

Балым Алибекқызы Алибекова* – инженер научно-исследовательского центра «Инженерия поверхностей и трибология» Восточно-Казахстанского университета имени Сарсена Аманжолова, г. Усть-Каменогорск, Казахстан e-mail: bailyamalibekova304@gmail.com № ORCID: <https://orcid.org/0009-0001-7644-4527>.

Айбек Еркебуланулы Алибеков – инженер научно-исследовательского центра «Инженерия поверхностей и трибология» Восточно-Казахстанского университета имени Сарсена Аманжолова, г. Усть-Каменогорск, Казахстан e-mail: aibek.alibekov.03@mail.ru № ORCID: <https://orcid.org/0009-0008-4271-0170>.

Received 28.06.2025

Revised 28.08.2025

Accepted 02.09.2025

[https://doi.org/10.53360/2788-7995-2025-3\(19\)-58](https://doi.org/10.53360/2788-7995-2025-3(19)-58)



FTAXP: 44.31.39; 81.09.03; 53.39.

А.Ж. Миниязов^{1,2}, М.Қ. Сқақов¹, Н.М. Мұхамедова^{1,2*}, О. Өкен¹, М.Е. Скопченко¹

¹ҚР ҰЯО РМК Атом энергиясы институтының филиалы,
071100, Қазақстан Республикасы, Курчатов қ., Бейбіт атом көшесі, 10.

²Шәкәрім университеті,
071412, Қазақстан Республикасы, Семей қ., Глинка к-сі, 20А
*e-mail: bakayeva@nnc.kz

ҰШҚЫН ПЛАЗМАЛЫҚ ПІСІРУ ӘДІСІМЕН LaNi_5 НЕГІЗІНДЕГІ СУТЕГІ САҚТАУ МАТЕРИАЛЫН АЛУ

Аңдатпа: Бұл мақалада ұшқын-плазмалық пісіру (ҰПП) әдісі арқылы LaNi_5 негізіндегі сутегі жинақтаушы қорытпаны алу технологиясы зерттелді. Алдын ала механикалық белсендіру және синтездеу процестері лантан (La) және никель (Ni) металл ұнтақтарының 20: 1 және 30: 1 массалық қатынастарында жүргізілді. Дайындалған ұнтақ қоспалары диаметрі 20 мм графиттік матрицаға салынып, алдын ала престеліп, вакуумдық ортада 1250°C температурада және тұрақты қысымда ISKRA қондырғысында 1250°C температурада және тұрақты қысымда пісіру.

Синтезделген үлгілерге фазалық талдау жүргізу үшін рентгендік дифрактометрия әдісі қолданылды. Нәтижесінде LaNi_5 фазасының түзілуі байқалатыны анықталды. Негізгі фазадан басқа La_2O_3 оксиді де анықталды, бұл материалдың ішінара тотығуын көрсетеді. Қорытпа құрылымындағы фазалық өзгерістер мен кристаллдық ерекшеліктер анықталды. Сонымен қатар, материалдың морфологиясы мен микроструктурасын зерттеу үшін сканерлеуші электронды микроскоп қолданылып, алынған үлгілердің беткі құрылымы мен бөлшек өлшемдерінің таралуы сипатталды. Зерттеу нәтижелері LaNi_5 негізіндегі сутегі жинақтаушы материалды алу үшін ұшқын-плазмалық пісіру әдісінің тиімділігін көрсетті және синтез параметрлерінің материалдың фазалық құрамына және микроструктуралық сипаттамаларына әсерін айқындауға мүмкіндік берді.

Түйін сөздер: механосинтез, механикалық белсендіру, ұнтақ қоспасы, сутегі, лантан, никель, ұшқын-плазмалық пісіру.

Кіріспе

Дүниежүзілік экономиканың, халық санының және урбанизацияның қарқынды өсуі энергияға деген сұраныстың артуына және қазба отындарының белсенді пайдаланылуына алып келді. Алайда, жаңартылмайтын энергия көздерін қолданудың жағымсыз экологиялық салдары барған сайын айқын көрініс табуда. Бұл жағдай экологиялық қауіпсіз энергетикалық жүйелерді әзірлеу мен зерттеуді жеделдетуге түрткі болуда [1, 2]. Осы тұрғыда сутегі энергетикасы қоршаған ортаға зиянсыздығы, қолжетімділігі және жану тиімділігі жоғары балама ретінде үлкен қызығушылық тудырып отыр [3-5]. Сутегі энергетикасын енгізу үш негізгі кезеңнен тұрады: өндіру, сақтау және тасымалдау. Аталған технологиялардың кеңінен қолданылуында сутегіні тиімді әрі қауіпсіз сақтау жүйелері шешуші рөл атқарады [6, 7].

