



**SINTEZA IN OPTIMIZACIJA PROCESA PRIDOBIVANJA
GRAFENSKIH MATERIALOV IZ ODPADNIH OGLJIKOVIH
KOMPOZITOV**

**Raziskovalno področje: Kemija
Raziskovalna naloga**

Avtor: Vinko Kosten, 3. letnik

Mentorica: mag. Nika Cebin, prof. kemije

Somentor:izr. prof. dr. Boštjan Genorio

Ljubljana, marec 2025

Gimnazija Ledina, Resljeva cesta 12, 1001 Ljubljana

Mentorica: mag. Nika Cebin, profesorica kemije, Gimnazija Ledina

Somentor: izr. prof. dr. Boštjan Genorio, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo

Prijavljena naloga je rezultat samostojnega raziskovalnega dela, ki je potekalo v sklopu raziskovalnega projekta na Fakulteti za kemijo in kemijsko tehnologijo Univerze v Ljubljani.

Vinko Kosten

ZAHVALA

Iskreno se zahvaljujem somentorju prof dr. Boštjanu Genoriju in mentorici prof. mag. Niki Cebin, ki sta me vpeljala v raziskovalni svet kemije in me spodbujala pri delu.

Posebna zahvala velja dr. Ivu Bardarovu, ki mi je nudil številne nasvete in pomoč pri izvedbi eksperimentalno-raziskovalnega dela ter me usmerjal pri pisanju raziskovalne naloge.

Zahvaljujem se tudi profesorici Andreji Pavle Jurman za jezikovni pregled raziskovalne naloge.

Nenazadnje se zahvaljujem svoji družini, ki me je vseskozi podpirala in mi stala ob strani, ter prijateljem, zaradi katerih sem zavzeto pristopil k pisanju te naloge.

KAZALO

ZAHVALA	1
1 UVOD	6
1.1 Cilji raziskave	7
1.2 Hipoteze	7
1.3 Namen raziskovalne naloge	8
2 TEORETIČNI DEL.....	9
2.1 Uporabljeni materiali.....	9
2.1.1 Ogljikova vlakna	9
2.1.2 Grafen	10
2.1.3 Turbostratični grafen	11
2.2 Postopki	12
2.2.1 Bliskovito Jouleovo segrevanje (FJH)	12
2.3 Analizne tehnike	13
2.3.1 Vrstično elektronsko mikroskopiranje	13
3 EKSPERIMENTALNI DEL.....	14
3.1 Metode dela.....	16
3.1.1 Materiali.....	16
3.1.2 Optimizacija procesa	17
3.1.3 Bliskovito Jouleovo segrevanje (FJH)	17
4 REZULTATI IN RAZPRAVA	20
4.1 Rezultati	20
4.1.1 Optimiziran bliskoviti grafen	28
4.2 Diskusija.....	29
5 ZAKLJUČEK IN POMEN RAZISKAVE.....	32
6 LITERATURA.....	33

KAZALO SLIK

Slika 1: Struktura grafena	10
Slika 2: Prikaz turbostratičnega grafena (a) in heksagonalne strukture grafita (b)....	12
Slika 3: Notranjost SEM z vzorcem in spodnjim delom elektronske puške.	14
Slika 4: Shema aparature za bliskovito Joulovo segrevanje	16
Slika 5: Zmlet vzorec kompozita iz ogljikovih vlaken, ki ni bil piroliziran (posnetek SEM)	17
Slika 6: Vzorec v borosilikatni cevki v držalu	18
Slika 7: Celotno vezje sistema za FJH.....	19
Slika 8: Vzorec V.K.2.1, slikan s SEM pod povečavo 5000 x	20
Slika 9: Vzorec V.K.3.1, slikan s SEM pod povečavo 20000 x	21
Slika 10: Vzorec V.K.3.1, slikan s SEM pod povečavo 5000 x	21
Slika 11: Vzorec V.K.3.2, slikan s SEM pod povečavo 50000 x	21
Slika 12: Vzorec V.K.3.4, slikan s SEM pod povečavo 10000 x	21
Slika 13: Vzorec V.K.4.1, slikan s SEM pod povečavo 1000 x	22
Slika 14: Vzorec V.K.4.2, slikan s SEM pod povečavo 5000 x	22
Slika 15: Vzorec V.K.4.3, slikan s SEM pod povečavo 4000 x	22
Slika 16: Vzorec V.K.4.4, slikan s SEM pod povečavo 5000 x	22
Slika 17: Vzorec V.K.4.5, slikan s SEM pod povečavo 20000 x	23
Slika 18: Vzorec V.K.5.3, slikan s SEM pod povečavo 20000 x	23
Slika 19: Vzorec V.K.7.2, slikan s SEM pod povečavo 5000 x	24
Slika 20: Vzorec V.K.9.0, slikan s SEM pod povečavo 10000 x	24
Slika 21: Vzorec V.K.9.1, slikan s SEM pod povečavo 5000 x	24
Slika 22: Vzorec V.K.9.2, slikan s SEM pod povečavo 10000 x	25
Slika 23: Piroliziran vzorec, slikan s SEM pod povečavo 1000 x	25
Slika 24: Vzorca V.K.3.1, pri katerem razplastitev ni potekla, in V.K.3.4, pri katerem razplastitev je potekla	28
Slika 25: Vzorca piroliziranega kompozita iz ogljikovih vlaken in vzorca kompozita iz ogljikovih vlaken, ki je bil izpostavljen FJH	29

KAZALO TABEL

Tabela 1: Prikaz rezultatov spreminjanja pogojev	20
Tabela 2: Delež izkoristka kondenzatorjev glede na čas sunka in električno napetost	27

POVZETEK

Metoda bliskovitega Joulovega segrevanja (ang. »Flash Joule Heating«) (FJH) je učinkovita za trajnostno proizvodnjo grafena in njegovo sekundarno uporabo v elektrokatalizi. FJH omogoča hitro segrevanje vseh prekursorjev, ki vsebujejo ogljik, na ekstremne temperature z električno energijo, kar vodi do tvorbe bliskovitega (ang. »flash«) grafena. Metoda je cenovno ugodna, učinkovita, omogoča uporabo različnih ogljikovih virov (vključno z odpadki), minimalizira odpadke in proizvaja grafen z izboljšano električno prevodnostjo.

Ključne besede: grafen, turbostratični grafen, bliskovito Joulovo segrevanje, krožno gospodarstvo

ABSTRACT

Flash Joule Heating (FJH) is an effective method for the sustainable production of graphene and its use in electrocatalysis. FJH allows for the rapid heating of carbon materials to extreme temperatures with electrical energy, leading to the formation of "flash" graphene. The method is cost-effective, efficient, allows the use of various carbon sources (including waste), minimizes waste, and produces graphene with improved electrical conductivity.

Key words: graphene, turbostratic graphene, flash Joule heating, circular economy

SEZNAM KRATIC

FJH – Flash Joule Heating process – bliskovito Joulovo segrevanje

SEM – Scanning Electron Microscopy – vrstično elektronsko mikroskopiranje

SEM EDS – Scanning Electron Microscopy with Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy – vrstično elektronsko mikroskopiranje z energijsko-disperzivno rentgensko spektroskopijo

ORR – Oxygen Reduction Reaction – reakcija redukcije kisika

1 UVOD

Ogljikova vlakna so v dandanašnjem svetu eden izmed materialov, katerih uporabnost se z vsakim pretečenim letom večja, načini aplikacije pa postajajo vedno bolj inovativni in splošno dostopni. Ob porastu tega tako imenovanega čudežnega materiala se poraja vprašanje njegove reciklaže oziroma možnosti varnega odlaganja.

Neustrezno reciklirana ali nepravilno odvržena ogljikova vlakna predstavljajo tako ekološki kot tudi zdravstveni problem, zato je učinkovito recikliranje ključnega pomena. Delci prahu ogljikovih vlaken, ki nastajajo pri mehanskih procesih, kot sta mletje in drobljenje, ali med njihovo degradacijo, lahko škodljivo vplivajo na pljuča. [1]

Ponovna uporaba ogljikovih vlaken že obstaja in uspešno poteka s pomočjo pirolize in oksidacije, ko iz spojine odstranijo smolo, ki ogljikova vlakna povezuje. Tako pridobivajo vlakna, ki so slabše kvalitete, vendar še vedno uporabna v nekaterih nezahtevnih kompozitih. [2]

S tem samega problema ogljikovih vlaken ne odpravimo. Napredne industrije namreč še vedno zahtevajo obsežno proizvodnjo novega visokokakovostnega materiala, ki ni le težko razgradljiv, temveč tudi energetsko zelo potraten.

Ogljikova vlakna se tako na koncu svojega življenjskega cikla še vedno največkrat znajdejo na deponijah. Težave samega odpadka tako nismo rešili, temveč smo jo samo zamaknili za nedoločen čas.

Do nedavnega se je zdelo, da iz tega začaranega kroga odpadnih ogljikovih vlaken ni izhoda. Vendar pa so raziskave pokazale, da je te odpadke mogoče reciklirati in ponovno uporabiti v različnih tehnologijah ter v vsakdanjem življenju. S hitrim segrevanjem in ohlajanjem se ogljikova vlakna razplastijo v enoatomno debele plasti grafena, kar omogoča proizvodnjo visokokakovostnega grafena iz odpadnega materiala. [3]

Grafen je zaradi svoje velike površine odličen elektrokatalizator za dvoelektronsko reakcijo redukcije kisika (ORR). [4] To pomeni, da lahko zamenja sedanje drage in težko dostopne elektrokatalizatorje, narejene s platino ali paladijem. Pri proizvodnji teh tradicionalnih elektrokatalizatorjev se proizvaja veliko za okolje nevarnih snovi, prav tako je sama proizvodnja energijsko zelo potratna. [5]

S takšnim pridobivanjem grafena prispevamo h krožnemu gospodarstvu in zelenemu prehodu.

Poleg ponovne uporabe odpadnih ogljikovih vlaken omogoča proizvodnja grafena tudi okolju prijaznejšo in cenovno učinkovitejšo elektrokatalizo.

