

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

УДК 54.057:546.26-539.24

DOI 10.55421/3034-4689_2025_28_5_20

В. В. Кузнецова, С. В. Спиридонов, М. В. Морозов

СИНТЕЗ ОКСИДА ГРАФЕНА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РЕАГЕНТОВ МАССОВОГО СЕГМЕНТА ОТЕЧЕСТВЕННОГО ПРОИЗВОДСТВА ДЛЯ ЭЛЕКТРОДОВ СУПЕРКОНДЕНСАТОРОВ

Ключевые слова: оксид графена, химический синтез, суперконденсаторы, процесс оксидирования графита.

Разработка суперконденсаторов с повышенной удельной энергией и ёмкостью является актуальной задачей, решение которой необходимо для дальнейшего развития альтернативной энергетики, электрического и беспилотного транспорта. Поскольку ёмкость суперконденсаторов напрямую связана с удельной площадью поверхности электродов, активно изучаются вопросы внедрения перспективных углеродсодержащих материалов, среди которых особый интерес представляет оксид графена. Несмотря на активное исследование оксида графена в последние годы, его практическое применение сдерживается недостаточной изученностью механизма окисления графита до оксида графена. Это не позволяет в полной мере учесть все факторы, влияющие на технологичность процесса. В данной работе исследовано влияние пониженных требований к чистоте используемых реагентов отечественного производства на воспроизводимость морфологических и структурных характеристик. Для характеристики свойств проводился многократный синтез оксида графена на основе модифицированного метода Хаммера. Проанализированы общая структура и морфология поверхности (сканирующая электронная микроскопия), элементный состав (энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия) и структурный состав (рентгеновская дифрактометрия) образцов. Выявлено влияние условий синтеза на степень оксидирования и морфологию поверхности микрометрового масштаба. При этом степень влияния незначительна и, при необходимости, может быть скорректирована порядком проведения третьего этапа оксидирования. Данные элементного и структурного анализа показали высокую степень повторяемости процесса окисления и формирование чистой фазы оксида графена. Сравнение с данными научных работ ведущих мировых групп позволяет сделать вывод о незначительном характере изменений характеристик при использовании реагентов массового сегмента отечественного производства. Получаемый оксид графена может быть применен при создании суперконденсаторов с повышенной удельной ёмкостью.

V. V. Kuznetsova, S. V. Spiridonov, M. V. Morozov

GRAPHENE OXIDE SYNTHESIS WITH DOMESTIC MASS SEGMENT REAGENTS FOR THE SUPERCAPACITOR ELECTRODES

Keywords: graphene oxide, chemical synthesis, supercapacitors, graphite oxidation process.

The supercapacitors development with high specific energy and capacity is an actual task, the solution of which is necessary for further progress in alternative energy, electric and unmanned transport. Since the capacitance of supercapacitors is directly related to the specific surface area of the electrodes, there is active studying of promising carbon-containing materials introduction, among which graphene oxide has a most interest. Despite the extensive graphene oxide researches in recent years, its practical application is hindered by insufficient knowledge of the graphite to graphene oxide oxidation mechanism. It does not allow to fully consider of all factors that have influence on technological processes. In this paper, there has investigated the effect of reduced purity requirements for the domestic production reagents on the reproducibility of morphological and structural characteristics. The multiple synthesis of graphene oxide based on the modified Hummers method was carried out for the properties characterization. There were analyzed the general structure and surface morphology (scanning electron microscopy), the elemental composition (energy dispersive X-ray spectroscopy) and the structural composition (X-ray diffractometry). The influence of the synthesis conditions on the oxidation degree and micrometer-scale surface morphology has been revealed. At the same time, the influence degree is insignificant and can be improved by the third oxidation stage modification, if necessary. The elemental and structural analysis data showed a high degree of reproducibility of the oxidation process and the formation of pure graphene oxide phase. A comparison with world's leading works data allows to conclude insignificant contribution of the mass segment domestic reagents on the characteristic's changes. The obtainable graphene oxide can be used for supercapacitors production with enhanced specific capacitance.

