



А.Д. Белгібаева*, Э.К. Нургазиева, Г.С. Калимулдина, А.А. Нурпейсова
National Laboratory Astana, Назарбаев Университеті,
010000, Қазақстан Республикасы, Астана қ., Қабанбай батыр даңғылы, 53
*e-mail: ayaulym.belgibayeva@nu.edu.kz

СИНТЕЗ ШАРТТАРЫНЫҢ ҚАЛАЙЫ ФОСФИД/ФОСФАТЫ НЕГІЗІНДЕГІ КӨМІРТЕКТІ КОМПОЗИТТІК НАНОТАЛШЫҚТАРДЫҢ КРИСТАЛДЫҚ ҚҰРЫЛЫМЫ МЕН МОРФОЛОГИЯСЫНА ӘСЕРІ

Аңдатпа: Бұл зерттеуде қалайы фосфид/фосфаты негізіндегі көміртекті композиттік наноталшықтардың құрылымдық және морфологиялық өзгерістері синтез шарттарына байланысты зерттелді. Композиттер электроспиннинг және алдын-ала тотығу мен карбонизациядан екі сатылы термиялық өңдеу арқылы, этанол мен суда ерітілген поливинилпирролидон (ПВП), қалайы хлоридінің дигидраты ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) және фосфор қышқылы қоспасынан алынды. Термиялық өңдеу нәтижесінде алынған наноталшықтардың физика-химиялық қасиеттері рентгендік дифракция, сканерлеуші электронды микроскопия (СЭМ) және CHNS элементтік талдауы арқылы зерттелді. $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:ПВП массалық қатынасы, алдын-ала тотығу температурасы және күйдіру температурасы мен уақыты фазалық құрам мен наноталшықтардың морфологиясын анықтады. 900°C -та 10 мин бойы күйдірілген үлгілерде, ұзағырақ күйдірілген наноталшықтармен салыстырғанда, жоғары кристалдылық байқалып, SnP фазасының түзілуі және фосфордың булануы градиентті құрылымның қалыптасуына ықпал етті. СЭМ нәтижелері талшық диаметрінің $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ массалық үлесіне тәуелділігін көрсетті. Алдын-ала тотығу температурасының артуы көміртегінің тотығуына және аморфты құрылым түзілуіне әкелді. Осылайша, күйдіру шарттарын реттеу арқылы көміртекті композиттік наноталшықтардың құрылымдық қасиеттерін бақылауға болады. Бұл материалдар жоғары өнімділікке ие энергия сақтау жүйелері үшін перспективалы анодтық материалдар бола алады.

Түйін сөздер: наноккомпозит, қалайы фосфиді, наноталшықтар, электроспиннинг, термиялық өңдеу.

Кіріспе

Энергия сақтау жүйелеріне арналған материалдар дамып келе жатқан технологиялар үшін маңызды бағыттардың бірі болып табылады [1]. Қазіргі таңда литий-иондық және натрий-иондық батареялардың тиімділігін арттыру мақсатында әртүрлі наноқұрылымды материалдар кеңінен зерттелуде [2]. Бұл материалдар жоғары сыйымдылық, ұзақ циклдік тұрақтылық және тиімді ион тасымалдау қабілетімен ерекшеленуі тиіс [3].

Қалайы (Sn) негізіндегі материалдар жоғары теориялық сыйымдылыққа ие, бұл оларды анод материалдары ретінде пайдалануға мүмкіндік береді [4]. Алайда, Sn негізіндегі материалдарда литий немесе натрий иондарының интеркаляциясы кезінде айтарлықтай көлемдік өзгерістер орын алып, механикалық тұрақсыздыққа және циклдік өнімділіктің төмендеуіне әкеледі [5]. Осы мәселелерді шешу үшін көміртекпен біріктірілген наноккомпозиттік құрылымдар әзірлеген жөн [6].

Наноталшықты құрылымдар, әсіресе көміртекті композиттік наноталшықтар, жоғары беттік ауданымен, өткізгіштігімен және механикалық беріктігімен танымал [7]. Олар электрод материалдары ретінде кеңінен зерттеліп, энергия сақтау жүйелеріндегі өнімділікті жақсартуға бағытталған көптеген зерттеулердің негізгі объектісіне айналып келеді [8-10]. Көміртекті композиттік наноталшықтардың құрамына қалайы фосфидтері мен фосфаттарын енгізу олардың электрохимиялық сипаттамаларын жақсартуға мүмкіндік береді [11, 12]. Фосфор негізіндегі қосылыстар литий және натрий иондарын тиімді қабылдай отырып, құрылымдық

өзгерістерді бірқалыпты бақылауға көмектеседі [13]. Бұл тәсіл батареялардың ұзақмерзімді тұрақтылығын арттыруға ықпал етеді.