Сутегіні сақтау бойынша қазіргі қолданыстағы технологияларға газ тәрізді күйде қысыммен сақтау, сұйылту және қатты фазада сақтау жатады. Бұл әдістердің әрқайсысы өзіндік пайдалану және энергетикалық сипаттамаларға ие болғанымен, белгілі бір

шектеулермен сипатталады [8, 9]. Осы контекстте қатты фазада сақтау жоғары энергия сыйымдылығы, қауіпсіздігі және әртүрлі пайдалану жағдайларына бейімделу мүмкіндігі арқасында ерекше назар аударатын бағыт болып табылады. Бұл қасиеттер оны сутегі энергетикасы саласындағы басым зерттеу бағытына айналдырады [10].

Сутегіні сақтауға арналған тиімді материалдар жоғары сыйымдылыққа, сіңіру және босату процестерінің оңтайлы кинетикасына, сондай-ақ ұзақ мерзімді циклдік тұрақтылыққа ие болуы тиіс. Осы талаптарға сәйкес келетін перспективті материалдардың бірі ретінде металлгидридті жүйелер қарастырылады. Бұл жүйелердің негізін металл гидридтерін түзе алатын қорытпалар мен интерметалдық қосылыстар құрайды. Аталған материалдар көрсетілген талаптарға сәйкес келіп, сутегіні сақтау жүйелерін әзірлеуде сенімді әрі тиімді шешім болып табылады [9, 11].

Металлогидридтердің әртүрлі топтарының ішінде AB_5 типті интерметалдық қосылыстар сутегіні сақтау сипаттамаларының жоғарылығы жағынан кеңінен танымал. Бұл топтың ең көп зерттелген өкілі – $LaNi_5$ қосылысы. Ол гидрид түзу процесінің қайтымдылығымен, қалыпты температурада жұмыс істей алуымен және орташа жұмыс қысымымен ерекшеленеді [12-14]. Алайда, оның салыстырмалы түрде төмен гравиметриялық тығыздығы (~1,38 масс.%) және материалдың деградацияға ұшырауы оны сутегілік жүйелерде қолдануда шектейтін негізгі факторлар болып табылады [15-17].

Аталған кемшіліктерді жою және материалдың жұмыс сипаттамаларын жақсарту мақсатында механикалық синтездеу (МС) әдістері кеңінен қолданылады. Бұл тәсілдер сутегіні сіңіру кинетикасын жақсартып, материалдың ұзақ мерзімді тұрақтылығын арттыра алады. Зерттеулер көрсеткендей, механикалық синтез (МС) $LaNi_5$ негізіндегі материалдардың сутегіні сақтау тиімділігін едәуір арттыра алады, ал ұнтақты ұнтақтау оңтайлы параметрлері алынған материалдың құрылымдық және физикалық қасиеттеріне елеулі әсер етеді [18-20].

Өнеркәсіпте ұнтақ материалдарды күйдірудің (пісірудің) әртүрлі технологиялары кеңінен қолданылады, олардың қатарына еркін күйдіру мен ыстық престеу әдістері жатады. Еркін күйдіру – бұл ұнтақ материалын муфельді пештерде қысымсыз қыздыру процесі. Бұл технология қарапайымдылығымен ерекшеленеді, алайда оның бір кемшілігі бар – алынған материалда қалдық кеуектілік сақталады.

Ыстық престеу кезінде ұнтақ материал қыздырылып қана қоймай, сонымен қатар бір мезгілде қысыммен тығыздалады, нәтижесінде қалдық кеуектілік төмендейді. Аталған күйдіру әдістерінің ортақ кемшілігі – процестің инерттілігі, соның салдарынан күйдіру процесін дәл және тиімді басқару мүмкін емес [21]. Ұшқын плазмалық пісіру әдісімен (ағылш.- Spark Plasma Sintering, SPS) технологиясында бұл кемшілік бей-тараптандырылғын. Үлкен ток пен қысқа импульстер қолданылған жағдайда үлгіде температура әлдеқайда жылдам жоғарылайды, бұл жоғарыда аталған әдістермен салыстырғанда процестің әлдеқайда қарқынды өтуін қамтамасыз етеді. Орта есеппен күйдіру процесі 5–25 минут ішінде аяқталады [22]. Ұшқын плазмалық пісіру арқылы өңдеу әдістері кеңінен зерттелуде. Бұл әдіс жақсартылған қасиеттерге ие композиттер алуға мүмкіндік береді. Бұл қондырғының артықшылығы – үлгіні қысқа мерзімде дайындау мүмкіндігіне ие және интерметалдық қосылыстарды және қорытпаларды тиімді алуға жол ашады [23]. Сонымен қатар, түйіршік өлшемі небәрі бірнеше нанометр болатын ұнтақтарды күйдіру кезінде материалда бейсызық құбылыстар (Бенедикс әсері, инверсиялық термоэлектрлік эффект) туындауы мүмкін. Әдетте, ұшқын-плазмалық пісіру процесі 200-2400 °C температура аралығында жүреді, бұл осы технологияны салыстырмалы түрде төмен температуралы күйдіру әдісі ретінде сипаттауға мүмкіндік береді [24]. Осы мүмкіндіктер, алынған материалдың сутегіге тұрақтылығы, сақтау сыйымдылығы және сіңіру қасиеттері оның құрамын немесе элементтік модификациясын өзгерту арқылы оңтайландырылуы мүмкін [19, 25, 26, 27].