Введение

Стремительный переход на альтернативные источники энергии, развитие электрического и беспилотного транспорта выявили необходимость разработки новых технологий накопления энергии, устойчивых к эксплуатации в тяжёлых условиях. Одними из перспективных типов устройств для этих целей являются суперконденсаторы (СК). Они сочетают такие характеристики, как высокую

плотность мощности, большое число циклов заряда/разряда, долговечность и экологическую безопасность [1-3].

Суперконденсаторы накапливают энергию либо за счёт электростатического заряда, либо за счёт окислительно-восстановительных реакций Фарадея, (в зависимости от типа конструкции). В отличие от батарей, они не зависят от медленных химических процессов, что обеспечивает высокие токи

заряда/разряда и хорошую устойчивость как к низким, так и высоким температурам [2-5]. Это особенно актуально для систем электропитания электротранспорта, систем, работающих в сложных климатических условиях, носимой электроники.

Основной проблемой активного внедрения и использования суперконденсаторов является низкая плотность энергии по сравнению с аккумуляторами [4,5]. Это ограничивает область их применения в качестве основных источников питания. Сейчас суперконденсаторы используются как элементы вспомогательных систем для формирования (или компенсации) высокой мощности, а также в приложениях, в которых требуется циклический заряд/разряд.

Поэтому одной из наиболее актуальных задач является увеличение плотности энергии суперконденсаторов. Современные исследования в первую очередь сосредоточены на разработке новых электродных материалов. Рассматриваются перспективы внедрения различных форм углеродных материалов, производных углерода, композитов и объёмноструктурированных каркасов, металлоорганических соединений, гибридных композитов [1,2]. Все эти материалы потенциально позволяют повысить удельную площадь поверхности и окислительно-восстановительную активность с сохранением высокой электропроводности. Это, в свою очередь, существенно увеличит удельную ёмкость и долговечность устройств [1-3].

Особый интерес в качестве активного вещества электрода представляют оксид графена (ОГ) и восстановленный оксид графена (ВОГ). Отдельные работы [2,6,7] демонстрируют удельную ёмкость электрохимических ячеек на основе ОГ и ВОГ порядка 330 - 450 Ф/г при плотности тока 1 А/г. Такие значения на порядок превышают типичную ёмкость суперконденсаторов на основе активированного угля, и приближаются по значениям к аккумуляторам [2,5]. При этом наблюдается сохранение заряда на уровне не ниже 88 – 90 % после 5000 циклов заряда/разряда.

Несмотря на значимые успехи, производство суперконденсаторов на основе ОГ и ВОГ сталкивается с рядом затруднений. Большая часть из них связана с особенностями формирования и функционирования электродов. Так, введение вспомогательных примесей (для фиксации активного вещества и повышения проводимости) оказывает негативное влияние на величину активной площади поверхности [8-10]. Процесс интеркаляции солей электролита может приводить к смыканию графеновых полостей [11]. Также не решены вопросы обеспечения бездефектных переходов между активным веществом и токоёмкими пластинами.

Ещё одной проблемой является низкая изученность механизма окисления графита до оксида графена [12,13]. Вследствие этого сложно оценить влияние качества исходного сырья на воспроизводимость результатов синтеза. На данный момент этот вопрос решается использованием зарубежных реактивов высокой чистоты.

Возможность их замены на реагенты массового сегмента (меньшей степени чистоты) отечественного производства позволило бы удешевить процесс получения ОГ и обеспечить его импортозамещение. В данной работе представлена оценка влияния пониженных требований к чистоте используемых реагентов на воспроизводимость морфологических и структурных характеристик оксида графена. На основе многократного синтеза (при аналогичных условиях) и характеристики дисперсной фазы ОГ проведён анализ продуктов реакции и сравнение с данными научных работ ведущих мировых групп.

