

Р.Е. Жумадилов¹ , Р.Р. Немкаева^{1,2} , Е. Ерланұлы^{1,2*} , М.Т. Габдуллин^{2,3} 

¹Институт прикладных наук и информационных технологий, Казахстан, г. Алматы

²Казахстанско-Британский технический университет, Казахстан, г. Алматы

³Казахстанское физическое общество, Казахстан, г. Алматы

*e-mail: yerlanuly@physics.kz

IN SITU РАМАНОВСКИЙ АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ ЯВЛЕНИЙ В УГЛЕРОДНЫХ НАНОСТЕНКАХ

Углеродные наностены (УНС) представляют собой вертикально ориентированные взаимосвязанные графеновые листы. Они привлекают все больший интерес для применения в электрохимических сенсорных устройствах благодаря своей высокой электро- и теплопроводности, отличной электрокаталитической активности, большой площади удельной поверхности и высокой чувствительности к различным анализатам. В данной работе УНС были синтезированы на подложках $Ti/SiO_2/Si$ методом плазменно-химического осаждения из газовой фазы с инъекцией радикалов (RI-PECVD). Структурные и морфологические свойства полученных УНС были исследованы с помощью спектроскопии комбинационного рассеяния света (рамановская спектроскопия) и сканирующей электронной микроскопии. Для анализа электрохимических свойств УНС использовали циклическую вольтамперометрию и хроноамперометрию. Электрохимические свойства УНС были исследованы в сочетании с рамановской спектроскопией *in situ*. Рамановская спектроскопия *in situ* дает информацию о возможных повреждениях, нарушениях симметрии и структурных изменениях в материале и является эффективным методом для изучения фазовых переходов, вызванных температурой, давлением или электрохимической реакцией. Контролируемое приложение разных значений напряжения на электроде УНС позволило запустить электрохимические реакции, которые отслеживались с помощью *in situ* рамановской спектроскопии. Реакции носили частично обратимый характер, о чем свидетельствовало увеличение/уменьшение соотношения интенсивностей пиков (I_{2D}/I_G) в рамановских спектрах УНС электрода.

Ключевые слова: углеродные наностены, рамановская спектроскопия *in situ*, RI-PECVD, электрохимическая реакция.

Р.Е. Жумадилов¹ , Р.Р. Немкаева^{1,2} , Е. Ерланұлы^{1,2*} , М.Т. Габдуллин^{2,3} 

¹Қолданбалы ғылымдар және ақпараттық технологиялар институты, Қазақстан, Алматы қ.

²Қазақ-Британ техникалық университеті, Қазақстан, Алматы қ.

³Қазақстандық физикалық қоғам, Қазақстан, Алматы қ.

*e-mail: yerlanuly@physics.kz

Көміртекті наноқабырғалардағы электрохимиялық құбылыстардың *in situ* Раман талдауы

Көміртекті наноқабырғалар - тігінен бағытталған және өзара байланысты графен парақтары. Олар жоғары электр және жылу өткізгіштігі, тамаша электрокаталитикалық белсенділігі, үлкен бетінің ауданы және жоғары сезімталдығы арқасында электрохимиялық сенсорлық құрылғыларда қолдануға арналған материал ретінде белсенді қызығушылық танытуда. Бұл жұмыста көміртегі наноқабырғалары $Ti/SiO_2/Si$ субстраттарында радикалды инъекциялы газдық фазадан плазмалық химиялық тұндыру (RI-PECVD) әдісімен синтезделді. Алынған көміртегі наноқабырғаларының құрылымдық және морфологиялық қасиеттері жарықтың комбинациялық шашырау спектроскопиясы және сканерлеуші электронды микроскопия көмегімен зерттелді. Көміртегі наноқабырғаларының электрохимиялық қасиеттерін талдау үшін циклдік вольтамперометрия мен хроноамперометрия қолданылды. Көміртегі наноқабырғаларының электрохимиялық қасиеттері *in situ* Раман спектроскопиясымен бірге зерттелді. Раман спектроскопиясы *in situ* материалдың ықтимал зақымдануыб симметрияның бұзылуы және құрылымдық өзгерістері туралы ақпарат береді. Ол сондай-ақ температура мен қысым немесе

электрохимиялық реакциялар сияқты айнымалылардан туындаған фазалық ауысуларды зерттеудің тиімді құралы ретінде қолданылады. Көміртекті наноқабырға электродында әртүрлі кернеу мәндерін қолдану арқылы, *in situ* Раман спектроскопиясы арқылы бақылаған электрохимиялық реакцияларды іске қосуға мүмкіндік берді. Реакциялар ішінара қайтымды болды, бұл (I_{2D}/I_G) қатынасының жоғарылау/төмендеуімен дәлелденді.

