



А. Шонғалова, Е. Отунчи, Е. Дмитриева, А. Умирзаков, А. Кемелбекова*

«Физика-техникалық институты» ЖШС, Satbayev University,
050032, Қазақстан Республикасы, Алматы қ., Ибрагимов к-сі, 11

*e-mail: a.kemelbekova@sci.kz

MOS₂ ЖӘНЕ НИКЕЛЬМЕН МОДИФИКАЦИЯЛАНҒАН КОМПОЗИТТІК КРИСТАЛДАРЫН АЛУ ЖӘНЕ ҚҰРЫЛЫМДЫҚ ҚАСИЕТТЕРІН ЗЕРТТЕУ

Аңдатпа: Бұл жұмыста молибден дисульфиді (MoS₂) және никельмен модификацияланған MoS₂ гибриді наноқұрылымдары (Ni/MoS₂) екі түрлі әдіспен яғни, химиялық газ фазалық тұндыру және магнетронды шашырату арқылы синтезделіп, олардың құрылымдық және морфологиялық қасиеттері жан-жақты зерттелді. Синтезделген үлгілердің беткі морфологиясы мен микроқұрылымын бағалау үшін сканерлеуші электронды микроскопия, элементтік құрамын анықтау үшін энергия-дисперсиялық рентгендік спектроскопия, ал кристалдық құрылымымен фазалық сәйкестіктігі Раман спектроскопиясы көмегімен талданды. Сканерлеуші электронды микроскопия талдауы қабатталған материалдарға тән алтыбұрышты симметриялы жоғары кристалды үшбұрышты кристалдардың түзілуін анықтады. Элементтік карталау молибден мен күкірттің таралуын, ал гетероқұрылымда никельдік қабаттың біркелкі таралуын растады. Раман спектрлері MoS₂ қабатының түзілуін көрсететін $\Delta \approx 25,8$ см⁻¹ қашықтығы бар E_{2g} ~380 см⁻¹ және A_{1g} ~406 см⁻¹ тән тербеліс модаларын көрсетсе, ал гетероқұрылымда MoS₂ екі фазасының көрсеткіштері дәлел болды. Осы нәтижелер алынған материалдардың құрылымын, қасиеттерін және фазалық құрамын басқару арқылы синтез шарттарын оңтайландыруға мүмкіндік береді. Бұл өз кезегінде материалдарды болашақта сенсорлық жүйелерде, оптоэлектрондық құрылғыларда, сутек эволюциясы реакциясында және басқа да каталитикалық процестерде қолдану мүмкіндігін кеңейтеді. Сонымен қатар, Ni модификациясы MoS₂ материалдарының функционалдық сипаттамаларын жақсартып, олардың көпсалалы қолданбалы бағыттарда әлеуетін арттырады.

Түйін сөздер: молибден дисульфиді, химиялық газ тұндыру, магнетронды тұндыру, екіөлшемді материалдар, гибриді құрылым.

Кіріспе

Молибден дисульфиді (MoS₂) – оптикалық және электрлік қасиеттері қабаттар санына тәуелді 1,2-1,9 эВ диапазонындағы жолақ саңылаулары бар қабатты 2D жартылай өткізгіш материал [1]. MoS₂ басқа екі өлшемді материалдарға қарағанда бірнеше артықшылыққа ие. Оның қабаттарының арасы кең болғандықтан, иондарды жақсы ұстап тұрады. Сонымен қатар, ол электр тоғына жақсы өткізгіш (қарсылығы төмен), электрохимиялық жағынан белсенді, әрі тұрақтылығы жоғары, сол себепті литий-ионды және натрий-ионды аккумуляторларда кеңінен қолданылады. Ал егер MoS₂ 1Т түрінде болса, онда ол металл сияқты қасиетке ие болады. Бұл оның қолдану мүмкіндіктерін одан әрі арттырады [2]. Бұл қабаттар арасында әлсіз Вандер-Ваальс күштері әсер етеді, бұл материалды қабаттап бөлуге мүмкіндік береді. Бір қабатты 2H-MoS₂ ~1.8 эВ болатын тікелей тыйым салынған аймаққа ие. Ал көп қабатты немесе көлемді MoS₂ ~1.2 эВ болатын жанама тыйым салынған аймаққа ие [3]. Керемет иондық өткізгіштікке және үлкен теориялық меншікті сыйымдылыққа байланысты MoS₂ суперконденсатордағы электродтық материалдар ретінде де пайдаланылуы мүмкін [4].

Кристалды MoS₂ қабаттық құрылымға ие [5]. Бастапқыда, механикалық жолмен қабатталған бір қабатты MoS₂ қолданылып, өріс әсерлі транзисторлар (ӨӨТ) жасалды. Бұл құрылғылар салыстырмалы түрде жоғары қозғалғыштықты (200 см²/В·с дейін) және өте жоғары "қосу/өшіру" коэффициентін (1×10^8 дейін) көрсетті [6]. ӨӨТ туралы алғашқы есептерден көп ұзамай, механикалық түрде алынған MoS₂ негізінде фототранзистор жасалды [6]. Бұл фототранзистордың фотожауаптылығы шамамен 7.5×10^{-3} А/Вт болды және артқы

