Закономерности расщепления графита в плазменно-электролитных процессах получения графеновых частиц

А. М. Борисов[a,b,c,*], М. А. Волосова[a], Е. А. Воробьева[b], В. А. Гапонов[a], В. Б. Людин[a], А. П. Митрофанов[a], М. А. Овчинников[b], Н. С. Попов[a], И. В. Суминов[a]

[a]*Московский государственный технологический университет «СТАНКИН», г. Москва, 127055, Россия*
[b]*Научно-исследовательский институт ядерной физики имени Д.В. Скобельцына МГУ имени М.В. Ломоносова, г. Москва, 119991, Россия*
[c]*Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет), г. Москва, 125993, Россия*
[*]*e-mail: anatoly_borisov@mail.ru*

Поступила в редакцию 29.10.2025
После доработки 11.01.2026
Принята к публикации 11.01.2026

Изучены возможности технологии и оборудования плазменно-электролитной обработки для получения электролитов-суспензий с графеновыми частицами путем расщепления графитовых электродов. Установлены закономерности расщепления графита в анодно-катодных процессах плазменно-электролитной обработки. Найдено, что электрические режимы технологического знакопеременного источника тока позволяют путем плазменно-химического расщепления графитов получать электролиты-суспензии с графеновыми частицами с различной степенью дефектности: от многослойных графеновых частиц (катодный импульсный режим) до частиц оксида графена с различной степенью функционализации (анодный и промежуточные режимы). Установлено, что плазменно-электролитное воздействие на высокотекстурированный пиролитический графит приводит в отличие от полигранулярного графита к более чем десятикратному распуханию электрода. Показано, что плазменно-электролитная обработка синтетических графитов проявляет высокую эффективность получения электролитов-суспензий с графеновыми частицами.

Ключевые слова: графен, оксид графена, графит, плазменно-электролитная обработка, суспензия, оптическая микроскопия, растровая электронная микроскопия, спектроскопия комбинационного рассеяния света

УДК 620.197:621.794
https://doi.org/10.52577/eom.2025.61.6.01

ВВЕДЕНИЕ

Эффективным методом синтеза наноструктурных композитных покрытий является метод плазменно-электролитной обработки (ПЭО), позволяющий получать покрытия и модифицированные поверхностные слои металлов толщиной до сотен микрометров с разнообразной структурой и с широким спектром функциональных свойств [1–4]. Изменяя состав электролита различными добавками, можно придать поверхностному слою характеристики, присущие добавленному компоненту. Графен с его рекордными механическими и физическими свойствами дал возможность получения новых наноструктурных композитных материалов [5–7] и покрытий [8–12]. В [8] исследовали влияние добавки графена на коррозионную стойкость ПЭО-покрытия магниевого сплава AZ91. Найдено, что графен в ПЭО-покрытии уменьшил количество и размер микропор и трещин, а также увеличил микротвердость и улучшил коррозионную стойкость. В [10] методом ПЭО в силикатно-гипофосфитном электролите с добавкой оксида графена на титановом сплаве Ti_6Al_4V синтезированы покрытия толщиной от 40 до 50 мкм. Найдено, что добавление оксида графена 0,5 г/л в базовый силикатный гипофосфитный электролит приводит к снижению скорости изнашивания более чем в 1,5 раза. Это происходит из-за образования смазочного трибослоя в паре трения. Расслоение покрытий при изнашивании происходит вследствие контактной усталости. При добавке оксида графена в электролит этот процесс замедляется более чем в 4 раза. В [9] показано, что ПЭО-покрытие на сплаве Д16Т, полученное в электролите с добавкой графена, имеет более плоскую, плотную и компактную морфологию поверхности и лучшие физические характеристики с более высокой твердостью и толщиной по сравнению с ПЭО-покрытием, полученным в электролите без графена. В [11] ПЭО алюминиевого сплава Д16 проводили в слабощелочных

электролитах КОН 2 г/л и Na_2SiO_3 9 г/л без добавок и с добавлением порошка графена 0,5 г/л или суспензии оксида графена 0,5 г/л. После ПЭО в анодно-катодном режиме при соотношении анодного и катодного токов 1:1, средней плотности тока 10 А/дм^2 и продолжительности обработки 180 мин скорость абразивного износа с добавкой графеновых частиц (ГЧ) стала на 40% ниже скорости износа образцов при ПЭО без добавок. ПЭО с оксидом графена приводило к 30%-му увеличению абразивной стойкости. В [12] исследовано влияние ГЧ на основные характеристики ПЭО-покрытий на сплаве Д16. Установлено, что ГЧ с концентрацией 0,25–1 г/л в силикатно-щелочных электролитах интенсифицируют микроплазменные процессы с увеличением толщины покрытия до 2 раз. Одновременно с этим участие частиц графена в процессе формирования покрытий приводит к увеличению содержания в них корунда и, как следствие, почти к двукратному его росту. Показано также, что при включении ГЧ в состав покрытия обнаруживается значительное их влияние на триботехнические характеристики: в два раза снижаются коэффициент трения и интенсивность изнашивания.