1.1 Cilji raziskave

- Optimizirati postopek FJH za sintezo grafena z minimalnimi energetskimi izgubami in čim višjim izkoristkom materiala.
- Potrditi, da je mogoče iz odpadnih ogljikovih vlaken pridobiti kvaliteten turbostratični grafen s pomočjo FJH.
- Preučiti morfološke in strukturne lastnosti sintetiziranega grafena z elektronsko mikroskopijo ter določiti njegove ključne značilnosti.
- Oceniti potencial uporabe sintetiziranega grafena kot elektrokatalizatorja pri elektrokemijski sintezi vodikovega peroksida.
- Raziskati možnosti širše industrijske uporabe tehnologije FJH za trajnostno predelavo ogljikovih odpadkov in s tem zmanjšati vpliv na okolje.

1.2 Hipoteze

1. Z uporabo metode FJH je mogoče iz odpadnih ogljikovih vlaken ustvariti turbostratični grafen.
2. Postopek FJH je mogoče optimizirati tako, da je izguba materiala čim manjša, energijska poraba pa čim učinkovitejša.
3. Postopek FJH predstavlja tudi učinkovito in industrijsko razširljivo rešitev za reciklažo odpadnih ogljikovih vlaken.

1.3 Namen raziskovalne naloge

V vsakdanjem življenju opažamo vse širšo uporabo ogljikovih vlaken v različnih oblikah in velikostih – od majhnih obeskov za ključe do večjih ogrodij sodobnih koles in celo avtomobilskih delov. To je sprožilo naše vprašanje o možnosti ponovne uporabe tega do sedaj nerazgradljivega materiala. Odpadek, ki bi se sicer stoletja razgrajal na odlagališčih, smo poskušali reciklirati ter mu povrniti uporabno vrednost z njegovo pretvorbo v turbostratični grafen.

Namen raziskovalne naloge je preučiti in optimizirati postopek FJH za sintezo turbostratičnega grafena iz odpadnih ogljikovih vlaken. Raziskava se osredotoča na preoblikovanje tega sicer težko razgradljivega materiala v nov, funkcionalen produkt, ki bi lahko našel široko uporabo, zlasti kot elektrokatalizator pri sintezi vodikovega peroksida (H_2O_2). Z raziskavo želimo prispevati k trajnostnim rešitvam na področju reciklaže ogljikovih kompozitov ter preučiti možnosti za njihovo ponovno in učinkovito uporabo v industriji.

2 TEORETIČNI DEL

2.1 Uporabljeni materiali

2.1.1 Ogljikova vlakna

Ogljikova vlakna so sestavljena iz tankih in izjemno močnih kristalnih filamentov ogljika, ki so med seboj tesno povezani, kar zagotavlja strukturo z visoko trdnostjo. Trdnost ogljikovih vlaken se dodatno poveča, ko se ti filamenti prepletejo. Ogljikovi atomi v vlaknih so razporejeni v kristalno poravnavo, pri čemer tvorijo mreži podobno strukturo. Ta vlakna so izjemno fina, saj njihov premer običajno znaša med 5 in 10 mikrometrov, kar je tanjše od človeškega lasu.

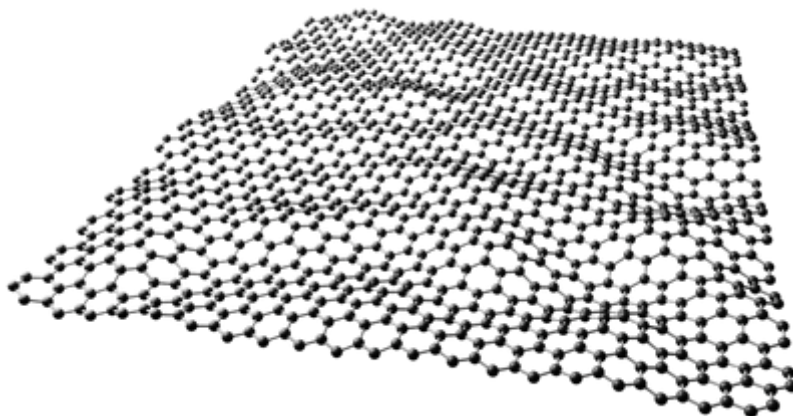
Ogljikova vlakna so izdelana iz skoraj čistega ogljika z minimalnimi primesmi, zaradi česar veljajo za material visoke čistosti. Njihova sestava prispeva k izjemnim mehanskim lastnostim, zaradi katerih so zelo iskana v različnih industrijskih panogah. Pogosto se uporabljajo v sodobnih tehnoloških aplikacijah, saj združujejo visoko trdnost, nizko maso in večjo zanesljivost v primerjavi z drugimi materiali. [6]

Prekurzor za sintezo ogljikovih vlaken je polkristalna polimerna smola, znana kot poliakrilonitril.

Za tvorbo poliakrilonitrila je potrebno plastični prah, imenovan akrilonitril, zmešati z metil akrilatom ali metakrilatom ter dodati katalizator, da sprožimo proces polimerizacije. Tako pripravljen polimer se nato predela v vlakna. Obstaja veliko metod, med katerimi je ena mešanje plastike z določenimi kemikalijami in nato ekstrudiranje skozi drobne šobe v kemično kopel. Lahko se plastiko vodi skozi komoro za »gašenje«, kjer koagulira in se strdi v trdna vlakna. Vlakna se nato raztegnejo in poravnajo na želeni premer. To omogoča, da se polimerne molekule poravnajo in zagotovijo osnovo za tvorbo tesno zapakiranih ogljikovih kristalov. Nato je polimer potrebno stabilizirati, da postane toplotno stabilnejši, tako da se vlakna ne bodo oksidirala v procesu karbonizacije. Postopek stabilizacije je zelo zapleten in ga je mogoče izvesti na različne načine z uporabo različnih naprav. Ko gre poliakrilonitril skozi proces karbonizacije, povzroči, da ga zapustijo vsi neogljikovi atomi. Ko teh ni več, ostanejo vlakna z dolgimi prameni zelo tesno povezanih ogljikovih atomov. Zaradi tesno zapakiranih verig ogljikovih atomov imajo ogljikova vlakna superiorne mehanske lastnosti. [7]

2.1.2 Grafen

Ogljik velja za enega najpomembnejših elementov v naravi, njegove spojine pa so osnova vsega življenja na Zemlji. Poznamo več različnih vezav atomov ogljika med seboj, ki jih imenujemo alotropne modifikacije ogljika. Najbolj znani modifikaciji ogljika sta diamant in grafit, po novejših raziskavah pa se mednje uvršča tudi grafen. Grafen je dvodimenzionalni alotrop ogljika, sestavljen iz ene same plasti ogljikovih atomov, razporejenih v mrežo šestkotnikov (Slika 1). Je temeljni gradnik ogljikovih nanomaterialov, vključno z ogljikovimi nanocevkami in fulereni. Struktura mu daje vrsto izjemnih lastnosti, ki so pritegnile velik znanstveni interes in potencialne uporabe na različnih področjih. [8]



Slika 1: Struktura grafena [9]

Grafen ima izjemne mehanske lastnosti, kot sta visoka trdnost in togost. Je eden najmočnejših znanih materialov z natezno trdnostjo okoli 130 GPa in Youngovim modulom približno 1 TPa. Njegova edinstvena dvodimenzionalna struktura in močne kovalentne ogljikove vezi prispevajo k njegovi izjemni mehanski trdnosti. [10]

Ena od izjemnih lastnosti grafena je tudi električna prevodnost, ki je posledica delokaliziranih π -elektronov; ti se lahko hitro premikajo po mreži, kar daje posledično grafenu visoko električno prevodnost. [11]

Močne ogljikove vezi in odsotnost mej med zrnji grafenske mreže omogočajo učinkovit prenos toplote čez grafensko ploščo, kar rezultira v visoki toplotni prevodnosti (do 5000 W/mK) in presega toplotno prevodnost večine drugih materialov. [8]

Grafen ima tudi visoko specifično površino. Enoslojna grafenska plošča ima teoretično površino 2630 m²/g, kar zagotavlja veliko razpoložljivo območje za interakcije z drugimi snovmi. Zaradi visoke specifične površine je grafen obetaven za aplikacije, kot so zaznavanje plinov, shranjevanje energije ter kataliza. [8]

Grafen ima odlično optično prosojnost, ki omogoča prehajanje svetlobe z minimalno absorpcijo. Zaradi debeline enega samega atoma absorbira le okoli 2,3 % svetlobe v vidnem spektru. Ta lastnost v kombinaciji z visoko električno prevodnostjo naredi grafen privlačen za prozorne prevodne premaze in optoelektronske naprave. [12]

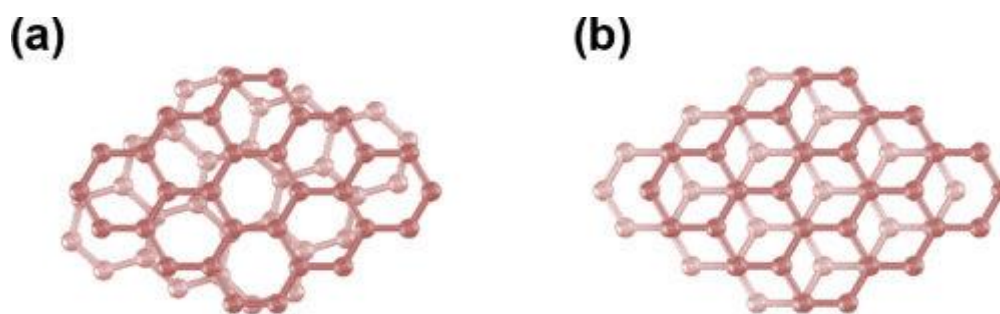
Te lastnosti pomembno prispevajo k izjemnemu potencialu grafena na različnih področjih, kot so elektronika, shranjevanje energije, senzorji, kompoziti in biomedicinske aplikacije. Raziskovalci nenehno preučujejo in izkoriščajo te lastnosti, da bi maksimizirali vse možne koristi, ki jih grafen ponuja. Vendar pa ob vseh njegovih prednostih ne smemo prezreti tudi njegovih omejitev, saj imajo grafen in njegovi derivati zelo velik potencial za biomedicinske aplikacije. [1]

Za prihodnjo uporabo materialov na osnovi grafena v biološkem kontekstu je ključno, da temeljito razumemo njihovo toksičnost. Ocenjuje se, da bo zaradi vse večje uporabe nanotehnologije izpostavljenost ljudi in okolja nanomaterialom, ki vsebujejo grafen, naraščala. Glede na morebitne dejavnike tveganja, povezane s proizvodnjo in uporabo teh materialov, je v zadnjem desetletju močno naraslo število nanotoksikoloških študij teh spojin. [13]

2.1.3 Turbostratični grafen

Turbostratični grafen je večplastni grafen, ki ima zanimive električne lastnosti, podobne enoslojnemu grafenu, kar je posledica nizke medplojne interakcije. Poleg tega lahko struktura zlaganja turbostratičnega večplastnega grafena zmanjša učinek pritrditve nečistoč in hrapavosti površine. Za razliko od pravilne in poravnane, t. i. AB atomske strukture grafita, kaže turbostratični grafen visoko stopnjo nereda in neuskkljenosti zlaganja med sosednjimi plastmi grafena (Slika 2). Posledica te motnje so edinstvene lastnosti, ki se razlikujejo od lastnosti heksagonalnega grafita. Struktura turbostratičnega grafena omogoča lažjo ločitev grafenskih plasti s topli v nasprotju s heksagonalno strukturo grafita.