Түйін сөздер: көміртекті наноқабырғалары, *in situ* Раман спектроскопиясы, RI-PECVD, электрохимиялық реакция

R.Ye. Zhumadilov¹, R.R. Nemkayeva^{1,2}, Ye. Yerlanuly^{1,2*}, M.T. Gabdullin^{2,3}

¹Institute of Applied Science and Information Technologies, Kazakhstan, Almaty

²Kazakh-British Technical University, Almaty, Kazakhstan

³Kazakh Physical Society, Almaty, Kazakhstan

*e-mail: yerlanuly@physics.kz

IN SITU Raman analysis of electrochemical phenomena in carbon nanowalls

Carbon nanowalls (CNWs) are vertically oriented and interconnected graphene sheets. They are attracting growing interest as a new material for application in electrochemical sensing devices due to their high electrical and thermal conductivity, excellent electrocatalytic activity, large specific surface area and high sensitivity to various analytes. In this work, CNWs were synthesized on Ti/SiO₂/Si substrates by radical-injection plasma-enhanced chemical vapor deposition (RI-PECVD). The structural and morphological properties of the obtained CNWs were investigated by Raman spectroscopy and scanning electron microscopy. Cyclic voltammetry and chronoamperometry were used to analyze the electrochemical properties of the CNWs. The electrochemical properties of the CNWs were investigated in conjunction with *in situ* Raman spectroscopy. *In situ* Raman spectroscopy provides information on possible damage or disorder in the material and is an effective method to study phase transitions induced by temperature, pressure, or electrochemical reaction. The intentional applying of different values of voltages on the CNWs electrode allowed us to trigger electrochemical reactions, which we monitored with *in situ* Raman spectroscopy. The reactions were partially reversible, as indicated by the increase/decrease of the peak intensity ratio (I_{2D}/I_G).

Keywords: carbon nanowalls, *in situ* Raman spectroscopy, RI-PECVD, electrochemical reaction.

Введение

В последние годы большое внимание привлекают методы определения характеристик *in-situ* с различными пространственно-временными масштабами, которые применяются для исследования механизма заряда/разряда и взаимосвязи структуры и активности электродных материалов. Рамановская спектроскопия – идеальный инструмент для определения характеристик, обладающий такими достоинствами, как быстрота, неразрушающий контроль и высокое разрешение [1–3]. В 2006 году был впервые обнаружен рамановский спектр графена, а Рамановская спектроскопия в последствии стала классическим методом определения характеристик неупорядоченных и аморфных углеродов [4], графена, нанотрубок и углеродных наностен (УНС) [5–8].

Углеродные наностены (УНС) являются одной из аллотропных модификаций углерода и представляют собой трехмерные сети из вертикально ориентированных графеновых

листов [9]. Благодаря свободным связям на краях вертикально ориентированных небольших листов графена, УНС является уникальным электродным материалом для электрохимического детектирования, в целях создания химических сенсоров, поскольку легко вступает в химические реакции с аналитами, при котором меняет электрическое сопротивление и позволяет детектировать аналиты при малых концентрациях [10-13].

Рамановская спектроскопия *in situ* полезна тем, что позволяет эффективно визуализировать и контролировать общую электрохимическую реакцию в режиме реального времени [14–18]. Поскольку колебательные полосы связаны с наличием связей или конкретного соединения, появление таких полос при приложенных потенциалах может дать представление о точной причине улучшения электрокаталитических характеристик [19]. Кроме того, смещение пиков часто указывает на изменение химических соединений в результате электрохимических реакций, что дает представление о механизме взаимодействия. Таким образом, подобные

спектроскопические данные могут быть использованы для получения различных типов информации об электрохимической реакции, таких как структурные переходы электрокатализаторов, межфазные химические соединения на поверхности и локализованные соединения в электролите в области двойного электрического слоя [20].