Бұған дейінгі зерттеуімізде [14] қалайы фосфид/фосфаттары негізіндегі көміртекті композиттік наноталшықтардың құрылымдық және төмен температуралардағы электрохимиялық қасиеттерінің Sn:P мольерлі қатынасына тәуелділігі зерттелді. Алайда, ол зерттеуде басқа синтез параметрлерінің, әсіресе тұрақтандыру температурасының және күйдіру уақытының материалдың құрылымдық және морфологиялық ерекшеліктеріне әсері толық зерделенбеді. Бұл зерттеуде қалайы фосфид/фосфаты негізіндегі көміртекті композиттік наноталшықтардың синтез шарттарына байланысты құрылымдық және морфологиялық өзгерістері қарастырылды.

Зерттеу әдістері

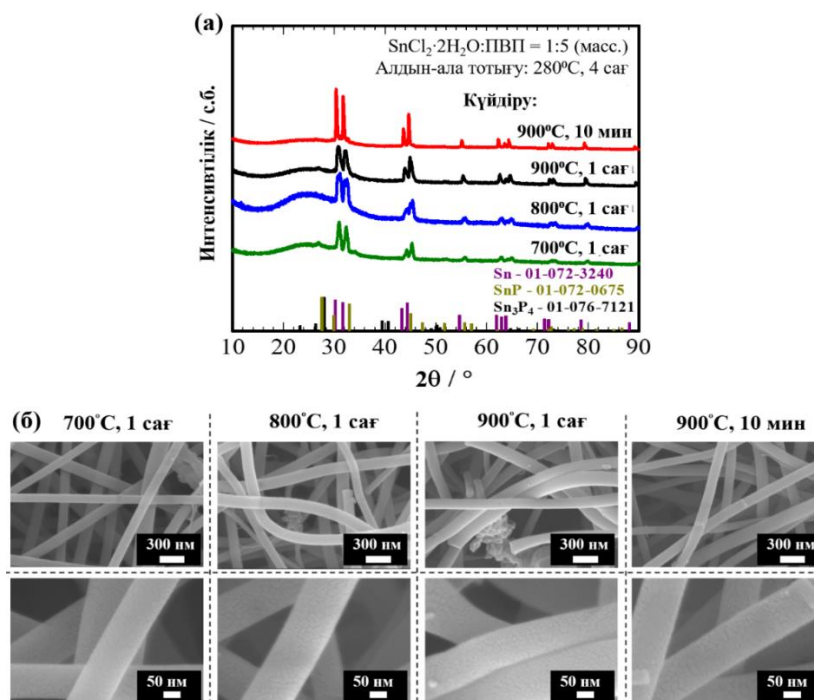
Зерттеу барысында поливинилпирролидон (ПВП), қалайы хлориді дигидраты ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) және фосфор қышқылы (H_3PO_4 , 85%) қолданылды. 0,645 г ПВП 7,5 мЛ этанолда ерітіліп, 4,5 мЛ су:этанол = 2:1 қоспасындағы $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ және H_3PO_4 -пен араластырылды. Sn:P мольдік қатынасы 1:1 тұрақты сақталып, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:ПВП массалық қатынасы 1:5 және 2:5 етіп өзгертілді. Қоспа магнит араластырғышта 600 айн/мин жылдамдықта 15 сағ араластырылды. Дайын суспензия NE300 (Inovenso) құрылғысында 20-22 кВ кернеуде, 0,8 мЛ/сағ жылдамдықта, 100 айн/мин жылдамдықпен айналатын коллекторда, ине ұшынан 10 см қашықтықта электроспиннинг арқылы талшықтарға айналдырылды. Алынған үлгілер 150°C-та 12 сағ кептірілді, кейін 280°C, 360°C және 420°C-та 4 сағ ауада алдын-ала тотықтыру арқылы тұрақтандырылып, әрі қарай 700°C, 800°C және 900°C температураларда 1 сағат немесе 10 мин бойы аргон+сутегі (4%) атмосферасында термиялық өңдеуден өтті.