Turbostratični grafen ponuja številne možnosti za uporabo, saj se njegove lastnosti lahko prilagodijo specifičnim potrebam in zahtevam aplikacij. Zaradi svoje edinstvene strukture ima turbostratični grafen prednosti na določenih področjih, kjer so te značilnosti ključne za uspešno delovanje. Mednje sodijo večja prožnost, izboljšana reaktivnost in povečana aktivna površina, ki prispevajo k njegovi učinkoviti uporabi v različnih aplikacijah. [3]



Slika 2: Prikaz turbostratičnega grafena (a) in heksagonalne strukture grafita (b) [14]

2.2 Postopki

2.2.1 Bliskovito Jouleovo segrevanje (FJH)

Bliskovito Jouleovo segretje (FJH) je napredna tehnika sinteze materialov, ki se lahko uporablja tudi za proizvodnjo visokokakovostnih ogljikovih materialov. Postopek omogoča pretvorbo vhodnih ogljikovih snovi v turbostratični grafen z uporabo enosmerne električne energije shranjene v velikih kondenzatorjev. Kljub dosežkom pri proizvodnji grafena pa še vedno obstajajo izzivi pri oblikovanju drugih ogljikovih alotropov, kot so nanodiamanti. Ti izzivi predstavljajo pomembna področja raziskav, ki so ključna za nadaljnje izboljšanje in širitev uporabnosti omenjene tehnike. [15]

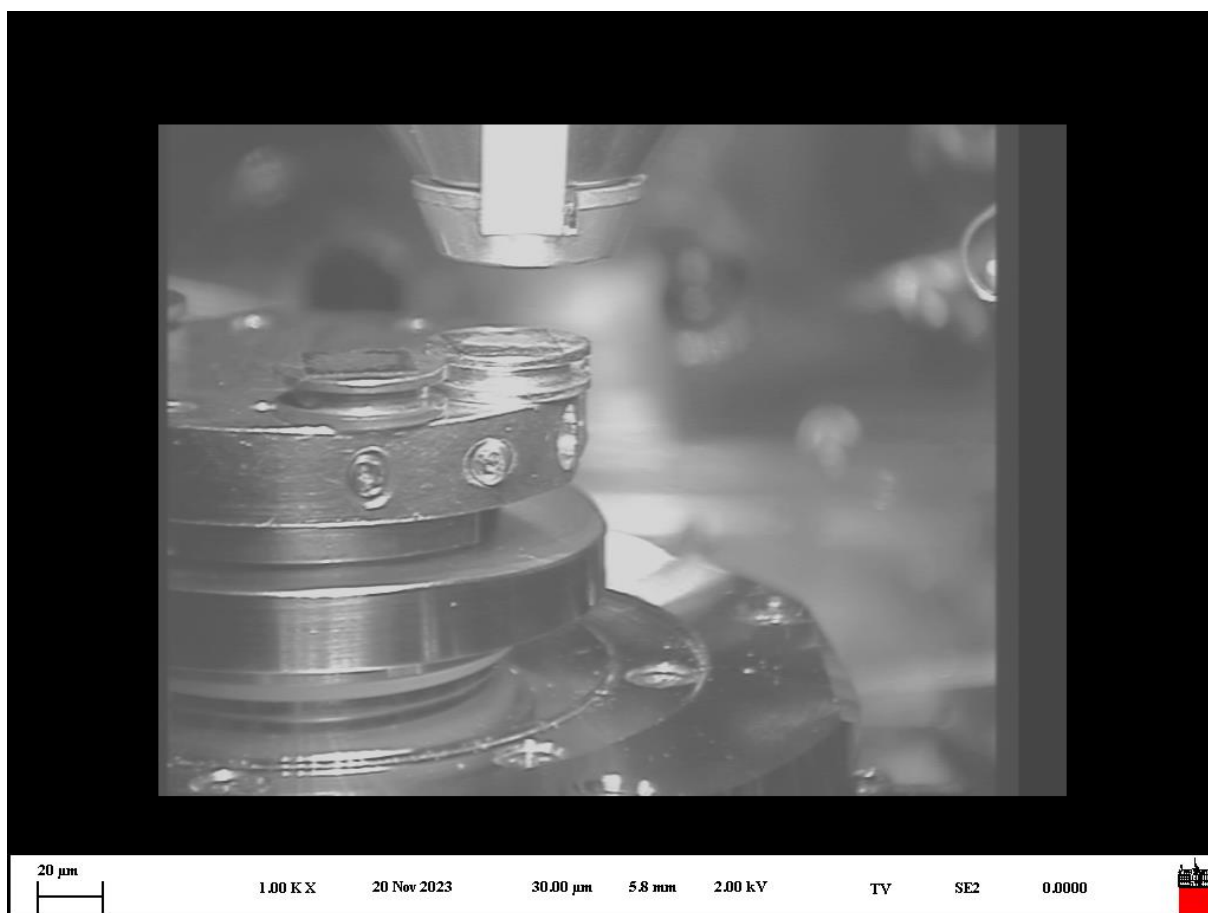
Pri FJH, ki smo ga izvajali v laboratoriju, smo uporabili prah zdrobljenih ogljikovih vlaken, rahlo stisnjen znotraj cevke iz borosilikatnega stekla za enkratno uporabo, nameščen med dvema grafitnima elektrodama. Ta sistem lahko deluje pri atmosferskem tlaku ali v blagem vakuumu, kar olajša izločanje plinov. Elektrode so lahko izdelane tudi iz bakra ali drugih prevodnih ognjevzdržnih materialov ter se ohlapno prilegajo borosilikatni cevki, kar omogoča izpust plina med procesom FJH. Visokonapetostna električna razelektritev iz kondenzatorjev povzroči dvig temperature

ogljikovega prekursorja nad 3000 K v manj kot 200 ms, nato pa sledi hitro hlajenje, ki poteka naravno in ne prisilno, kar učinkovito preoblikuje amorfni ogljik v turbostratični grafen. [15]

2.3 Analizne tehnike

2.3.1 Vrstično elektronsko mikroskopiranje

Vrstično elektronsko mikroskopiranje (SEM) z energijsko-disperzivno rentgensko spektroskopijo (EDS) je kombinirana tehnika, ki se uporablja v znanosti o materialih in analizi za pridobitev podrobnih informacij o morfologiji ter elementarni sestavi vzorca. SEM je mikroskopska tehnika, ki uporablja usmerjen žarek elektronov za analizo trdnih vzorcev (Slika 3). Zagotavlja slike visoke ločljivosti in topografske informacije, kar omogoča vizualizacijo površinskih značilnosti in morfologije na mikro- ali nanoravni. Pred opazovanjem pod elektronskim mikroskopom je treba vzorec ustrezno pripraviti. Pomembno je, da je vzorec dovolj suh in električno prevoden. Nato na aluminijasti nosilec nalepimo prevodni ogljikov trak, na katerega nanese praškasti vzorec. Pomembno je, da skrbno odstranimo ves prah, ki se ni prijel na adhezivni trak, da preprečimo morebitno poškodbo elektronskega mikroskopa. Ta tehnika se široko uporablja na področjih, kot so znanost o materialih, geologija, metalurgija, elektronika in biološke raziskave. [16]



Slika 3: Notranjost SEM z vzorcem in spodnjim delom elektronske puške.

3 EKSPERIMENTALNI DEL

Eksperimentalni del raziskovalne naloge smo izvajali v laboratoriju Fakultete za kemijo in kemijsko tehnologijo Univerze v Ljubljani, bolj specifično znotraj digestorija. Sistem, s katerim smo bliskovito segrevali vzorce, so sestavljale naslednje komponente: kondenzatorji, grafitni elektrodi, tokovni uporniki, teristor stikala, osciloskop, transformator, eksikator, kontrolna enota, grelnik ter vakuumška črpalka. Električno energijo smo v kondenzatorje pridobili kar iz vtičnice s standardno napetostjo 220 V (Slika 4). Podrobnejše funkcije komponent sledijo v nadaljevanju.

Delo v laboratoriju je vključevalo pripravo vzorca in nato optimiziranje spremenljivk sistema za uspešno sintezo turbostratičnega grafena v zadovoljivih količinah. Po vsakem uspešnem Jouleovem segrevanju vzorca do turbostratičnega grafena je sledila karakterizacija oziroma analiza produktov s tehniko SEM EDS (vrstično elektronsko mikroskopiranje z energijsko-disperzivno rentgensko spektroskopijo).