Экспериментальная часть

Синтез оксида графена проводился пятикратно на основе модифицированного метода Хаммерса. В качестве источника графита выступал порошок 99,9999 % чистоты, размер частиц 40 - 80 нм (Китай). К 1 грамму графитового порошка добавлялось 35 мл серной кислоты (H_2SO_4 , 93,6 - 95,6 %, ХЧ, ХимБаза) и производилось перемешивание с помощью магнитной мешалки при 600 об/мин в течение 15 минут. Далее раствор помещался на ледяную баню, после чего добавлялось 0,5 г нитрата натрия ($NaNO_3$, ХЧ, Ленреактив). Нитрат натрия выступал в качестве предокислителя, что, по сообщению ряда работ [12,14], снижает время протекания всего процесса окисления. Для активации основной фазы окисления малыми порциями при постоянном перемешивании вводилось 3 г перманганата калия ($KMnO_3$, ХЧ, ХимБаза). Так как окисление является выраженной экзотермической реакцией, то добавление больших порций $KMnO_3$ может приводить к локальному перегреву с испарением продуктов реакции. По этой же причине необходимо наличие термостатирования на ледяной бане. Процесс окисления стабилизировался в течение одного часа при перемешивании 700 об/мин. Продолжение реакции осуществлялось при фиксации температуры 50°C и перемешивании при 600 об/мин в течение 180 минут. Время протекания реакции влияет на глубину диффузии окислителя и степени окисления графита.

После перемешивания, для остановки реакции и удаления интеркалята в смесь покапельно добавлялось 3 мл перекиси водорода (H_2O_2 , 37 %, ХимБаза) и далее 150 мл деионизованной воды ($DI H_2O$). В обоих случаях производилось размешивание при 600 об/мин в течение 5 минут.

Для очистки и выделения дисперсной фазы оксида графена полученная смесь помещалась в пластиковые колбы объёмом 10 мл и центрифугировалась при 6000 об/мин в течение 5 минут. Жидкая фаза сливалась, а к осадку добавлялась деионизованная вода. Процесс повторялся пять раз. Далее осадок выкладывался в чашку Петри и проводилась сушка в атмосферной печи при температуре 60°C в течение 12 часов.

Для анализа свойств, оксид графена переводился в форму однородного порошка, путём

механического измельчения до высокодисперсной фазы.

Оценка общей структуры и морфологических свойств поверхности осуществлялась на основе сканирующей электронной микроскопии в режиме вторичных электронов (Auriga Crossbeam, Carl Zeiss, Германия). Исследование элементного состава проводилось методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (Inca X-Max, Oxford Instruments, Великобритания). Для идентификации структурного и фазового состава продуктов реакции применялся метод порошкового рентгенодифракционного анализа (XRD-7000S, Shimadzu Corporation, Япония).

Результаты и обсуждение

Оценка морфологии поверхности.

Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) позволяет сделать первичную оценку морфологии продуктов реакции и выявить характерное расщепление слоёв графита. На рисунках 1 и 2 представлена типичная структура поверхности частиц графита после окислирования при масштабах 10 мкм и 1 мкм.

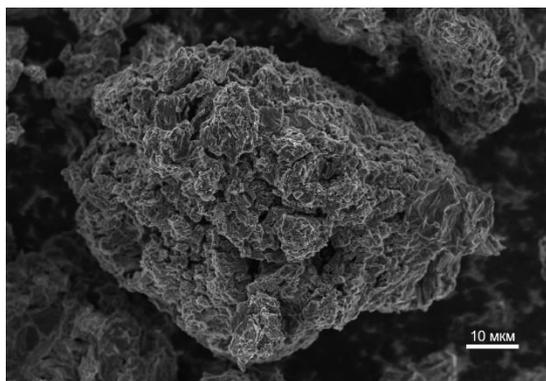


Рис. 1 – Изображение (СЭМ) поверхности частиц графита после окислирования (масштаб 10 мкм)

Fig. 1 – SEM image of the surface of graphite particles after oxidation (scale 10 μm)

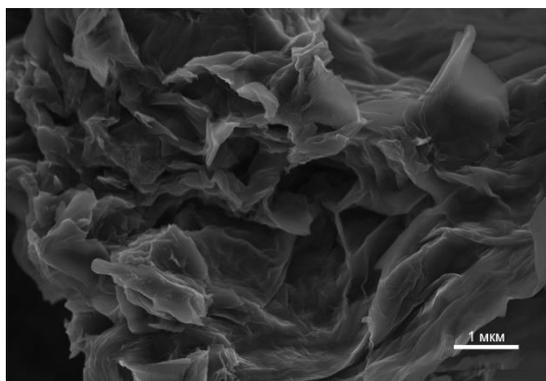


Рис. 2 – Изображение (СЭМ) поверхности частиц графита после окислирования (масштаб 1 мкм)

Fig. 2 – Image (SEM) of the surface of graphite particles after oxidation (scale 1 μm)

Частицы имеют рыхлую структуру с хорошо развитой поверхностью, что характерно для оксида

графена. Распределение скоплений слоёв носит случайный характер, и при микронных масштабах не имеет ярко выраженной закономерности.