МС және ҰПП әдістерін элементтік модификациялаумен үйлестіру сутегіні сақтау сипаттамалары жоғары, әрі тұрақтылығы мен кинетикалық қасиеттері жетілдірілген жаңа буын материалдарын әзірлеудегі келешегі зор, инновациялық ғылыми бағыт болып табылады. Аталған бағыт материалдардың ішкі құрылымы мен морфологиясын наноөлшемде басқаруға мүмкіндік береді, бұл олардың сутегімен әрекеттесуін оңтайландырып, техникалық және энергетикалық параметрлерін айтарлықтай арттырады [28]. Осы зерттеудің басты мақсаты – ұшқын-плазмалық пісіру әдісін қолдана отырып, $LaNi_5$ негізіндегі сутегі жинақтаушы қатты қорытпаның құрылымдық-фазалық құрамын тиімді басқару арқылы, оның сутегі сіңіру қабілеті

жоғары жаңа түрін алу және материалдың перспективті техникалық қолданбалы мүмкіндіктерін зерттеу болып табылады.

Материалдар мен әдістер

Зерттеу барысында негізгі бастапқы компоненттер ретінде лантан (La) мен никель (Ni) металл ұнтақтары қолданылды. Ұнтақ қоспаларының құрамын таңдау процесі интерметалдық қосылыстардың түзілуіне легирлеуші элементтердің ықпалын зерделеуге бағытталған бұрынғы теориялық және әдеби деректерге негізделді [29]. Бұл тәсіл тәжірибелік параметрлерді дәл анықтауға және мақсатты фазалардың түзілу ықтималдығын арттыруға мүмкіндік берді. Бастапқы ұнтақтардың сипаттамалары №1 кестеде көрсетілген.

Кесте 1 – Бастапқы ұнтақтардың сипаттамасы

№ р/н	Атауы	Маркасы	Тазалығы, %	Бөлшектердің мөлшері, мкм
1	Лантан ұнтағы	-	99%	70
2	Никель ұнтағы	ПНК-УТЗ	99,9%	20

Ұнтақ қоспасын планетарлық диірменде әртүрлі параметрлермен механосинтездеу бойынша тәжірибелер жүргізілді. Механосинтез процесі РМ100 планетарлық диірменінде жүзеге асырылды.

Тәжірибелер кезінде 1.4034 / AISI 420 маркалы тот баспайтын болаттан жасалған диаметрі 5 мм ұнтақтау шарлары, көлемі 250 мл ұнтақтау ыдысы пайдаланылды. Қажетті ұсақтыққа жетуге оңтайлы шар өлшемін таңдау үшін әдетте шамамен 1000 көбейткіші пайдаланылады. Бұл көбейткіш бастапқы бөлшек өлшемі мен соңғы қажетті бөлшек өлшемі арасындағы қатынасты көрсетеді және ұнтақтау тиімділігін қамтамасыз етеді. Осыған байланысты, қолданылған планетарлық диірмен үлгісінде ұнтақтаудың максималды қол жеткізу дәрежесі 5 мкм дейін болғандықтан, ең қолайлы шар өлшемі 5 мм болып табылады. Ұнтақтау гарнитурасының сипаттамалары 2-кестеде келтірілген.