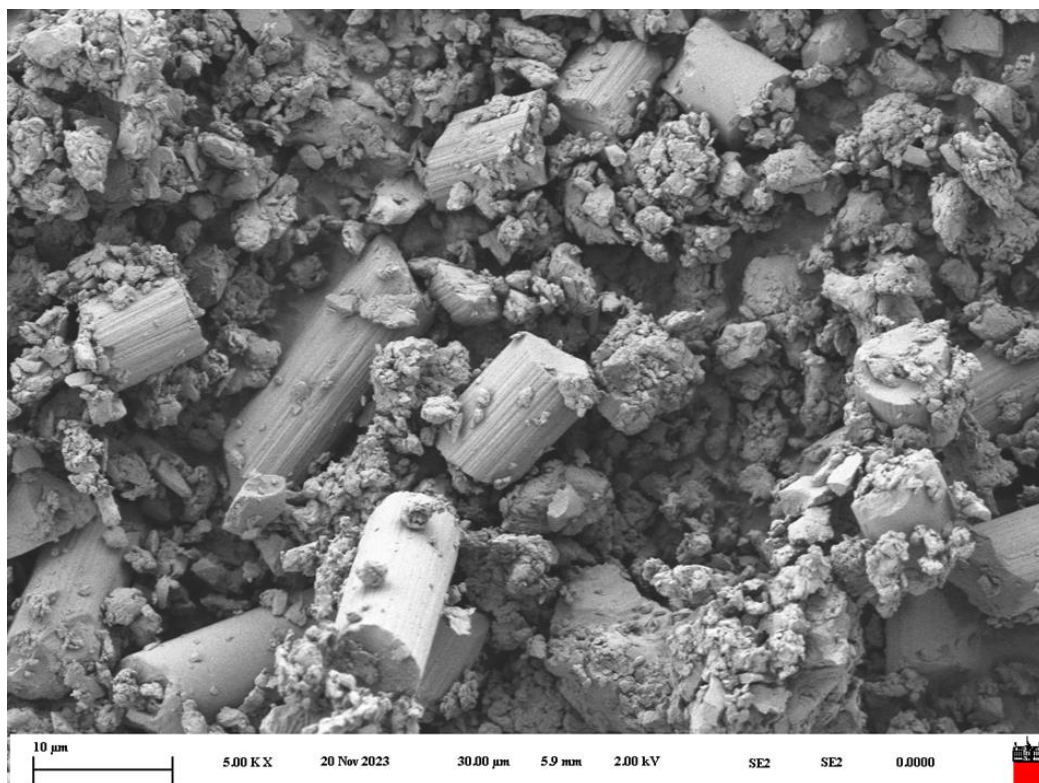
Vsi eksperimenti, ki smo jih izvedli, so potekali na enak način – po enakem postopku. Pripravi vzorca je sledilo tehtanje. Natehtano količino vzorca smo nato prenesli v borosilikatno cevko ter jo namestili na držalo med grafitni elektrodi. Držalo smo nato postavili v eksikator, priključili bakrene elektrode in z improviziranim multimetrom vzpostavili stik med vzorcem in elektrodama. Ko je bila dosežena želena upornost vzorca, ki se je skozi eksperimentalno delo spreminjala, smo stik prekinili. Znotraj eksikatorja smo v vtičnico vključili grelnik in na transformatorju spreminjali odstotek moči za predgretje. Najpogosteje smo vzorec predgretli z enkratnim začetnim impulzom na 60 % moči, nato na 80 % in 100 %, na koncu pa še z večkratnim impulzom na 100 %. Impulze smo nadzorovali z Arduino ploščico. Nekajkrat je dosežena temperatura predgretja povzročila prašno eksplozijo znotraj eksikatorja, saj je v vzorcu ostalo preveč ujetega plina. Po končanem predgretju smo morali nujno izklopiti grelnik iz vtičnice, sicer bi ob izpraznitvi kondenzatorjev lahko prišlo do kratkega stika. Sledilo je polnjenje kondenzatorjev, žarnico smo priključili v električno omrežje, na kontrolni enoti pa smo nastavili vrednost električne napetosti, ki jo bodo imeli kondenzatorji pri izpraznitvi. S pomočjo osciloskopa in računalniškega programa smo spremljali tok skozi sistem ter proces izpraznitve kondenzatorjev. Program je omogočil, da je nadzornik določil tudi čas izpraznitve. Ko so bile priprave končane, smo na kontrolni enoti pritisnili gumb za sprožitev izpraznitve in v milisekundi je potekel proces FJH. Analizirali smo signale, pridobljene s pomočjo osciloskopa, nato pa smo držalo vzeli iz eksikatorja in vzorec prenesli iz cevčice v petrijevko. Šele takrat smo lahko opazili produkt, in sicer v obliki temno sivih, srebrnkastih delčkov, če je bil ta prisoten.

3.1.2 Optimizacija procesa

Pred pričetkom eksperimentalnega dela smo naredili načrt, ki je vseboval dva dela. Najprej smo izvedli postopek FJH, v drugem delu pa smo vzorce analizirali. Za najboljši skupni učinek smo kombinirali obe metodi in tako optimalno prilagodili proces FJH.

3.1.3 Bliskovito Jouleovo segrevanje (FJH)

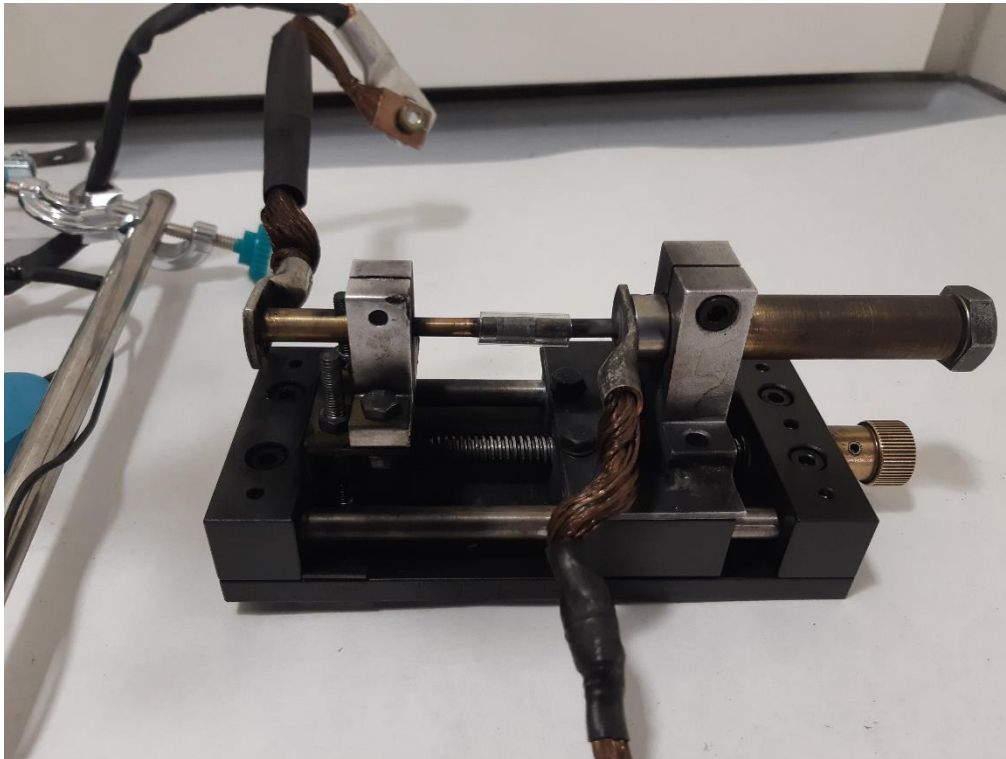
Eksperimentalno delo je potekalo tako, da smo ogljikova vlakna, ki smo jih dobili v večjih kosih, zdrobili na približno 15 μm velike kose (Slika 5). Za mletje smo uporabili močnejši kuhinjski mešalnik (»blender«). Pri taki velikosti se je priprava vzorca izkazala za nezahtevno, prav tako pa je bila velikost kosov dovolj velika, da je električni tok tekel skozi vzorec z merljivim uporom.



Slika 5: Zmlet vzorec kompozita iz ogljikovih vlaken, ki ni bil piroliziran (posnetek SEM)

Vzorec smo nato s pomočjo tehtnice razdelili na 40 mg manjše vzorce. Vsakega od teh smo nato vstavili v borosilikatno stekleno cevko in jo zaprli z grafitnimi elektrodami. Cevko smo nato vstavili v držalo s primežem (Slika 6). Vzorec smo stisnili, s čimer smo povečali električno prevodnost in zmanjšali upor vzorca. Upor smo optimizirali tako, da

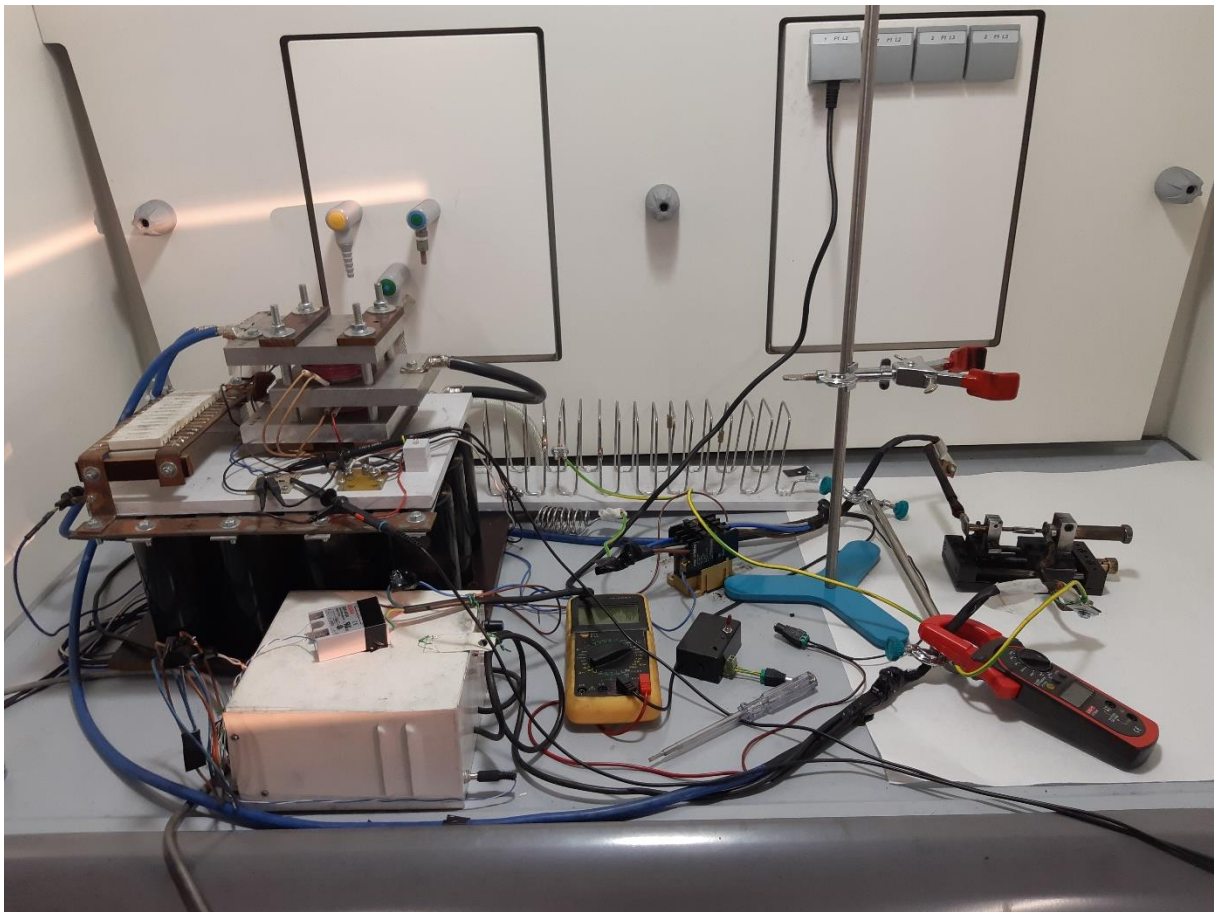
je ostal vzorec dovolj prevoden, da se je segrela celotna cevka, hkrati pa je moral imeti dovolj upora, da je lahko toplota sploh nastala.



