

1. Cel badań/Hipoteza/Plan badań

W ogólnym zarysie projekt zmierza do ustalenia podstaw teoretycznych i eksperymentalnych metody 3D strukturyzacji płatków grafenowych (G) otrzymanych wcześniej na drodze elektrochemicznej eksfoliacji wysokiej czystości grafitu. **Poznanie podstaw teoretycznych i eksperymentalnych 3D strukturyzacji grafenu otwiera nowe pola zastosowań jako adsorbentów, katalizatorów oraz materiałów elektrodowych w nowoczesnych źródłach prądu (ogniwa paliwowe i baterie).**

Stosowana będzie eksfoliacja anodowa i katodowa z wykorzystaniem zróżnicowanych roztworów elektrolitów na bazie wody. Nowym mało poznanym elementem będzie badanie właściwości chemicznych eksfoliowanego G w powiązaniu z dodatkami do elektrolitu substancji odszczepiających:

- anion (eksfoliacja anodowa), który po elektrodowym utlenieniu będzie reagował z eksfoliowanym G generując szereg produktów w postaci grup funkcyjnych o różnym charakterze i przyłączonych do eksfoliowanych płatków; w pierwszej kolejności badane będą dodatki w postaci związków organicznych (kwasy karboksylowe, aminokwasy) oraz nieorganicznych (siarczanów, wodorotlenków, fosforanów, azotanów Na i/lub K),
- kation (eksfoliacja katodowa), który po elektrodowej redukcji będzie generował zmiany chemiczne eksfoliowanego grafenu w postaci pochodnych kationów metali (nano-sized) oraz grup funkcyjnych o różnym charakterze i przyłączonych do eksfoliowanych płatków; w pierwszej kolejności badane będą dodatki w postaci związków organicznych (fenole, aminy, aminokwasy) oraz nieorganicznych (chlorki/octany/azotany La, Mn, Ti, Ce lub kationy tych metali w postaci skompleksowanej).

Proces elektro-eksfoliacji będzie wspomagany obecnością anionowych/kationowych/niejonowych środków powierzchniowo czynnych. Na tym etapie wprowadzany będzie separator/templat trwale rozdzielający separowane płytki G. Stosowane będzie dodawanie proszków nierozpuszczalnych w wodzie o średnicach nanometrycznych, jak również *in situ* strącanie nano-ziaren separatora/templatu krystalizującego w miarę usuwania wody. Badana będzie możliwość wykorzystania grup funkcyjnych powstałych w czasie anodowej i katodowej eksfoliacji G do utrwalenia 3D struktury G (wraz z wprowadzonym separatorem/templatem) na drodze reakcji tych grup funkcyjnych z dwufunkcyjnymi reagentami sieciującym np. dialkohole, diaminy, aminokwasy, polialkohol winylowy, chitozan itp.). W przypadku braku spodziewanego utrwalenia 3D struktury metodą sieciowania chemicznego, zastosowana zostanie zweryfikowana eksperymentalnie metoda fizycznego utrwalenia struktury (dodatek dyspergowanych w wodzie polimerów – np. polioctan winylu lub mieszalnych z wodą, zdolnych do polimeryzacji monomerów – np. alkohol furfurylowy). Finalnym etapem procedury 3D strukturyzacji G będzie usunięcie separatora/templatu przez działanie wodą i/lub kwasami np. HCl. Ostatni etap otworzy pory w otrzymanym materiale nadając mu typowe cechy adsorbentu/katalizatora o rozwiniętym polu powierzchni (oczekiwana wartość powyżej 500 m²/g) oraz strukturze porowatej w zakresie mezoporów (oczekiwane średnice porów 10-50 nm). W celach porównawczych planuje się przeprowadzenie szeregu eksperymentów z eksfoliacją płytek G z grafitu w obecności dipolarnych rozpuszczalników aprotycznych.

Na każdym etapie badań wykorzystywany będzie szeroki wachlarz metod instrumentalnych do charakteryzacji właściwości otrzymywanych materiałów na bazie G. Zamierza się przeprowadzić badania:

- struktury fizycznej (specyficzne pole powierzchni, rozkład porów metodami adsorpcyjnymi; XRD, HRTEM i XPS w celu zbadania substancji krystalicznych obecnych w uzyskanych materiałach),
- chemicznej budowy powierzchni (FT-IR, TPD-TPR, DTA-DTG-TG, SEM-EDX, HRTEM-EELS, XPS, spektroskopia Ramana),
- aktywności katalitycznej i elektrodowej (technika mikroreaktorowa sprzężona z chromatografią gazową GC i spektrometrem mas MS oraz woltamperometria).