Для добавок ГЧ в электролит применяют порошки или суспензии оксида графена разных производителей. Вместе с тем суспензия ГЧ для ПЭО может быть получена на том же оборудовании ПЭО путем плазменно-электролитного расщепления графитовых электродов. Такие работы начаты на оборудовании ПЭО МГТУ «Станкин» в [13]. Плазменно-электролитное расщепление графита обладает рядом преимуществ синтеза углеродных наноструктур: экологичность (использование нейтральных слабощелочных растворов в отличие от всех химических методов, применяющих концентрированные кислоты), одностадийность, простота очистки синтезируемого материала, возможность получения как практически неокисленных и бездефектных графеновых частиц, так и структур с высоким содержанием кислородсодержащих функциональных групп [13–17]. На поверхности погруженного в электролит графитового электрода при напряжениях несколько сотен вольт возникают электрические разряды, приводящие к расщеплению графита с образованием графитовых нано- и микрочастиц. Чередование катодных импульсов напряжения, приводящих к образованию электролитной плазмы и разрушению графитового электрода, с анодными импульсами, обеспечивающими функционализацию его поверхности, является эффективным методом синтеза структур графеновых наночастиц. При этом варьирование амплитуды, длительности и соотношения импульсов совместно с использованием электролитов различного состава позволяет получать графеноподобные структуры с различной степенью функционализации. Такие возможности предоставляют технологические источники тока, разработанные для микродугового оксидирования металлов и получения керамикоподобных нанокомпозитных покрытий [2]. В настоящей работе закономерности расщепления графита в плазменно-электролитных процессах синтеза графеновых частиц и возможности получения электролитов-суспензий для последующего использования в технологии ПЭО металлов изучали на разработанном в МГТУ «Станкин» оборудовании ПЭО.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

На установке плазменно-электролитной обработки МГТУ «Станкин» для формирования защитных керамикоподобных покрытий на поверхности широкого класса вентильных сплавов используются тиристорно-конденсаторные источники технологичного тока, упрощенная схема одного их них приведена на рис. 1 [2]. Балластный конденсатор С2 обеспечивает анодный и катодный импульсы напряжения с равными средними анодными и катодными токами. На эти импульсы могут накладываться, соответственно, анодный (формируемый плечом С1, VS1, VS2) и катодный (формируемый плечом С3, VS3, VS4) дополнительные импульсы напряжения. Схема управления СУ включением тиристоров обеспечивает формирование крутых передних и задних фронтов анодных и катодных импульсов напряжения, а также изменение соотношения катодного и анодного токов через обрабатываемый электрод.

В работе использовали несколько электрических режимов ПЭО с эпюрами подаваемого на графитовый электрод напряжения, приведенными на рис. 2.

В качестве погружаемого в электролит образца использовали пластины из синтетических графитов: полигранулярного графита марки ЭЭПГ и высокотекстурированного пиролитического графита (ВТПГ) с размерами 7×25 мм толщиной 2–3 мм. Оценку кристаллической текстуры образцов проводили методом рентгеноструктурного анализа на дифрактометре ДРОН-4 в CuKα-излучении [18]. Измеряли интенсивность отражения в зависимости от угла поворота образца вокруг оси гониометра при фиксированном положении счетчика. Съемка текстурограммы в виде зависимости интенсивности отраженного рентгеновского излучения от

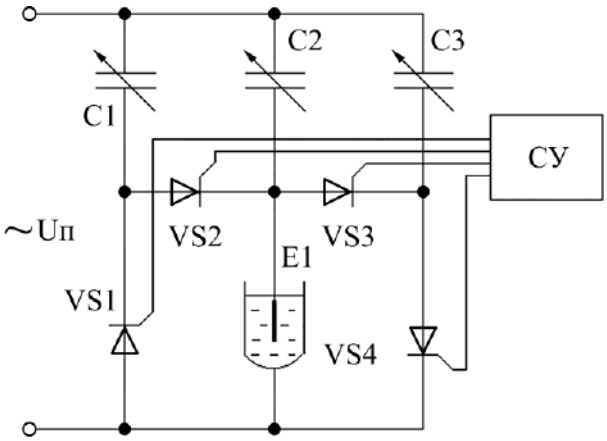


Рис. 1. Упрощенная схема тиристорно-конденсаторного технологического источника тока, подключенного к электролитной ванне с обрабатываемым электродом E1 [2].