Дайын материалдардың құрылымы мен қасиеттері рентгендік дифракция (XRD, Miniflex және SmartLab, Rigaku) арқылы фазалық құрамын анықтау, сканерлеуші электронды микроскопия (СЭМ, Crossbeam 540, Zeiss) арқылы 5 кВ-те морфологияны зерттеу және CHNS элементтік анализі (CHNS-O, UNICUBE, Elementar) арқылы көміртек құрамын анықтау әдістерімен сипатталды. Электрохимиялық қасиеттер CR2032 үлгісіндегі ұяшықтарда литий металын қарсы/сілтеме электрод ретінде пайдаланып зерттелді. Дайындалған дербес талшықты маталар еш модификациясыз электрод ретінде қолданылды (1 см² массасы ~1 мг). Сепаратор ретінде Celgard@2400 полипропилен пленкасы, ал электролит ретінде этиленкарбонат, диметилкарбонат және диэтилкарбонат (1:1:1) қоспасындағы 1 М LiPF_6 ерітіндісі пайдаланылды. Жиналған элементтер 0 °C-та 0,01-2,8 В потенциал диапазонында 25 мА/г ток тығыздығында бір цикл белсендіріліп, әрі қарай 50 25 мА/г-да циклдендірілді. Ток тығыздығы композиттің жалпы массасы бойынша, ал сыйымдылық қалайы фосфид/фосфаты массасы бойынша есептелді.

Зерттеу нәтижелері және талқылау

Бұл зерттеуде қалайы фосфид/фосфаты негізіндегі көміртекті композиттік наноталшықтардың күйдіру шарттарына байланысты құрылымдық және морфологиялық өзгерістері қарастырылды. 1а-суретте әртүрлі күйдіру шарттарында алынған үлгілердің рентгендік дифракция нәтижелері көрсетілген. Зерттеу барысында $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:ПВП массалық қатынасы 1:5 және алдын-ала тотығу температурасы 280°C тұрақты параметрлер ретінде алынды. Нәтижелерге сәйкес, үлгілердегі негізгі шыңдар металл қалайымен сәйкестендірілді, ал 20-30° аралығындағы кең шоқтар прекурсорлардың араласуы нәтижесінде түзілген тотықсызданбаған қалайы фосфаттары мен пирофосфаттарына ($\text{Sn}_x\text{P}_y\text{O}_z$) тиесілі болуы мүмкін. Сонымен қатар, 700°C және 900°C-та 1 сағ бойы күйдірілген үлгілерде SnP фазасына жататын әлсіз интенсивтілікке ие қосымша шыңдар байқалды. Бұл жоғары температурада метатұрақты қалайы фосфидтерінің түзілуіне, фосфордың булануы нәтижесінде градиентті құрылымның қалыптасуына, яғни орталық қабаттағы Sn_xP фазасының сыртында Р-легирленген Sn қабатының түзілуіне байланысты болуы мүмкін [15]. Айта кететін жайт, 900°C-та 10 мин қана күйдірілген үлгінің дифракция шыңдарының интенсивтілігі ең жоғары, яғни кристалдық құрылымдығы да ең жоғары болып табылады. Басқа үлгілердегі дифракция интенсивтілігінің төмендеуі ұзақ қыздыру барысында қалайының буланып ұша бастауымен түсіндірілуі мүмкін. Бұл құрылымдық өзгерістерді тереңірек түсіну үшін, морфологиялық өзгерістерге де назар аудару қажет. 1б-суретте осы көміртекті композиттік наноталшықтардың морфологиялық өзгерістерін сипаттайтын СЭМ кескіндері ұсынылған. Барлық үлгілерде біртекті талшықты морфологияның түзілуі байқалады, талшық диаметрі шамамен 100 нм

құрайды. Алайда, күйдіру шарттары беттік морфологияға айтарлықтай әсер етпейтіні анықталды. 1-кестедегі мәліметтерге сүйене отырып, күйдіру температурасының артуы көміртегі мөлшерінің көбеюіне ықпал етсе де, күйдіру уақыты бұл көрсеткішке айтарлықтай әсер етпейтіні анықталды. Бұл жоғары температурада фосфор мен қалайы компоненттерінің буланып, жүйеден ұшып кетуімен түсіндіріледі.