Ограничения сканирующей электронной микроскопии не позволяют наблюдать отдельных слоёв графена. Тем не менее, использование высоких увеличений способно зафиксировать характерное расслоение слоёв графита. На рисунке 3 представлен снимок характерного расщепления слоёв для образцов 1 - 2 при масштабе 200 нм.

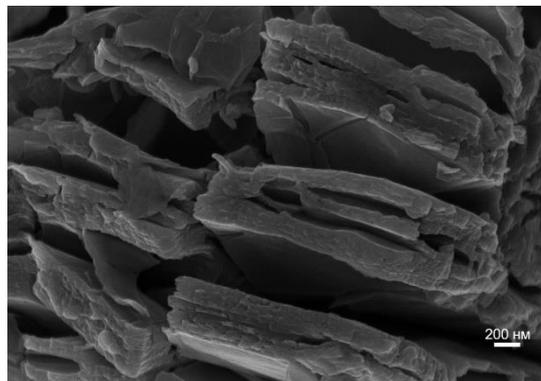


Рис. 3 – Изображение (СЭМ) характерного расщепления слоёв графита при окислировании образцов 1 - 2 (масштаб 200 нм)

Fig. 3 – SEM image of characteristic graphite layer splitting during oxidation of samples 1-2 (scale 200 nm)

На рисунке 4 представлен типичный характер расщепления для образцов 3 - 5.

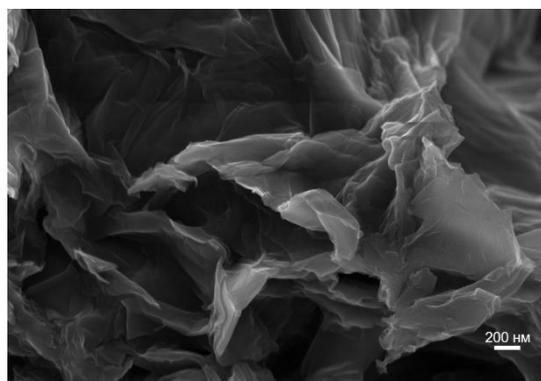


Рис. 4 – Изображение (СЭМ) расщепления слоёв графита при окислировании, образцы 3 - 5 (масштаб 200 нм)

Fig. 4 – SEM image of graphite layer splitting during oxidation, samples 3-5 (scale bar: 200 nm)

Во всех случаях наблюдается ярко выраженное расслоение, но его характер отличается. Сравнение с аналогичными работами [15-17] показывает, что такие различия типичны даже при сохранении общего подхода к синтезу. Характер расщепления зависит от множества факторов – реакционной способности и глубины проникновения окислителей, исходной неоднородности графита, подходов к промывке [12]. В данном случае имел место ещё один фактор в виде выдержки образцов

3 - 5 в дистиллированной воде перед центрифугированием в течение 15 минут.

Оценочное сравнение морфологии с результатами ведущих работ в этой области показывает меньшую развитость поверхности в микрометровом масштабе. При этом, в нанометровом масштабе морфология аналогична. Это особенно важно для случая оксида графена, у которого удельная площадь поверхности (и эффективность применения в СК) в первую очередь определяется расслоением листов графена.

Оценка элементного состава. Метод энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС) позволяет провести качественную и количественную оценку элементного состава продуктов реакции. По соотношению элементов возможно сделать вывод о степени окисления и качестве промывки. В таблице 1 представлены результаты элементного состава для образцов 1 - 5. Количественное соотношение выражено в виде атомного процента.