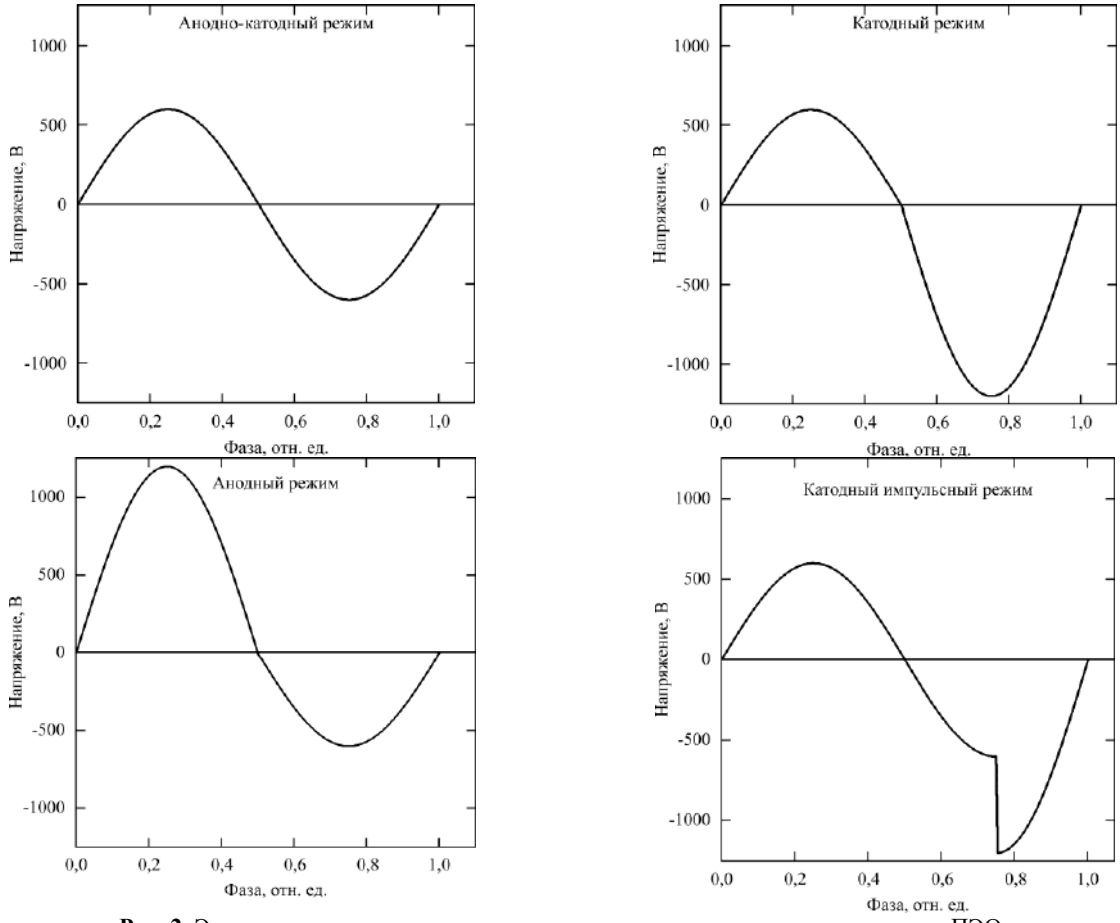


Рис. 2. Эпюры напряжения на электроде для различных электрических режимов ПЭО.

угла поворота относительно направления [001] показала следующее. Высокоориентированный пиролитический графит (УПВ-1Т) является наиболее близким к монокристаллу графита. Его мозаичная структура характеризуется осевой текстурой в направлении [001], нормальном к поверхности пластинок с разориентировкой базисных плоскостей кристаллитов не более 50′. Используемый в работе высокотекстурированный пиролитический графит менее упорядочен, чем УПВ-1Т, с разориентировкой базисных плоскостей около 3°. Соответственно, полигранулярные анизотропные графиты являются бестекстурными.

Из широкого набора слабощелочных электролитов для микродугового оксидирования металлов [2] с учетом опыта ПЭО углеродных материалов для получения оксидных защитных покрытий [19] использовали водный щелочной электролит с концентрацией КОН до 2 г/л.

Наряду с ПЭО в анодно-катодном режиме при соотношении анодного и катодного токов 1:1 со средней плотностью 10 А/дм^2 применяли асимметричные электрические режимы с доминированием либо анодного, либо катодного токов, с изменяемыми передними фронтами импульсов (рис. 2). Время ПЭО не превышало 40 мин.

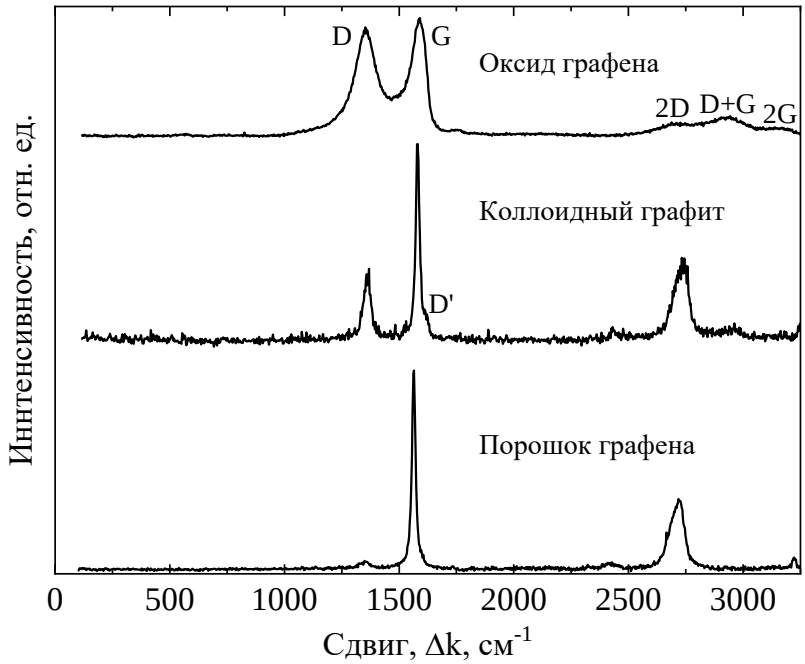


Рис. 3. Спектры КРС графеноподобных частиц.

Анализ полученной при ПЭО суспензии, а также воздействия ПЭО на графитовые электроды проводили методами оптической, растровой электронной микроскопии (РЭМ) и спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) с длиной волны лазера 473 нм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Расщепление графитовых образцов при ПЭО сопровождается образованием ярко светящихся микроплазменных разрядов на поверхности электрода, нагревом и испарением электролита. ПЭО приводит к значительному уменьшению прозрачности электролита, тем большему, чем больше потеря массы электрода. Подбор электрического режима ПЭО по получению наибольшей концентрации углеродных частиц в электролите проводили для графита ЭЭПГ. Оказалось, что наибольшая потеря массы электрода и наибольшее потемнение электролита происходили для катодного импульсного режима ПЭО. Оценка показывает, что за 40 мин обработки в таком режиме концентрация ГЧ в суспензии по потере массы графитового электрода достигает 0,55 г/л, что соизмеримо в практике ПЭО металлов в электролитах-суспензиях с графеновыми частицами [8–12].