Slika 6: Vzorec v borosilikatni cevki v držalu

Držalo smo vstavili med dve bakreni elektrodi in ga tako priklopili v celotno vezje (Slika 7). Nato smo začeli s predgretjem.

Predgretje je bil prvi korak, ki smo ga morali izpopolniti, da smo dosegli pravi FJH. Če smo vzorec premalo predgretli, je v vzorcu ostalo preveč plinov, ki so pri FJH prehitro ušli in povzročili slabo povezavo z elektrodami, preveliko razdaljo med delci v tubi ali pa eksplozijo tube. Če je bil vzorec preveč predgret, so lahko nastajale nove težave. Prevelika temperatura je lahko poškodovala borosilikatno cevko, da ta ni vzdržala FJH. Prav tako je lahko pregret vzorec pri predgretju postal preveč prevoden in zato neuporaben.



Slika 7: Celotno vezje sistema za FJH

Ko smo našli pravilno zaporedje za predgretje, ki je ustrezalo vsem parametrom, smo začeli spreminjati začetni upor vzorca.

Tretji korak je bil izvedba poskusa na različnih napetostih, ki so prinesle različne rezultate.

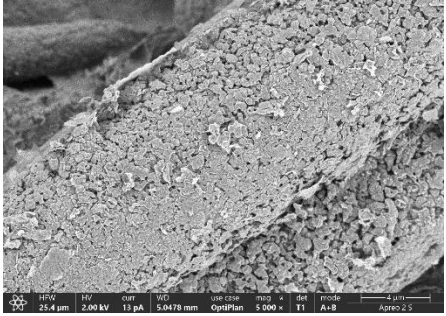
Rezultate smo po vsakokratnem izvajanju poskusov analizirali s tehniko SEM in tako dobili posredno informacijo o nastajanju turbostratičnega grafena. Čeprav s slik, analiziranih s tehniko SEM, nismo mogli določiti natančne kvalitete vzorca, smo lahko glede na predhodne slike vzorcev te primerjali med sabo in tako določili najboljšega.

4 REZULTATI IN RAZPRAVA

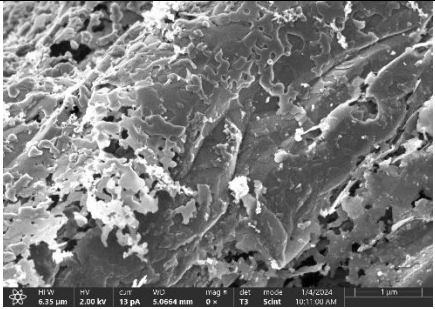
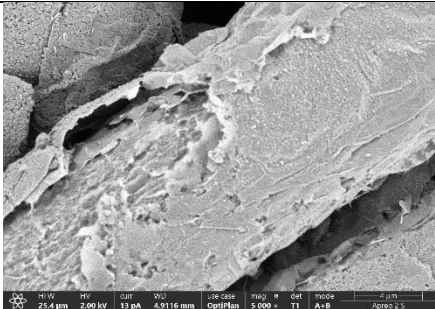
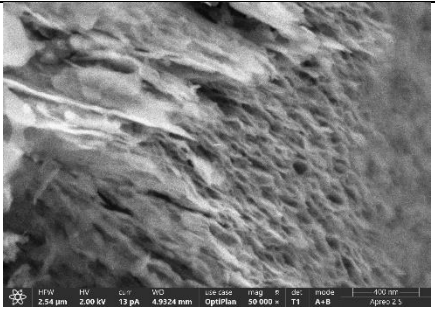
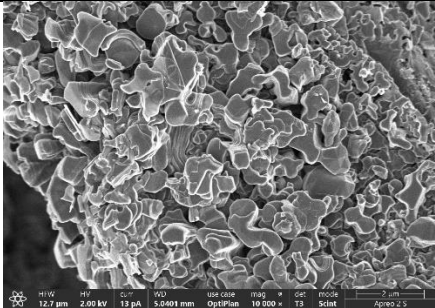
4.1 Rezultati

Rezultati so podani v Tabeli 1, kjer so razvidni naslednji podatki: ime vzorca, njegova masa, upor, električna napetost, čas, stopnja predgretja in SEM slika (Slike 8–23).

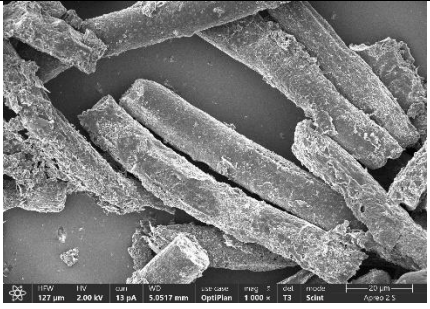
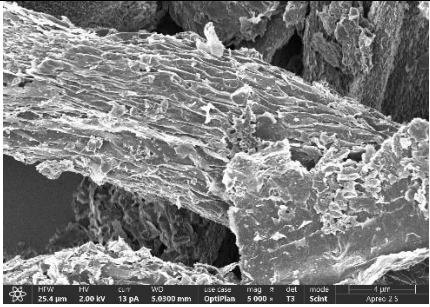
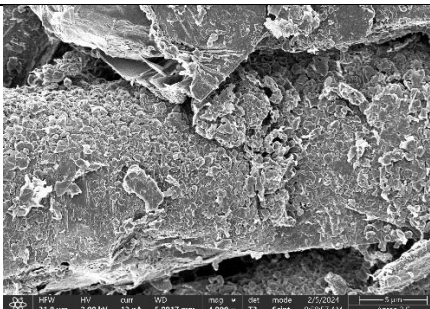
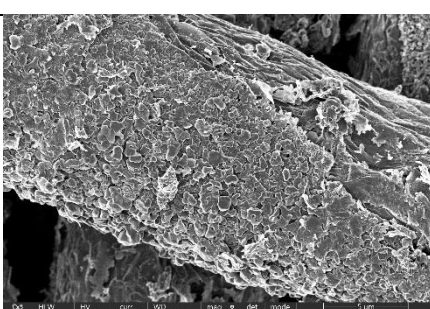
Tabela 1: Prikaz rezultatov spreminjanja pogojev

Ime vzorca	Masa vzorca (mg)	Upor vzorca (Ω)	Električna napetost (V)	Čas (ms)	Predgretje	SEM slika
/	40	20	75	200	30 % 200 ms 50 % 400 ms 70 % 400 ms 100 % 500 ms	/
/	40	10	100	200	30 % 400 ms 50 % 500 ms 100 % 500 ms	/
V.K.2.1	40	15	125	200	50 % 250 ms 100 % 250 ms	 <p>Slika 8: Vzorec V.K.2.1, slikan s SEM pod povečavo 5000 x</p>

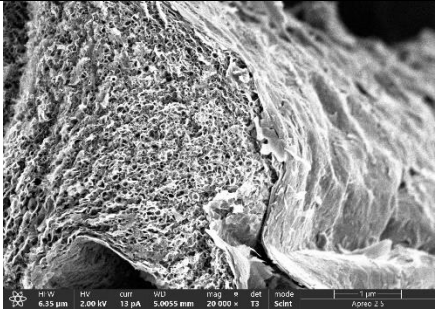
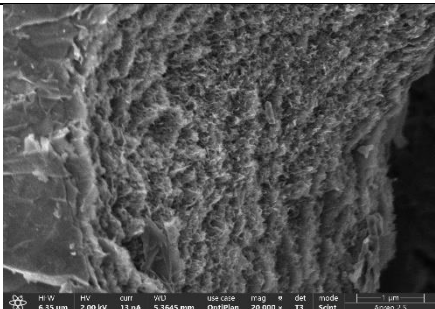
Sinteza in optimizacija procesa pridobivanja grafenskih materialov iz odpadnih ogljikovih kompozitov, Vinko Kosten

V.K.3.1	40	20	140	200	50 % 1 s 100 % 1 s	 <p><i>Slika 9: Vzorec V.K.3.1, slikan s SEM pod povečavo 20000 x</i></p>
V.K.3.2	40	20	150	200	100 % 1 s 3 x	 <p><i>Slika 10: Vzorec V.K.3.1, slikan s SEM pod povečavo 5000 x</i></p>
V.K.3.3	40	20	160	200	100 % 1 s 3 x	 <p><i>Slika 11: Vzorec V.K.3.2, slikan s SEM pod povečavo 50000 x</i></p>
V.K.3.4	40	20	170	200	100 % 1 s 3 x	 <p><i>Slika 12: Vzorec V.K.3.4, slikan s SEM pod povečavo 10000 x</i></p>