Таблица 1 – Элементный состав образцов

Table 1 – Elemental composition of samples

№ обр.	1	2	3	4	5
Элемент	Атомный процент, %				
<i>C</i>	66.22	65.71	65.30	64.57	64.88
<i>O</i>	31.06	30.98	33.00	33.27	33.26
<i>S</i>	2.14	2.66	1.47	1.82	1.60
<i>K</i>	0.34	0.38	0.12	0.18	0.14
<i>Mn</i>	0.24	0.27	0.09	0.16	0.12

Для всех образцов отношение углерода (C) и кислорода (O) близко к 2:1. Отклонения в несколько процентов носят несущественный характер. Такой результат свидетельствует о хорошей повторяемости процесса окисления.

Следует отметить, что значения таблицы 1 требуют корректировки на долю содержания водорода (H), которая обычно составляет 1 - 2 %. Отсутствие данного элемента связано с ограничением возможности детектирования лёгких элементов методом ЭДС. Скорректированные значения содержания углерода лежат в рамках 63,5 - 64,5 %. Согласно работам [12,18], доля углерода в зависимости от метода и условий синтеза варьируется в среднем от 45 до 62 %. Чем меньше содержание углерода, тем больше степень окисления. Таким образом, полученные значения лежат вблизи нижней границы метода Хаммерса.

Присутствие серы (S) в объёме 1,6 - 2,66 % является типичным для процесса окисления с использованием серной кислоты. Формирующиеся в результате реакции интеркаляты образуют достаточно устойчивые соединения и сложно поддаются промывке [12].

Наличие прочих элементов, таких как калий (K) и марганец (Mn) свидетельствует о недостаточной степени промывки промежуточных продуктов реакции. В первых двух образцах их присутствие

(как и серы) выражено сильнее. Дополнительное выдерживание в дистиллированной воде не только снижает степень загрязнения, но и увеличивает долю кислорода в общем составе. Это косвенно подтверждает роль воды в формировании оксида графена [12].

Оценка фазового состава. Важным методом оценки структурных свойств материалов является рентгенодифракционный анализ. Он позволяет провести дифференциацию между первичным графитом, оксидом графита и оксидом графена, а также выявить наличие примесных кристаллических фаз.

На рисунке 5 представлена рентгенограмма полученного порошка оксида графена. Отклонения между образцами носят незначительный характер, поэтому её можно считать типичной для всех продуктов реакции.

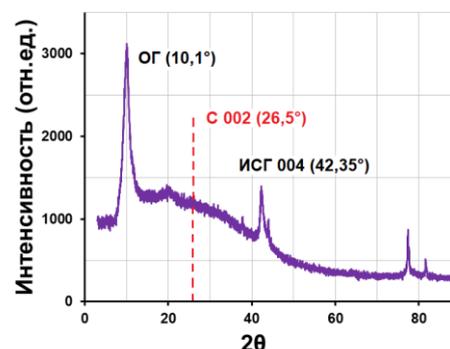


Рис. 5 – Данные рентгеноструктурного анализа

Fig. 5 – X-ray structural analysis data

Фаза оксида графена выражена пиком $2\theta = 10,1^\circ$ что соответствует примерному расстоянию между плоскостями $8,75 \text{ \AA}$. Это согласуется с известными данными, где приводятся углы 2θ от 10° до $11,6^\circ$ и межплоскостные расстояния $7,5 - 8,85 \text{ \AA}$ [7,15,18,19]. Характерное уширение пика связано с разориентированностью слоёв графена. Вследствие этого уширения и смещения пика ОГ «влево» затруднена дифференциация от фазы первичного оксида графита (ПОГ), угол 2θ которого соответствует $9,7^\circ$ [12]. Возможно, имеет место неполное протекание финальной стадии окисления. Косвенно на это указывает наличие пика $2\theta = 42,35^\circ$, который соотносится с интеркаляционными соединениями графита (ИСГ 004) [12].

В литературе [7,15,19] успешность протекания процесса окисления часто оценивается по наличию фазы первичного графита (ПГ). Его присутствие является следствием незавершённости второй стадии окисления (для трёхстадийной модели) или значительной неравномерности распределения интеркалятов. Фаза ПГ (C 002) характеризуется углом $2\theta = 26,5^\circ$ и расстоянием $3,36 \text{ \AA}$ [12,15,19]. На дифрактограмме (рис. 5) данная область представлено в виде плато, пик отсутствует. Это позволяет сделать вывод о

завершённости второй стадии окисления вдоль всей поверхности графита.