В последние годы активно изучаются электрохимические свойства наноматериалов на основе графена в сочетании с *in situ* Рамановской спектроскопией [21-23]. Например, Vouřa и др. исследовали оксид графена и графеновые нанопластины с помощью *in situ* Рамановской спектроскопии во время вольтамперометрического циклирования, а также потенциостатического заряда как при восстановительном, так и при слабо-окислительных потенциалах [21]. В докладе Choi и др. провели рамановские измерения *in-situ* микрометра из графена на подложках SiO₂/Si на воздухе при плотности электрического тока до $2,58 \times 10^8$ А/см² [22]. Кроме того, в работе Binder и др. [23], авторы смогли вызвать хемосорбцию водорода на образце двуслойного графена, намеренно подавая высокое напряжение на затвор. Процесс хемосорбции был исследован с помощью рамановской спектроскопии *in situ*, наблюдая появление мод Si-H и C-H и увеличение интенсивности D-полосы в спектрах. Процесс был частично обратим при приложении отрицательных значений напряжения на затворе. Таким образом, изменяя приложенное напряжение на затворе, авторы получили электрический переключатель хемосорбции водорода на графене. Однако, несмотря на эти достижения, в существующей литературе нет информации об исследовании электрохимических свойств УНС с помощью рамановской спектроскопии *in situ*.

В представленной работе исследованы УНС с помощью рамановской спектроскопии *in situ* во время вольтамперометрического цикла, а также потенциостатического заряда как при восстановительном, так и при окислительном потенциалах. Полученные результаты в дальнейшем представляют интерес для понимания фундаментальных вопросов структурных изменений УНС при электрохимических процессах.

Эксперимент

Синтез УНС проведен методом RI-PECVD. Экспериментальная установка, процессы синтеза подробно описаны в работах [24–26]. В качестве подложек для выращивания УНС использовались

Ti/SiO₂/Si размером 4×4 см, где толщина Ti и SiO₂ составляла по 200 нм соответственно. В камеру вводилась смесь CH₄ с расходом 100 sccm, H₂ с расходом 50 sccm, а общее давление газа поддерживалось на уровне 3 Па. Мощность микроволнового источника SWP (плазма поверхностных волн) и мощность источника VHF (очень высокая частота), ССР (емкостно-связанная плазма) составляла 400 Вт. Температура нагревателя для нагрева образцов во время роста УНС поддерживалась на уровне 800 °С. Время синтеза было установлено на 5 мин, а толщина полученного слоя УНС составила около 350 нм.

Морфология поверхности УНС была исследована с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) S-4800, (Hitachi-High Technologies). Рамановская спектроскопия (NT-MDT Solver Spectrum Raman spectrometer) была использована для изучения структурных изменений образцов в диапазоне потенциалов от -1,2 В до 1,2 В при электрохимических измерениях в электролите с использованием потенциостата (Metrohm, μStat-i 400) при длине волны возбуждения 473 нм.

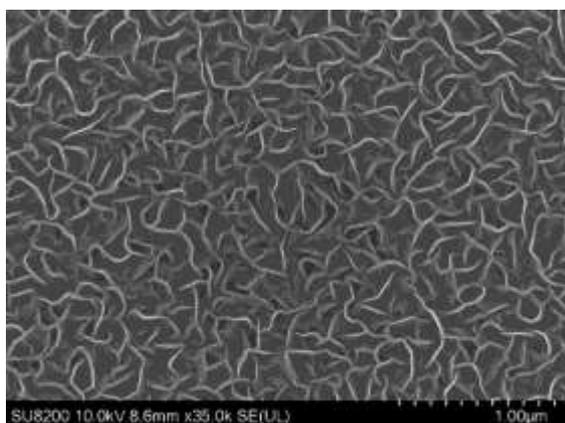
Циклическая вольтамперометрия (CV) и амперометрические измерения проводились с использованием трехэлектродной системы, состоящей из образца УНС в качестве рабочего электрода, Ag/AgCl в качестве электрода сравнения и платиновой проволоки в качестве противоэлектрода для оценки эффективности образцов УНС. Измерения CV проводились в диапазоне потенциалов от -1,2 до 1,2 В при скорости сканирования 20 мВ/с. В качестве поддерживающего электролита использовался 0,5 М Na₂SO₄.