Для исследования полученной при ПЭО суспензии методом КРС использовали высушенные осадки электролита на кремниевых подложках. Подложками служили пластины монокристаллического кремния марки КДБ-10. Осадки суспензии получали трехкратным окунанием кремниевых пластинок в электролит и последующим высушиванием на воздухе. Полученные спектры сравнивали со спектрами КРС графена, оксида графена [20, 21] и коллоидного графита (рис. 3). Их спектры содержат два основных пика первого порядка: пик G (графитовый пик) при смещении частоты $\Delta k \approx 1580$ см$^{-1}$ и пик D, обусловленный несовершенством кристаллической структуры при $\Delta k \approx 1350$ см$^{-1}$, а также соответствующие им пики второго порядка в области смещений 2100–3500 см$^{-1}$: 2D-пик (обертон D-пика), D+G (сумма обертонов D- и G-пиков) и 2G-пик (обертон G-пика) [22]. Доминирование G-пика по сравнению с 2D-пиком в спектрах КРС порошка графена указывает на его многослойную структуру. Функционализация графена приводит к разупорядочению его структуры, что является причиной возрастания интенсивности D-пика и уширению пиков в спектрах КРС.

Спектры КРС осадков частиц суспензии на кремниевой подложке после ПЭО графита ЭЭПГ для различных режимов ПЭО представлены на рис. 4. Их сравнение со спектрами для графена и оксида графена показывает, что путем изменения электрических режимов ПЭО можно получать суспензии с графеноподобными структурами с различной степенью дефектности: от многослойных графеновых наночастиц (катодный импульсный режим) до наночастиц оксида графена с различной степенью функционализации (остальные режимы).

Оптическая микроскопия на просвет капли электролита между предметным и покровными стеклами показывает наличие случайно распределенных по полю зрения микрочастиц округлой формы с поперечным размером до 5 мкм.

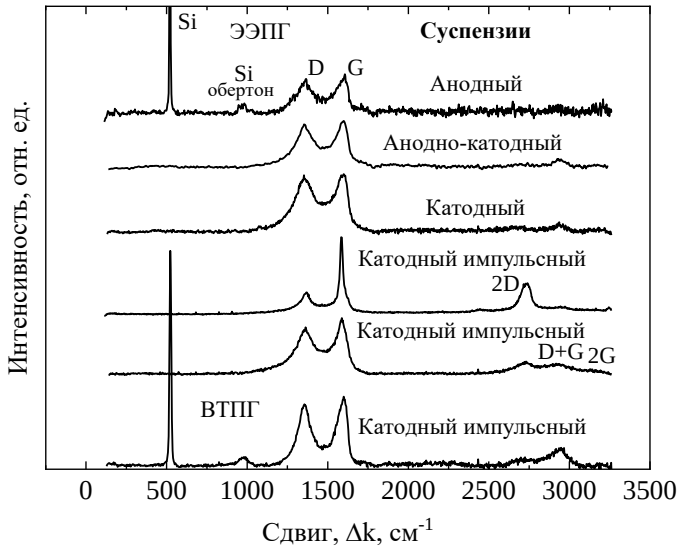


Рис. 4. Спектры КРС осадков частиц суспензий на кремниевой подложке после ПЭО графитов ЭЭПГ и ВТПГ для различных электрических режимов.