Выводы

Определено влияние реагентов массового сегмента на результат синтеза оксида графена. Выявлена меньшая степень окисливания, в то же время соответствующая нижней границе содержания кислорода для метода Хаммерса. При этом показана хорошая воспроизводимость процесса окисления, что подтверждено процентным соотношением кислорода к углероду. Сравнение морфологии с работами ведущих мировых групп показало полное соответствие результатов в области наномасштаба, при некотором ухудшении развитости поверхности на микрометровом уровне. Это особенно важно для оксида графена, у которого удельная площадь поверхности в первую очередь определяется характером расслоения наноразмерных слоёв графена.

Предположено, что влияние снижения требований к качеству исходного сырья заключается в более медленном процессе протекания реакции, особенно выраженным на третьей стадии окисливания. Наличие завышенных значений содержания остаточных элементов (S, K, Mn), присутствие фазы ИСГ (004) и смещения пика ОГ до показателя $2\theta = 10,1^\circ$ свидетельствует о неполном завершении финального этапа окисливания.

При этом, указанные особенности не носят принципиального характера, и могут быть решены за счёт корректировки условий третьего этапа синтеза и подхода к удалению интеркаляционных соединений. Представленные результаты позволяют заявлять о несущественном характере влияния пониженных требований к чистоте реагентов. Получаемый оксид графена может успешно применяться для создания суперконденсаторов с повышенной удельной емкостью.

Благодарности

Работа выполнена за счёт гранта Республики Татарстан, предоставленного молодым ученым и молодежным научным коллективам на проведение научных исследований в наиболее перспективных и значимых для развития Республики Татарстан областях.

Коллектив авторов выражает благодарность центру коллективного пользования «Прикладные нанотехнологии» КНИТУ-КАИ (Казань) за предоставленные возможности в области подготовки эксперимента и проведения измерений.

Литература

- 1) N. I. Jalal, R. I. Ibrahim, M. K. Oudah, *Journal of Physics: Conference Series*, **1973**, 1, 012015 (2021). DOI: 10.1088/1742-6596/1973/1/012015.
- 2) N. Kumar, S. B. Kim, S. Y. Lee, S. J. Park, *Nanomaterials*, **12**, 20, 3708 (2022). DOI: 10.3390/nano12203708.
- 3) W. Raza, F. Ali, N. Raza, Y. Luo, K. H. Kim, J. Yang, S. Kumar, A. Mehmood, E. E. Kwon, *Nano Energy*, **52**, 441-473 (2018). DOI: 10.1016/j.nanoen.2018.08.013.

