

Научная статья
УДК 620.3
DOI: <https://doi.org/10.18721/JEST.27412>

А.М. Аль-Машхадани, В.Ф. Першин ✉

Тамбовский государственный технический университет,
г. Тамбов, Россия

✉ pershin.home@mail.ru

ВЗАИМОСВЯЗЬ МЕЖДУ ФОРМОЙ ЧАСТИЦ ИСХОДНОГО ГРАФИТА И ГРАФЕНОВЫХ ПЛАСТИН ПРИ ЖИДКОФАЗНОЙ ЭКСФОЛИАЦИИ

Аннотация. Материалы на основе графена очень интересны благодаря своим превосходным химическим, физическим и механическим свойствам, которые делают их чрезвычайно полезными в качестве привилегированных материалов в различные промышленные применения. Жидкофазная эксфолиация графита позволяют получать графен с низким уровнем дефектов. Многие исследователи определяли размеры графеновых пластин полученных жидкофазной эксфолиацией графита, но нет исследований, в которых анализируется связь между формой частиц исходного графита и графеновых пластин. В этой статье анализируются результаты исследований формы и размеров частиц исходного графита и графеновых пластин. Установлено, что форму частиц исходного графита можно представить, как эллипсоид с разными значениями полуосей по трем взаимно перпендикулярным направлениям (длина, ширина, толщина). Найдены примерные соотношения этих размеров, которые можно использовать при расчетах процесса жидкофазной эксфолиации графита.

Ключевые слова: форма частиц; нанопластины; число графеновых слоев, эксфолиация, длина нанопластин.

Для цитирования:

Аль-Машхадани А.М., Першин В.Ф. Взаимосвязь между формой частиц исходного графита и графеновых пластин при жидкофазной эксфолиации // *Материаловедение. Энергетика.* 2021. Т. 27, № 4. С. 145–158. DOI: <https://doi.org/10.18721/JEST.27412>

Эта статья открытого доступа, распространяемая по лицензии CC BY-NC 4.0 (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>)

Scientific article

DOI: <https://doi.org/10.18721/JEST.27412>

A.M. Al-Mashhadani, V.F. Pershin ✉

Tambov State Technical University,
Tambov, Russia

✉ pershin.home@mail.ru

RELATIONSHIP BETWEEN THE SHAPE OF PARTICLES OF INITIAL GRAPHITE AND GRAPHENE PLATES DURING LIQUID-PHASE SHEAR EXFOLIATION

Abstract. Graphene-based materials are very interesting due to their excellent chemical, physical and mechanical properties, which make them extremely useful as preferred materials in various industrial applications. Liquid-phase exfoliation of graphite makes it possible to obtain graphene with a low level of defects. Many researchers have determined the size of graphene plates obtained by liquid-phase exfoliation of graphite, but there are no studies that analyze the relationship between the shape of the particles of the original graphite and graphene plates. This article analyzes the results of studies of the shape and size of parts of the original graphite and graphene plates. It was found that the shape of the initial graphite particles can be represented as an ellipsoid with different values of the semiaxes in three mutually perpendicular directions (length, width, thickness). Approximate ratios of these dimensions have been found, which can be used in calculating the process of liquid-phase exfoliation of graphite.

Keywords: particle shape; nanoplates; number of graphene layers, exfoliation, length of nanoplates.

Citation:

A.M. Al-Mashhadani, V.F. Pershin, Relationship between the shape of particles of initial graphite and graphene plates during liquid-phase shear exfoliation, *Materials Science. Power Engineering*, 27 (04) (2021) 145–158, DOI: <https://doi.org/10.18721/JEST.27412>

This is an open access article under the CC BY-NC 4.0 license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>)

Введение. Графен был получен в 2004 г. [1] и из-за своих уникальных свойств стал одним из самых перспективных материалов в разных отраслях промышленности от электроники до строительства. За последнее десятилетие количество публикаций по графену растет в геометрической прогрессии. Самый популярный способ создания сплошных графеновых пленок большой площади это химическое осаждение из паровой фазы (CVD). Этот метод является восходящим, поскольку он использует более простые молекулы для производства непрерывных пленок. Другой путь для крупномасштабного производства графена – это нисходящий подход, при котором частицы порошкообразного графита расслаиваются до графена. На практике используются разные способы эксфолиации графита: механические; химические; электрохимические.

Наиболее часто используются два основных метода [2]:

- окисление графита с образованием оксида графена (GO), с последующим частичным восстановлением и образованием восстановленного оксида графена (rGO) [3, 4];
- жидкофазная эксфолиация (расслоение) графита [5].

В данной работе рассматривается производство графеновых пластин жидкофазной эксфолиацией графита, поскольку частично восстановленный оксид графена имеет много дефектов и фактически не является графеном [2]. Жидкофазную эксфолиацию графита осуществляют обработкой графитовых суспензий ультразвуком или сдвигом. При ультразвуковой обработке на ча-

стицы действуют значительные нагрузки в результате возникновения кавитации, что приводит к дефектам нанопластин и уменьшению их латерального размера. При сдвиговых воздействиях условия более мягкие и требуют существенно меньших затрат энергии, поскольку необходимо преодолеть только силы Вандер Ваальса, которые действуют между графеновыми слоями [6]. За счет использования смесителей с большой скоростью сдвига (более 10^4с^{-1}) был разработан масштабируемый метод расслоения не только графита, но и других слоистых материалов (MoS_2 , BN , WS_2 , MoTe_2) [7]. Как и при обработке ультразвуком, используют поверхностно-активные вещества для облегчения отшелушивания графита и обеспечения стабильной дисперсии графена. Обширная диагностика показала, что чешуйки графена, полученные сдвиговой эксфолиацией, практически не окислены и не имеют дефектов базальной плоскости. Когда скорость сдвига превышала 10^4с^{-1} расслоение графита происходило как в ламинарном, так и в турбулентном режимах. Масштабируя процесс эксфолиации было установлено, что производительность, в пересчете на сухой графен, до 100 г/ч. может быть достигнута при объеме суспензии 10 м^3 . Дальнейшее развитие данная технология получила после разработки роторного аппарата с подвижными лопастями [8]. Расслоение частицы графита осуществляется в зоне контакта двух твердых поверхностей, подвижной лопасти и внутренней поверхности неподвижного корпуса, т.е. практически без зазора. Следует отметить, что эксфолиация осуществляется при любой скорости вращения ротора, от которой зависит только интенсивность процесса. Кроме этого полностью отсутствует кавитация, что повышает качество получаемых графеновых частиц.