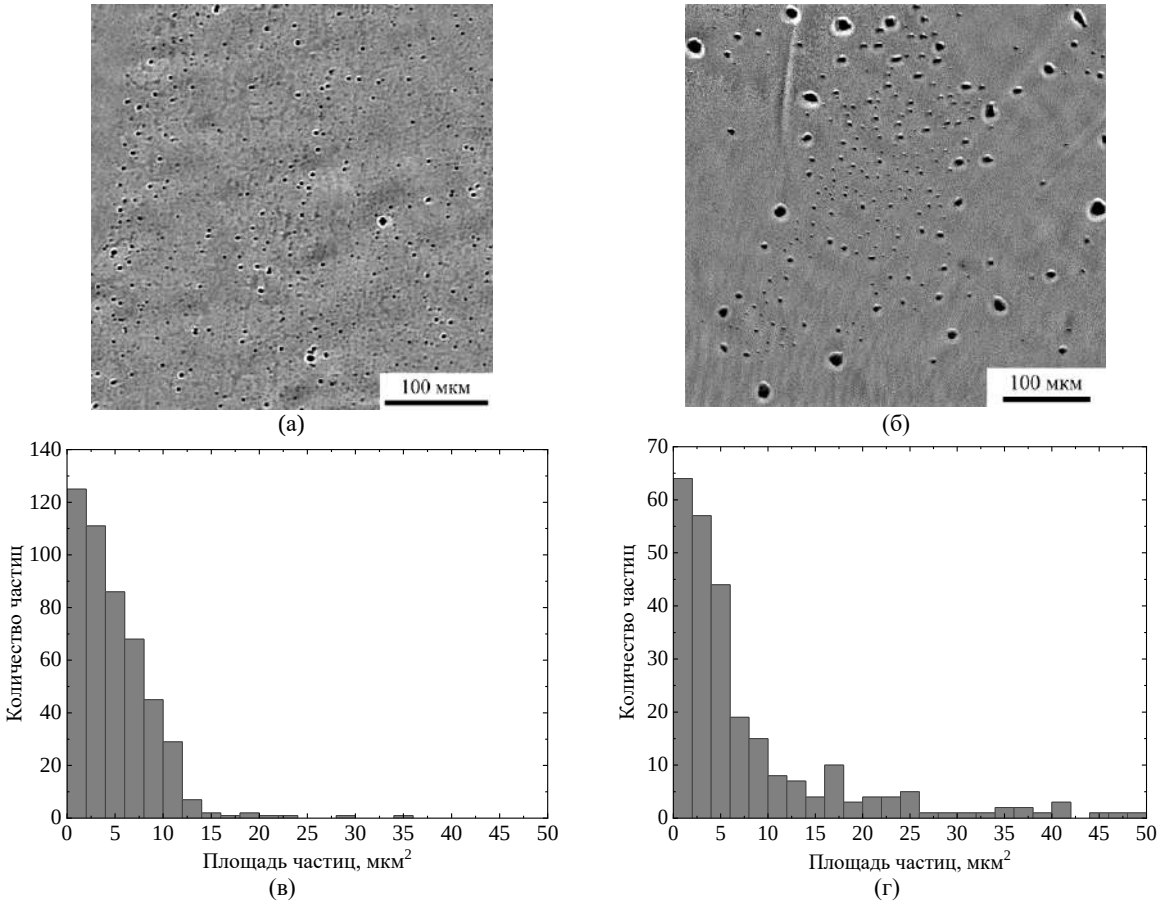


Рис. 5. Микрофотографии суспензий на просвет (а, б) и распределение частиц в суспензиях по сечению (в, г) после ПЭО ЭЭПГ (а, в) и ВТПГ (б, г) в импульсном катодном режиме длительностью 40 мин.

На рис. 5 наряду с микрофотографиями суспензий, полученных при ПЭО электродов из ЭЭПГ и ВТПГ в импульсном катодном режиме, приведены результаты их компьютерной обработки в виде распределения частиц по их площади. Видно, что подавляющее число частиц имеет поперченные размеры меньше 3 мкм. Причем разброс размеров частиц для ВТПГ несколько больше, чем графита ЭЭПГ.

Наибольшие различия ПЭО ВТПГ и ЭЭПГ проявились в воздействии ПЭО на электроды из этих графитовых материалов. На фото электрода после ПЭО ВТПГ видно, что его верхняя по отношению к подложке сторона при пиролитическом осаждении углерода вспучилась на величину, на порядок превышающую исходную толщину образца (рис. 6).

При этом нижняя сторона визуально осталась близкой к исходной. Такого эффекта макроско-

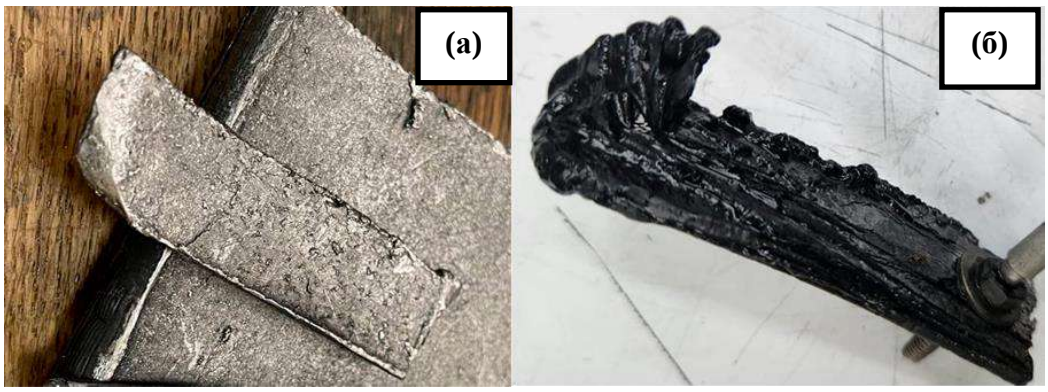
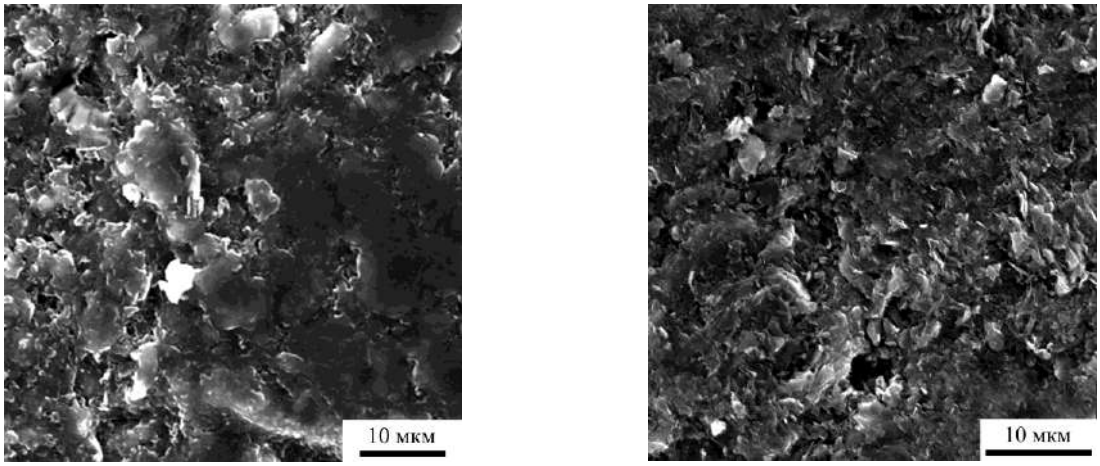


Рис. 6. Фото электрода из ВТПГ до (а) и после (б) ПЭО с длительностью 40 мин в импульсном катодном режиме.