Результаты и обсуждение

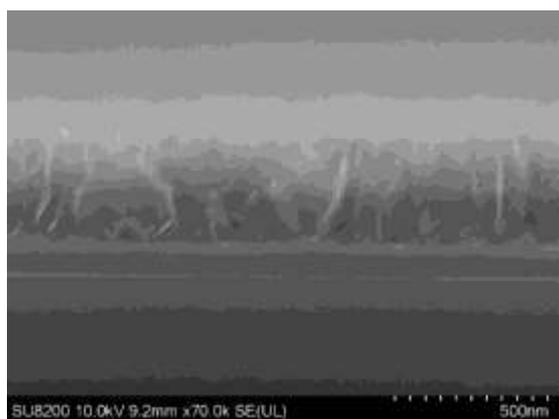
На рисунке 1 показаны СЭМ изображения пленок УНС на подложке Ti/SiO₂/Si, вид сверху (рис.1а) и в поперечном сечении (рис.1б). Высота УНС составляла около 350 нм. Из рисунка 1 можно заметить, что УНС, синтезированные при времени роста 5 мин, имеют лабиринтоподобную структуру.

На рисунке 2 представлена циклическая вольтамперометрия (CV) УНС в диапазоне -1,2 В и 1,2 В при различных скоростях сканирования (20 мВ/с – 80 мВ/с). Во время развертки потенциала на циклической вольтамперограмме при реакции рабочего электрода с электролитом возникает пиковый ток в определенном диапазоне потенциалов, в котором протекает реакция. Во время развертки потенциала на циклической

вольтамперограмме, когда рабочий электрод и электролит вступают в реакцию, в определенном диапазоне потенциалов, где происходит реакция, возникает пиковый ток. В случае нулевого потенциала положительный пиковый ток означает реакцию окисления, в то время как отрицательный пиковый ток указывает на реакцию восстановления.



а)



б)

Рисунок 1 – СЭМ изображение синтезированных УНС

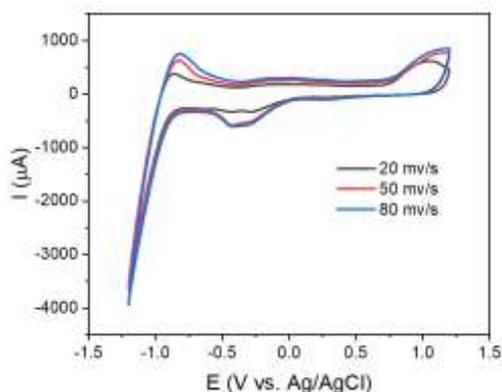


Рисунок 2 – Циклическая вольтамперограмма УНС при различных скоростях сканирования в растворе Na_2SO_4

Электрохимические измерения не могут предоставить деталей, подтверждающих точный механизм реакции, поэтому для получения убедительных аргументов используется рамановская спектроскопия *in situ*.

На рисунке 3 показаны Рамановские спектры УНС в диапазоне потенциалов от -1,2 В до 1,2 В с шагом 0,2 В при электрохимических измерениях в электролите. В Рамановских УНС наблюдаются пики D, G, D', G' (2D) и G + D [7]. Пик D характерен для образцов с дефектами в sp^2 -структурах. Наличие пика G указывает на синтез графитизированного углерода. Пик D' в форме плеча возникает из-за краев, а также дефектов решетки графеновой структуры и указывает на неупорядоченность в sp^2 -кристаллитах конечных размеров. Появление пика 2D указывает на дальний порядок в структуре. Пик G+D является комбинированной модой, вызванной неупорядоченностью структуры [27,28]. При увеличении подаваемого потенциала от -1,2 В до 1,2 В при переходе в положительную область в спектрах проявляется пик в области 980 cm^{-1} характерный сульфат-иону (SO_4^{2-}) [29,30]. Данное явление связано с процессом разложения Na_2SO_4 при окислении УНС на положительном потенциале.

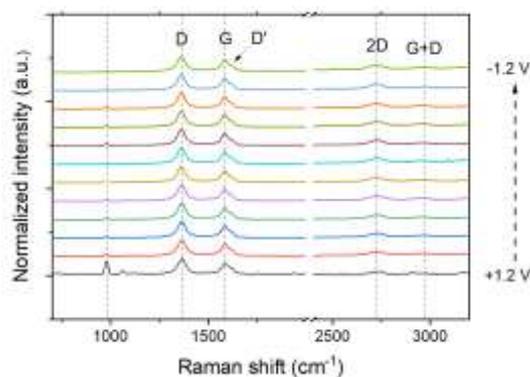
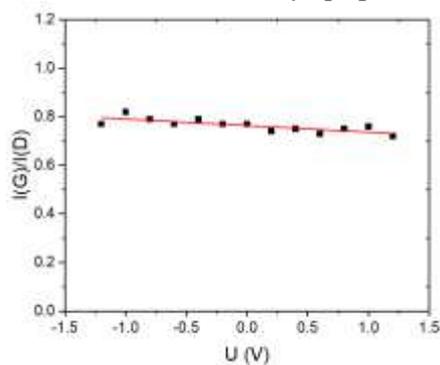