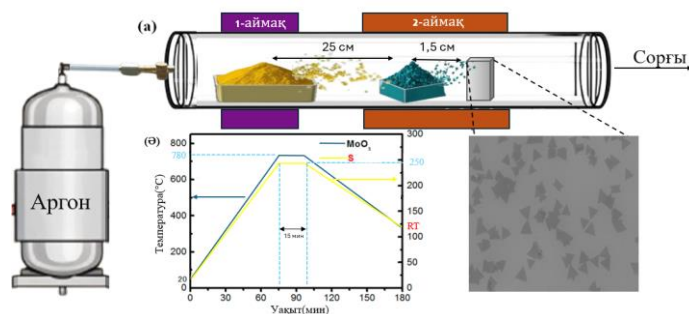
қақпа арқылы берілетін электр өрісімен реттелуі мүмкін еді [8]. Механикалық жолмен қабатталған үлгілерде қабықшаның қалыңдығын және морфологиясын бақылау өте нашар; бұл үлгілер кездейсоқ бағытталған қабыршақтардан тұрады, олардың ішінде бір қабаттысы аз мөлшерде кездеседі. Қабатталған үлгілерде ең көп таралғаны – бірнеше қабатты қабыршақтар, және бірнеше ғылыми топтар дәл осындай бірнеше қабатты өтпелі металл дихалькогенидтерінің электрлік және оптикалық қасиеттерін әртүрлі құрылғыларда, мысалы, өріс әсерлі транзисторларда [9], фототранзисторларда [10] және газ датчиктерінде [11] зерттелінуде. Химиялық газ тұндыру синтезі қабыршақтау әдісімен салыстырғанда атомдық қабаттарды жақсырақ басқаруға мүмкіндік беретін тиімді балама болып табылады. Соңғы жиырма жылда екі өлшемді молибден дисульфидке энергия сақтау саласындағы жоғары қасиеттеріне байланысты үлкен қызығушылық танытылып келеді. MoS_2 құрамында көптеген белсенді күкірт шеттері болғанымен, оның кейбір беткі аймақтарының белсенді емес болуы өткізгіштік пен тиімділікті шектейді [12]. Ni көптеген электрохимиялық процестерде, соның ішінде батареяларда, сутек өндіру реакцияларында және суперконденсаторларда тиімді электрокатализатор ретінде әрекет етеді. Mo орнына әртүрлі атом радиусы мен валенттік электрондары бар Ni атомының енуі MoS_2 кристалдық құрылымын бұзады, нәтижесінде жазықтықтағы электрон таралуы жақсарады. Бұл өз кезегінде электрлік қасиеттерді реттеудің тиімді әдісі болып табылады және суперконденсаторлық өнімділікті арттырады [13]. Сондықтан бұл мақалада біз MoS_2 құрылымына никель қосу арқылы қосымша белсенді орталарды арттыруды көздедік. Бұл үшін магнетронды тұндыру әдісі қолданылды, себебі бұл әдіс арқылы тұндырылатын материалдың мөлшері мен құрамын дәл бақылауға болады, ал тұндыру параметрлерін (қуат, импульс жиілігі, камера қысымы және т.б.) өзгерту арқылы қабыршақтардың морфологиясы мен құрылымын реттеуге болады [14-15].

Тәжірибелік бөлім

MoS₂ үлгісін синтездеу

Синтезге бастапқы реагенттер – молибден триоксиді (MoO_3 , 99,9%, Sigma Aldrich) және күкірт (S, 99,9%, Sigma Aldrich) қолданылды. Химиялық газ тұндыру (ХГТ) құрылғысында (ТОО Bes Saiman, Қазақстан) аргон газының (Ar, 99,99%, Ихсан газ) қатысында синтез жүрді. Үлгілерді кремнийдің бетіне синтезделді. Органикалық ластануларды жою үшін кремний төсенішін сілтілі-сабын ерітіндісінде өңделіп, кейін деионизацияланған сумен мұқият шайылды. Кейін 30 °C температурада изопропил спиртінде 10 минут бойы ультрадыбыстық тазалау құрылғысында өңделді. Соңғы кезеңде дәл осындай жағдайда ацетонда ультрадыбыстық тазалау жүргізілді.

1-суретте MoS_2 үлгісін алу барысы көрсетілген. MoS_2 химиялық газ тұндыру әдісімен синтезделді. Молибден триоксиді және реакциялық аймақта кварц ыдыстарында орналастырылды. Бірінші аймақта күкірт орналастырылып, қыздыру температурасы 250 °C болды, ал екінші аймақта MoO_3 780 °C температурада қыздырылып, ұстау уақыты 15 минутты құрады. Келтірілген параметрлерді қолданар алдында алу әдісі алдыңғы мақалада зерттелген [16]. Аргон газының 220 см³/мин ағыны күкірт пен MoO_3 буларын кремний төсенешіне тасымалдап, олардың өзара әрекеттесіп, MoS_2 -нің тұнуына жағдай жасайды. Күкірт пен MoO_3 арақашықтығы 25 см, ал MoO_3 пен кремний субстратының арақашықтығы 1,5 см болды. Мұндай кеңістіктік конфигурация ХГТ пеші жағдайында кремний төсенішінің бетінде жұқа MoS_2 қабықшаларының өсуіне оңтайлы жағдай туғызды. Әрі қарай мақаланың мәтінінде бұл үлгілер MoS_2 деп аталатын болады.