(а) (б)

Рис. 7. РЭМ-изображение электрода из графита ЭЭПГ до (а) и после (б) ПЭО с длительностью 40 мин в импульсном катодном режиме.

пического вспучивания при ПЭО электрода, вырезанного из массивной заготовки графита ЭЭПГ, не происходит (рис. 7).

Обнаруженная анизотропия размерного изменения при ПЭО ВТПГ, очевидно, связана с различием микроструктуры верхней и нижней сторон ВТПГ, обусловленным процессом пиролитического осаждения углерода на подложку и ростом зерен графита в виде конусов [23, 24]. На РЭМ-изображениях поверхность верхней стороны ВТПГ близка к зеркальной (рис. 8). РЭМ вспученной после ПЭО части ВТПГ показывает расслоение в виде пластинок с размерами в десятки мкм, ориентированных перпендикулярно исходной плоскости образца. РЭМ нижней стороны ВТПГ показывает замысловатые узоры из ломаных и закрученных светлых линий, обусловленные, согласно РЭМ в режиме регистрации быстрых отраженных электронов (BSE), более тяжелыми, чем атомы углерода, интеркалированными атомами калия в графите из электролита. Увеличенное изображение показывает слоистую морфологию из графитовых вертикально стоящих микропластинок. Между пластинками наблюдаются субмикронные интеракалированные частицы калия.

Объяснение наблюдаемых закономерностей при плазменно-электролитном расщеплении графита представляет сложную задачу вследствие многообразия и сложности физико-химических процессов, протекающих на границе раздела, которую предстоит еще решить [14–17]. Это инжекция (интеркаляция) химически активных частиц, взрывное выделение газообразных продуктов электродных реакций, вскипание жидкости и образование парогазовой оболочки, ионизация газа в этой оболочке и создание вокруг электрода неравновесной низкотемпературной плазмы, а также наличие кавитационных, электрофлотационных и гидродинамических эффектов. Эти процессы в большей или меньшей степени участвуют в расщеплении графита в виде эрозии его поверхности, приводящей к образованию характерной ламеллярной структуры.

В основе любого электрохимического синтеза ГЧ лежит наложение на графитовый электрод анодного и/или катодного импульса амплитудой от 2–5 до 200–500 В (см., например, [14]). Воздействие условно делят на низковольтное (≤ 15 В) и высоковольтное (> 15 В). При низковольтном воздействии на границе раздела протекают преимущественно электродные реакции, а при высоковольтном к ним добавляется ряд энергоемких физических процессов. Считается, что отщепление от поверхности графита ГЧ

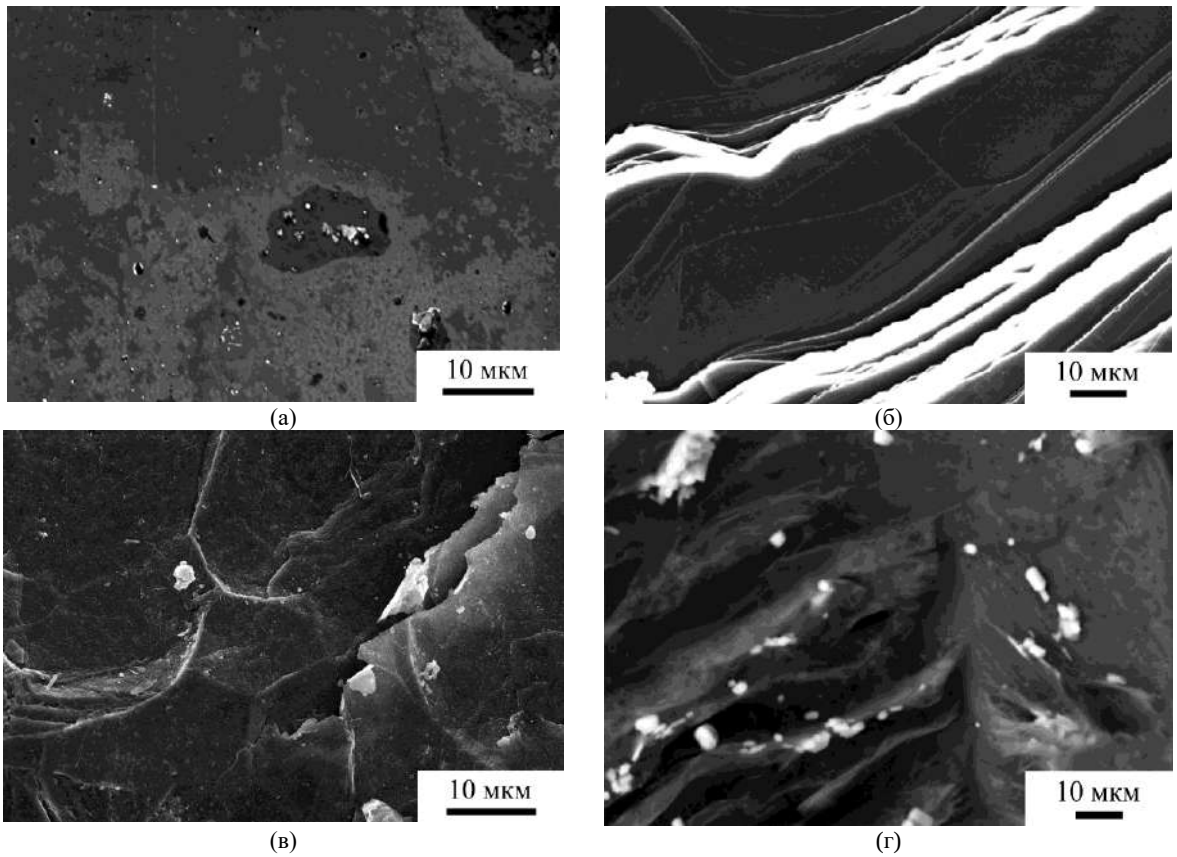


Рис. 8. РЭМ-изображения электрода из ВТПГ до (а, в) и после (б, г) ПЭО верхней (а, б) и нижней (в, г) сторон образца. Контраст РЭМ-изображений: (а–в) – во вторичных электронах; (г) – в отраженных электронах.