Анализ формы и размера частиц является ключевым элементом, потому что многие свойства зависят от размера графеновых пластин [9], характеризовать размеры частиц, без описания их формы не возможно. Эти параметры важны, поскольку необходимо контролировать синтез, для последующего массового производства нанотехнологической продукции. Контроль размера во время синтеза наноматериалов имеет решающее значение в различных отраслях промышленности, таких как наномедицина, нанопродукты, наноэнергетика или нанокосметика.

Во многих публикациях приводятся результаты анализа формы и размеров графеновых пластин, но нет исследований взаимосвязи формы и размеров этих пластин с формой и размерами исходного графита, именно этот вопрос рассматривается в данной статье.

Анализ формы и размеров частиц исходного графита

Графитовый порошок широко используется в различных отраслях промышленности, в частности, при производстве искусственных алмазов [10]. На рис. 1 показаны снимки четырех фракций графитовых частиц при разных увеличениях [11].

На примере рис. 1а видно, что форма частиц исходного порошка графита достаточно хорошо может быть описана эллипсом. Аналогичные выводы были сделаны после анализа формы частиц графита, представленные в работе [12]. При измельчении частиц графита их форма становится ближе к сферической. В работе [13] приведены результаты исследований механоактивации порошка графита на ударноотражательной мельнице с частотно регулируемым приводом. Линейная скорость ударных элементов ротора мельницы составляла от 30 до 100 м/с. Исследования проводились на порошках природных чешуйчатых графитов – производства КНР (размер частиц 80 МЕШ, зольность не более 0,05%) и завальевского месторождения (размер частиц 80 МЕШ, зольность не более 0,5%). На рис. 2 показаны электронные микрофотографии порошков графита до и после механоактивации. На правом снимке видно, что после механоактивации форма и размеры частиц становятся более однородными.

В работе [14] природный микрокристаллический графит (MCG) с высокой сферичностью и узким гранулометрическим составом был получен методами порошковой инженерии. Частицы MCG были модифицированы с использованием метода влажного перемешивания, а затем частицы были разделены на группы с узкий гранулометрический состав за счет комбинированного

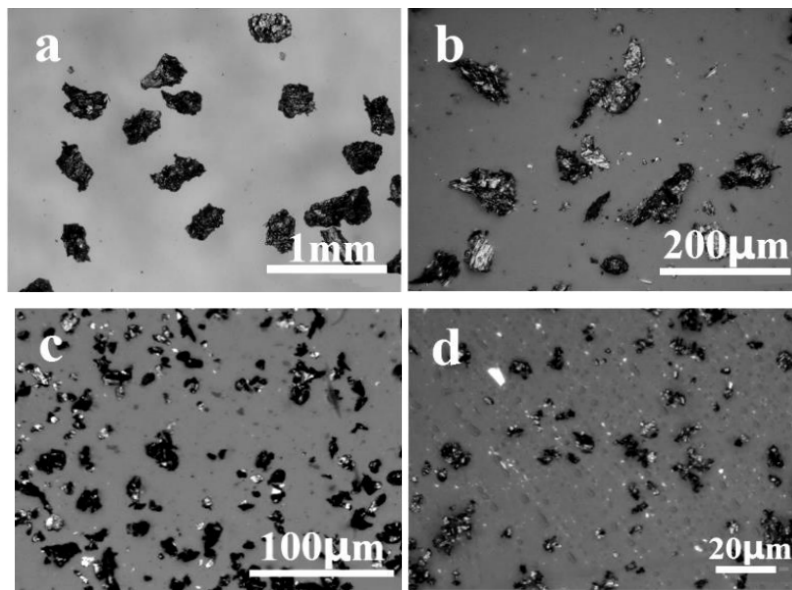


Рис. 1. Снимки графитовых частиц со средними размерами:
а – 180-270 мкм; б – 38-75 мкм; в – 11 мкм; д – 1,3 мкм [11]

Fig. 1. Images of graphite particles with average sizes:
а – 180-270 μm; б – 38-75 μm; в – 11 μm; д – 1.3 μm [11]

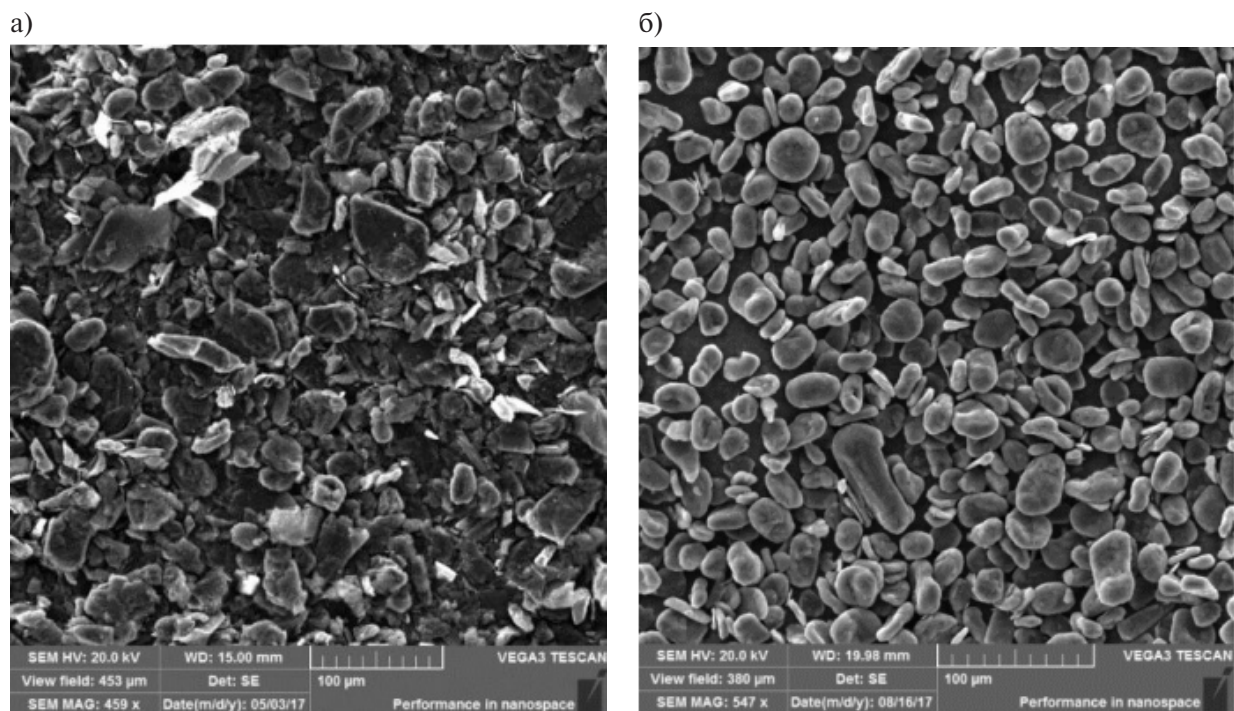


Рис. 2. Электронная микрофотография порошков графита после механической активации:
а) после 1 итерации активации, увеличение 459х; б) после 12 итерации активации, увеличение 547х [13]