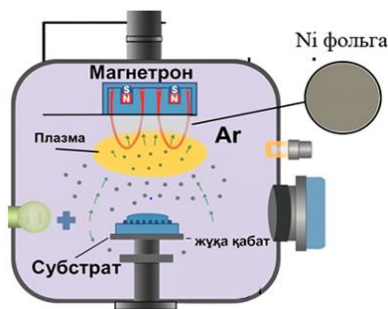


Сурет 1 – MoS_2 үлгісін алу схемасы

- а) ХГТ пешіндегі кремний субстратында тұндырылған молибден прекурсорының сульфидация процесі;
 б) температура-уақыт диаграммасы

Ni/MoS₂ үлгісін синтездеу

Ni/MoS₂ үлгілерін алу екі кезеңнен тұрды. Бірінші кезеңде магнетронды тұндыру (ARC sputtering system, ARCI6M362, АҚШ) көмегімен жүзеге асырылды. 2-суретте бірінші кезеңде никель жұқа қабықшасын магнетронды тұндыру әдісімен алу схемасы келтірілген.



Сурет 2 – Никель жұқа қабатын магнетронды тұндыру схемасы

Никель фольгадан (99,9%) жасалған нысана жасалынды, бұл оның ары қарай Ni/MoS₂ композитін алудағы алғашқы қадам. Магнетронды тұндыруда вакуум деңгейі 3×10^{-3} Торр таңдалды, себебі бұл деңгейдегі вакуум қабаттау процесін тиімді жүргізуге мүмкіндік берді. Аргон газының ағыны 15 см³/мин таңдалды, себебі аргон инертті газ ретінде плазманың тұрақтылығын қамтамасыз етіп, реакцияларды бөгемей, қажетті қабаттарды тұндыру процесін жеңілдетті. Қуаты 20 Вт бастапқыда таңдалды, себебі бұл қуат мөлшері материалды жеткілікті түрде жылытуды және булану немесе төсеніште тұндыру процесін қамтамасыз ету үшін тиімді болды. Әрбір материал үшін қажетті қуат мөлшері оның булану температурасына, молекулалық құрылымына және басқа да факторларға байланысты таңдалады. 10 минуттық уақыт интервалы таңдалды, себебі бұл уақыт ішінде материалдың жеткілікті түрде тұндырылып, жұқа қабаттың қалыптасуына мүмкіндік береді.

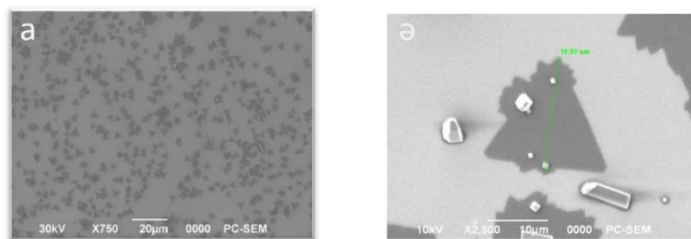
Магнетронды тұндыру әдісі арқылы алдымен никель қабатын кремний төсенішінде қондырып алынды (2-сурет). Таңдалынған тұндыру параметрлері бізге жұқа және біркелкі қабатты алуға мүмкіндік берді. Алынған никель қабаты шамамен 20 нм құрайды. Екінші кезеңде қондырылған никель жұқа қабатының үстіне ХГТ арқылы екі аймақты пайдаланып алғашқыда көрсетілген параметрлерді қолдана отырып, аргон газы қатысымен сульфуризация процессі жүргізілді. Нәтижесінде кремний төсенішінде Ni/MoS₂ композиті түзілді. Әрі қарай мақаланың мәтінінде бұл үлгілер Ni/MoS₂ деп аталатын болады.

Үлгілерді талдау

Раман спектроскопиялық өлшеулер (LabRAM HR Evolution & Omega Scope, Horiba) бөлме температурасында, толқын ұзындығы 532 нм құрайтын лазердің көмегімен жүзеге асырылды. Сканерлеуші электронды микроскоп (JSM-6490LA, JEOL, Жапония) беттік морфологиялық зерттеулер үшін пайдаланылды.

Нәтижелер мен талдаулар

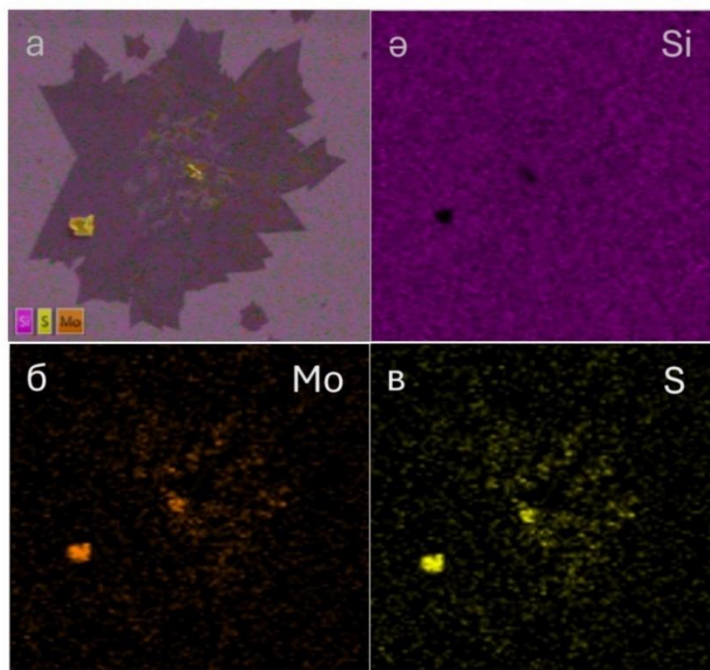
3-суретте синтезделген үлгінің морфологиясын көрсететін кескіндер көрсетілген. 750× үлкейту кезінде (3а-сурет) үлгі құрылымының жалпы көрінісі көрсетілген, онда субстраттың бетіне таралған бірнеше үшбұрышты пішінді кристалдар анық көрінеді. Жеке кристалдардың өлшемдері бірнеше жүз нанометрден 6 мкм-ге дейін өзгереді, бұл біртекті өсуді және материалдың кристалдылығының жоғары дәрежесін көрсетеді. Белгілі бір аумақтардағы ядролардың жоғары тығыздығы бастапқы компоненттердің біркелкі таралуын немесе реакция аймағындағы жергілікті жағдайлардың өзгеруін, мысалы, температура немесе әрекеттесуші заттардың концентрациясын көрсетуі мүмкін.