Кесте 2 – Ұнтақтау гарнитурасының сипаттамалары

Позициялар атауы	Сипаттамасы	Материалдың қаттылығы	Химиялық құрамы, %
Ұнтақтау ыдысы	көлемі – 250 мл	48-50 HRC	Fe (82,925), Cr (14,5), C (0,5), Mn (1), Si (1), P (0,045), S (0,03)
Ұнтақтаушы шарлар	диаметр – 5 мм		

Тәжірибелер барысында ұнтақтау шарлар массасы мен ұнтақ массасының қатынасы (BRP) 20:1 және 30:1, ал ұнтақтау уақыты 8 сағат аралығында таңдалды. Диірменнің айналу жылдамдығы 400 айн/мин деңгейінде белгіленді. Әрбір ұнтақтау кезеңінде ұнтақтың біркелкі дисперсиясын қамтамасыз ету және бөлшектердің агломерациялануын болдырмау үшін диірменнің айналу бағыты әрбір сағат сайын өзгертіліп отырды. Бұл тәсіл ұнтақ қоспаларының біркелкі ұнтақталуын қамтамасыз етіп, механосинтез процесінің тиімділігін арттырды.

Ұнтақтарды дайындау және өлшеу, сондай-ақ ұнтақ пен шарлар қоспасын ұнтақтау ыдысына салу вакуумдық қолғап қорабында (GVB-3C), аргон атмосферасында жүргізілді. Ұнтақ мөлшері планетарлық диірменнің сипаттамалары мен мүмкіндіктерін ескере отырып есептелді: Ұнтақтау ыдыс көлемінің 1/3 бөлігін толтыру, ұнтақтың массасы қолданылатын ұнтақтау шарларының санын ескере отырып анықталды. Барлық жүргізілген эксперименттерде ұнтақтау шарларының бірдей мөлшері – салмағы 385 грамм, ал көлемі 80-83 мл, бұл шамамен диірмен ыдысының 1/3 бөлігіне сәйкес келді. Ұнтақ қоспасының мөлшері ұнтақтау шарлары мен қоспаның таңдалған қатынасына байланысты анықталды. Жүргізілген тәжірибелердің параметрлері 3-кестеде сипатталған.

Кесте 3 – Тәжірибе параметрлері

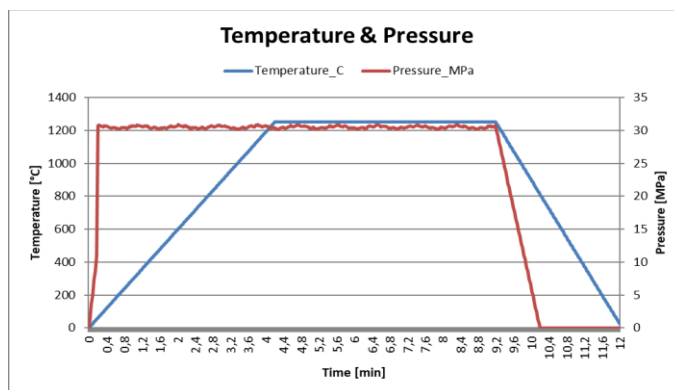
Құрамдық мөлшері (масс.%)	Қысқаша атауы	BRP	Тәжірибе өткізу уақыты, сағ	Үдеу, айн / мин	Ұнтақ массасы, г.	Ортасы	Қысым, кПа	Стеарин қышқылы
La32%Ni68 %	LN-1	20:1	8	400	13,4	Аргон	5	0,53г
	LN-2	30:1	8		13,4			0,53г

Механосинтез әдісімен алынған ұнтақ қоспалар «ISKRA» ҰПП қондырғысында бірдей қысым, температура және ұстау уақыты жағдайларында ұшқын-плазмалық пісіру ҰПП процесі жүргізілді [28]. Агломерациялау үдерісі барысында әрбір ұнтақ қоспасы диаметрі 20 мм болатын цилиндрлік графит матрицаға салынып орналастырылды. Үлгілер мен матрица арасындағы электр және жылу байланысын жақсарту, сондай-ақ реакция беттерін қорғау мақсатында қалыңдығы 1 мм болатын графит қағазы пайдаланылды. Ұшқын-плазмалық пісіру қондырғысында жүргізілген тәжірибелік жұмыстардың параметрлері 4-кестеде келтірілген.

Кесте 4 – ҰПП қондырғысында жүргізілген тәжірибе параметрлері

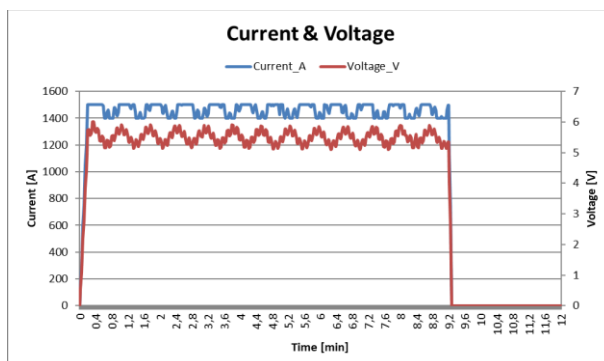
№	Қысқаша атауы	Қысым, МПа	(ҰПП) кезінде ұстау уақыты, мин	Температура, °C	Орта
1	LN-1	32±0,1	5	1250±20	Вакуум
2	LN-2				