Fig. 2. Electron micrograph of graphite powders after mechanical activation:
а) after 1 iteration of activation, magnification 459x; б) after the 12th activation iteration, an increase of 547x [13]

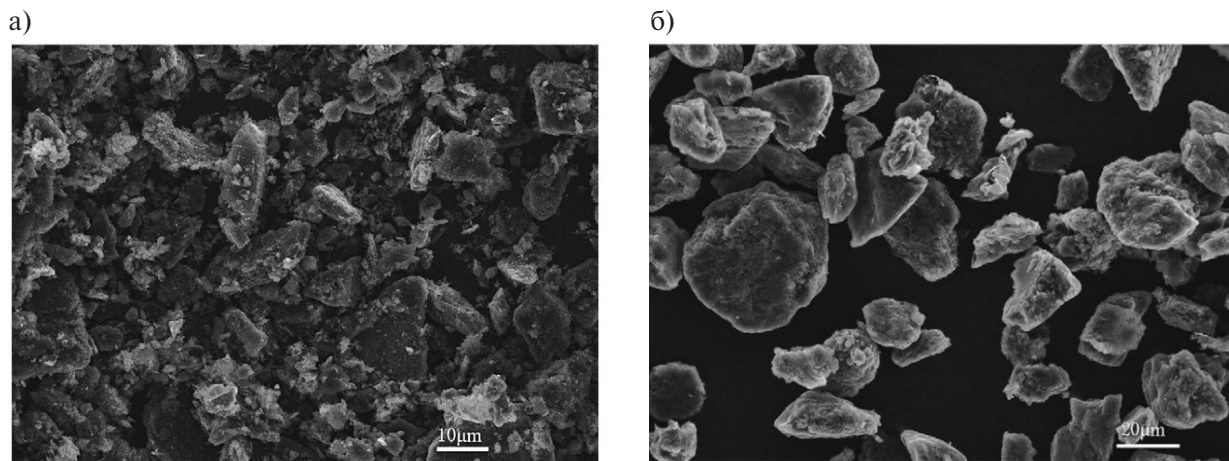


Рис. 3. SEM изображения частиц МСГ до (а) и после (б) классификации [14]

Fig. 3. SEM images of MCG particles before classification (a), and after (b)

гравитационного осаждения и гидроциклона. Результаты классификации показаны на рис. 3. На правом снимке отчетливо видно, что форма всех частиц, может быть описана эллипсом.

В работе [15] исследованы особенности морфологии графитовых частиц железобитумных отходов и установлена зависимость между длиной и толщиной частиц. Авторы работы предложили новый форм-фактор, отношение максимальной длины частицы к ее толщине (K_{II}):

$$K_{II} = L_{\max} / h. \quad (1)$$

Таблица

Морфологические параметры графитовых частиц

Table

Morphological parameters of graphite particles

Размер фракции, мкм	Длина частиц, мкм			Толщина частиц, мкм			Среднеквадратичное отклонение		Коэффициент вариации		K_{II}
	L_{\min}	L_{\max}	L^*	h_{\min}	h_{\max}	h^*	σ_L	σ_h	K_B^L	K_B^h	
-160+100	104	356	214	4,0	24,0	10,9	59,5	5,06	0,278	0,46	24,8
-100+63	68	204	120	4,0	16,0	6,9	33,0	3,69	0,276	0,53	22,4
-63+50	31	185	82	2,85	14,25	5,2	31,8	2,46	0,39	0,47	18,0
-50	14	80	47	2,85	5,70	3,0	14,0	0,62	0,30	0,2	16,3

Следует отметить, что значения K_{II} , представленные в таблице не соответствуют значениям по ф-ле (1). Например, для фракции (-160+100) $L_{\max} = 356$, $h = 10,9$, следовательно, в соответствии с ф-лой (1), $K_{II} = 32,7$, а не 24,8, как указано в табл. 1. Мы считаем, что при расчете K_{II} необходимо использовать средние значения длины частицы L^* среднее значение толщины h^* , тогда значения данного форм-фактора будут равны: для фракции 1 – 19,6; для фракции 2 – 17,4; для фракции 3 – 15,7; для фракции 4 – 15,8. При практических расчетах, для всех фракций, можно использовать значение $K_{II} = 17$ с максимальным отклонением не более 15%.

Мы проанализировали форму и размеры более 500 частиц, представленных в работах [10–15] и установили, что форма частиц может быть описана, как эллипсоид, с разными полуосями в направлении трех взаимно перпендикулярных осей. При практических расчетах можно принимать отношение длины к ширине равным 2–3, а отношение длины к толщине равным 17–20.

Анализ формы и размеров графеновых нанопластин

Во многих публикациях приводятся сведения о форме, латеральных размерах и числе слоев графеновых нанопластин [5–7, 9, 16]. На рис. 4 показаны SEM-FEG изображения образцов нетроннутого графита (рис. 4а), образцы, расслоенные в чистой воде (рис. 4б, в смеси IPA/вода 1: 1 (рис. 4в), и в IPA / воде 7: 3 (рис. 3г) в течение 30 мин обработки [17].

На рис. 5 показано ТЕМ изображение графеновой пластины, полученной обработкой ультразвуком суспензии графита в метил-пирролидоне, последующим центрифугированием при скорости 3000 об/мин [18].

На снимках видно, что форму графеновых пластин можно описать эллипсом. Аналогичные выводы были сделаны после анализа изображений графеновых пластин с разными латеральными размерами [19]. Отношение большой полуоси эллипса к малой оси изменяется в достаточно широком диапазоне. Проведенный нами анализ изображений графеновых пластин [5, 7, 9, 16–18] показал, что данное отношение изменяется в диапазоне от 1,5 до 3,5. Естественно, что есть пластины у которых форма близка к кругу и есть пластины с соотношением осей более 3,5, но это очень малая доля пластин. По нашему мнению, для практических расчетов данное соотношение можно считать равным 2.