Сурет 3 – MoS₂ үлгісінің беткі морфологиясының кескіндері:
а) 750 есе үлкейту, ә) 2500 есе үлкейту

2500 есе үлкейту кезінде жеке үшбұрышты кристалдардың егжей-тегжейлі құрылымын көруге болады (3ә-сурет). Анық анықталған түйіршіктер шекаралары және біртекті кристалдық беттер материалдың қабатты құрылымын көрсетеді және MoS_2 кристалдық торында алтыбұрышты симметрияның болуын растайды. Үшбұрышты және көп қырлы кристалдардың түзілуі бу фазасынан химиялық тұндыру кезінде анизотропты өсу ерекшеліктерімен байланысты. MoS_2 түзілу кезінде молибден мен күкірт атомдары алтыбұрышты қабаттарда орналасады және олардың өсу жылдамдығы әр түрлі бағытта болуы мүмкін. Молибденнің артық мөлшерімен кристалдар үшбұрышты пішінді қалыптастыруға бейім, ал компоненттердің біркелкі таралуымен құрылым алтыбұрышқа жақындай түседі [17].

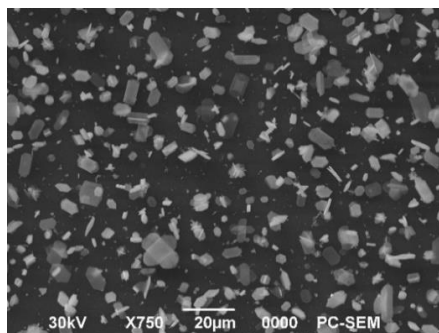
4-суретте ЭДС талдауымен алынған MoS_2 үлгісінде элементтердің таралуы көрсетілген (~50 мкр). Карталау жүргізілген аумақта Mo сигналының жоғары қарқындылығы кристалдардың өсу аймақтарында шоғырланған, бұл молибден дисульфидінің түзілуін растайды (4ә сурет). Қарқындылықтың градиентті таралуы MoS_2 қабаттарының қалыңдығында болуы мүмкін ауытқуларды көрсетеді, бұл реагенттердің шектеулі жеткізілуі кезіндегі өсу кинетикасына байланысты болуы мүмкін. 4б – сурет күкірттің таралуын көрсетеді, ол молибденмен салыстырғанда диффузиялық сипатта таралған. Бұл әртүрлі аймақтардағы құрам ауытқуларын немесе субстратта тұнған аморфты күкірт қоспаларының болуын көрсетуі мүмкін [18].



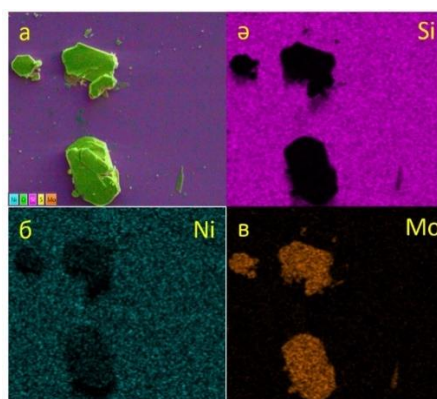
Сурет 4 – ЭДС көмегімен алынған MoS_2 үлгісіндегі элементтердің таралу картасы

а) зерттелген аумақ; ә) зерттелген аумақтағы Si негізіндегі төсеніш элементтік таралуы;
б) молибден элементінің таралуы; в) күкірт элементінің таралуы

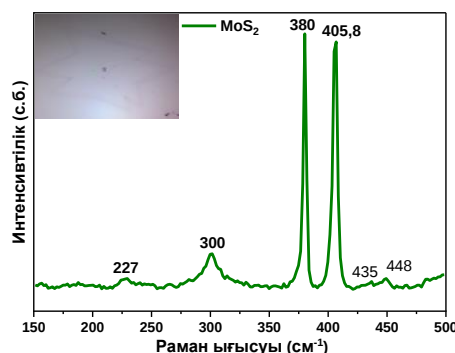
Ni/MoS_2 үлгісінің морфологиясының кескіні 5-суретте көрсетілген. Таза MoS_2 -мен салыстырғанда мұнда кристаллдардың басым бөлігінің пішіні алты бұрышты түзегені көрініп тұр. Алты бұрышты кристаллдар MoS_2 фазасына қатысты. 6-суретте Ni/MoS_2 үлгісіндегі элементтердің таралуы келтірілген. Никель қабаты негізінен астыңғы бөлікке біркелкі таралған түрде көрінеді. Mo және S элементтерінің таралу карталары бір-біріне сәйкес келеді. Картография арқылы әрбір элементтің (Mo, S, Ni) концентрациясын сандық түрде бағалауға болады, бұл MoS_2 мен Ni арасындағы өзара әрекеттесу аймақтарын анықтауға мүмкіндік береді. Никельдің біркелкі таралуы астындағы қабаттың өткізгіштік қасиетін жақсартса, үстіңгі қабаттағы MoS_2 кристалдары белсенді беткі ауданның ұлғаюына ықпал етеді. СЭМ картографиясы арқылы алынған мәліметтер MoS_2 құрылымының Ni жұқа қабатына өсу механизмін түсінуге болады [19].