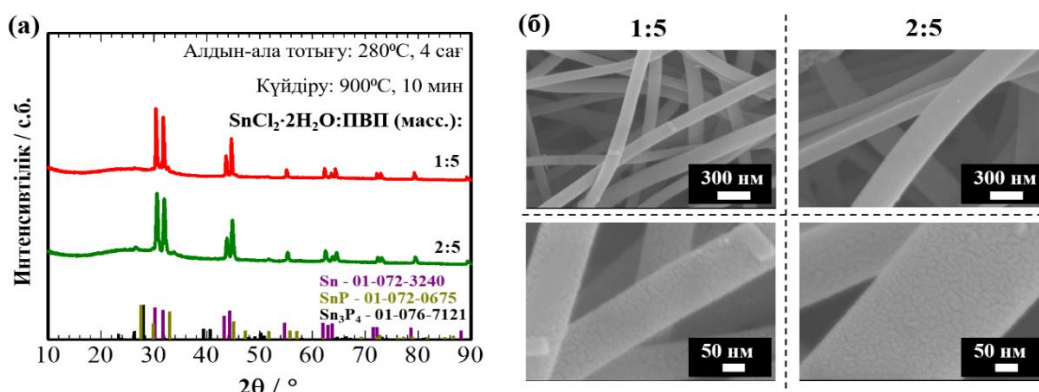
Сурет 1 – Әртүрлі күйдіру шарттарында алынған қалайы фосфид/фосфаты негізіндегі көміртекті композиттік наноталшықтардың рентгендік дифракция үлгілері (а) мен морфологиялық өзгерістерін сипаттайтын СЭМ кескіндері (б)

Көміртекті композиттік наноталшықтардың құрылымдық және морфологиялық қасиеттеріне қосымша фактор ретінде $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:ПВП массалық қатынасының әсері де зерттелді. 2а-суретте әртүрлі массалық қатынастарда алынған үлгілердің рентгендік дифракциясы бейнеленген. Бұл жағдайда алдын-ала тотығу температурасы 280°C және күйдіру температурасы 900°C, уақыты 10 мин тұрақты етіп таңдалды. $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ массасының артуы 27° маңайында орналасқан қалайы фосфидіне сәйкес келетін дифракциялық шыңның интенсивтілігінің жоғарылауына алып келді. Бұл өзгерістер морфологиялық сипаттамалармен де расталды. 2б-суретте осы үлгілердің СЭМ кескіндері көрсетілген. $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ массасының екі есе артуы талшық диаметрінің де екі есеге жуық артуына ықпал етті. Сонымен қатар, бейорганикалық компоненттердің үлесі артқан сайын көміртегі мөлшері шамамен 15 масс.% төмендегені байқалды (1-кесте).

Күйдіру шарттарымен қатар, алдын-ала тотығу процесінің құрылымдық өзгерістерге әсері де маңызды фактор болып табылады.

Кесте 1 – Әртүрлі синтез шарттарында алынған көміртекті композиттік наноталшықтардың құрамындағы көміртегі мөлшері

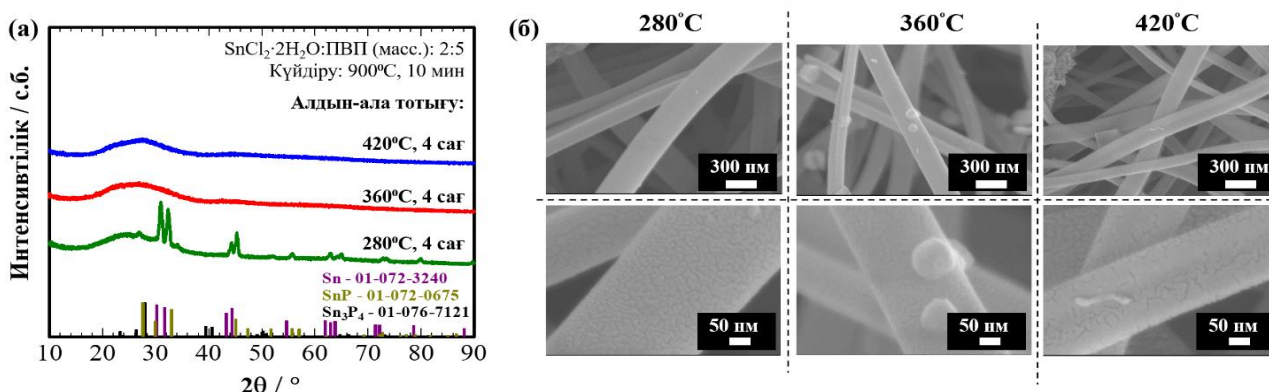
$\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:ПВП (масс. қатынасы)	Алдын-ала тотығу температурасы, уақыты	Күйдіру температурасы, уақыты	Көміртегі мөлшері
1:5	280 °C, 4 сағ	700 °C, 1 сағ	60.07 масс.%
1:5	280 °C, 4 сағ	800 °C, 1 сағ	68.16 масс.%
1:5	280 °C, 4 сағ	900 °C, 1 сағ	70.25 масс.%
1:5	280 °C, 4 сағ	900 °C, 10 мин	71.96 масс.%
2:5	280 °C, 4 сағ	900 °C, 10 мин	56.78 масс.%
2:5	360 °C, 4 сағ	900 °C, 10 мин	48.98 масс.%
2:5	420 °C, 4 сағ	900 °C, 10 мин	21.03 масс.%