При жидкофазной эксфолиации графита, толщина графеновых пластин (число графеновых слоев) изменяется в очень широком диапазоне, от 0,34 нм (однослойные пластины) до десятков микронетров. Одной из основных проблем производства графеновых пластин жидкофазной эк-

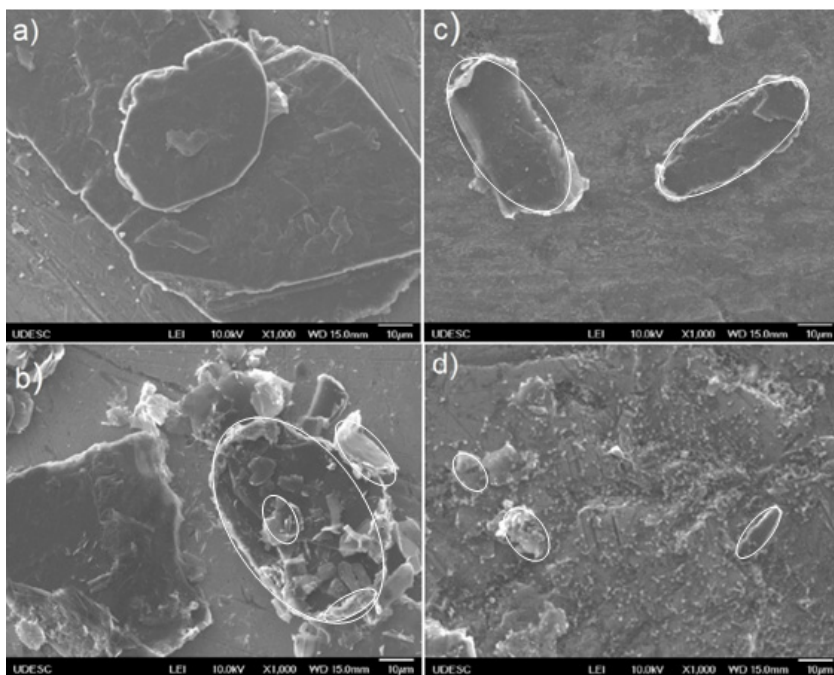


Рис. 4. SEM-FEG изображения образцов: а – нетроннутого графита;

б – образцы, расслоенные в чистой воде; с – IPA/вода 1:1; d – IPA / вода 7: 3, обработка в течение 30 мин [17]

Fig. 4. SEM-FEG images of samples: a – pristine graphite; b – samples stratified in pure water; c – IPA / water 1: 1; d – IPA / water 7: 3, processing for 30 min

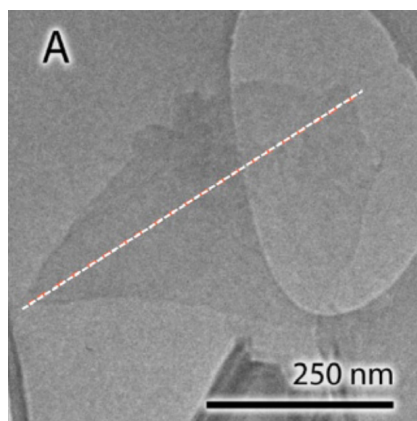


Рис. 5. TEM изображение графеновой частицы, полученной при обработке ультразвуком с последующим центрифугированием при скорости 3000 об/мин [18]

Fig. 5. TEM image of a graphene particle obtained by sonication followed by centrifugation at a speed of 3000 rpm

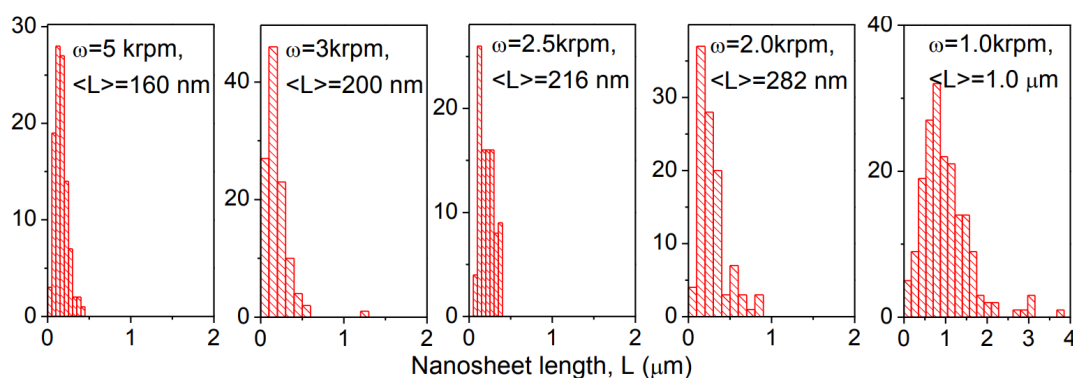


Рис. 6. Распределение графеновых пластин в суспензии, после центрифугирования (скорость центрифугирования и средняя длина пластин показаны на гистограммах) [7]

Fig. 6. Distribution of graphene plates in suspension, after centrifugation (centrifugation speed and average length of plates are shown in histograms)

сфолиацией графита является их классификация (сортировка) по латеральным размерам и числу графеновых слоев. В настоящее время для решения данной проблемы используют процесс седиментации, т.е. оседания частиц дисперсной фазы в жидкости (дисперсионной среде) под действием гравитационного поля или центробежных сил. Поскольку гравитационное осаждение частиц имеющих наноразмеры очень длительный процесс, на практике используют центрифугирование при разных значениях центробежных сил [7].

На рис. 6 показаны гистограммы распределения графеновых пластин по длине, полученные в результате анализа TEM изображений. В данном случае графеновые пластины были получены методом жидкофазной сдвиговой эксфолиации графита, с последующим центрифугированием при скоростях от 1000 до 5000 об/мин в течение 45 минут [7].

Аналогичные данные получены при анализе суспензий, полученных после обработки ультразвуком [18].