Процесс бөлме температурасында вакуумдық ортада жүргізілді; вакуум дәрежесі 10 Па ($7,5 \times 10^{-2}$ Torr) деңгейіне дейін қамтамасыз етілді. Вакуумды екі сатылы роторлы-қанатшалы механикалық сорғы жүйесі ұстап тұрды. Үлгілер 25°C-тан 1250°C-қа дейін 4,2 мин ішінде қыздырылды (қыздыру жылдамдығы шамамен $8,17 \times 10^2$ °C·мин⁻¹), содан кейін 1250°C-та 5 мин ұсталды. Престеу қысымы 32±0,1 МПа деңгейінде сақталды. Салқындату қондырғыға орнатылған су салқындатқыш арқылы жүргізіліп, үлгілер шамамен 2-5 мин ішінде бөлме температурасына жеткізілді. ҰПС процесі үшін мақсатты температура-қысым графигі 1-суретте көрсетілген.



Сурет 1 – ҰПС процесі үшін мақсатты температура-қысым графигі

Электрлік режим (ISKRA). Қуат көзі 0,2 мин ішінде тоқты $I \leq 1500$ А деңгейіне жеткізіп, кернеуді $U = 5-6$ В аралығында тұрақтандырды. Осы режимде қыздыру жылдамдығы шамамен 300 °C/мин, температура 4,2 мин ішінде 1250 °C-қа жетті; 4,2-9,2 мин аралығында $I = 1400-1500$ А және $U = 5-6$ В сақталды. 9,2 мин мезетінде қуат ажыратылды. Ұстау кезеңіндегі ұсақ флуктуациялар кері байланыс арқылы реттеудің әсерінен туындайды. Электрлік режимдер графигі (ток-кернеу) 2-суретте көрсетілген.



Сурет 2 – Электрлік режимдер графигі

ҰПП әдісімен алынған үлгілер морфологиялық және фазалық сипаттамаларды талдауға дайындау мақсатында (ASTM E3-11 және ISO 9044) халықаралық стандарттарына сәйкес механикалық өңдеуден өткізілді. MetPrep 3 автоматтандырылған құрылғысында дәйекті тегістеу және жылтырату процестері жүргізілді.

Тегістеу сатысында абразивті қағаздар (P400-P1200) бірізді қолданылып, беткі кедір-бұдырлар жойылды. Жылтырату үшін 1 мкм және 0.05 мкм дисперсиялы суспензиялар пайдаланылды, бұл талдау кезінде құрылымдық элементтердің айқын көрінуін қамтамасыз етті.

Өңдеуден кейін үлгілер этанолда және деионизацияланған суда жуылып, ультрадыбыстық ваннада тазартылды және бөлме температурасында кептірілді.

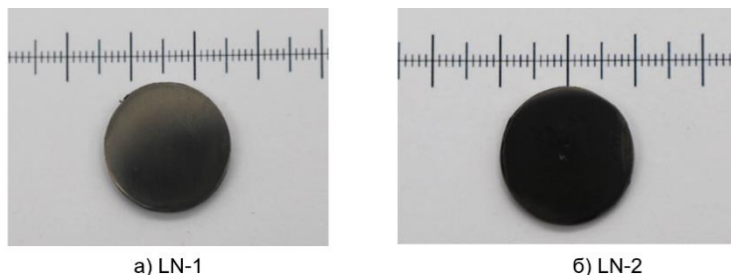
BRP 20:1 және 30:1 массалық қатынаста алынған екі ұнтақ қоспасы және ҰПП әдісімен алынған үлгілер СЭМ энергия-дисперсиялық спектрлік талдау (EDS) модулімен, топографиялық контраст режимінде зерттелді. Талдау барысында екінші реттік электрондар (SE) және кері шашыраған электрондар (BSE) детекторлары қолданылып, бөлшектердің морфологиясы мен элементтік құрамы анықталды.

Қатты фазалы қорытпалардың механикалық қасиеттерін сипаттау үшін қаттылықты анықтау сынағы Виккерс әдісі (HV1) бойынша жүргізілді. Өлшеу жұмыстары Qness 60 M EVO маркалы автоматты твердомер қондырғысында, 1 кгс жүктеме жағдайында жүзеге асырылды. Қаттылықты анықтау процесі халықаралық ISO 6507-1:2018 стандартына сәйкес орындалды.