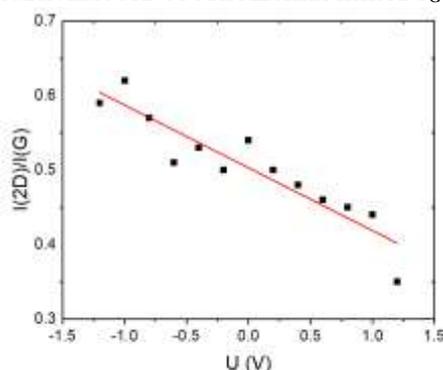
Рисунок 3 – Рамановские спектры УНС в диапазоне потенциалов от -1,2 В до 1,2 В с шагом 0,2 В при электрохимических измерениях в электролите

Анализ спектров комбинационного рассеяния демонстрирует различное влияние электрохимического циклирования на структуру УНС. Соотношение интенсивностей пиков G и D (I_G/I_D) в УНС практически не изменяется при разных приложенных потенциалах (рисунок 4а). Данное явление свидетельствует о преобладающей фазе со стабильной sp^2 гибридизацией углерода в структуре УНС. Однако, соотношение пиков (I_{2D}/I_G) уменьшается с 0,59 до 0,35 при положительном потенциале (рис. 4б). Уменьшение I_{2D}/I_G связано с

окислительной химической реакцией в графеновых листах УНС при положительном напряжении, что приводит к появлению углерод-кислородной связи, т.е. оксиду графена [31-33].



а) зависимость соотношения пиков I_G и I_D



б) зависимость соотношения пиков I_{2D} и I_G от приложенного напряжения

Рисунок 4 – Анализ рамановских спектров образцов УНС при различных напряжениях

Заключение

Таким образом, были изучены особенности поведения УНС в процессе электрохимических измерений с помощью Рамановской спектроскопии *in situ*. Спектры комбинационного рассеяния показали, что соотношение интенсивностей пиков G и D (I_G/I_D) в УНС не сильно изменяется при разных приложенных потенциалах. Однако, соотношение пиков (I_{2D}/I_G) уменьшается с 0,59 до 0,35 при положительном потенциале, что объясняется окислительной реакцией на поверхности материала. Полученные результаты в дальнейшем представляют интерес для понимания фундаментальных вопросов структурных изменений УНС при электрохимических процессах.

Благодарность

Выражаем благодарность профессору Масару Хори из университета Нагоя за предоставленную возможность проведения экспериментальных работ по синтезу УНС в лаборатории наук о низкотемпературной плазме.

Данное исследование финансируется Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан, грант No AP19676443.

Литература

- 1 Deluca M., Hu H., Popov M.N., Spitale, J., Dieing T. Advantages and developments of Raman spectroscopy for electroceramics. // *Commun Mater.* – 2023. – Vol.4. – P.78.
- 2 Jones R.R., Hooper D.C., Zhang L., Wolverson D., Valev V.K. Raman Techniques: Fundamentals and Frontiers. // *Nanoscale Res Lett.* – 2019. – Vol.14. – P.231.
- 3 Orlando A., Franceschini F., Muscas C., Pidkova S., Bartoli M., Rovere M., Tagliaferro A. A Comprehensive Review on Raman Spectroscopy Applications // *Chemosensors.* – 2021. – Vol.9. – P.262.
- 4 Schwan J., Ulrich S., Batori V., Ehrhardt H., Silva S.R.P. Raman spectroscopy on amorphous carbon films // *J Appl Phys.* – 1996. – Vol.80. – P.440–447.
- 5 Malard L.M., Pimenta M.A., Dresselhaus G., Dresselhaus M.S. Raman spectroscopy in graphene. // *Phys Rep.* – 2009. – Vol.473. – P.51–87.
- 6 Dresselhaus M.S., Dresselhaus G., Saito R., Jorio A. Raman spectroscopy of carbon nanotubes // *Phys Rep.* – 2005. – Vol.409. – P.47–99.
- 7 Kurita S., Yoshimura A., Kawamoto H., Uchida T., Kojima K., Tachibana M., Molina-Morales P., Nakai H. Raman spectra of carbon nanowalls grown by plasma-enhanced chemical vapor deposition // *J Appl Phys.* – 2005. – Vol.97. – Art.No 104320.
- 8 Wu J.-B., Lin M.-L., Cong X., Liu H.-N., Tan P.-H. Raman spectroscopy of graphene-based materials and its applications in related devices // *Chem Soc Rev.* – 2018. – Vol.47. – P.1822–1873.
- 9 Hiramatsu M., Hori M. Carbon Nanowalls. – Springer Vienna, Vienna, 2010.
- 10 Bohlooli F., Yamatogi A., Mori S. Manganese oxides/carbon nanowall nanocomposite electrode as an efficient non-enzymatic electrochemical sensor for hydrogen peroxide // *Sens Biosensing Res.* – 2021. – Vol.31. – Art.No 100392.
- 11 Tomatsu M., Hiramatsu M., Foord J.S., Kondo H., Ishikawa K., Sekine M., Takeda K., Hori M. Hydrogen peroxide sensor based on carbon nanowalls grown by plasma-enhanced chemical vapor deposition. // *Jpn J Appl Phys.* – 2017. – Vol.56. – Id. 06HF03.