На рис. 6 и 7 по горизонтальным осям отложены длины графеновых пластин (нанометры), а по вертикальным осям – число измененных частиц. По гистограммам видно, что с увеличением скорости центрифугирования длина пластин уменьшается. На рис. 8 показана зависимость сред-

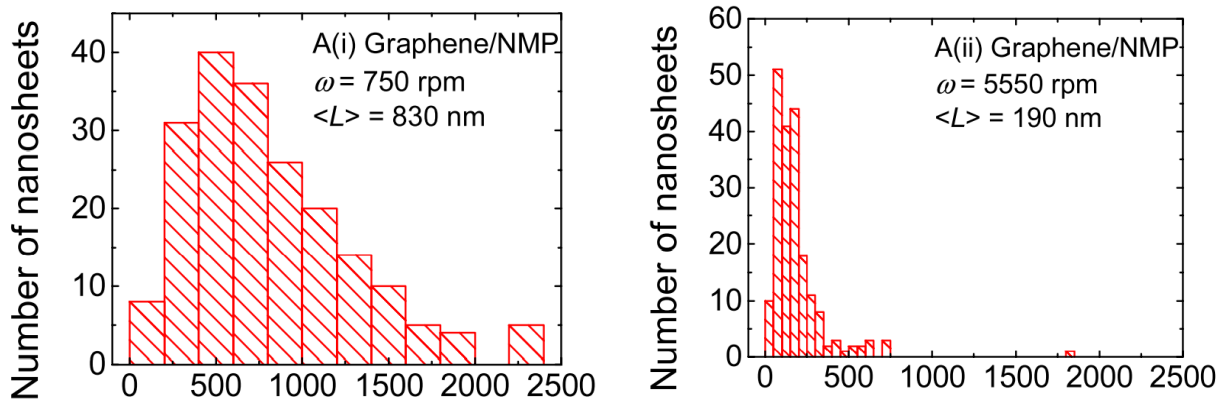


Рис. 7. Распределение графеновых пластин в суспензии, после центрифугирования (скорость центрифугирования и средняя длина пластин показаны на гистограммах) [18]

Fig. 7. Distribution of graphene plates in suspension, after centrifugation (centrifugation speed and average length of plates are shown in histograms)

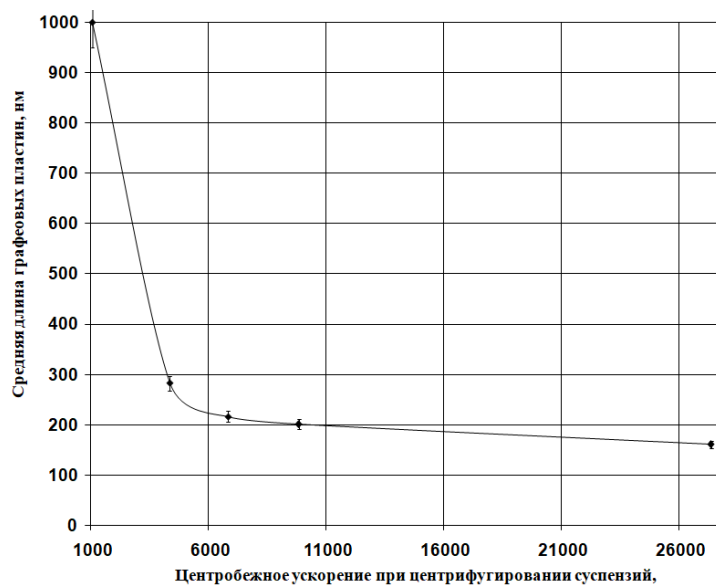


Рис. 8. Зависимость средней длины графеновых пластин от центробежного ускорения при центрифугировании
 Fig. 8. Dependence of the average length of graphene plates on centrifugal acceleration during centrifugation

ней длины графеновых пластин от центробежного ускорения (м/с^2) при центрифугировании, построенная по данным работы [7].

Пока мы не нашли объяснения резкого уменьшения средней длины пластин при увеличении центробежного ускорения с 1000 до 4400 м/с^2 . В работе [19] представлены данные влияния скорости центрифугирования на латеральные размеры графеновых пластин и их толщину (число графеновых слоев). Графитовые хлопья обрабатывали ультразвуком в N-метилпирролидоне (NMP) с последующим центрифугированием в течение 45 минут с разными скоростями. Супернатант отделяли от осадка путем удаления верхних 80% дисперсии пипеткой. На рис. 9 результаты определения длины (левая диаграмма) и числа графеновых слоев частиц после центрифугирования с частотой вращения ротора 500 об/мин.

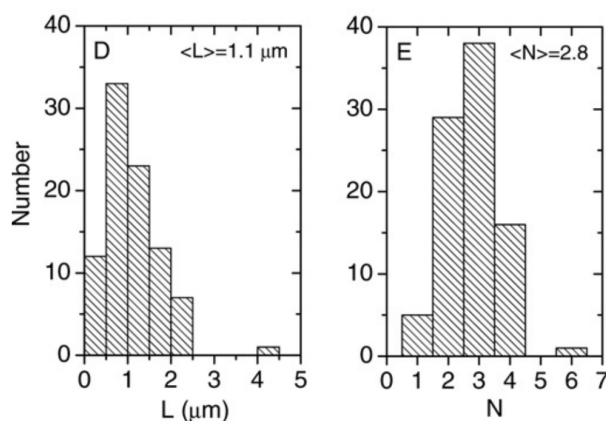


Рис. 9. Гистограммы распределения графеновых пластин по длине (L) и числу графеновых слоев (N) [19]
 Fig. 9. Histograms of the distribution of graphene plates along the length (L) and the number of graphene layers (N)

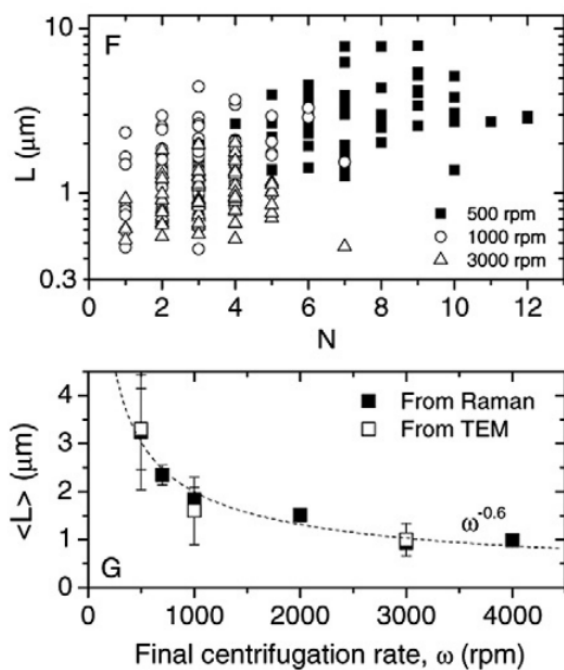


Рис. 10. Индивидуальная длина графеновых пластин и число слоев пластин для дисперсии с частотой центрифугирования 500, 1000 и 3000 об/мин (верхний график), зависимость средней длины от частоты центрифугирования [19]
 Fig. 10. Individual length of graphene plates and the number of layers of plates for dispersion with a centrifugation frequency of 500, 1000, and 3000 rpm (upper graph), the dependence of the average length on the centrifugation frequency

На диаграммах видно, что после центрифугирования с частотой 500 об/мин в течении 45 минут, в супернатанте практически нет графеновых пластин с длиной больше 5 мкм и числом слоев больше 6. Для более детального анализа влияния частоты центрифугирования на размер частиц были получены образцы суспензий с достаточно узкими диапазонами длины частиц. Этот результат был достигнут последовательным центрифугированием при уменьшающихся частотах вращения ротора центрифуги. первый раз исходную суспензию центрифугировали с частотой 4000 об/мин.