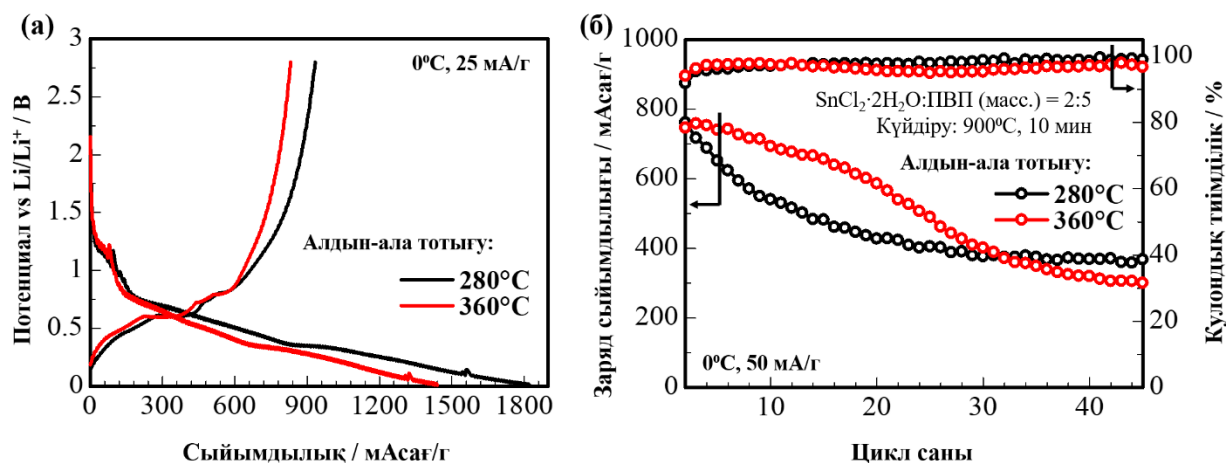
Сурет 2 – Өртүрлі $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}:\text{PBIP}$ массалық қатынасында алынған көміртекті композиттік наноталшықтардың рентгендік дифракциясы (а) мен морфологиялық өзгерістерін сипаттайтын СЭМ кескіндері (б)

3а-сурет өртүрлі алдын-ала тотығу температураларында алынған көміртекті композиттік наноталшықтардың рентгендік дифракциясын көрсетеді. Зерттеу барысында $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}:\text{PBIP}$ массалық қатынасы 2:5, күйдіру температурасы 900°C және уақыты 10 мин тұрақты етіп таңдалды. Алдын-ала тотығу температурасының жоғарылауы металл қалайының шыңдарының жоғалуына және аморфты құрылымның түзілуіне алып келді. Бұл өзгерістер морфологиялық сипаттамалар арқылы да айқын көрінеді. 3б-суретте осы үлгілердің СЭМ кескіндері бейнеленген. Температура артқан сайын талшық диаметрінің азайып, олардың бетінде нанобөлшектердің пайда болғаны байқалды. Ең жоғары температурада талшық қалыңдығы айтарлықтай төмендеп, құрылымдық өзгерістердің интенсивтілігі артты. Бұл көміртегінің айтарлықтай мөлшерінің жоғары температурада тотығып, ұшып кетуімен түсіндіріледі. 1-кестедегі деректерге сәйкес, 420°C -та тотықтырылған үлгідегі көміртегі мөлшерінің екі-үш есе төмендеуі осы үрдісті растайды. Алайда, көміртегі мөлшерінің күрт төмендеуі үлгінің механикалық қасиеттеріне кері әсерін тигізеді.