обусловлено в основном интеркаляцией ионов электролита в межплоскостное пространство с последующим образованием газообразных продуктов, вызывающих отщепление ГЧ от материкового графита. Из анализа в [14] процессов электрохимического синтеза ГЧ можно выделить закономерности, которые являются общими как для низковольтного электрохимического процесса, так и изучаемого высоковольтного плазменно-электролитного расщепления графита. В частности, при низковольтном электрохимическом расщеплении путем последовательного наложения катодного либо анодного потенциала и выбора соответствующей среды (кислой, нейтральной или щелочной) для проведения расщепления можно в широком диапазоне изменять количество кислородсодержащих функциональных групп в синтезируемых ГЧ. Кроме того, наиболее эффективно расщепление графитовых электродов происходит при использовании несимметричных знакопеременных импульсов. При этом катодные импульсы способствуют синтезу слабо функционализированных ГЧ. И, наконец, воздействие на высокоориентированный (высокотекстурированный) пиролитический графит сильно отличается от аналогичного воздействия на менее упорядоченные графитовые материалы, среди которых для синтеза ГЧ используют синтетический и природный графиты, мелкодисперсный графит, графитовую фольгу и даже карандашные стержни. В случае высокотекстурированных пиролитических графитов электрохимическое воздействие может приводить только к вспучиванию электрода без отшелушивания ГЧ. На их поверхности при этом образуются наностеночные структуры с графеноподобными частицами с близкой к ортогональной ориентацией по отношению к исходной поверхности электрода. В [14] отмечается также существенное различие низковольтного и высоковольтного плазмоэлектрохимического расщепления графита, состоящего в том, что синтез малослойных ГЧ происходит только в последнем случае, тогда как при расщеплении графита в низковольтном режиме получаются лишь многослойные углеродные частицы.

В целом ПЭО синтетических графитов показывает высокую эффективность получения электролитов-суспензий с графеновыми частицами. Интегрирование этого процесса в технологию ПЭО металлов позволит существенно расширить ее возможности по получению функциональных нанокомпозитных покрытий.

ВЫВОДЫ

Показаны возможности технологии и оборудования плазменно-электролитической обработки для получения электролитов-суспензий с графеновыми частицами.

Электрические режимы тиристорно-конденсаторного технологического источника тока позволяют путем плазменно-химического расщепления графитов получать электролит-суспензию с графеновыми частицами с различной степенью дефектности: от много-слойных графеновых частиц (катодный импульсный режим) до частиц оксида графена с различной степенью функционализации (анодный и промежуточные режимы).

Интегрирование полученных результатов в технологию электролитно-плазменной обработки металлов позволит существенно расширить ее возможности по нанесению функциональных нанокомпозитных покрытий в электролитах-суспензиях.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда (проект номер 21-79-30058-П). В работе использовано оборудование Ускорительного комплекса МГУ.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Borisov, A.M., Krit, B.L., Lyudin,V.B., Morozova, N.V., et al., Microarc oxidation in slurry electrolytes: a review, *Surf. Eng. Appl. Electrochem.*, 2016, vol. 52, no. 1, p. 50.
https://doi.org/10.3103/S106837551601004X

2. Эпельфельд, А.В., Белкин, П.Н., Борисов, А.М, Суминов, И.В., Крит, Б.Л., *Современные технологии модификации поверхности материалов и нанесения защитных покрытий: в 3-х т. Т.1: Микродуговое оксидирование*. М.: Реноме, 2017. 647 с.

3. Apelfeld, A., Borisov, A., Dyakov, I., Grigoriev, S., et al., Enhancement of medium-carbon steel corrosion and wear resistance by plasma electrolytic nitriding and polishing, *Metals*, 2021, vol. 11, art. ID 1599.
https://doi.org/10.3390/met11101599

4. Krishtal, M.M., Katsman, A.V., Polunin, A.V. and Cheretaeva, A.O., Ceramic metal oxide coatings formation by hybrid plasma electrolytic treatment: Interaction scenarios of ceramic NPs with oxide layers, *Ceram. Int.*, 2024, vol. 50, p. 20777.
https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.03.206

5. Wang, J., Li, Z., Fan, G., Pang, H., et al., Reinforcement with graphene nanosheets in aluminum matrix composites, *Scripta Materialia*, 2012, vol. 66, p. 594.
https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.01.012

6. Шульга, Ю.М., Лобач, А.С., Баскаков, С.А., Спицына, Н.Г., и др., Сравнительное исследование графеновых материалов, образующихся при термической эксфолиации оксида графита и графита, интеркалированного трифторидом хлора, *Химия высоких энергий*, 2013, т. 47(6), с. 481.
https://doi.org/10.7868/S0023119713060100