Механосинтезден кейін алынған үлгілердің рентгендік дифракциялық талдауы X'Pert PRO дифрактометрінің көмегімен жүргізілді. Талдау барысында Cu-K α сәулеленуі қолданылды, генератор параметрлері 40 кВ кернеу және 30 мА ток мәндерінде орнатылды. Өлшеу кезінде бекітілген ені 0,75 мм және бұрыштық алшақтауы 0,478° болатын саңылау пайдаланылды. Дифрактограммаларды тіркеу 20-90° 2 θ бұрыштық диапазонында жүзеге асырылды, сканерлеу қадамының өлшемі 0,020° 2 θ , ал әрбір қадамдағы экспозиция уақыты 0,5 с құрады.

Зерттеу нәтижелері және талқылаулар

ҰПП процесінен кейін алынған қорытпа үлгілері тегістеліп және жылтырату сатыларынан өтіп, талдауға жарамды тегіс әрі біртекті бет құрылымына ие болды. ҰПП әдісімен алынған қорытпа үлгінің жалпы сыртқы көрінісі 2-суретте көрсетілген.



Сурет 2 – ҰПП әдісімен алынған қорытпа үлгінің жалпы сыртқы көрінісі

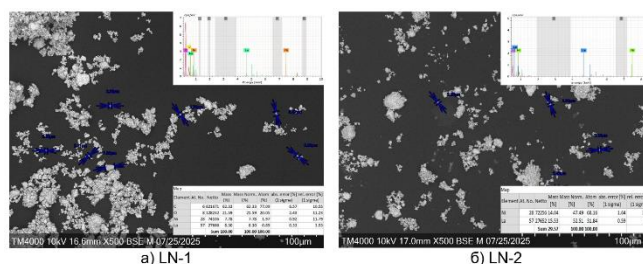
ҰПП әдісімен алынған үлгілердің геометриялық өлшемдері мен массалық сипаттамалары төмендегідей нәтижелер көрсетті. LN-1 үлгісі цилиндрлік пішінде алынып, оның диаметрі 19,66 мм, биіктігі 2,38 мм, ал салмағы 5,1899 г болды. LN-2 үлгісі де аналогиялық түрде дайындалды, оның диаметрі 19,58 мм, биіктігі 2,51 мм, салмағы 5,2019 г-ды құрады.

Сканерлеуші электронды микроскопия талдауы (СЭМ)

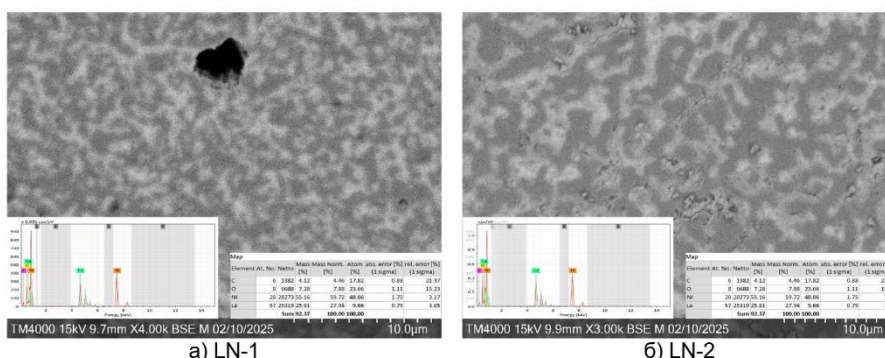
МС процесінен кейін алынған ұнтақ қоспалары сканерлеуші электрондық микроскопта топографиялық контраст режимінде, екінші реттік электрондар (SE) детекторын қолдану арқылы зерттелді. Зерттеу нәтижесінде бөлшектердің беттік ауданының айтарлықтай ұлғайғаны және бастапқыда берілген стехиометриялық құрамның сақталғаны анықталды. 3-суретте механосинтезден кейін ұнтақ қоспаларының топографиялық контраст режимінде алынған СЭМ кескіндері көрсетілген.

Микроскопиялық талдау нәтижелері бойынша, шар мен ұнтақтың 1:20 қатынасында синтезделген қоспаларда қоспаларда LaNi₅ үшін орташа бөлшек өлшемі 5,78 мкм, ал 30:1 қатынасындағы қоспалар үшін орташа бөлшек өлшемі 7,32 мкм. Энергия-дисперсиялық спектрлік талдау нәтижесінде алынған спектрлік деректер ұнтақтардың элементтік құрамының бастапқыда берілген стехиометриялық арақатынасына жақын екенін көрсетті. Сонымен қатар, кейбір үлгілерде құрамдағы жеңіл ауытқулар тіркелді, бұл мүмкін болатын сыртқы факторлармен байланысты болуы ықтимал. Атап айтқанда, талдау кезінде аз мөлшерде

көміртек пен оттегінің байқалуы – үлгілерді СЭМ алаңына бекіту кезінде қолданылған көміртектегі желімнің болуымен түсіндіріледі (4 сурет).