- 4) Ю. М. Вольфкович, *Электрохимическая энергетика*, **24**, 1, 3-27 (2024). DOI: 10.18500/1608-4039-2024-24-1-3-27.
- 5) F. Wu, J. Maier, Y. Yu, *Chemical Society Reviews*, **49**, 5, 1569-1614 (2020). DOI: 10.1039/C7CS00863E.
- 6) L. H. Tseng, W. C. Li, T. C. Wen, *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, **143**, 104684 (2023). DOI: 10.1016/j.jtice.2023.104684.
- 7) M. Jana, P. Khanra, N. C. Murmu, P. Samanta, J. H. Lee, T. Kuila, *Physical Chemistry Chemical Physics*, **16**, 16, 7618-7626 (2014). DOI: 10.1039/C3CP54510E.
- 8) M. Karakoti, R. Jangra, S. Pandey, P. S. Dhapola, S. Dhali, S. Mahendia, P. K. Singh, N. G. Sahoo, *High Performance Polymers*, **32**, 2, 175-182 (2020). DOI: 10.1177/0954008320905659.
- 9) Y. Gao, *Nanoscale research letters*, **12**, 1, 387 (2017). DOI: 10.1186/s11671-017-2150-5.
- 10) M. Aslan, D. Weingarth, P. Herbeck-Engel, I. Grobelsek, V. Presser, *Journal of Power Sources*, **279**, 323-333 (2015). DOI: 10.1016/j.jpowsour.2014.12.151.
- 11) B. Pal, S. Yang, S. Ramesh, V. Thangadurai, R. Jose, *Nanoscale advances*, **1**, 10, 3807-3835 (2019). DOI: 10.1039/C9NA00374F.
- 12) A. M. Dimiev, *Graphene Oxide: Fundamentals and Applications*, 36-84 (2016). DOI: 10.1002/9781119069447.ch2
- 13) A. M. Dimiev, K. Shukhina, A. Khannanov, *Carbon*, **166**, 1-14 (2020). DOI: 10.1016/j.carbon.2020.05.005.
- 14) N. I. Kovtyukhova, P. J. Ollivier, B. R. Martin, T. E. Mallouk, S. A. Chizhik, E. V. Buzaneva, A. D. Gorchinskiy, *Chemistry of materials*, **11**, 3, 771-778 (1999). DOI: 10.1021/cm981085u.
- 15) S. Park, J. An, J. R. Potts, A. Velamakanni, S. Murali, R. S. Ruoff, *Carbon*, **49**, 9, 3019-3023 (2011). DOI: 10.1016/j.carbon.2011.02.071.
- 16) С. В. Брудник, Е. В. Яковлева, Н. В. Горшков, Д. И. Артюхов, А. В. Яковлев, *Электрохимическая энергетика*, **21**, 4, 206-215 (2021). DOI: 10.18500/1608-4039-2021-21-4-206-215.
- 17) Е. В. Яковлева, А. В. Яковлев, В. В. Краснов, В. Н. Целуйкин, А. С. Мостовой, Н. Ю. Курамина, С. В. Брудник, *Электрохимическая энергетика*, **20**, 1, 45-54 (2020). DOI: 10.18500/1608-4039-2020-20-1-45-54.
- 18) С. В. Ткачев, Е. Ю. Буслаева, А. В. Наумкин, С. Л. Котова, И. В. Лауре, С. П. Губин, *Неорганические материалы*, **48**, 8, 909-915 (2012).
- 19) R. Sibirian, H. Sihotang, S. L. Raja, M. Supeno, C. Simanjuntak, *Oriental journal of chemistry*, **34**, 1, 182-187 (2018). DOI: 10.13005/ojc/340120.

References

- 1) N. I. Jalal, R. I. Ibrahim, M. K. Oudah, *Journal of Physics: Conference Series*, **1973**, 1, 012015 (2021). DOI: 10.1088/1742-6596/1973/1/012015.
- 2) N. Kumar, S. B. Kim, S. Y. Lee, S. J. Park, *Nanomaterials*, **12**, 20, 3708 (2022). DOI: 10.3390/nano12203708.
- 3) W. Raza, F. Ali, N. Raza, Y. Luo, K. H. Kim, J. Yang, S. Kumar, A. Mehmood, E. E. Kwon, *Nano Energy*, **52**, 441-473 (2018). DOI: 10.1016/j.nanoen.2018.08.013.
- 4) Yu. M. Vol'fkovich, *Electrochemical energetics*, **24**, 1, 3-27 (2024). DOI: 10.18500/1608-4039-2024-24-1-3-27.
- 5) F. Wu, J. Maier, Y. Yu, *Chemical Society Reviews*, **49**, 5, 1569-1614 (2020). DOI: 10.1039/C7CS00863E.
- 6) L. H. Tseng, W. C. Li, T. C. Wen, *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, **143**, 104684 (2023). DOI: 10.1016/j.jtice.2023.104684.
- 7) M. Jana, P. Khanra, N. C. Murmu, P. Samanta, J. H. Lee, T. Kuila, *Physical Chemistry Chemical Physics*, **16**, 16, 7618-7626 (2014). DOI: 10.1039/C3CP54510E.