Сурет 5 – Ni/MoS₂ үлгісінің беткі морфологиясының кескіндері



Сурет 6 – ЭДС көмегімен алынған Ni/MoS₂ үлгісіндегі элементтердің таралу картасы
а) зерттелген аумақ; ә) зерттелген аумақтағы төсеніштің элементі; б) никель элементінің таралуы;
в) молибден элементінің таралуы; г) күкірт элементінің таралуы

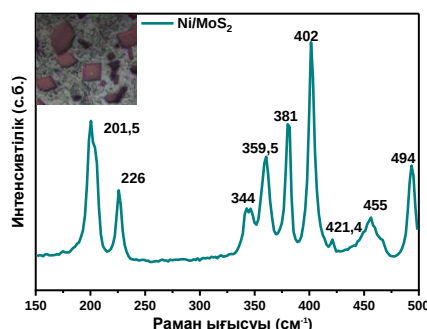


Сурет 7 – MoS₂ үлгісінің Раман спектрі

Раман спектрінің нәтижелеріне сүйенсек (7 сурет), ең жоғары қарқындылықтағы 380 см⁻¹ және 406 см⁻¹ шыңдары E_{2g} және A_{1g} модаларына сәйкес келеді, бұл 2H- MoS₂ фазасына тән [20]. A_{1g} және E_{2g} модалары арасындағы айырмашылықтың шамамен 26 см⁻¹ болуы көпқабатты MoS₂ үлгілеріне тән [21]. Металдық 1T-MoS₂ фазасына тән ~150-230 см⁻¹ аралығындағы шыңдар бұл спектрде байқалмайды, бұл оның болмауын немесе өте аз мөлшерде болуын көрсетеді. 227 см⁻¹ аймағындағы қосымша шың MoO₃ қосылыстары 200–300 см⁻¹ диапазонында айналу және иілу тербелістерін береді [22], сондықтан 227 см⁻¹ жолақ α-MoO₃ немесе жартылай қалпына келген MoO_{3-x} сияқты молибден оксидтерінің болуын білдіреді. 300 см⁻¹ шыңы кремний төсенішінің екінші реттік акустикалық модасына (2TA) сәйкес келеді [18].

8 – суретте Ni-дің жұқа қабықшасына синтезделген молибдендисульфидінің Раман спектрі келтірілген. Әдеби деректерге жүгінсек, MoS₂ үшін (λ = 532 нм) 2H-MoS₂ құрылымының негізгі модаларына ≈383 см⁻¹ (E_{2g})және 408 см⁻¹ (A_{1g}) шыңдары сәйкес келеді [20, 23]. Үлгінің спектрінде 381 және 402 см⁻¹ маңында айқын шыңдар анықталды, бұл мәндер жоғарыда аталған модаларға жақын, бірнеше см⁻¹ айырмашылық жеңіл легірлеу немесе кристалдық тордағы кернеулермен байланысты болуы мүмкін. Сонымен қатар 1T-фазалы MoS₂ тән

$\approx 226 \text{ см}^{-1}$ және 359 см^{-1} сәйкес келетін шыңдары анықталды [23]. Бұл иондану немесе кернеу әсерінен $2\text{H} \rightarrow 1\text{T}$ фазалық ауысу кезінде пайда болады [19]. Қалған шыңдар никель мен MoS_2 фазаларының арасында түзілген байланыстарының белгісі [17,20, 23, 25, 26].



Сурет 8 – Ni/MoS_2 үлгісінің Раман спектрі

Қорытындылай келе, MoS_2 үлгісі спектрі бойынша $2\text{H}-\text{MoS}_2$ фазадағы кристалдық молибден дисульфиді басым. Молибден оксиді (MoO_3) немесе оның төменгі оксидтері MoS_2 фазасының толық түзілмеуімен байланысты. Оның себептері MoO_3 пен ақаулы сульфидтердің болуы бастапқы MoO_3 толық сульфидтелмегені жатуы мүмкін. Әдебиетте ГХТ синтезі кезінде MoO_3 -ті MoS_2 -ге толық айналдыру үшін күкірттің артығы, жеткілікті уақыт және жиі қосымша шарттар рөл ойнайтыны айтылған [25].

Ni/MoS_2 үлгісі үшін молибден дисульфиді екі фазада да түзілгені және никельдің осы фазалармен байланыс түзілгені анықталды.

Қорытынды

Бұл зерттеуде MoS_2 және Ni/MoS_2 материалдарын алу және олардың құрылымын зерттеу мақсат болды. MoS_2 синтезі үшін химиялық газ фазалық тұндыру әдісі қолданылып, нәтижесінде үшбұрышты және алтыбұрышты симметриялы кристалдардан құралған жоғары кристалдық материал алынды. Раман спектроскопиясы нәтижелері 2H фазадағы MoS_2 -нің түзілгенін көрсетті. Сонымен қатар, спектрде байқалған MoO_3 жолақтары синтез кезінде молибденнің толық сульфидтелмеуімен байланыстырылды.