7. Safina, L.R., Baimova, J.A., Krylova, K.A., Murzaev, R.T., et al., Simulation of metal-graphene composites by molecular dynamics: a review, *Lett. Mater.*, 2020, vol. 10, p. 351.
https://doi.org/10.22226/2410-3535-2020-3-351-360

8. Han, B., Yang, Y., Li, J., Deng, H., et al., Effects of the graphene additive on the corrosion resistance of the plasma electrolytic oxidation (PEO) coating on the AZ91 magnesium alloy, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 2018, vol. 13, p. 9166.
https://doi.org/10.20964/2018.09.06

9. Liu, W., Liu, Y., Lin, Y., Zhang, Zh., et al., Effects of graphene on structure and corrosion resistance of plasma electrolytic oxidation coatings formed on D16T Al alloy, *Appl. Surf. Sci.*, 2019, vol. 475, p. 645.
https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.12.233

10. Grigoriev, S., Peretyagin, N., Apelfeld, A., Smirnov, A., et al., Investigation of tribological characteristics of PEO coatings formed on Ti6Al4V titanium alloy in electrolytes with graphene oxide additives, *Materials*, 2023, vol. 16, art. ID 3928.
https://doi.org/10.3390/ma16113928

11. Borisov, A.M., Volosova, M.A., Vorobyeva, E.A., Gaponov, V.A., et al., Plasma-electrolytic synthesis of nanostructured graphene-containing composite coatings on D16 alloy, *Lett. Mater.*, 2024, vol. 14, no. 4, p. 468.
https://doi.org/10.48612/letters/2024-4-468-474

12. Комаров, А.И., Золотая, П.С., Горбачук, Н.И., О роли графеноподобного углерода в формировании покрытий методом микродугового оксидирования, *Механика машин, механизмов и материалов*, 2020, № 1(50), с. 72.

13. Борисов, А.М., Волосова, М.А., Воробьева, Е.А., Гапонов, В.А., и др., Получение графеновой суспензии плазменно-электролитным расщеплением графита, *Взаимодействие ионов с поверхностью - ВИП-2025. Труды 27 межд. конф.* Рязань: РИЦ РГРТУ, 2025, т. 2, с. 237.

14. Янилкин, В.В., Кривенко, А.Г., *Электрохимия наносистем*. М.: РАН, 2021. 240 с.

15. Krivenko, A.G., Manzhos, R.A. and Kotkin, A.S., Plasma-assisted electrochemical exfoliation of graphite in the pulsed mode, *High Energy Chem.*, 2018, vol. 52, p. 272.
https://doi.org/10.1134/S0018143918030074

16. Krivenko, A.G., Manzhos, R.A., Kochergin, V.K., Malkov, P.V., et al., Plasma electrochemical synthesis of few-layer graphene structures for modification of epoxy binder, *High Energy Chem.*, 2019, т. 53. p. 254.
https://doi.org/10.1134/S0018143919030111

17. Grushevskii, E.A., Savinskii, N.G. and Bachurin, V.I., Electrolyte–plasma cathodic exfoliation of graphite,

Bull. Russ. Acad. Sci.: Physics, 2024, vol. 88, no. 4, p. 485.
https://doi.org/10.1134/S1062873823706165

18. Andrianova, N.N., Betsofen, S.Y., Borisov, A.M., Virgilyev, Yu.S., et al., The effect of radiation damage on microstructure and ion electron emission of pyrolytic graphites, *J. Surf. Investig. X-ray, Synchr. Neutr. Techn.*, 2010, vol. 4, no. 3, p. 502.
https://doi.org/10.1134/S1027451010030249
19. Krit, B.L., Ludin, V.B., Morozova, N.V., Apelfeld, A.V., Microarc oxidation of carbon-graphite materials (Review), *Surf. Eng. Appl. Electrochem.*, 2018, vol. 54, no. 3, p. 227.
https://doi.org/10.3103/S1068375518030080
20. РУСГРАФЕН – научно-производственная компания. https://www.rusgraphene.ru/
21. ООО ГРАФЕНОКС. https://graphenox.ru/
22. Ferrari, A.C. and Basko, D.M., Raman spectroscopy as a versatile tool for studying the properties of graphene, *Nat. Nanotechn.*, 2013, vol. 8, no. 4, p. 235. https://doi.org/10.1038/nnano.2013.46, PMID:23552117
23. Фиалков, А.С., *Углерод, межслоевые соединения и композиты на его основе*. М.: Аспект Пресс, 1997. 718 с.
24. Островский, В.С., *Основы материаловедения искусственных графитов*. М.: Меаллургиздат, 2011. 112 с.

Summary

The possibilities of plasma-electrolyte treatment technology and equipment for obtaining electrolyte suspensions with graphene particles by exfoliation of graphite electrodes were studied. The regularities of graphite exfoliation in the anode-cathode processes of plasma-electrolytic treatment were established. It was found that the electrical modes of the technological alternating current source allow, through plasma-chemical exfoliation of graphite, to produce the electrolyte suspensions with graphene particles with varying degrees of defectiveness: from multilayer graphene particles (cathode pulse mode) to graphene oxide particles with varying degrees of functionalization (anode and intermediate modes). It has been established that plasma-electrolytic exposure to highly textured pyrolytic graphite, unlike polygranular graphite, causes the electrode to swell more than tenfold. It is shown that plasma-electrolyte treatment of synthetic graphites is highly effective for obtaining electrolyte suspensions with graphene particles.

Keywords: graphene, graphene oxide, graphite, plasma-electrolyte treatment, suspension, optical microscopy, scanning electron microscopy, Raman spectroscopy