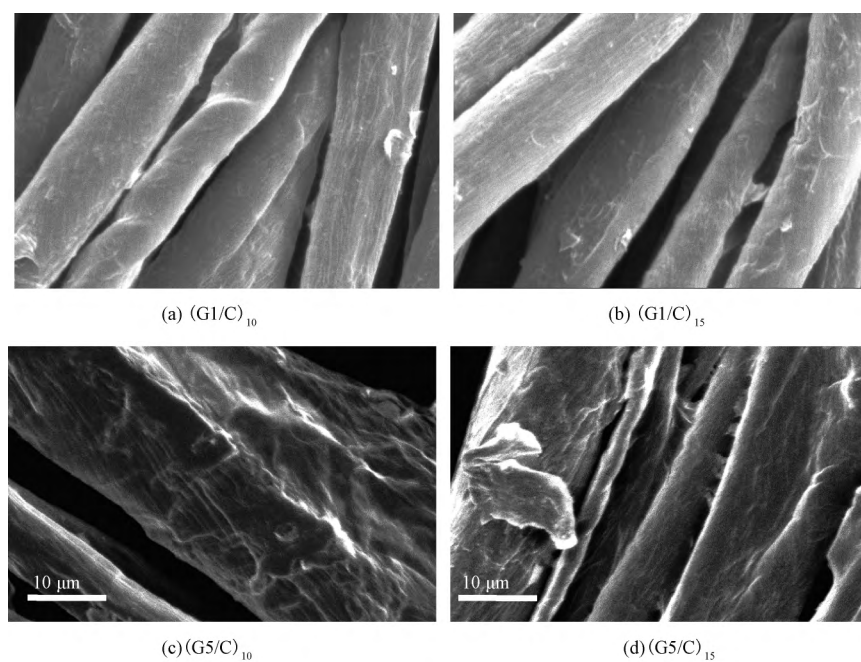


图 5 石墨烯/棉织物复合材料的扫描电镜图

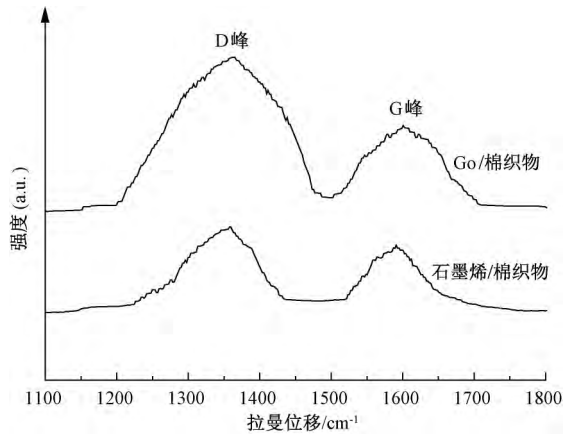


图6 样品的拉曼光谱图

图6中D峰和G峰分别位于 1359 cm^{-1} 和 1600 cm^{-1} 附近,Go/棉织物的 $I_D/I_G=1.10$ 大于石墨烯/棉织物的 $I_D/I_G=1.02$,表明Go/棉织物缺陷程度较大,石墨烯/棉织物缺陷程度较小。说明氧化石墨烯经过还原后,碳原子 sp^3 杂化结构遭到破坏,碳原子的无序度降低, sp^3 杂化碳原子被还原成 sp^2 杂化碳原子,使石墨烯/棉织物具有较好的电子传导率。

2.6 复合材料的力学性能分析

表1为复合材料断裂强力与断裂伸长率。从中可以看出经过处理后,织物的断裂强力与断裂伸长率并没有明显的提升或降低,在商业使用标准范围内。Go质量浓度相同时,随着浸渍次数增加,断裂强力与断裂伸长率先增加后减少。是由于浸渍过程中棉纤维表面吸附Go增多,在纤维间形成网状结构,提高了材料的断裂强力与断裂伸长率,而当浸渍到一定程度时,材料的韧性变差,导致断裂强力与断裂伸长率降低。