Ni/MoS_2 композитін алу үшін екі кезеңнен тұратын синтездеу әдісі қолданылды. Бірінші кезеңде магнетронды шашырату арқылы кремний төсенішіне никель жұқа қабықшасы тұндырылды. Бұл әдіс арқылы никель біркелкі таралып, кейінгі сульфидтеу кезеңінде MoS_2 құрылымымен өзара әрекеттесіп, қосымша белсенді фазалар түзілуіне себеп болды. ЭДС элементтік талдау никельдің біркелкі таралуын және Mo мен S элементтерімен айқын үйлесімділігін растады. Раман спектрі арқылы екі фазалы MoS_2 құрылымдарының түзілгені анықталды.

Алынған нәтижелер Ni/MoS_2 гибриді құрылым морфологиясы, кристалдылығы және құрылымдық біртектілігі оның перспективті электрод материалы ретінде қолданылуын дәлелдейді. Бұл құрылымдар болашақта суперконденсаторлар, сенсорлар және сутек энергиясы жүйелерінде қолдану үшін негіз бола алады.

Әдебиеттер тізімі

1. Bissett M.A. Characterization of MoS_2 -graphene composites for high-performance coin cell supercapacitors / M.A. Bissett, I.A. Kinloch, R.A.W. Dryfe// ACS Appl. Mater. Interfaces. – 2015. – № 7. – P. 17388.
2. Monolayer MoS_2 Growth by Supercritical Fluid Deposition, Chem. Eng. Sci. – 2024. – № 302. – P. 120782, <https://doi.org/10.1016/j.ces.2024.120782>.
3. Evidence for chemical vapor induced 2H to 1T phase transition in MoX_2 ($\text{X} = \text{Se}, \text{S}$) transition metal dichalcogenide films / A.L. Friedman et al //Scientific reports. – 2017. – T. 7, № 1. – P. 3836.
4. Synthesis of Single-Crystalline Molybdenum Disulfide on Molybdenum Films Aided with NaCl Solution Treatment / Liao Y. et al // Mater. Des. – 2022. – № 215. – P. 110517. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.110517>.
5. Matte R. MoS_2 and WS_2 analogues of graphene / R. Matte // Angew. Chem. Int. Ed. Engl. – 2010. – V. 49. – P. 4059-4062.
6. Single-layer MoS_2 transistors / B. Radisavljevic et al // Nature Nanotech. – 2011. – № 6. – P. 147-150. <https://doi.org/10.1038/nnano.2010.279>.

7. Grains and grain boundaries in highly crystalline monolayer molybdenum disulphide / A. van der Zande et al // Nature Mater. – 2013. – №12. – P. 554-561. <https://doi.org/10.1038/nmat3633>.
8. Single-layer MoS₂ phototransistors / Z. Yin et al // ACS nano. – 2012. – Т. 6, № 1. – P. 74-80.
9. High performance multilayer MoS₂ transistors with scandium contacts / S. Das et al // Nano letters. – 2013. – Т. 13, № 1. – P. 100-105.
10. MoS₂ nanosheet phototransistors with thickness-modulated optical energy gap / H.S. Lee et al // Nano letters. – 2012. – Т. 12, № 7. – P. 3695-3700.
11. Sensing behavior of atomically thin-layered MoS₂ transistors / D.J. Late et al // ACS nano. – 2013. – Т. 7, № 6. – P. 4879-4891.
12. Electrochemical co-upgrading CO₂ and glycerol for selective formate production with 190% overall Faradaic efficiency / D. Chen et al // Nano Research. – 2025.
13. Perspective on ultrathin layered Ni-doped MoS₂ hybrid nanostructures for the enhancement of electrochemical properties in supercapacitors / K. Prakash et al // Journal of Energy Chemistry. – 2023. – Т. 80. – P. 335-349.
14. Kelly P.J. Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications / P.J. Kelly; R.D. Arnell // Vacuum. – 2000. – № 56. – P. 159-172.
15. Kaul A.B. Two-dimensional transition metal dichalcogenides / A.B. Kaul // J. Mater. Res. – 2014. – Vol. 29. – P. 348.
16. Otunchi Y. et al. Morphological and Crystallographic Investigation of CVD-Grown MoS₂ / Y. Otunchi et al // Kompleksnoe Ispol'zovanie Mineralnogo Syr'a= Complex use of mineral resources. – 2026. – Т. 339, № 4. – P. 30-37.
17. Enhancement of the hydrogen evolution reaction from Ni-MoS₂ hybrid nanoclusters / D. Escalera-López et al // ACS catalysis. – 2016. – Т. 6, № 9. – P. 6008-6017.
18. Growth, structure and stability of sputter-deposited MoS₂ thin films / R. Kaindl et al // Beilstein journal of nanotechnology. – 2017. – Т. 8, № 1. – P. 1115-1126.
19. The effect of nickel on MoS₂ growth revealed with in situ transmission electron microscopy / N. Kondekar et al // ACS nano. – 2019. – № 13(6). – P. 7117-7126.
20. MoS₂: Preparation and their characterization / K.M. Garadkar et al // Journal of Alloys and Compounds. – 2009. – Т. 487, № 1-2. – P. 786-789.
21. Comparative study of Raman spectroscopy in graphene and MoS₂-type transition metal dichalcogenides / M.A. Pimenta et al // Accounts of chemical research. – 2015. – Т. 48, № 1. – P. 41-47.
22. Synthesis and characterization of flowerlike MoS₂ nanostructures through CTAB-assisted hydrothermal process / G. Tang et al // Materials Letters. – 2012. – Т. 86. – P. 9-12.
23. In situ scanning electron microscopy observation of MoS₂ nanosheets during lithiation in lithium ion batteries / C.Y. Wei et al // ACS Applied Energy Materials. – 2020. – Т. 3, № 7. – P. 7066-7072.
24. High phase-purity 1T'-MoS₂-and 1T'-MoSe₂-layered crystals / Y. Yu et al // Nature chemistry. – 2018. – Т. 10, № 6. – P. 638-643.
25. Growth of nanostructured nickel sulfide films on Ni foam as high-performance cathodes for lithium ion batteries / N. Feng et al // Physical Chemistry Chemical Physics. – 2013. – Т. 15, № 24. – P. 9924-9930.
26. X-ray photoelectron spectroscopy of nickel compounds / J. Matienzo et al // Inorganic Chemistry. – 1973. – Т. 12, № 12. – P. 2762-2769.