- 8) M. Karakoti, R. Jangra, S. Pandey, P. S. Dhapola, S. Dhali, S. Mahendia, P. K. Singh, N. G. Sahoo, *High Performance Polymers*, **32**, 2, 175-182 (2020). DOI: 10.1177/0954008320905659.
- 9) Y. Gao, *Nanoscale research letters*, **12**, 1, 387 (2017). DOI: 10.1186/s11671-017-2150-5.
- 10) M. Aslan, D. Weingarh, P. Herbeck-Engel, I. Grobelsek, V. Presser, *Journal of Power Sources*, **279**, 323-333 (2015). DOI: 10.1016/j.jpowsour.2014.12.151.
- 11) B. Pal, S. Yang, S. Ramesh, V. Thangadurai, R. Jose, *Nanoscale advances*, **1**, 10, 3807-3835 (2019). DOI: 10.1039/C9NA00374F.
- 12) A. M. Dimiev, *Graphene Oxide: Fundamentals and Applications*, 36-84 (2016). DOI: 10.1002/9781119069447.ch2
- 13) A. M. Dimiev, K. Shukhina, A. Khannanov, *Carbon*, **166**, 1-14 (2020). DOI: 10.1016/j.carbon.2020.05.005.
- 14) N. I. Kovtyukhova, P. J. Ollivier, B. R. Martin, T. E. Mallouk, S. A. Chizhik, E. V. Buzaneva, A. D. Gorchinskiy, *Chemistry of materials*, **11**, 3, 771-778 (1999). DOI: 10.1021/cm981085u
- 15) S. Park, J. An, J. R. Potts, A. Velamakanni, S. Murali, R. S. Ruoff, *Carbon*, **49**, 9, 3019-3023 (2011). DOI: 10.1016/j.carbon.2011.02.071
- 16) S. V. Brudnik, E. V. Yakovleva, N. V. Gorshkov, D. I. Artyukhov, A. V. Yakovlev, *Electrochemical energetics*, **21**, 4, 206-215 (2021). DOI: 10.18500/1608-4039-2021-21-4-206-215
- 17) E. V. Yakovleva, A. V. Yakovlev, V. V. Krasnov, V. N. Tseluikin, A. S. Mostovoy, N. Y. Kuramina, S. V. Brudnik, *Electrochemical energetics*, **20**, 1, 45-54 (2020). DOI: 10.18500/1608-4039-2020-20-1-45-54
- 18) S. V. Tkachev, E.Y. Buslaev, I.V. Laure, S.P. Gubin, A.V. Naumkin, S.L. Kotova, *Inorganic materials*, **48**, 8, 796-802 (2012). DOI: 10.1134/S0020168512080158
- 19) R. Sibirian, H. Sihotang, S. L. Raja, M. Supeno, C. Simanjuntak, *Oriental journal of chemistry*, **34**, 1, 182-187 (2018). DOI: 10.13005/ojc/340120

© **В. В. Кузнецова** – аспирант кафедры Нанотехнологии в электронике (НЭ), Казанский национальный исследовательский технический университет им. А. Н. Туполева (КНИТУ им. А. Н. Туполева); младший научный сотрудник лаборатории Физико-химической экологии Института органической и физической химии им. А. Е. Арбузова ФИЦ КазНЦ РАН, Казань, Россия, viktori.a_kuznetsova@mail.ru; **С. В. Спиридонов** – старший преподаватель кафедры НЭ, КНИТУ им. А. Н. Туполева, com-m-a-i-l@yandex.ru; **М. В. Морозов** – кандидат технических наук, доцент, кафедры НЭ, КНИТУ им. А. Н. Туполева, misha617@mail.ru.

© **V. V. Kuznetsova** – PhD-student of the Department of Nanotechnology in Electronics (NE), Kazan National Research Technical University named after A. N. Tupolev (KNRTU named after A. N. Tupolev); Junior Researcher of the Laboratory of Physical and Chemical Ecology, A. E. Arbuzov Institute of Organic and Physical Chemistry, FRC Kazan Scientific Center of the Russian Academy of Sciences, Kazan, Russia, viktori.a_kuznetsova@mail.ru; **S. V. Spiridonov** – Senior lecturer, of the NE department, KNRTU named after A. N. Tupolev, com-m-a-i-l@yandex.ru; **M. V. Morozov** – PhD (Technical Sci.), Associate Professor of the NE department, KNRTU named after A. N. Tupolev, misha617@mail.ru.

Дата поступления рукописи в редакцию – 19.03.25.

Дата принятия рукописи в печать – 14.04.25.