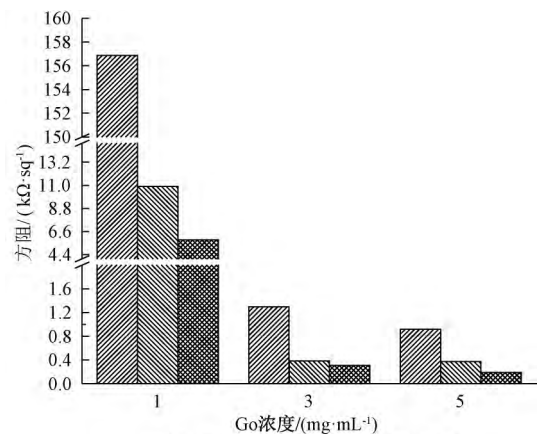
表1 复合材料的断裂强力与断裂伸长率

样品	断裂强力/N	断裂伸长率/%
未处理棉织物	276.6	10.68
(G1/C) ₅	286.3	11.29
(G1/C) ₁₀	291.5	11.03
(G1/C) ₁₅	273.7	10.86
(G3/C) ₅	289.4	10.35
(G3/C) ₁₀	284.2	11.40
(G3/C) ₁₅	269.7	10.03
(G5/C) ₅	270.8	10.97
(G5/C) ₁₀	278.3	11.21
(G5/C) ₁₅	262.9	10.15

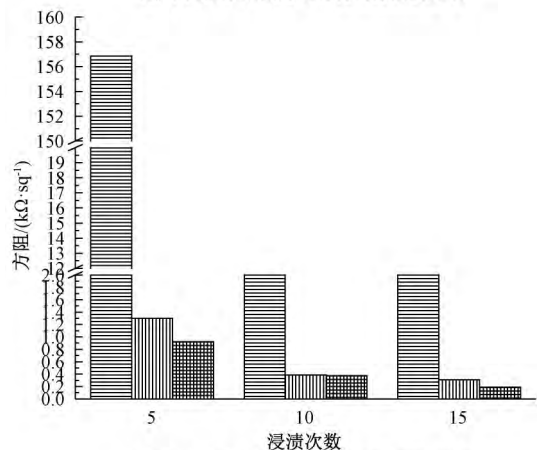
2.7 复合材料的导电性能分析

石墨烯中每个碳原子中未成键电子与周围的原子形成大 π 键共轭体系,电子能够在其体系内部移

动,使得石墨烯具备了稳定的导电性。使用四探针测试仪对经化学还原后复合材料的方阻进行测试,结果如图7所示。其中图7(a)为不同浸渍次数对复合材料方阻的影响,图7(b)为不同Go质量浓度对复合材料方阻的影响。通过分析图7(a)可知,当Go质量浓度一定时,随着浸渍次数增加,复合材料方阻逐渐减小,方阻最大为 $1.56 \times 10^5\ \Omega/\text{sq}$,最小为 $1.89 \times 10^2\ \Omega/\text{sq}$,降低了三个数量级。通过分析图7(b)可知,浸渍次数相同时,复合材料方阻随着Go质量浓度的增加逐渐减小。当Go质量浓度为 1 mg/mL 时,浸渍15次时复合材料方阻依旧非常大,为 $5.79 \times 10^3\ \Omega/\text{sq}$,不能作为导电材料使用;当Go质量浓度为 3 mg/mL 时,浸渍至5次时方阻高于 $1 \times 10^3\ \Omega/\text{sq}$,不能作为导电材料使用,浸渍次数达到10次时,复合材料方阻明显降低,为 $3.10 \times 10^2\ \Omega/\text{sq}$,能够作为导电材料使用;当Go质量浓度为 5 mg/mL 时,浸渍至5次时方阻仍较高,接近 $1 \times 10^3\ \Omega/\text{sq}$,浸渍次数增加到10次及以上时,复合材料方阻明显降低,最低为 $189\ \Omega/\text{sq}$,能够作为导电材料使用。



(a) 不同浸渍次数对复合材料方阻的影响



(b) 不同Go质量浓度对复合材料方阻的影响

图7 不同浸渍次数及Go质量浓度对复合材料方阻的影响

为了更直观地探究石墨烯/棉织物复合材料的导电性能,利用发光二极管,5号电池(1.5 V),导线与复合材料组成闭合回路。当电流流经发光二极管时,电流由P极流向N极,而电子带负电荷,从N极流向P极。在从N极过渡到P极的时候,由于能级突变,每个电子都会释放出额外的能量。这个能量差会转化成光子,从而产生发光的效应。电流升高,亮度增强。图8为石墨烯/棉织物复合材料作为导

线对发光二极管的影响。通过比较图8(a)和(b)可知,当Go质量浓度为1 mg/mL,浸渍次数达到15次时,接入闭合回路中的复合材料仍无法正常点亮发光二极管;比较图8(c)和(d)可知,当Go质量浓度为3 mg/mL时,浸渍次数达到10次,接入闭合回路中的复合材料能够点亮发光二极管;比较图8(e)和(f)可知,当Go质量浓度为5 mg/mL时,浸渍次数达到5次,接入闭合回路中的复合材料即可点亮