4а-суретте көрсетілгендей, 280°C және 360°C -та алдын-ала тотыққан үлгілердің 0°C -тағы алғашқы заряд-разряд қисықтары ұқсас пішінде және бірдей потенциал аймағында өтеді, бұл литиймен жүретін реакция механизмдерінің ұқсастығын білдіреді. Сонымен қатар, 280°C үлгісінде қайтымды заряд сыйымдылығы сәл жоғары, бұл төмен температурада өңделген көміртекті құрылымның литий иондарын тиімдірек сақтауына байланысты болуы мүмкін. Циклдік өнімділік нәтижелері бойынша (4б-сурет), алғашқы 30 цикл ішінде 360°C үлгісі тұрақтырақ және жоғары сыйымдылық көрсеткенімен, кейінгі циклдарда оның сыйымдылығы күрт төмендеп, 45-циклге қарай 280°C үлгісінен төмен мәнге түсті. Бұл құбылыс жоғары температурада алдын-ала тотыққан үлгінің құрылымдық тұрақтылығының шектеулі екенін немесе белсенді фазаның деградацияға ұшырауын көрсетуі мүмкін. Айта кетерлік жайт, 420°C -та тотыққан үлгі механикалық қасиеттерінің нашарлауына байланысты болса керек, тұрақты электрохимиялық белсенділік көрсетпеді.



Сурет 3 – Өртүрлі алдын-ала тотығу температурасында алынған көміртекті композиттік наноталшықтардың рентгендік дифракциясы (а) мен морфологиялық өзгерістерін сипаттайтын СЭМ кескіндері (б)



Сурет 4 – Өртүрлі алдын-ала тотығу температурасында алынған көміртекті композиттік наноталшықтардың разряд-заряд қисықтары (а) мен циклдік өнімділігі (б)

Қорытынды

Зерттеу нәтижелері көміртекті композиттік наноталшықтардың құрылымы, морфологиясы және электрохимиялық қасиеттері күйдіру шарттарына айтарлықтай тәуелді екенін көрсетті. Күйдіру температурасы мен алдын-ала тотығу процесі фазалық құрам мен кристалдық құрылымды анықтайтын негізгі факторлар болып табылады: жоғары температурада өңдеу кристалдылықты арттырғанымен, Sn және P элементтерінің булануына байланысты фазалық тұрақсыздық туындауы мүмкін. Алдын-ала тотығу температурасының артуы көміртегінің тотығуына және морфологиялық өзгерістерге алып келіп, ұзақмерзімді циклдерде материалдың тұрақтылығына кері әсер етеді. Электрохимиялық сынақтар көрсеткендей, төменгі температурада (280°C) өңделген үлгілер қайтымды заряд сыйымдылығы жағынан анағұрлым тиімді нәтиже көрсетіп, кейінгі циклдерде 360°C үлгісінен жоғарырақ көрсеткішке ие болды. Осылайша, термиялық өңдеу режимдерін оңтайландыру арқылы наноталшықтардың құрылымы мен литий-ионды сақтау қабілетін басқаруға болады.

Әдебиеттер тізімі

1. One-dimensional mesoporous inorganic nanostructures and their applications in energy, sensor, catalysis and adsorption / H. Hou et al // Prog. Mater. Sci. – 2020. – Vol. 113. – P. 100671. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100671>.
2. 1D carbon-based nanocomposites for electrochemical energy storage / C. Shi et al // Small. – 2019. – Vol. 15. – P. 1902348. <https://doi.org/10.1002/SMLL.201902348>.
3. Prospects in anode materials for sodium ion batteries – A review / T. Perveen et al // Renew. Sustain. Energy Rev. – 2020. – Vol. 119. – P. 109549. <https://doi.org/10.1016/J.RSER.2019.109549>.
4. Tin-based anode materials with well-designed architectures for next-generation lithium-ion batteries / L. Liu et al // J. Power Sources. – 2016. – Vol. 321. – P. 11-35. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2016.04.105>.
5. Porous nitrogen-doped Sn/C film as free-standing anodes for lithium ion batteries / M. Yang et al // Appl. Surf. Sci. – 2021. – Vol. 551. – P. 149246. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2021.149246>.
6. Nano-Sn embedded in expanded graphite as anode for lithium ion batteries with improved low temperature electrochemical performance / Y. Yan et al // Electrochim. Acta. – 2016. – Vol. 187. – P. 186-192. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2015.11.015>.
7. Electrospun nanofiber-based anodes, cathodes, and separators for advanced lithium-ion batteries / X. Zhang et al // Polym. Rev. – 2011. – Vol. 51, № 3. – P. 239-264. <https://doi.org/10.1080/15583724.2011.593390>.
8. Channelized carbon nanofiber with uniform-dispersed GeO₂ as anode for long-lifespan lithium-ion batteries / X. He et al // J. Alloys Compd. – 2017. – Vol. 729. – P. 313-322. <https://doi.org/10.1016/J.JALLCOM.2017.09.038>.
9. Flexible and high-loading lithium-sulfur batteries enabled by integrated three-in-one fibrous membranes / J. Wang et al // Adv. Energy Mater. – 2019. – Vol. 9. – P. 201902001. <https://doi.org/10.1002/AENM.201902001>.