В супернатанте остались графеновые пластины с самыми маленькими размерами. Осадок повторно диспергировался в 16 мл NMP обработкой ультразвуком в ванне в течение 15 мин. Затем суспензию центрифугировали при 3000 об/мин, супернатант отбирали, а осадок снова диспергировали в 16 мл NMP. Эту процедуру повторяли еще четыре раза, центрифугируя повторно диспергированный осадок при 2000, 1000, 700 и 500 об/мин, каждый раз собирая супернатант. Каждый из полученных образцов анализировали методом абсорбционной спектроскопии для измерения концентрации графеновых пластин. В дополнение супернатанты фильтровали под вакуумом с образованием тонких пленок, которые были проанализированы рамановской спектроскопией. Для трех супернатантов (3000, 1000 и 500 об/мин) с помощью ТЕМ были измерены длины пластин и определено число графеновых слоев. Результаты измерений представлены на рис. 10. На верхнем рисунке представлены данные при частотах центрифугирования 500, 1000 и 3000 об/мин. Подавляющее число частиц в образце после центрифугирования при 500 об/мин имеют длину от 1 до 7 мкм. После центрифугирования с частотой 1000 об/мин длина частиц изменяется от 0,4 до 3 мкм, с частотой 3000 об/мин – от 0,4 до 2 мкм.

На нижнем графике показана зависимость средней длины частиц от скорости центрифугирования. Средние значения длины $\langle L \rangle$, равны 3,3, 1,6 и 0,94 мкм для образцов при частотах центрифугирования 500, 1000 и 3000 об/мин соответственно. Авторы работы [19] отмечают, что представленные данные являются ориентировочными, поскольку выборку из 50-100 частиц нельзя считать представительной. Следует отметить, что в одном миллилитре суспензии находится от 10^5 частиц [9].

Размер графеновых пластин после центрифугирования зависит не только от центробежного ускорения и времени центрифугирования, но от свойств дисперсионной среды [20–22].

Выводы

Проведенный анализ формы и размеров частиц исходного графита и графеновых пластин полученных жидкофазной эксфолиацией графита позволяет сделать следующие основные выводы:

1. Форма частиц исходного графита достаточно хорошо описывается эллипсоидом с отношением полуосей по трем взаимно перпендикулярным осям (длина/ширина/толщина) 1/2/20.
2. Форму графеновых пластин можно описывать эллипсом с отношением длины к ширине 1,5–2,5.
3. После центрифугирования суспензии при центробежных ускорениях 270 м/с^2 в течении 45 минут, средняя длина нанопластин порядка 1 мкм, а число графеновых слоев не превышает 10.
4. При увеличении центробежных ускорений при центрифугировании в течении 45 минут с 270 до 2700 м/с^2 длина графеновых пластин уменьшается с 1 мкм до 0,2 мкм, а максимальное число графеновых слоев с 10 до 3.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

- [1] Novoselov K.S., Geim A.K., Morozov S.V., Jiang D., Zhang Y., Dubonos S.V., Grigorieva I.V., Firsov A.A. Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films // Science 2004. 306. Pp. 66–669. DOI: 10.1126/science.1102896
- [2] Alan P. Kauling, Andressa T. Seefeldt, Diego P. Pisoni, Roshini C. Pradeep, Ricardo Bentini, Ricardo V.B. Oliveira, Novoselov K.S., Antonio H. Castro Neto. The Worldwide Graphene Flake Production // Adv. Mater. 2018. DOI: 10.1002/adma.2018037841803784
- [3] Stankovich S., Dikin D.A., Piner R.D., Kohlhaas K.A., Kleinhammes A., Jia Y., Wu Y., Nguyen S.T., Ruoff R.S. Synthesis of Graphene-Based Nanosheets via Chemical Reduction of Exfoliated Graphite Oxide // Carbon 2007 45 7. Pp. 1558–1565. DOI: 10.1016/j.carbon.2007.02.034