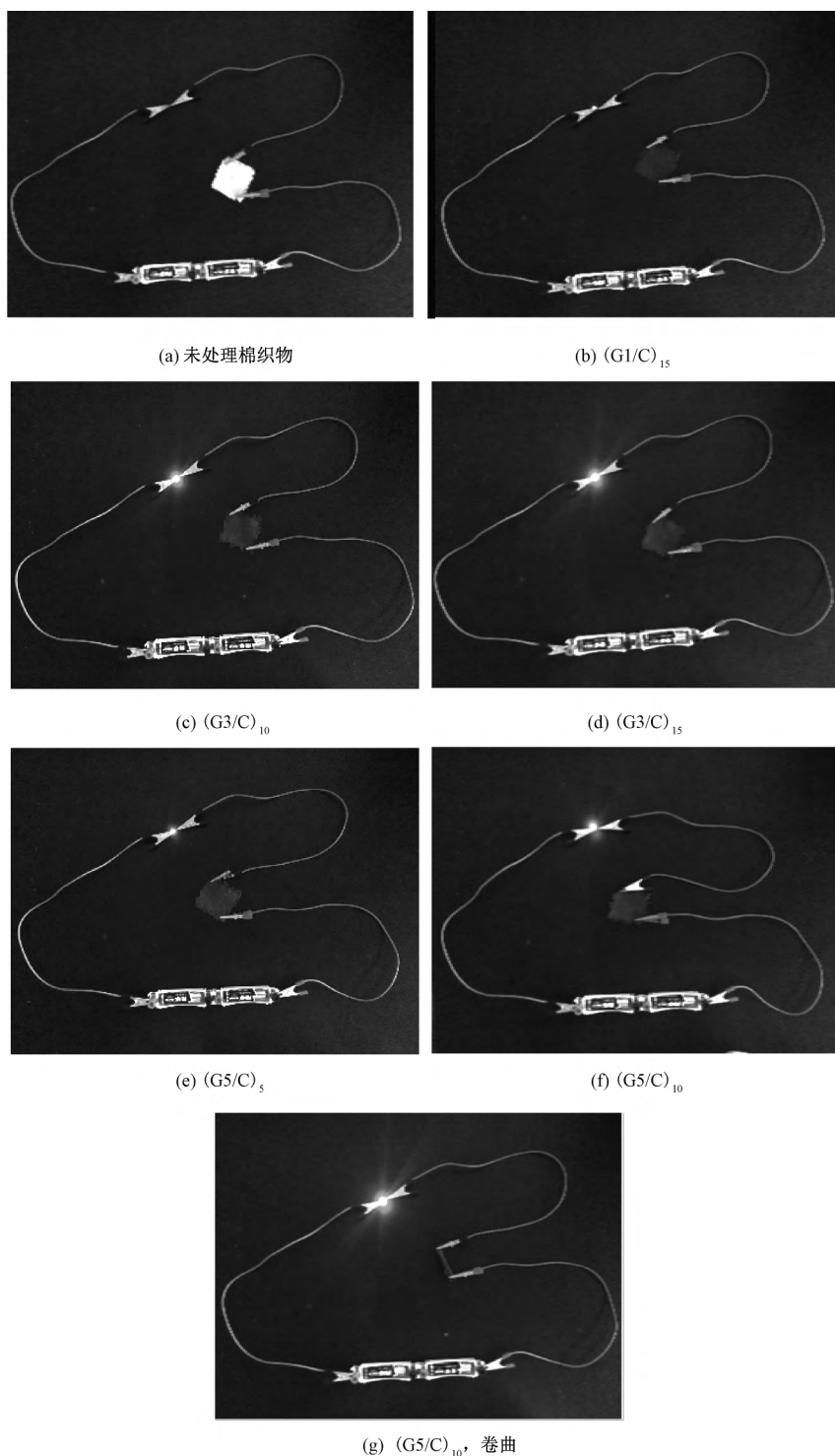


图8 石墨烯/棉织物复合材料接入闭合回路

发光二极管;图 8(g)中复合材料是图 8(f)中复合材料经过卷曲后接入闭合回路,仍能点亮发光二极管,这表明制备所得复合材料具有一定柔性。

对 Go 浓度为 3 mg/mL,浸渍次数分别为 5 次、10 次和 15 次的样品(Go3/C)₅、(Go3/C)₁₀和(Go3/C)₁₅接入电路进行测试。由表 2(测试点为正方形样品对角线上两顶点)和表 3(测试点为样品卷曲后两端点)可知,复合材料未卷曲时电阻大于卷曲电阻,且变化明显(卷曲后电阻降低 30%左右)。由于卷曲后电阻的降低,导致电流增大。由此相比较而言,复合材料卷曲后接入电路使得发光二极管亮度增强。