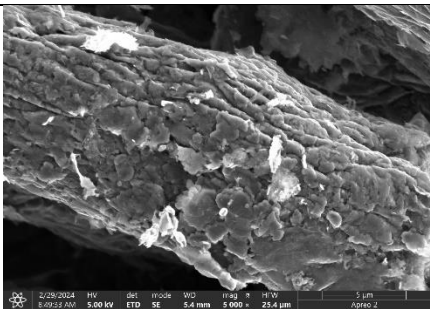
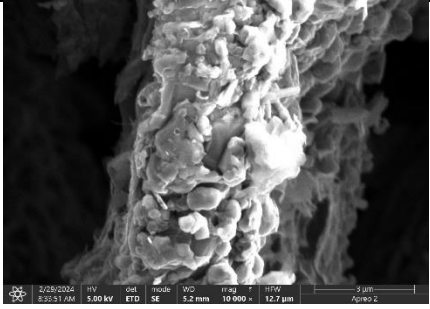
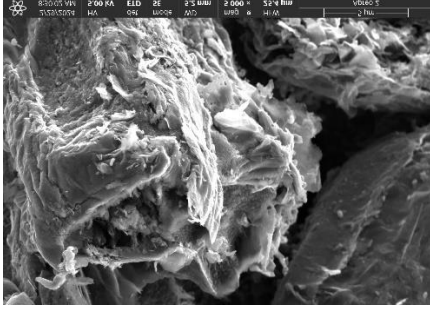
Sinteza in optimizacija procesa pridobivanja grafenskih materialov iz odpadnih ogljikovih kompozitov, Vinko Kosten

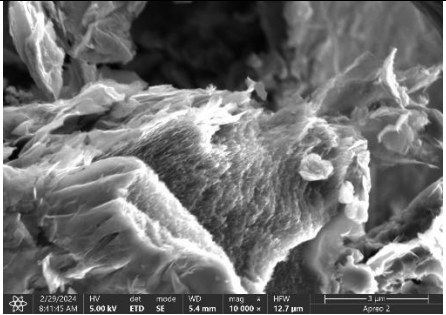
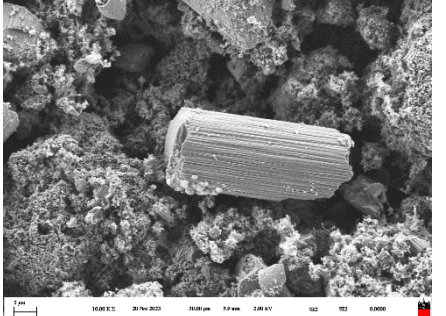
V.K.4.1	40	150	150	200	100 % 1 s 3 x	 <p>Slika 13: Vzorec V.K.4.1, slikan s SEM pod povečavo 1000 x</p>
V.K.4.2	40	150	175	200	100 % 1 s 3 x	 <p>Slika 14: Vzorec V.K.4.2, slikan s SEM pod povečavo 5000 x</p>
V.K.4.3	40	150	200	200	100 % 1 s 3 x	 <p>Slika 15: Vzorec V.K.4.3, slikan s SEM pod povečavo 4000 x</p>
V.K.4.4	40	150	225	200	100 % 1 s 3 x	 <p>Slika 16: Vzorec V.K.4.4, slikan s SEM pod povečavo 5000 x</p>

Sinteza in optimizacija procesa pridobivanja grafenskih materialov iz odpadnih ogljikovih kompozitov, Vinko Kosten

V.K.4.5	40	150	250	200	100 % 1 s 3 x	 <p>Slika 17: Vzorec V.K.4.5, slikan s SEM pod povečavo 20000 x</p>
V.K.5.1	40	120	150	50	100 % 1 s 3 x	/
V.K.5.2	40	120	150	50	100 % 1 s 3 x	/
V.K.5.3	40	120	180	50	100 % 1 s 3 x	 <p>Slika 18: Vzorec V.K.5.3, slikan s SEM pod povečavo 20000 x</p>
V.K.5.4	40	120	210	50	100 % 1 s 3 x	/
V.K.5.5	40	120	180	25	100 % 1 s 3 x	/
V.K.6.1	40	120	210	25	100 % 1 s 3 x	/
V.K.6.2	40	120	230	25	100 % 1 s 3 x	/
V.K.6.3	40	120	250	25	100 % 1 s 3 x	/
V.K.6.4	40	120	200	10	100 % 1 s 3 x	/
V.K.6.5	40	120	230	10	100 % 1 s 3 x	/
V.K.6.6	40	120	250	10	100 % 1 s 3 x	/

Sinteza in optimizacija procesa pridobivanja grafenskih materialov iz odpadnih ogljikovih kompozitov, Vinko Kosten

V.K.7.1	40	$r_1=60$ $r_2=0,8$	150	200	100 % 1 s 3 x	/
V.K.7.2	40	$r_1=120$ $r_2=0,2$	150	200	100 % 1 s 3 x	 <p>Slika 19: Vzorec V.K.7.2, slikan s SEM pod povečavo 5000 x</p>
V.K.7.3	80	120	185	200	100 % 1 s 3 x	/
V.K.9.0	40	120	150	200	100 % 1 s 3 x	 <p>Slika 20: Vzorec V.K.9.0, slikan s SEM pod povečavo 10000 x</p>
V.K.9.1	40	1	150	200	40 % 1 s	 <p>Slika 21: Vzorec V.K.9.1, slikan s SEM pod povečavo 5000 x</p>

V.K.9.2	40	<1	200	200	40 % 1 s	 <p>Slika 22: Vzorec V.K.9.2, slikan s SEM pod povečavo 10000 x</p>
V.K.9.3	40	<1	230	200	40 % 1 s	/
Piroliziran vzorec	40	120	/	/	100 % 1 s 3 x	 <p>Slika 23: Piroliziran vzorec, slikan s SEM pod povečavo 1000 x</p>
I.B.18.1	40	120	150	200	100 % 1 s 3 x	

Proces optimiziranja sinteze bliskovitega grafena smo izvajali tako, da smo hkrati spreminjali eno spremenljivko v celotnem sistemu in tako uspeli sintetizirati grafen najboljše kvalitete.

Prvi del procesa, ki je potreboval optimizacijo, je bilo predgretje. Z učinkovitim predgretjem smo iz zmesi zmletih ogljikovih vlaken in vezivne smole slednjo pirolizirali, kar je zmanjšalo količino plinov, ki so nastali pri blisku (»flash«). Če je bil vzorec premalo predgret, se je pri blisku sprostilo toliko plinov, da so uničili grafitni elektrodi, ki sta vzorec omejevali, in s tem zmanjšali kontaktno površino elektrode z vzorcem, kar je vodilo v njegovo slabo prevodnost, v skrajnih primerih celo do eksplozije borosilikatne cevke zaradi prevelikega pritiska. Če pa je bil vzorec preveč predgret, je previsoka temperatura poškodovala borosilikatno cevko in ta je pri blisku počila. Predolgo in premočno predgretje je prav tako vplivalo na električno prevodnost

samega vzorca. Prevelika prevodnost vzorca ni omogočala Joulovega segrevanja in tako dovolj visoke temperature za doseganje sinteze bliskovitega grafena. Če je bil vzorec premalo predgret, je bil upor pred bliskom prevelik in je tako vzorec postal preslabo prevoden, da bi skozi njega stekel zadosten tok, da bi se vzorec segrel na dovolj visoko temperaturo. Kot optimalna nastavitev predgretja se je tako izkazalo predgretje pri približno 10 A za okoli 3 sekunde.

Nato smo iskali pravilen upor vzorca na začetku procesa. Upor smo spreminjali tako, da smo v držalu, v katerega je bila vpeta borosilikatna cevka z vzorcem, privijali (stiskali) in tako zmanjševali upor vzorca. Z multimetrom smo spremljali upor med elektrodama. Premalo upora vzorca tako pri predgretju kot pri blisku ni segrelo, preveč pa je vzorcu toliko zmanjšalo prevodnost, da sam blisk sploh ni potekel. Za najboljšega se je izkazal začetni upor 120 Ω . Po predgretju vzorca z začetnim uporom 120 Ω je imel vzorec upor približno 1 Ω . Drugi upor smo poskušali spreminjati z dodatnim stiskanjem po predgretju, vendar se je to izkazalo za neučinkovito, saj se je upor pri tem preveč zmanjšal in je vzorec postal preveč prevoden.

Velikost delcev je bila že od samega začetka konstantna. Z močnim kuhinjskim mešalnikom smo kose materiala zmeli na velikost okoli 50–100 μm . Za večjo proizvodnjo bliskovitega grafena je to dobra lastnost, saj za pripravo vzorca ni potrebno veliko dodatnih mehanskih operacij. FJH smo poizkusili tudi z ročno nacefranimi ogljikovimi kompoziti, a rezultati niso bili boljši, dela pa je bilo veliko več.

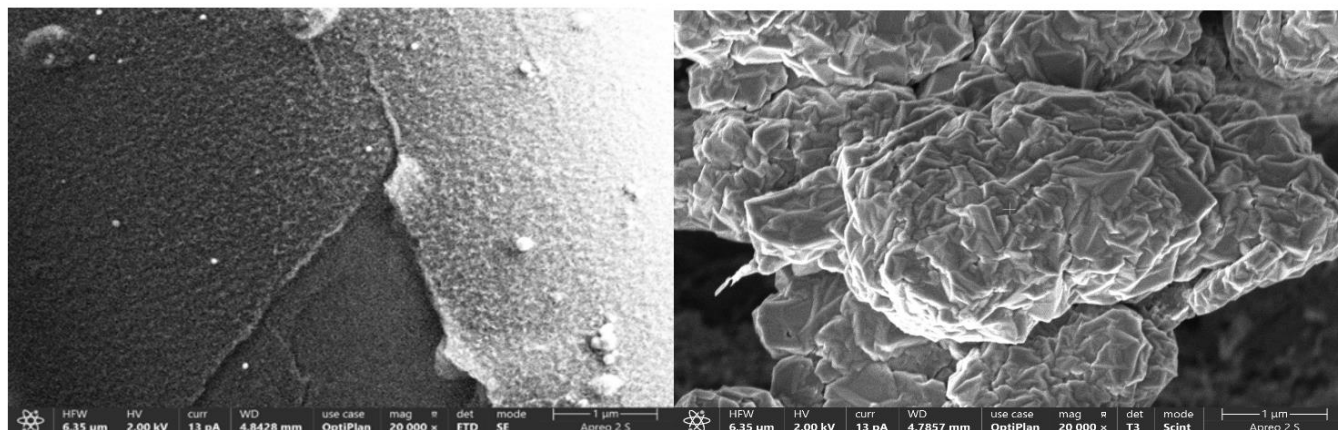
Čas bliska je bila tudi ena od spremenljivk, ki smo jo morali določiti. Pri tem je največjo vlogo igral čas, ki je bil potreben, da se kondenzatorji izpraznijo, saj je za čim učinkovitejšo in energetsko varčno proizvodnjo najbolje, da se kondenzatorji izpraznijo do konca in tako ni presežka električne energije. Kot najučinkovitejši se je izkazal pulz, dolg 200 ms, pri čemer se je banka kondenzatorjev izpraznila skoraj 100 %. V Tabeli 2 je prikazano, kako učinkovit je bil električni pulz glede na napetost in dolžino električnega pulza. Upor vzorca je pri vseh merjenjih 120 Ω , masa vzorca 40 mg, prav tako so vsi vzorci predgreti na enak način (10 A, 2 s, 3 x).