- [4] **Hernandez Y., Nicolosi V., Lotya M., Blighe F.M., Sun Z., De S., McGovern I.T., Holland B., Byrne M., Gun'Ko Y.K., Boland J.J., Niraj P., Duesberg G., Krishnamurthy S., Goodhue R., Hutchison J., Scardaci V., Ferrari A.C., Coleman J.N.** High-Yield Production of Grapheme by Liquid-Phase Exfoliation of Graphite // *Nat. Nano* 2008 3 9. Pp. 563–568. DOI: 10.1038/nnano.2008.215
- [5] **Chen X., Dobson J.F., Raston C.L.** Vortex fluidic exfoliation of graphite and boron nitride // *Chem. Commun.* 2012 48. Pp. 3703–3705. DOI:10.1039/cc17611d
- [6] **Paton K.R., Varrla E., Backes C., Smith R.J., Khan U., O'Neill A., Boland C., Lotya M., Istrate O.M., King P. et al.** Scalable production of large quantities of defect-free few-layer graphene by shear exfoliation in liquids // *Nat. Mater.* 2014 13. Pp. 624–630. DOI: 10.1038/nmat3944
- [7] **Першин В.Ф., Аль-Шиблави К.А.Х., Аль-Машхадани А.М.Р., Артемов В. Н., Воробьев А.М., Киселев С.А., Мелехин Д.Д., Меметов Н.Р., Осипов А. А., Пасько А.А., Ткачев А.Г.** Способ получения графеносодержащих суспензий и устройство для его реализации. Пат. 2 720 684 Российская Федерация, МПК C01B 32/186, B82Y 40/00, B02C 19/20.; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВО "ТГТУ" № 2019101764; заявл. 13.03.2019; опубли. 12.05.2020. Бюл. № 14. 14 с.: ил.
- [8] **Juan Amaro-Gahete, Almudena Benítez, Rocío Otero, Dolores Esquivel, César Jiménez-Sanchidrián, Julián Morales, Álvaro Caballero, Francisco J. Romero-Salguero.** A Comparative Study of Particle Size Distribution of Graphene Nanosheets Synthesized by an Ultrasound-Assisted Method // *Nanomaterials* 2019 9. P. 152. DOI: 10.3390/nano9020152
- [9] **Hui Zhang, Dongting Wu, Tao Luan, Guangchun Xiao, Wei Zhao.** Effects of Graphite Particle Size on Microstructure and Properties of In-situ Ti-V Carbides Reinforced Fe-based Laser Cladding Layer // *Int. J. Electrochem. Sci.* 2019 14. Pp. 2208–2215. DOI: 10.20964/2019.03.60
- [10] **Юдина Т.Ф., Блиничев В.Н., Братков И.В., Гущина Т.В., Мельников А.Г.** Исследование процесса сфероидизации природных графитов // *Изв. вузов. Химия и хим. технология.* 2018. 61. С. 48–52.
- [11] **Xing Wang, Guo-Sheng Gai, Yu-Fen Yang, Wan-Ci Shen.** Preparation of natural microcrystalline graphite with high sphericity and narrow size distribution // *Powder Technology* 2008. 181. Pp. 51–56. DOI:10.1016/j.powtec.2007.06.025
- [12] **Маслов В.А., Трофимова Л.А., Дан Л.А.** Особенности морфологии графитовых частиц дисперсных железографитовых отходов // *Вісник приазовського державного технічного університету* 2011. 2 С. 127–131.
- [13] **Li-Shang Lin, Wei Bin-Tay, Zabeada Aslam, A.V.K. Westwood, R. Brydson.** Determination of the lateral size and thickness of solutionprocessed graphene flakes / *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series* 2017 902. DOI: 10.1088/1742-6596/902/1/012026
- [14] **Elisa Hellen Segundo, Luis Cesar Fontana, Abel A.C. Recco, Juliano Sadi Scholtz, Marco Aurelio Nespolo Vomstein, Daniela Becker.** Graphene nanosheets obtained through graphite powder exfoliation in pulsed underwater electrical discharge // *Materials Chemistry and Physics* 2018 217. Pp. 1–4. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2018.06.036
- [15] **Mustafa Lotya, Aliaksandra Rakovich, John F. Donegan, Jonathan N. Coleman.** Measuring the lateral size of liquid-exfoliated nanosheets with dynamic light scattering // *Nanotechnology* 2013 24 265703. DOI: 10.1088/0957-4484/24/26/265703
- [16] **Umar Khan, Arlene O'Neill, Harshit Porwal, Peter May, Khalid Nawaz, Jonathan N. Coleman.** Size selection of dispersed, exfoliated graphene flakes by controlled centrifugation // *CARBON* 2012 50. Pp. 470–475. DOI: 10.1016/j.carbon.2011.09.001
- [17] **Shuai Wang, Min Yi, Zhigang Shen.** The effect of surfactants and their concentration on the liquid exfoliation of graphene // *RSC Adv* 2016 6. Pp. 56705–56710. DOI: 10.1039/C6RA10933K
- [18] **Hou D., Liu Q., Wang X., Qiao Z., Wu Y., Xu B., Ding S.** Urea-assisted liquid-phase exfoliation of natural graphite into few-layer graphene // *Chem. Phys. Lett.* 2018. Pp. 1–14. DOI: 10.1016/j.cplett.2018.04.019

[19] Saiful Badri M.A., Salleh M.M., Md Noor N.F., Rahman M.Y.A., Umar A.A. Green synthesis of few-layered graphene from aqueous processed graphite exfoliation for graphene thin film preparation // Mater. Chem. Phys. 2017. Pp. 212–219. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2017.02.029

[20] Claudia Backes, Beata M Szydłowska, Andrew Harvey, Shengjun Yuan, Victor VegaMayoral, Ben R. Davies, Pei-liang Zhao, Damien Hanlon, Elton Santos, Mikhail I. Katsnelson, Werner Josef Blau, Christoph Gadermaier, Jonathan N. Coleman. Production of Highly Monolayer Enriched Dispersions of Liquid Exfoliated Nanosheets by Liquid Cascade Centrifugation // ACS Nano, Just Accepted Manuscript 2016. DOI.org/10.1021/acsnano.5b07228

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

АЛЬ-МАШХАДАНИ Али Мохаммед – аспирант, Тамбовский государственный технический университет, без степени.

E-mail: ali20082001m@gmail.com

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7918-8207>

ПЕРШИН Владимир Федорович – профессор, Тамбовский государственный технический университет, д-р техн. наук.

E-mail: pershin.home@mail.ru

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0213-9001>

REFERENCES

[1] K.S. Novoselov, A.K. Geim, S.V. Morozov, D. Jiang, Y. Zhang, S.V. Dubonos, I.V. Grigorieva, A.A. Firsov, Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films // Science 2004. 306 Pp. 666–669. DOI: 10.1126/science.1102896

[2] Alan P. Kauling, Andressa T. Seefeldt, Diego P. Pisoni, Roshini C. Pradeep, Ricardo Bentini, Ricardo V. B. Oliveira, K.S. Novoselov, Antonio H. Castro Neto, The Worldwide Graphene Flake Production // Adv. Mater. 2018. DOI: 10.1002/adma.2018037841803784

[3] S. Stankovich, D.A. Dikin, R.D. Piner, K.A. Kohlhaas, A. Kleinhammes, Y. Jia, Y. Wu, S.T. Nguyen, R.S. Ruoff, Synthesis of Graphene-Based Nanosheets via Chemical Reduction of Exfoliated Graphite Oxide // Carbon 2007 45 7. Pp. 1558–1565. DOI: 10.1016/j.carbon.2007.02.034

[4] Y. Hernandez, V. Nicolosi, M. Lotya, F.M. Blighe, Z. Sun, S. De, I.T. McGovern, B. Holland, M. Byrne, Y.K. Gun'ko, J.J. Boland, P. Niraj, G. Duesberg, S. Krishnamurthy, R. Goodhue, J. Hutchison, V. Scardaci, A.C. Ferrari, J.N. Coleman, High-Yield Production of Graphene by Liquid-Phase Exfoliation of Graphite // Nat. Nano 2008 3 9. Pp. 563–568. DOI: 10.1038/nnano.2008.215