表 2 复合材料接入闭合回路对电阻、电流及二极管发光性能的影响

样品	电阻/kΩ	电流/mA	二极管是否变亮
(Go3/C) ₅	481.333	—	否
(Go3/C) ₁₀	1.596	1.67	是
(Go3/C) ₁₅	1.023	2.66	是

表 3 复合材料卷曲后接入闭合回路对电阻、电流及二极管发光性能的影响

样品	电阻/kΩ	电流/mA	二极管是否变亮
(Go3/C) ₅	219.666	—	否
(Go3/C) ₁₀	1.065	2.61	是
(Go3/C) ₁₅	0.725	3.86	是

3 结 论

本文通过浸渍法,将 Go 与棉织物结合,然后利用水合肼通过化学还原法还原氧化石墨烯,最终制得石墨烯/棉织物导电复合材料,所得主要研究结论如下:

a)通过改进的 Hummers 法制备出晶面间距约为 0.797 nm,表面带负电且亲水性较强的氧化石墨烯。

b)当 Go 质量浓度一定时,随着浸渍次数增加,石墨烯/棉织物导电复合材料方阻逐渐减小;当浸渍次数不变时,石墨烯/棉织物导电复合材料方阻随着 Go 质量浓度的增加逐渐减小。所得复合材料的方阻最大为 $1.56 \times 10^5 \Omega/\text{sq}$,最小为 $189 \Omega/\text{sq}$ 。

c)当复合材料的方阻高于 $1.0 \times 10^3 \Omega/\text{sq}$ 时,无法点亮发光二极管,表明复合材料无法作为导电材料使用;当方阻低于 $1.0 \times 10^3 \Omega/\text{sq}$ 时,能够点亮发光二极管,表明复合材料可作为导电材料使用。

参考文献:

- [1] 沈秋华. 浅析我国纺织行业发展现状[J]. 山东工业技术, 2019(10): 57.
- [2] 蔡东荣,周菁,段盼盼,等. 导电织物的制备及应用研究进展[J]. 浙江理工大学学报, 2018, 39(6): 651-658.
- [3] 褚云彬,杜文琴. 磁控溅射制备导电织物的工艺优化[J]. 产业用纺织品, 2017, 35(9): 39-44.
- [4] 董猛,田俊莹,江红. 聚吡咯涤纶复合导电织物的研究[J]. 成都纺织高等专科学校学报, 2017, 34(1): 74-78.
- [5] 王玲玲,傅雅琴,江文斌. 蚕丝织物和棉织物的热湿舒适性分析[J]. 蚕业科学, 2019, 45(1): 88-93.
- [6] 张璐璐,丁放,胡雪燕,等. 疏水图形及面积对棉织物吸湿快干性能的影响[J]. 纺织学报, 2017, 38(9): 89-93.
- [7] 赵洪涛,王雪梅,田明伟,等. 电泳沉积制备石墨烯改性棉织物工艺讨论及性能研究[J]. 现代纺织技术, 2019, 27(1): 74-79.
- [8] Novoselov K S. Electric field effect in atomically thin carbon films[J]. Science, 2004, 306(5696): 666-669.
- [9] Jan R, Habib A, Akram M A, et al. Uniaxial drawing of graphene - PVA nanocomposites: Improvement in mechanical characteristics via strain-induced exfoliation of graphene[J]. Nanoscale Research Letters, 2016, 11(1): 377.
- [10] Babichev A V, Rykov S A, Tchernycheva M, et al. Influence of substrate microstructure on the transport properties of CVD - graphene [J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2016, 8(1): 240-246.
- [11] Park S, Ruoff R S. Chemical methods for the production of graphenes[J]. Nature Nanotechnology, 2009, 4(4): 217-224.
- [12] Brodie B C. XIII. On the atomic weight of graphite[J]. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 1859, 149: 249-259.
- [13] Staudenmaier L. Verfahren zur darstellung der graphitsäure[J]. Berichte Der Deutschen Chemischen Gesellschaft, 1898, 31(2): 1481-1487.
- [14] Hummers W S Jr, Offeman R E. Preparation of graphitic oxide[J]. Journal of the American Chemical Society, 1958, 80(6): 1339.
- [15] 贾栋,杜鹃,罗艳,等. 石墨烯/棉布复合材料的制备、表征及应用[J]. 印染助剂, 2018, 35(8): 28-33.

(责任编辑:刘国金)