Алғыс сөз. Жұмыс Қазақстан Республикасы Ғылым және жоғары білім министрлігінің гранты BR21881954 «Тиімді фотокаталитикалық электродтарды, фото және газға сезімтал сенсорларды жасау үшін наноқұрылымды материалдарды синтездеу технологияларын әзірлеу» бойынша жүзеге асырылды.

А. Шонғалова, Е. Отунчи, Е. Дмитриева, А. Умирзаков, А. Кемелбекова*

ТОО «Физико-технический институт», Satbayev University
050032, Республика Казахстан, г. Алматы, ул. Ибрагимова 11
*e-mail: a.kemelbekova@sci.kz

ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИТНЫХ КРИСТАЛЛОВ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ MoS₂ И НИКЕЛЕМ, И ИЗУЧЕНИЕ ИХ СТРУКТУРНЫХ СВОЙСТВ

В этой работе гибридные наноструктуры MoS₂, модифицированные дисульфидом молибдена (MoS₂) и никелем (Ni/MoS₂), были синтезированы двумя разными методами, химическим

газофазным осаждением и магнетронным распылением, и были тщательно изучены их структурные и морфологические свойства. Сканирующая электронная микроскопия для оценки морфологии поверхности и микроструктуры синтезированных образцов, энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия для определения элементного состава и соответствие фаз кристаллической структуре были проанализированы с помощью рамановской спектроскопии. Анализ сканирующей электронной микроскопии выявил образование гексагонально симметричных высококристаллических треугольных кристаллов, характерных для слоистых материалов. Элементное картирование подтвердило распределение молибдена и серы, а в гетероструктуре – равномерное распределение никелевого слоя. Рамановские спектры показывают характерные колебательные моды E_{2g} ~ 380 см $^{-1}$ и A_{1g} ~ 406 см $^{-1}$ с расстоянием $\Delta \approx 25,8$ см $^{-1}$, указывающие на образование слоя MoS_2 , тогда как в гетероструктуре были подтверждены показания двух фаз MoS_2 . Эти результаты позволяют оптимизировать условия синтеза, контролируя структуру, свойства и фазовый состав полученных материалов. Это, в свою очередь, расширяет возможности использования материалов в будущем в сенсорных системах, оптоэлектронных устройствах, реакции эволюции водорода и других каталитических процессах. Кроме того, модификация Ni улучшает функциональные характеристики материалов MoS_2 , увеличивая их потенциал в междисциплинарных областях применения.

Ключевые слова: дисульфид молибдена, химическое газовое осаждение, магнетронное осаждение, двумерные материалы, гибридное соединение.

A. Shongalova, E. Otunchi, E.N. Dmitrieva, A. Umirzakov, A. Kemelbekova *

Physical and Technical Institute LLP, Satbayev University
050032, Republic of Kazakhstan, Almaty, Ibragimova Street 11

*e-mail: a.kemelbekova@sci.kz

OBTAINING COMPOSITE CRYSTALS MODIFIED WITH MoS_2 AND NICKEL AND STUDYING THEIR STRUCTURAL PROPERTIES

In this paper hybrid nanostructures of molybdenum disulfide (MoS_2) and nickel-modified MoS_2 (Ni/MoS_2) were synthesized in two different ways, that is, by chemical gas phase deposition and magnetron scattering, and their structural and morphological properties were thoroughly studied. Scanning electron microscopy was analyzed to assess the surface morphology and microstructure of the synthesized samples, energy-dispersion X-ray spectroscopy to determine the elemental composition, and phase correspondence with the crystal structure was analyzed using Raman spectroscopy. Scanning electron microscopy analysis revealed the formation of hexagonal symmetric high-crystalline triangular crystals characteristic of layered materials. Elemental mapping confirmed the distribution of molybdenum and sulfur, and the uniform distribution of the nickel layer in the heterostructure. While the Raman spectra show characteristic oscillation modes E_{2g} ~ 380 cm $^{-1}$ and A_{1g} ~ 406 cm $^{-1}$ with a distance $\Delta \approx 25.8$ cm $^{-1}$ indicating the formation of the MoS_2 layer, the indicators of two phases of MoS_2 in heterostructure were evidence. These results make it possible to optimize the synthesis conditions by controlling the structure, properties and phase composition of the resulting materials. This, in turn, will expand the possibility of using materials in the future in sensor systems, optoelectronic devices, hydrogen evolution reaction and other catalytic processes. In addition, the Ni modification improves the functional characteristics of MoS_2 materials and increases their potential in multidisciplinary application areas.