- 12 Bohlooli F., Anagri A., Mori S. Development of carbon-based metal free electrochemical sensor for hydrogen peroxide by surface modification of carbon nanowalls // *Carbon*. – 2022. – Vol.196. – P.327–336.
- 13 Zhumadilov R.Ye., Yerlanuly Y., Kondo H., Nemkayeva R.R., Ramazanov T.S., Hori M., Gabdullin M.T. Hydrogen peroxide sensing with nitrogen-doped carbon nanowalls. // *Sens Biosensing Res*. – 2024. – Vol.43. – Art.No 100614.
- 14 Ou J.Z., Campbell J.L., Yao D., Wlodarski W., Kalantar-zadeh K. In Situ Raman Spectroscopy of H₂ Gas Interaction with Layered MoO₃ // *The Journal of Physical Chemistry C* – 2011. – Vol.115. – P.10757-10763.
- 15 Wu H.-L., Huff L.A., Gewirth A.A. In Situ Raman Spectroscopy of Sulfur Speciation in Lithium–Sulfur Batteries // *ACS Appl Mater Interfaces*. – 2015. – Vol.7. – P.1709–1719.
- 16 Zhu H., Yu G., Guo Q., Wang X. In Situ Raman Spectroscopy Study on Catalytic Pyrolysis of a Bituminous Coal // *Energy & Fuels*. – 2017. – Vol.31. – P.5817–5827.
- 17 Liu S., Zhang G., Feng K., Han Y., He T., You J., Wu Y.: *In Situ* Raman Spectroscopy Studies on La₂CaB₁₀O₁₉ Crystal Growth. *Cryst Growth Des*. – 2020. – Vol.20. – P.6604–6609.
- 18 Deng Y., Yeo B.S. Characterization of Electrocatalytic Water Splitting and CO₂ Reduction Reactions Using In Situ/Operando Raman Spectroscopy. // *ACS Catal*. – 2017. – Vol.7. – P.7873–7889.
- 19 Wain A.J., O’Connell M.A. Advances in surface-enhanced vibrational spectroscopy at electrochemical interfaces // *Adv Phys X*. – 2017. – Vol.2. – P.188–209.
- 20 Zheng W. *Beginner’s Guide to Raman Spectroelectrochemistry for Electrocatalysis Study* // *Chemistry–Methods*. – 2023. – Vol.3.
- 21 Bouša M., Frank O., Jirka I., Kavan L. *In situ* Raman spectroelectrochemistry of graphene oxide. // *Physica status solidi (b)*. – 2013. – Vol.250. – P.2662–2667.
- 22 Choi M., Son J., Choi H., Shin H., Lee S., Kim S., Lee S., Kim S., Lee K., Kim S.J., Hong B.H., Hong J., Yang I. *In-situ* Raman spectroscopy of current-carrying graphene microbridge // *Journal of Raman Spectroscopy*. – 2014. – Vol.45. – P.168–172.
- 23 Binder J., Urban J.M., Stepniowski R., Strupinski W., Wyszomolek A. *In situ* Raman spectroscopy of the graphene/water interface of a solution-gated field-effect transistor: electron–phonon coupling and spectroelectrochemistry // *Nanotechnology*. – 2016. – Vol.27. – Art.No 045704.