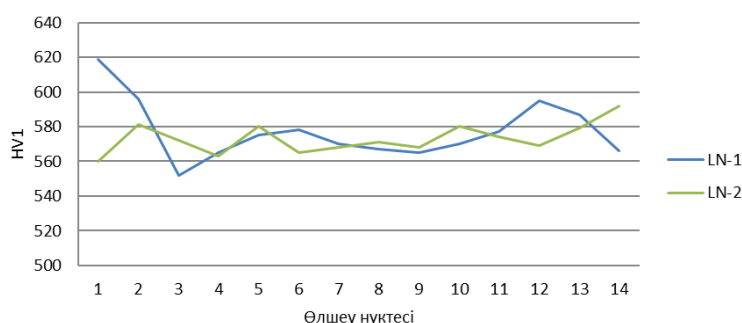
Сурет 3 – MC кейін ұнтақ қоспаларының топографиялық контраст режимінде алынған СЭМ кескіндері



Сурет 4 – ҰПП кейін қорытпаның топографиялық контраст режимінде алынған СЭМ кескіндері

LN-1 үлгісі тығыз, ұсақ түйіршікті құрылымға ие, ол лантан мен никель бөлшектерінен тұрады. ҰПП процесі мен кейінгі салқындату нәтижесінде пайда болған аздаған қуыстар мен жарықшалар байқалады. Бұл көрсеткіштер ҰПП процесі кезінде қолданылған қысым мен температура параметрлері бірдей болған жағдайда, ұнтақ қоспаларының бастапқы массалық қатынасы (20:1 және 30:1) дайын қорытпалардың тығыздығы мен қалыптасу ерекшеліктеріне әсер ететінін көрсетті.

ҰПП әдісімен алынған қорытпа үлгілерінің механикалық қасиеттерін бағалау мақсатында қаттылықты анықтау сынағы жүргізілді. 5-суретте LN-1 және LN-2 үлгілерінің қаттылық мәндері график түрінде көрсетілген.

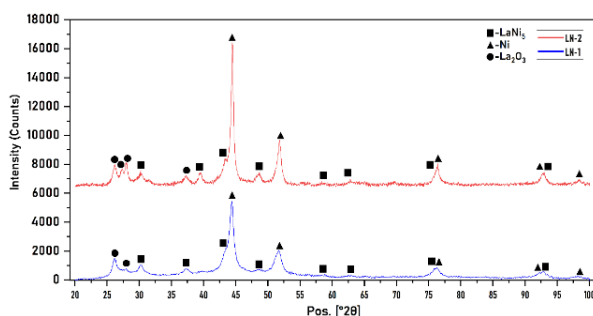


Сурет 5 – ҰПП әдісімен алынған LN-1 және LN-2 үлгілерінің қаттылық сипаттамалары

Жүргізілген 14 өлшем нәтижесінде LN-1 үлгісінің қаттылық мәндері 552-619 HV аралығында тіркеліп, орташа мәні 577,3 HV құрады. Сол сияқты, LN-2 үлгісінің қаттылық көрсеткіштері де ұқсас диапазонда (548-613 HV) орналасып, орташа мәні 570 HV шамасында болды. Екі үлгідегі қаттылық нәтижелерінің өзара жақындығы агломерация процесінің тұрақты технологиялық режимде жүргізілгенін және алынған қорытпалардың құрылымдық жағынан біркелкі консолидацияланғанын көрсетеді.

Рентгенфазалық талдау (РФТ)

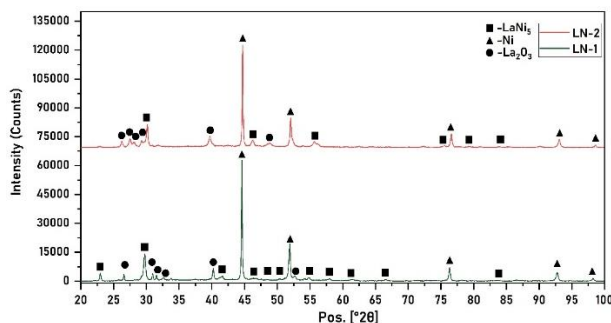
6-суретте МС әдісімен алынған La–Ni жүйесінің ұнтақ үлгілерінің рентгендік дифрактограммалары көрсетілген. Бұл үлгілер арасындағы басты айырмашылық – ұнтақ пен шар массасының арақатынасы (BPR): LN-1 үлгісі үшін ол 20:1, ал LN-2 үлгісі үшін – 30:1 құрайды. Үлгілерден анықталған фазалық құрам келесі фазалардан тұрады: LaNi_5 (PDF 04-008-6308), Ni (PDF 04-010-6148), және La_2O_3 (PDF 04-015-4999).