[5] X. Chen, J.F. Dobson, C.L. Raston, Vortex fluidic exfoliation of graphite and boron nitride // Chem. Commun. 2012 48. Pp. 3703–3705. DOI: 10.1039/cc17611d

[6] K.R. Paton, E. Varrla, C. Backes, R.J. Smith, U. Khan, A. O'Neill, C. Boland, M. Lotya, O.M. Istrate, P. King et al., Scalable production of large quantities of defect-free few-layer graphene by shear exfoliation in liquids // Nat. Mater. 2014 13. Pp. 624–630. DOI: 10.1038/nmat3944

[7] V.F. Pershin, K.A.Kh. Al-Shiblavi, A.M.R. Al-Mashkhadani, V.N. Artemov, A.M. Vorobyev, S.A. Kiselev, D.D. Melekhin, N.R. Memetov, A.A. Osipov, A.A. Pasko, A.G. Tkachev, Sposob polucheniya grafenosoderzhashchikh suspenziy i ustroystvo dlya yego realizatsii. Pat. 2 720 684 Rossiyskaya Federatsiya, MPK C01B

32/186, B82Y 40/00, B02C 19/20.; zayavitel i patentoobladatel FGBOU VO "TGTU" № 2019101764; zayavl. 13.03.2019; opubl. 12.05.2020 Byul. № 14. 14 s.: il.

[8] **Juan Amaro-Gahete, Almudena Benítez, Rocío Otero, Dolores Esquivel, César Jiménez-Sanchidrián, Julián Morales, Álvaro Caballero, Francisco J. Romero-Salguero**, A Comparative Study of Particle Size Distribution of Graphene Nanosheets Synthesized by an Ultrasound-Assisted Method // *Nanomaterials* 2019 9. Pp. 152. DOI: 10.3390/nano9020152

[9] **Hui Zhang, Dongting Wu, Tao Luan, Guangchun Xiao, Wei Zhao**, Effects of Graphite Particle Size on Microstructure, Properties of In-situ Ti-V Carbides Reinforced Fe-based Laser Cladding Layer // *Int. J. Electrochem. Sci.* 2019 14. Pp. 2208 – 2215. DOI: 10.20964/2019.03.60

[10] **T.F. Yudina, V.N. Blinichev, I.V. Bratkov, T.V. Gushchina, A.G. Melnikov**, Issledovaniye protsessa sferoidizatsii prirodnykh grafitov // *Izv. vuzov. Khimiya i khim. tekhnologiya.* 2018. 61. C. 48–52.

[11] **Xing Wang, Guo-Sheng Gai, Yu-Fen Yang, Wan-Ci Shen**, Preparation of natural microcrystalline graphite with high sphericity and narrow size distribution // *Powder Technology* 2008. 181. Pp. 51–56. DOI: 10.1016/j.powtec.2007.06.025

[12] **V.A. Maslov, L.A. Trofimova, L.A. Dan**, Osobennosti morfologii grafitovykh chastits dispersnykh zhelezografityvykh otkhodov // *Visnik priazovskogo derzhavnogo tekhnichnogo universitetu* 2011. 2. C. 127–131.

[13] **Li-Shang Lin, Wei Bin-Tay, Zabeada Aslam, A.V.K. Westwood, R. Brydson**, Determination of the lateral size and thickness of solutionprocessed graphene flakes / *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series* 2017 902. DOI: 10.1088/1742-6596/902/1/012026

[14] **Elisa Hellen Segundo, Luis Cesar Fontana, Abel A.C. Recco, Juliano Sadi Scholtz, Marco Aurelio Nespolo Vomstein, Daniela Becker**, Graphene nanosheets obtained through graphite powder exfoliation in pulsed underwater electrical discharge // *Materials Chemistry and Physics* 2018 217. Pp. 1–4. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2018.06.036

[15] **Mustafa Lotya, Aliaksandra Rakovich, John F. Donegan, Jonathan N. Coleman**, Measuring the lateral size of liquid-exfoliated nanosheets with dynamic light scattering // *Nanotechnology* 2013 24 265703. DOI:10.1088/0957-4484/24/26/265703

[16] **Umar Khan, Arlene O'Neill, Harshit Porwal, Peter May, Khalid Nawaz, Jonathan N. Coleman**, Size selection of dispersed, exfoliated graphene flakes by controlled centrifugation // *CARBON* 2012 50. Pp. 470–475. DOI: 10.1016/j.carbon.2011.09.001

[17] **Shuai Wang, Min Yi and Zhigang Shen**, The effect of surfactants and their concentration on the liquid exfoliation of graphene // *RSC Adv* 2016 6. Pp. 56705–56710. DOI: 10.1039/C6RA10933K

[18] **D. Hou, Q. Liu, X. Wang, Z. Qiao, Y. Wu, B. Xu, S. Ding**, Urea-assisted liquid-phase exfoliation of natural graphite into few-layer graphene // *Chem. Phys. Lett.* 2018. Pp. 1–14. DOI: 10.1016/j.cplett.2018.04.019

[19] **M.A. Saiful Badri, M.M. Salleh, N.F. Md Noor, M.Y.A. Rahman, A.A. Umar**, Green synthesis of few-layered graphene from aqueous processed graphite exfoliation for graphene thin film preparation // *Mater. Chem. Phys.* 2017. Pp. 212–219. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2017.02.029

[20] **Claudia Backes, Beata M Szydłowska, Andrew Harvey, Shengjun Yuan, Victor VegaMayoral, Ben R. Davies, Pei-liang Zhao, Damien Hanlon, Elton Santos, Mikhail I. Katsnelson, Werner Josef Blau, Christoph Gadermaier, Jonathan N. Coleman**, Production of Highly Monolayer Enriched Dispersions of Liquid Exfoliated Nanosheets by Liquid Cascade Centrifugation // *ACS Nano*, Just Accepted Manuscript 2016. DOI.org/10.1021/acsnano.5b07228

THE AUTHORS

AL-MASHHADANI Ali M. – *Tambov State Technical University.*

E-mail: ali20082001m@gmail.com

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7918-8207>

PERSHIN Vladimir F. – *Tambov State Technical University.*

E-mail: pershin.home@mail.ru

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0213-9001>

Статья поступила в редакцию 30.08.2021; одобрена после рецензирования 15.11.2021; принята к публикации 06.12.2021.

The article was submitted 30.08.2021; approved after reviewing 15.11.2021; accepted for publication 06.12.2021.