

STRESZCZENIE

rozprawy doktorskiej

Wpływ prekursora grafitowego na skład, morfologię i strukturę termicznie zredukowanych tlenków grafenu

Z uwagi na powszechnie stosowaną metodę wytwarzania materiałów grafenowych poprzez utlenianie grafitu, a następnie eksfoliację i redukcję tlenku grafitu, podjęto badania nad wpływem prekursora grafitowego na skład, morfologię i strukturę otrzymanych materiałów grafenowych, a w szczególności zredukowanych tlenków grafenu. Stosowana w pracy metoda wytwarzania zredukowanego tlenku grafenu polegała na utlenianiu grafitu, a następnie na termicznej jednoczesnej eksfoliacji i redukcji otrzymanego tlenku grafitu w wysokiej temperaturze. Przedmiotem badań było 10 prób surowców grafitowych pochodzenia naturalnego i syntetycznego. Na podstawie charakterystyki ich struktury metodami XRD i spektroskopii Ramana wytypowano trzy grafity do dalszych badań. Były to dwa grafity naturalne, płatkowy i łuskowy, oraz grafit syntetyczny, które charakteryzowały się największym wymiarem warstw grafenowych i najmniejszą liczbą defektów strukturalnych. Grafity utleniano czterema metodami (A, B, C i D), a jedna z nich była metodą autorską Doktorantki. W zależności od rodzaju grafitu i metody utleniania, wprowadzono do struktury grafitu od 18 do 36 % at. tlenu. Określono dystrybucję grup tlenowych i udział węgla o hybrydyzacji sp^2 w tlenkach grafitów metodą XPS. Wprowadzenie grup tlenowych pomiędzy warstwy grafenowe i na ich krawędzie spowodowało wzrost odległości międzypłaszczyznowych z około 0,336 nm do 0,818 nm. Spektroskopia Ramana wykazała wzrost udziału fazy nieuporządkowanej w strukturze tlenków grafitów w porównaniu do grafitów. Tlenki grafitów otrzymane metodami A i D charakteryzowały się największą zawartością tlenu i odległością międzypłaszczyznową d_{001} oraz największym stopniem rozwarstwienia i pofałdowania warstw obserwowanym metodą SEM.

Grafity utlenione metodami A, B i D poddano termicznej eksfoliacji/redukcji w temperaturze 900°C. Otrzymane zredukowane tlenki grafenu charakteryzowały się 2-3 krotnie niższą zawartością tlenu (6,3-9,2 % at.) w porównaniu z odpowiednimi tlenkami grafitów. Zaobserwowano wzrost udziału $C sp^2$ z 37-53 % w tlenkach grafitów do 70-80 % w zredukowanych tlenkach grafenu. Materiały otrzymane z grafitu płatkowego, tj. z prekursora grafitowego o największych wymiarach warstw grafenowych, charakteryzowały się najmniejszym stopniem zdefektowania struktury. Eliminacji połączeń tlenowych

towarzyszyło zmniejszenie odległości międzypłaszczyznowych z $\sim 0,8$ nm w tlenkach grafitów do $\sim 0,4$ nm w zredukowanych tlenkach grafenu. Zredukowane tlenki grafenu charakteryzowały się dobrze rozwiniętą strukturą mezoporowatą. Badania AFM wykazały obecność trójwarstwowych płatków grafenowych o grubości ~ 4 nm we wszystkich zredukowanych materiałach.

Przeprowadzone badania pozwoliły na opracowanie wstępnych kryteriów doboru prekursora grafitowego dla wytwarzania materiału grafenowego o wymaganych parametrach teksturalnych i strukturalnych przy zastosowaniu metody termicznej eksfoliacji/redukcji.