Key words: molybdenum disulfide, chemical gas deposition, magnetron deposition, two-dimensional materials, hybrid structure.

Авторлар туралы мәліметтер

Айгүл Қабылқызы Шонғалова – PhD, аға ғылыми қызметкер, ЖШС «Физика-техникалық институты», Қазақстан Республикасы; e-mail: a.shongalova@sci.kz.

Еділ Отунчи – техника ғылымдарының магистрі, инженер, ЖШС «Физика-техникалық институты», Қазақстан Республикасы; e-mail: e.otunchi@sci.kz.

Елена Анатольевна Дмитриева – физика математика ғылымдарының кандидаты, профессор, ЖШС «Физика-техникалық институты», Қазақстан Республикасы; e-mail: e.dmitrieva@sci.kz.

Арман Гаинидинович Умирзаков – PhD кандидат, аға ғылыми қызметкер, ЖШС «Физика-техникалық институты», Қазақстан Республикасы; e-mail: a.umirzakov@sci.kz.

Айнагуль Ержановна Кемелбекова* – PhD, аға ғылыми қызметкер, ЖШС «Физика-техникалық институты», Қазақстан Республикасы; e-mail: a.kemelbekova@sci.kz.

Сведения об авторах

Айгуль Шонғалова – PhD, старший научный сотрудник, ТОО «Физико-технический институт», Республика Казахстан; e-mail: a.shongalova@sci.kz.

Еділ Отунчи – магистр технических наук, инженер, ТОО «Физико-технический институт», Республика Казахстан; e-mail: e.otunchi@sci.kz.

Елена Дмитриева – кандидат физико-математических наук, профессор, ТОО «Физико-технический институт», Республика Казахстан; e-mail: e.dmitrieva@sci.kz.

Арман Умирзаков – кандидат PhD, старший научный сотрудник, ТОО «Физико-технический институт», Республика Казахстан; e-mail: a.umirzakov@sci.kz.

Айнагуль Кемелбекова* – PhD, старший научный сотрудник, ТОО «Физико-технический институт», Республика Казахстан; e-mail: a.kemelbekova@sci.kz.

Information about the authors

Aigul Shongalova – PhD, senior researcher, LLP «Institute of Physics and technology», Republic of Kazakhstan; e-mail: a.shongalova@sci.kz.

Edil Otunchi – master of technical sciences, engineer, LLP «Institute of Physics and technology», Republic of Kazakhstan; e-mail: e.otunchi@sci.kz.

Elena Dmitrieva – candidate of physical and mathematical sciences, professor, LLP «Institute of Physics and technology», Republic of Kazakhstan; e-mail: e.dmitrieva@sci.kz.

Arman Umirzakov – PhD candidate, senior researcher, LLP «Institute of Physics and technology», Republic of Kazakhstan; e-mail: a.umirzakov@sci.kz.

Ainagul Kemelbekova* – PhD, senior researcher, LLP «Institute of Physics and technology», Republic of Kazakhstan; e-mail: a.kemelbekova@sci.kz.

Редакцияға енуі 16.06.2025

Өңдеуден кейін түсуі 07.08.2025

Жариялауға қабылданды 08.08.2025

[https://doi.org/10.53360/2788-7995-2025-3\(19\)-54](https://doi.org/10.53360/2788-7995-2025-3(19)-54)



IRSTI: 44.31.35

L.G. Sulyubayeva, N.E. Berdimuratov, T. Alimbekuly*

Sarsen Amanzholov East Kazakhstan University,
070002, Kazakhstan, Ust-Kamenogorsk, st. Shakarima 148

*e-mail: temirlanalimbekuly@gmail.com

STUDY OF THE DIFFUSION ELECTROLYTE PLASMA TREATMENT EFFECT ON THE TRIBOLOGICAL CHARACTERISTICS OF 40Kh STEEL

Abstract: This article studies the effects of diffusion electrolytic plasma boriding on the structure and tribological characteristics of 40Kh steel. X-ray diffraction and scanning microscopy were used to investigate the structural and phase composition, while the mechanical and tribological properties of the steel were measured using a hardness tester and tribometer. The characteristics of 40Kh steel in its initial state and after diffusion electrolytic plasma treatment followed by oxide removal by electrochemical polishing were compared. After diffusion electrolytic-plasma treatment, FeB and Fe₂B boride phases were detected on X-ray diffractograms, proving the diffusion process. A 5 times increase in microhardness and a 3 times decrease in wear intensity were also determined, depending on the initial state. It was established that the morphology of the structure after boriding has a zonality consisting of three zones: the borided layer, the diffusion zone, and the heat-affected zone. The research data indicates the potential of using diffusion electrolytic-plasma treatment in mechanical engineering and the processing of parts for the mining industry.

Key words: diffusion electrolytic plasma treatment, boride, electrolyte, borax, microhardness.

Introduction

Improving the reliability and service life of mining and metallurgical equipment components requires the implementation of effective surface hardening technologies. In highly abrasive, corrosive and thermally stressed environments, wear and surface degradation are among the main causes of equipment failure. The most effective way to increase the wear and corrosion resistance of structural steels remains diffusion boriding, which allows the formation of superhard layers of FeB and Fe₂B phases with a hardness of up to 22 GPa and high chemical resistance [1]. In practice, various boronising methods are used: in powder mixtures, melts, gas phase, as well as electrolytic and plasma boron saturation. However, traditional approaches (in particular, thermal diffusion boronizing in powder mixtures) require long processing times (4-8 hours) and high temperatures