- 24 Yerlanuly Y., Christy D., Van Nong N., Kondo H., Alpysbayeva B., Nemkayeva R., Kadyr M., Ramazanov T., Gabdullin M., Batryshev D., Hori M. Synthesis of carbon nanowalls on the surface of nanoporous alumina membranes by RI-PECVD method. // *Appl Surf Sci*. – 2020. – Vol.523. – Art.No 146533.
- 25 Kondo S., Hori M., Yamakawa K., Den S., Kano H., Hiramatsu M. Highly reliable growth process of carbon nanowalls using radical injection plasma-enhanced chemical vapor deposition // *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*. – 2008. – Vol.26. – P.1294–1300.
- 26 Sugiura H., Jia L., Ohashi Y., Kondo H., Ishikawa K., Tsutsumi T., Hayashi T., Takeda K., Sekine M., Hori M. Control of sp²-C cluster incorporation of amorphous carbon films grown by H-radical-injection CH₄/H₂ plasma-enhanced chemical vapor deposition. // *Jpn J Appl Phys*. – 2019. – Vol.58. – Art.No 030912.
- 27 Davami K., Shaygan M., Kheirabi N., Zhao J., Kovalenko D.A., Rümmeleli M.H., Opitz J., Cuniberti G., Lee J.-S., Meyyappan M. Synthesis and characterization of carbon nanowalls on different substrates by radio frequency plasma enhanced chemical vapor deposition // *Carbon*. – 2014. – Vol.72. – P.372–380.
- 28 Liu R., Chi Y., Fang L., Tang Z., Yi X. Synthesis of carbon nanowall by plasma-enhanced chemical vapor deposition method // *J Nanosci Nanotechnol*. – 2014. – Vol.14(2). – P.1647-1657.
- 29 Prieto-Taboada N., Fdez-Ortiz de Vallejuelo S., Veneranda M., Lama E., Castro K., Arana G., Larrañaga A., Madariaga J.M. The Raman spectra of the Na₂SO₄-K₂SO₄ system: Applicability to soluble salts studies in built heritage // *Journal of Raman Spectroscopy*. – 2019. – Vol.50. – P.175–183.
- 30 Du Z., Chen J., Ye W., Guo J., Zhang X., Zheng R. Investigation of Two Novel Approaches for Detection of Sulfate Ion and Methane Dissolved in Sediment Pore Water Using Raman Spectroscopy // *Sensors*. – 2015. – Vol.15. – P.12377–12388.
- 31 Parpal M., El Sachat A., Sotomayor Torres C.M., Gómez-Romero P., Rueda-García D., Chavez-Angel E. In situ Raman analysis of reduced-graphene oxide-based electroactive nanofluids // *Diam Relat Mater*. – 2024. – Vol.141. – Art.No 110541.
- 32 Yadav R., Joshi P., Hara M., Yoshimura M. *In situ* electrochemical Raman investigation of charge storage in rGO and N-doped rGO // *Physical Chemistry Chemical Physics*. – 2021. – Vol.23. – P.11789–11796.
- 33 Johra F.T., Lee J.-W., Jung W.-G. Facile and safe graphene preparation on solution based platform // *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. – 2014. – Vol.20. – P.2883–2887.