Tabela 2: Delež izkoristka kondenzatorjev glede na čas sunka in električno napetost

Ime vzorca	Električna napetost (V)	Čas sunka (ms)	Delež izkoriščene banke kondenzatorjev (%)
VK.5.1	150	50	~50
VK.5.2	150	50	~50
VK.5.3	180	50	~50
VK.5.4	210	50	~50
VK.5.5	180	25	~25
VK.6.1	210	25	~25
VK.6.2	230	25	~25
VK.6.3	250	25	54
VK.6.4	200	10	30
VK.6.5	230	10	18
I.B.18.1	150	200	~100

Razvidno je, da je pri krajših pulzih odstotek uporabljene energije iz kondenzatorjev zelo majhen, zato lahko ugotovimo, da se pri tem z Joulovim gretjem proizvede veliko nižja temperatura, kot bi se sicer, prav tako je postopek neučinkovit.

Kot zadnjo in glavno spremenljivko smo spremljali električno napetost v vzorcu. To smo opazovali tako, da smo vsakokrat, ko smo zamenjali neko drugo spremenljivko, začeli s testiranjem od nižjih napetosti proti višjim. Tako smo za vsako drugo spremembo v vzorcu ali postopku naredili vrsto poskusov, v katerih so si sledile napetosti od 75 V do 250 V. Skupna kapaciteta kondenzatorjev je bila 168 mF, električni tok pa je dosegel 400 A. Iz slik SEM smo lahko ugotavljali razlike med rezultati, ki so nastali pri različnih napetostih. Če na primer primerjamo sliki sredine vlakna vzorcev V.K.3.1 in V.K.3.4 (Slika 24), vidimo razliko v razplastitvi površine.



Slika 24: Vzorca V.K.3.1, pri katerem razplastitev ni potekla, in V.K.3.4, pri katerem razplastitev je potekla

Poskusili smo tudi z večkratnim FJH, ki je potekalo tako, da smo po običajnem postopku najprej naredili bliskoviti grafen, ga odstranili iz cevke, ponovno skompaktirali v cevko ter nato znova segreli. Ker je izkupiček FJH okoli 50 %, smo za ponovni blisk potrebovali približno 2–3 predhodne bliske. Tako smo pripravili vzorce V.K.9.1 (Slika 21), V.K.9.2 (Slika 22) in V.K.9.3. Ker bistvene razlike v strukturi pod elektronskim vrstičnim mikroskopom ni bilo moč opaziti, smo sklepali, da ponovno gretje ni potrebno. Že na začetku eksperimenta smo prav tako izločili vpliv zunanjšega zračnega pritiska. Izpostavljenost vakuumu namreč zaradi hitrosti poteka reakcije ni imela vpliva na vzorec.

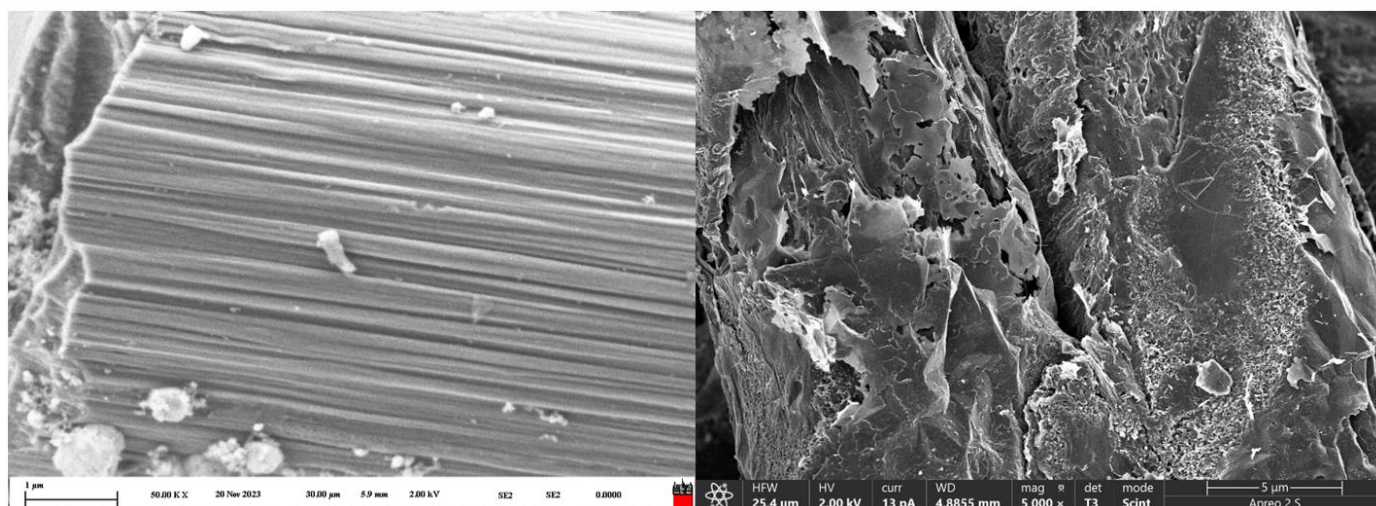
4.1.1 Optimiziran bliskoviti grafen

Z optimiziranim procesom FJH smo uspeli sintetizirati bliskoviti grafen. Za predgretje smo uporabili 10-sekundno gretje. S tem procesom smo odstranili večino vezivne smole, ki je povezovala ogljikova vlakna. Po predgretju smo začeli s FJH, ki je trajal 200 ms. Električni tok je dosegel 400 A. Električni potencial je bil 175 V, upornost vzorca pa okoli 1Ω . Energija enega bliska je tako približno 2,5 kJ. Vzorec je med segrevanjem močno žarel, pri primarnem gretju malce manj homogeno, a pri višjih napetostih je bila toplota razporejena bolj ali manj enakomerno. Po končanem postopku je v borosilikatni cevki ostalo še okoli 50 % začetne količine vzorca. Vzorec je v cevki ostal kot temno siv trden delec, ki je bil dobro drobljiv.

Zaradi upornosti vzorca se je vzorec v delčku sekunde segrel na 3000 K, pri čemer so neogljčni elementi izpareli iz vzorca. Vzorec se je nato v trenutku ohladil, kar je privedlo do prerazporejanja ogljikovih plošč in do tvorbe turbostratičnega grafena.

S pomočjo elektronskega vrstičnega mikroskopa smo posredno pokazali, da so v vzorcu večje domene turbostratičnega grafena. Na Sliki 25 levo lahko vidimo vlakna, ki so bila predgreta, vendar na njih ni bil izveden postopek FJH. Opazimo, da so vlakna ravna, enakomerna, na njih pa so pirolizirani ostanki smole, ki so vlakna vezali.

Slika 25 desno prikazuje tudi vzorec vlakna po izvedenem celotnem postopku FJH. Vidna je opazna sprememba v zunanji strukturi vlaken. Čeprav so vlakna ohranila svojo grobo obliko, je njihova površina vidno nagubana in plastna. Oblika ni več združena in enotna, kar je zaradi razplastitve povzročilo močno povečanje površine materiala.



Slika 25: Vzorca piroliziranega kompozita iz ogljikovih vlaken in vzorca kompozita iz ogljikovih vlaken, ki je bil izpostavljen FJH

4.2 Diskusija

Ob FJH se je površina ogljikovih vlaken močno povečala, saj so se vlakna razplastila tako znotraj kot tudi na površini. To dejstvo omogoča potencialno uporabo sintetiziranega bliskovitega grafena kot elektrokatalizatorja za elektrosintezo H_2O_2 . Trenutno se za katalizatorje uporabljajo spojine na osnovi platine in paladija, ki sta kot žlahtni kovini v naravi precej težko dostopni in dragi za proizvodnjo. Bliskoviti grafen bi

lahko znižal stroške elektrokatalize (za sintezo H_2O_2) in hkrati predstavljal dolgoročno rešitev za vedno večji problem kopičenja odpadnih ogljikovih vlaken in njihovih kompozitov. Naše raziskovalno delo potrjuje potencial metode FJH za trajnostno proizvodnjo grafena in njegovo potencialno uporabo v elektrokatalizi.

Bliskoviti grafen ima edinstvene lastnosti, kot so visoka poroznost, nizka vsebnost kisikovih funkcionalnih skupin in turbostratična grafitna struktura, kar omogoča skoraj 100 % selektivnost za elektrokemijsko sintezo vodikovega peroksida (H_2O_2). Ta je primerljiva z najboljšimi do sedaj poznanimi elektrokatalizatorji [17,18].

Hipotezo, da je mogoče pridobiti kvaliteten turbostratični grafen iz odpadnih ogljikovih vlaken, smo tako potrdili, saj smo na SEM slikah zaznali vzorce razplastitve površine ogljikovih vlaken, kar prikazujejo slike označene s številkami 9, 16, 17 in 21 v Tabeli 1 ter Slika 25. Vidna je opazna sprememba v zunanji strukturi vlaken. Čeprav so vlakna ohranila svojo grobo obliko, je njihova površina vidno nagubana in plastna. Oblika ni več združena in enotna, kar je zaradi razplastitve povzročilo močno povečanje površine materiala. Z rezultati naših raziskav lahko postavimo temelje za številne prihodnje raziskave na to temo. Ker je svet vedno bolj usmerjen k uporabi ogljikovih kompozitov, je zato ključno, da že vnaprej razmišljamo o njihovi reciklaži in ponovni uporabi.