10. Progress and potential of electrospinning-derived substrate-free and binder-free lithium-ion battery electrodes / B. Joshi et al // Chem. Eng. J. – 2022. – Vol. 430. – P. 132876. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.132876>.
11. Sn_4P_3 @Porous carbon nanofiber as a self-supported anode for sodium-ion batteries / L. Ran et al // J. Power Sources. – 2020. – Vol. 461. – P. 228116. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2020.228116>.
12. Sn_4P_3 -C nanospheres as high capacitive and ultra-stable anodes for sodium ion and lithium ion batteries / J. Choi et al // J. Mater. Chem. A. – 2018. – Vol. 6. – P. 17437-17443. <https://doi.org/10.1039/C8TA05586F>.
13. Electrospun nanofibers of tin phosphide ($\text{SnP}_{0.94}$) nanoparticles encapsulated in a carbon matrix: A tunable conversion-cum-alloying lithium storage anode / P. Yadav et al // Energy and Fuels. – 2020. – Vol. 34. – P. 7648-7657. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.0c01046>.
14. Synthesis of free-standing tin phosphide/phosphate carbon composite nanofibers as anodes for lithium-ion batteries with improved low-temperature performance / A. Belgibayeva et al // Small. – 2023. – Vol. 2304062. – P. 1-10. <https://doi.org/10.1002/sml.202304062>.
15. Controlled synthesis of highly active nonstoichiometric tin phosphide/carbon composites for electrocatalysis and electrochemical energy storage applications / M. Chen et al // ACS Sustain. Chem. Eng. – 2022. – Vol. 10. – P. 1482-1498. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.1c06699>.

Қаржыландыру: Бұл зерттеу жұмысы Қазақстан Республикасы Ғылым және Жоғары Білім Министрлігінің Ғылым Комитеті қаржыландырған BR21882402 «Жасыл экономика үшін материалдар мен энергия сақтау жүйелерінің жаңа технологияларын әзірлеу» ғылыми-зерттеу бағдарламасының аясында жүзеге асырылды.

А.Д. Белгібаева*, Г.С. Калимулдина, Э.К. Нургазиева, А.А. Нурпейсова

National Laboratory Astana, Назарбаев Университет,
010000, Республика Казахстан, г. Астана, пр-т. Кabanбай батыра, 53

*e-mail: ayaulym.belgibayeva@nu.edu.kz

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ СИНТЕЗА НА КРИСТАЛЛИЧЕСКУЮ СТРУКТУРУ И МОРФОЛОГИЮ УГЛЕРОДНЫХ КОМПОЗИТНЫХ НАНОВОЛОКОН НА ОСНОВЕ ФОСФИД/ФОСФАТА ОЛОВА

В данном исследовании были изучены структурные и морфологические изменения углеродных композитных нановолокон на основе фосфид/фосфата олова в зависимости от условий синтеза. Композиты получены методом электроспиннинга и двухстадийной термической обработки, состоящей из пре-окисления и карбонизации, из смеси поливинилпирролидона (ПВП), дигидрата хлорида олова ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) и фосфорной кислоты в растворе этанол: H_2O . Физико-химические свойства полученных нановолокон были изучены с помощью рентгеновской дифракции, сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и элементного анализа CHNS. Массовое соотношение $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:ПВП, температура предварительного окисления и время отжига определяли фазовый состав и морфологию нановолокон. В образцах, прокаленных при 900°C в течение 10 мин, наблюдалась высокая кристалличность, образование фазы SnP и испарение фосфора, что способствовало формированию градиентной структуры. По результатам СЭМ было выявлено, что диаметр волокон зависит от массовой доли $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Повышение температуры предварительного окисления приводило к окислению углерода и образованию аморфной структуры. Таким образом, регулирование условий отжига позволяет контролировать структурные свойства углеродных композитных нановолокон. Эти материалы могут быть перспективными анодными материалами для энергонакопительных систем с высокой производительностью.

Ключевые слова: нанокомпозит, фосфид олова, нановолокна, электроспиннинг, термообработка.