References

- 1 M. Deluca, H. Hu, et al., *Commun Mater*. 4, 78 (2023).
- 2 R.R. Jones, D.C. Hooper, et al., *Nanoscale Res Lett*. 14, 231 (2019).
- 3 A. Orlando, F. Franceschini, et al., *A Comprehensive Review on Raman Spectroscopy Applications. Chemosensors*. 9, 262 (2021).

- 4 J. Schwan, S. Ulrich, et al., *J Appl Phys.* 80, 440–447 (1996).
- 5 L.M. Malard, M.A. Pimenta, et al., *Phys Rep.* 473, 51–87 (2009).
- 6 M.S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, et al., *Phys Rep.* 409, 47–99 (2005).
- 7 S. Kurita, A. Yoshimura, *J Appl Phys.* (2005).
- 8 J.-B. Wu, M.-L. Lin, et al., *Chem Soc Rev.* 47, 1822–1873 (2018).
- 9 M. Hiramatsu, M. Hori, *Carbon Nanowalls*, (Springer Vienna, Vienna, 2010).
- 10 F. Bohlooli, A. Yamatogi, S. Mori, *Sens Biosensing Res.* 31, 100392 (2021).
- 11 M. Tomatsu, M. Hiramatsu, *Jpn J Appl Phys.* 56, 06HF03 (2017).
- 12 F. Bohlooli, A. Anagri, S. Mori, *Carbon*, 196, 327–336 (2022).
- 13 R. Ye. Zhumadilov, Y. Yerlanuly, et al., *Sens Biosensing Res.* 43, 100614 (2024).
- 14 J.Z. Ou, J.L. Campbell, et al., *The Journal of Physical Chemistry C.* 115, 10757–10763 (2011).
- 15 H.-L. Wu, L.A. Huff, A.A. Gewirth, *ACS Appl Mater Interfaces* 7, 1709–1719 (2015).
- 16 H. Zhu, G. Yu, *Energy & Fuels.* 31, 5817–5827 (2017).
- 17 S. Liu, G. Zhang, *Cryst Growth Des.* 20, 6604–6609 (2020).
- 18 Y. Deng, S. Yeo, *ACS Catal.* 7, 7873–7889 (2017).
- 19 A.J. Wain, M.A. O’Connell, *Adv Phys X.* 2, 188–209 (2017).
- 20 W. Zheng, *Chemistry–Methods* 3, (2023).
- 21 M. Bouša, O. Frank, et al., *Physica Status Solidi (b).* 250, 2662–2667 (2013).
- 22 M. Choi, J. Son, et al., *Journal of Raman Spectroscopy.* 45, 168–172 (2014).
- 23 J. Binder, J.M. Urban, et al., *Nanotechnology* 27, 045704 (2016).
- 24 Y. Yerlanuly, D. Christy, et al., *Appl Surf Sci.* 523, 146533 (2020).
- 25 S. Kondo, M. Hori, *J of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 26, 1294–1300 (2008).
- 26 H. Sugiura, L. Jia, *Jpn J Appl Phys.* 58, 030912 (2019).
- 27 K. Davami, M. Shaygan, et al., *Carbon* 72, 372–380 (2014).
- 28 R. Liu, Y. Chi, et al., *J Nanosci Nanotechnol.* 14(2), 1647–57 (2014).
- 29 N. Prieto-Taboada, S. Fdez-Ortiz de Vallejuelo, et al., *J of Raman Spectroscopy* 50, 175–183 (2019).
- 30 Z. Du, J. Chen, et al., *Sensors* 15, 12377–12388 (2015).
- 31 M. Parpal, A. El Sachat, et al., *Diam Relat Mater.* 141, 110541 (2024).
- 32 R. Yadav, P. Joshi, et al., *Physical Chemistry Chemical Physics* 23, 11789–11796 (2021).
- 33 F.T. Johra, J.-W. Lee, W.-G. Jung, *J of Industrial and Engineering Chemistry* 20, 2883–2887 (2014).

История статьи:

Поступила 09 марта 2024 г.

Принята 14 марта 2024 г.

Article history:

Received 09 March 2024

Accepted 14 March 2024

Информация об авторах:

1. **Рахымжан Жумадилов** – младший научный сотрудник, ТОО Институт Прикладных наук и информационных технологий (Казахстан, г. Алматы, email: rakhymzhan@physics.kz).

2. **Рената Немкаева** – научный сотрудник, ТОО Институт Прикладных наук и информационных технологий, Казахстанско-Британский технический университет (Казахстан, г. Алматы, email: quasisensus@mail.ru).

3. **Ерасыл Ерланұлы** (автор корреспондент) – PhD, Научный сотрудник, ТОО Институт Прикладных наук и информационных технологий, Казахстанско-Британский технический университет (Казахстан, г. Алматы, email: yerlanuly@physics.kz).

4. **Маратбек Габдуллин** – PhD, профессор, Казахстанско-Британский технический университет, Казахское физическое общество (Казахстан, г. Алматы, email: gabdullin@physics.kz).

Information about authors:

1. **Rakhymzhan Zhumadilov** – Junior Researcher, Institute of Applied Science and Information Technologies (Kazakhstan, Almaty, email: murat.myrzaaly@mail.ru).

2. **Renata Nemkayeva** – Researcher, Institute of Applied Science and Information Technologies, Kazakh-British Technical University (Almaty, Kazakhstan, email: quasisensus@mail.ru).

3. **Yerassyl Yerlanuly** (corresponding author) – PhD, Researcher, Institute of Applied Science and Information Technologies, Kazakh-British Technical University (Almaty, Kazakhstan, email: yerlanuly@physics.kz).

4. **Maratbek Gabdullin** – PhD, Prof., Kazakh-British Technical University, Kazakh Physical Society (Almaty, Kazakhstan, email: gabdullin@physics.kz).