Hipotezo, da je postopek FJH mogoče optimizirati z zmanjšanjem energetskih izgub in povečanjem iztržka materiala, smo potrdili, saj smo dosegli skoraj popolno porabo uporabljenih električne energije za gretje. Kot je razvidno v Tabeli 2, ki prikazuje učinkovitost kondenzatorjev glede na čas električnega sunka in napetosti, smo postopek optimizirali tako, da smo v sistemu za bliskovito Joulovo segrevanje dosegli najvišjo učinkovitost.

Kot najučinkovitejši se je izkazal pulz na vzorcu z uporom 120Ω in maso 40 mg. Vzorec je bil predgret trikrat po 2 s pri električnem toku 10 A. Električni sunek skozi vzorec je bil dolg 200 ms, pri električni napetosti 150 V, pri čemer se je banka kondenzatorjev izpraznila za skoraj 100 %.

Sklepamo lahko, da bo v prihodnosti mogoče naš optimiziran sistem za bliskovito Joulovo segrevanje postaviti kot energetsko učinkovitega, saj smo z doseganjem 100

% energijske porabe zagotovili energijsko najustreznejše pogoje za reciklažo odpadnih ogljikovih vlaken.

Z rezultati naše raziskave smo potrdili tudi tretjo hipotezo, da postopek FJH predstavlja učinkovito in industrijsko razširljivo rešitev za reciklažo odpadnih ogljikovih vlaken. Ogljikova vlakna, ki so predstavljala odpadek, smo uspešno pretvorili v grafen, ki ima svojo potencialno uporabo v elektrokatalizi. Njegova skoraj 100 % selektivnost za elektrokemijsko sintezo vodikovega peroksida ga tako uvršča v vrh doslej poznanih elektrokatalizatorjev. Postopek sinteze grafena, opisan na straneh 18, 19 in 20, je dovolj preprost, da je zato lahko njegova uporaba zanimiva tudi v komercialne namene. Iz raziskave je razvidno, da bi bilo z masovno proizvodnjo bliskovitega grafena v prihodnosti mogoče reciklirati ogljikova vlakna in jih ponovno uporabiti v novih, visoko učinkovitih elektrokemijskih produktih. Ta proces podpira načela krožnega gospodarstva, saj zmanjšuje količino odpadkov iz ogljikovih vlaken, podaljšuje njihov življenjski cikel in prispeva k trajnostnemu razvoju.

5 ZAKLJUČEK IN POMEN RAZISKAVE

Ogljikova vlakna, ki so danes zelo razširjena v vsakdanji uporabi, trenutno predstavljajo precejšnje breme za okolje, saj jih ni mogoče enostavno reciklirati. Zaradi velike količine tega materiala je bil cilj naše raziskave razviti način, kako s posebno tehniko pridobiti nov uporaben material.

V raziskovalni nalogi smo s pomočjo metode FJH uspeli sintetizirati grafen. Pri tem smo uporabili posebej zasnovano aparaturo, ki je v 200 ms segrela vzorec zmletih ogljikovih vlaken v borosilikatni cevki na okoli 3000 K, pri čemer je skozi vzorec stekel tok 400 A pri napetosti 150 V. Rezultat tega procesa je bil turbostratični grafen.

V prihodnosti želimo izboljšati pogoje za pridobivanje tega materiala ter optimizirati tehnološke parametre, da bi proces predelave ogljikovih vlaken pocenili in omogočili njihovo uporabo v vsakdanji praksi.

Pomen te raziskave je v spoznanju, da je mogoče iz doslej skoraj nerazgradljivega odpadka ustvariti nov material, ki ne le da prinaša okoljske koristi, ampak tudi konkurira obstoječim rešitvam na različnih področjih. Osredotočamo se na potencial bliskovitega grafena, materiala, ki obeta revolucijo v elektrokatalizi in energijskih tehnologijah, kot so gorivne celice in elektrolizerji. Turbostratični grafen izkazuje izjemno katalitsko aktivnost in stabilnost, kar odpira vrata za nadomestitev dragih in težko dostopnih katalizatorjev na osnovi žlahtnih kovin (Pt/Pd).

Postopek FJH predstavlja preboj v tehnologiji proizvodnje grafena, ki bi lahko pomenil prelomnico v razvoju čistejših in cenovno dostopnejših energijskih rešitev. S tem ko vsak kos odpadka obravnavamo kot priložnost, smo omogočili ponovno uporabo prej težko recikliranih ogljikovih vlaken, ki so predstavljala naraščajoče okoljsko breme. Ogljikova vlakna, katerih poraba in uporaba naraščata, so že postala ena večjih groženj za okolje.

Z uporabo bliskovitega grafena kot elektrokatalizatorja ne le zmanjšamo stroške proizvodnje, ampak pripomoremo tudi k razbremenitvi okolja, kar predstavlja pomemben korak k trajnostnemu razvoju in bolj zeleni prihodnosti.

6 LITERATURA

- [1] Martin, T. R., Meyer, S. W., Luchtel, D. R. (1989). An evaluation of the toxicity of carbon fiber composites for lung cells in vitro and in vivo. *Environmental Research*, 49(2), 246–61. doi: 10.1016/s0013-9351(89)80070-2.
- [2] Pimenta, S, Pinho, S. T. (2011). Recycling carbon fibre reinforced polymers for structural applications: technology review and market outlook. *Waste Manag.* Feb;31(2), 378–92. doi: 10.1016/j.wasman.2010.09.019. Epub 2010 Oct 25. PMID: 20980138.
- [3] Kokmat, P., Surinlert, P., Ruammaitree, A. (2023). Growth of High-Purity and High-Quality Turbostratic Graphene with Different Interlayer Spacings. *ACS Omega*, 8(4), 4010–4018. doi: 10.1021/acsomega.2c06834. PMID: 36742997; PMCID: PMC9893739.
- [4] H. Jung, A. Karmakar, A. Adhikari, R. Patel and S. Kundu. 2022 Graphene-based materials as electrocatalysts for the oxygen evolution reaction: a review, *Sustainable Energy Fuels*, 2022, **6**, 640 DOI: 10.1039/D1SE01716K.
- [5] Lei Huang, Shahid Zaman, Xinlong Tian, Zhitong Wang, Wensheng Fang, and Bao Yu Xia *Accounts of Chemical Research* **2021** 54 (2), 311–322 DOI: 10.1021/acs.accounts.0c00488.
- [6] Isa, A, Nosbi, N., Che Ismail, M., Md Akil, H., Wan Ali, W. F. F, Omar, M. F., (2022). A Review on Recycling of Carbon Fibres: Methods to Reinforce and Expected Fibre Composite Degradations. *Materials* 15(14):4991. doi: 10.3390/ma15144991.
- The Chemistry of Carbon Fiber. Na The Chemistry of Carbon Fiber. Pridobljeno 18. avgust 2024 s <https://www.chemistryislife.com/the-chemistry-of-carbon-fiber>.
- [7] Tüfekci, M., Durak, S. G., Pir, İ., Acar, T. O., Demirkol, G. T., & Tüfekci, N. (2020). Manufacturing, Characterisation and Mechanical Analysis of Polyacrylonitrile Membranes. *Polymers*, 12(10), 2378. Pridobljeno 19. avgust 2024 s <https://doi.org/10.3390/polym12102378>.
- [8] Balandin, A. A. (2011). Thermal properties of graphene and nanostructured carbon materials. *Nature materials*, 10(8), 569–581.
- [9] (<https://www.ossila.com/pages/what-is-graphene>). Pridobljeno 25. 2. 2025.

- [10] Lee JU, Yoon D, Cheong H. Estimation of Young's modulus of graphene by Raman spectroscopy. *Nano Lett.* 2012 Sep 12;12(9):4444-8. doi: 10.1021/nl301073q. Epub 2012 Aug 8. PMID: 22866776.
- [11] Bøggild, P., Mackenzie, D. M., Whelan, P. R., Petersen, D. H., Buron, J. D., Zurutuza, A., ... & Jepsen, P. U. (2017). Mapping the electrical properties of large-area graphene. *2D Materials*, 4(4), 042003.
- [12] Chang, H., & Wu, H. (2013). Graphene-based nanomaterials: Synthesis, properties, and optical and optoelectronic applications. *Advanced Functional Materials*, 23(16), 1984–1997.
- [13] Jia, P. P., Sun, T., Junaid, M., Yang, L., Ma, Y. B., Cui, Z. S., ... & Pei, D. S. (2019). Nanotoxicity of different sizes of graphene (G) and graphene oxide (GO) in vitro and in vivo. *Environmental Pollution*, 247, 595–606.
- [14] Shimatani, M., Ikuta, T., Sakamoto, Y., Fukushima, S., Ogawa, S., Maehashi, K. (2022). Turbostratic stacked graphene-based high-responsivity mid-wavelength infrared detector using an enhanced photogating effect. *Optical Materials Express*, 12(2), 459. doi: 10.1364/OME.449757.
- [15] Luong, D. X., Bets, K. V., Algozeeb, W. A., Stanford, M. G., Kittrell, C., Chen, W., ... & Tour, J. M. (2020). Gram-scale bottom-up flash graphene synthesis. *Nature*, 577(7792), 647–651.
- [16] Mohammed, A., & Abdullah, A. (2018, ovember). Scanning electron microscopy (SEM): A review. In *Proceedings of the 2018 international conference on hydraulics and pneumatics—HERVEX, Băile Govora, Romania* (Vol. 2018, pp. 7–9).
- [17] Bardarov, I., Apostolova, D. Y., Martins, P., Angelov, I., Ruiz-Zepeda, F., Jerman, I., ... & Genorio, B. (2025). Flash Graphene from Carbon Fiber Composites: A Sustainable and High-Performance Electrocatalyst for Hydrogen Peroxide Production. *Electrochimica Acta*, 145754.
- [18] Shi, X., Back, S., Gill, T. M., Siahrostami, S., & Zheng, X. (2021). Electrochemical synthesis of H₂O₂ by two-electron water oxidation reaction. *Chem*, 7(1), 38-63.