A. Belgibayeva*, E. Nurgaziyeva, G. Kalimuldina, A. Nurpeissova

National Laboratory Astana, Nazarbayev University,
010000, Republic of Kazakhstan, Astana, Kabanbay batyr Ave. 53

*e-mail: ayaulym.belgibayeva@nu.edu.kz

EFFECT OF SYNTHESIS CONDITIONS ON THE CRYSTAL STRUCTURE AND MORPHOLOGY OF TIN PHOSPHIDE/PHOSPHATE-BASED CARBON COMPOSITE NANOFIBERS

In this study, the structural and morphological changes of carbon composite nanofibers based on tin phosphide/phosphate were investigated depending on the synthesis conditions. The composites were

obtained through electrospinning and two-step thermal treatment, comprised of pre-oxidation and carbonization, from a mixture of polyvinylpyrrolidone (PVP), tin chloride dihydrate ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), and phosphoric acid in ethanol: H_2O solution. The physical-chemical properties of the resultant nanofibers were studied by X-Ray diffraction, scanning electron microscopy (SEM), and CHNS elemental analyzer. The mass ratio of $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:PVP, the pre-oxidation temperature, and the annealing time determined the phase composition and morphology of the nanofibers. Samples annealed at 900°C for 10 min exhibited high crystallinity, the formation of the SnP phase, and phosphorus evaporation, which contributed to the development of a gradient structure. SEM results showed that the fiber diameter depended on the mass fraction of $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. An increase in the pre-oxidation temperature led to carbon oxidation and the formation of an amorphous structure. Thus, by adjusting the annealing conditions, the structural properties of carbon composite nanofibers can be controlled. These materials have the potential to serve as promising anode materials for high-performance energy storage systems.

Key words: Nanocomposite, tin phosphide, nanofibers, electrospinning, thermal treatment.

Авторлар туралы мәліметтер

Аяулым Дидарбекқызы Белгібаева* – Физикалық және химиялық ғылымдар саласындағы философия докторы, жетекші ғылыми қызметкер, National Laboratory Astana, Назарбаев Университеті; e-mail: ayaulym.belgibayeva@nu.edu.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3052-5241>.

Эльмира Кудайбергеновна Нургазиева – Химия ғылымы саласындағы философия докторы, аға ғылыми қызметкер, National Laboratory Astana, Назарбаев Университеті; e-mail: elmira.nurgaziyeva@nu.edu.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8673-4977>.

Гульнур Сериковна Калимулдина – Химиялық инженерия саласындағы философия докторы, National Laboratory Astana, Назарбаев Университеті; e-mail: gkalimuldina@nu.edu.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9185-3217>.

Арайлым Ахметбекқызы Нурпейсова – Энергетика ғылымдары және технологиялар саласындағы философия докторы, доцент, жетекші ғылыми қызметкер, National Laboratory Astana, Назарбаев Университеті; e-mail: arailym.nurpeissova@email.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9657-2964>.

Сведения об авторах

Аяулым Дидарбекқызы Белгібаева* – доктор философии в области физических и химических наук, ведущий научный сотрудник, National Laboratory Astana, Назарбаев Университет; e-mail: ayaulym.belgibayeva@nu.edu.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3052-5241>.

Эльмира Кудайбергеновна Нургазиева – Доктор философии в области химических наук, старший научный сотрудник, National Laboratory Astana, Назарбаев Университет; e-mail: elmira.nurgaziyeva@nu.edu.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8673-4977>.

Гульнур Сериковна Калимулдина – Доктор философии в области химической инженерии, National Laboratory Astana, Назарбаев Университет; e-mail: gkalimuldina@nu.edu.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9185-3217>.

Арайлым Ахметбекқызы Нурпейсова – Доктор философии в области энергетических наук и технологий, доцент, ведущий научный сотрудник, National Laboratory Astana, Назарбаев Университет; e-mail: arailym.nurpeissova@email.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9657-2964>.

Information about the authors

Ayaulym Belgibayeva* – Doctor of Engineering in Chemical Science and Engineering, Leading Researcher, National Laboratory Astana, Nazarbayev University; e-mail: ayaulym.belgibayeva@nu.edu.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3052-5241>.

Elmira Nurgaziyeva – PhD in Chemistry, Senior Researcher, National Laboratory Astana, Nazarbayev University; e-mail: elmira.nurgaziyeva@nu.edu.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8673-4977>.

Gulnur Kalimuldina – Doctor of Engineering in Chemical Engineering, title, position, National Laboratory Astana, Nazarbayev University; e-mail: gkalimuldina@nu.edu.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9185-3217>.

Arailym Nurpeissova – Doctor in Energy Sciences and Technologies, Associate Professor, Leading Researcher, National Laboratory Astana, Nazarbayev University; e-mail: arailym.nurpeissova@email.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9657-2964>.

Редакцияға енуі 04.04.2025

Өңдеуден кейін түсуі 23.05.2025

Жариялауға қабылданды 24.05.2025