Сурет 6 – МС-тан кейін алынған LN-1 және LN-2 ұнтақ үлгілерінің дифрактограммалары

Диффрактограммаларда МС-тен кейінгі ұнтақтарға тән рефлексстердің ені кеңейгені байқалады, бұл механикалық әсер нәтижесінде кристалдық құрылымда пайда болатын бұзылулармен байланысты. Екі үлгіде де LaNi_5 фазасының қалыптаса бастағаны байқалады. Алайда, LN-1 үлгісінде негізгі фазадан бөлек, La_2O_3 оксиді де анықталды, бұл материалдың ішінара тотығуын көрсетеді. Ал LN-2 үлгісінде LaNi_5 фазасына сәйкес келетін шыңдардың интенсивтілігі айтарлықтай жоғары, бұл оның фазалық тазалығының жоғары екенін білдіреді. Дегенмен, екі үлгіде де LaNi_5 -ке тән дифракциялық шыңдар әлсіз көрінеді, бұл синтез процесінің толық аяқталмағанын көрсетеді.

7-суретте ҰПП әдісімен агломерацияланған LN-1 және LN-2 үлгілерінің дифрактограммалары көрсетілген. LN-1 үлгісінде үш түрлі фазаға тән шыңдар байқалды: LaNi_5 , Ni және La_2O_3 . Бұл фазаларға тән дифракциялық пикетардың интенсивтілігі салыстырмалы түрде төмен, бұл олардың төмен кристаллдылығы немесе фазалық концентрациясының аздығымен түсіндірілуі мүмкін. Әсіресе, La_2O_3 фазасына сәйкес келетін шыңдар айқын көрінеді, бұл оның үлгі құрамында елеулі мөлшерде бар екенін көрсетеді.



Сурет 7 – ҰПП-дан кейінгі LN-1 және LN-2 қортыларының дифрактограммалары

Ал LN-1 үлгісіне қарағанда, LN-2 үлгісі әлдеқайда жоғары интенсивтілікпен сипатталады. Негізгі дифракциялық шыңдар LaNi_5 және металдық никель фазаларына тиесілі. La_2O_3 фазасына сәйкес келетін шыңдар әлсіз көрінеді немесе мүлде байқалмайды. Бұл лантан оксидінің синтез немесе термиялық өңдеу барысында толығырақ тотықсызданғанын білдіруі мүмкін.

Осылайша, екі үлгі де LaNi_5 және Ni фазаларын қамтиды, алайда олар кристалдылық дәрежесі мен лантан оксидінің болуы жағынан бір-бірінен ерекшеленеді. LN-2 үлгісі жоғарырақ кристалдылықты көрсетеді және, болжам бойынша, синтездің неғұрлым оңтайлы шарттарында алынған.

Қорытынды

Жүргізілген зерттеу LaNi_5 қорытпасы негізінде сутегін жинайтын материалдарды алу үшін ҰПП әдісін қолдану перспективасын растады. Бастапқы компоненттердің

температуралық режимін, қысымы мен арақатынасын қоса алғанда, синтез параметрлерін таңдау LaNi_5 , La_2O_3 сияқты соңғы фазалық құрамның және микроқұрылымның аз мөлшерде қалыптасуына айтарлықтай әсер ететіні анықталды, ал микроқұрылымдық зерттеулер фазалардың біркелкі таралуын және сутегі сорбциясына қолайлы дамыған бетті көрсетті. Алынған нәтижелер сутегін жинайтын қорытпаларды синтездеуде ҰПП әдісінің жоғары тиімділігін көрсетеді және сутегі энергиясы үшін жаңа материалдарды әзірлеуде пайдаланылуы мүмкін.

Әдебиеттер тізімі

1. The role of renewable energy in the global energy transformation / D. Gielen et al // J. Energy Strategy Rev. – 2019. – № 24. – P. 38-50.
2. Garba B. Renewable Energy Sources, Sustainability and Environmental Protection: A Review / B. Garba, M. Abdulrahman // European Journal of Theoretical and Applied Sciences. – 2024. – T. 2, № 2. – P. 449-462. [https://doi.org/10.59324/ejtas.2024.2\(2\).39](https://doi.org/10.59324/ejtas.2024.2(2).39).
3. Dawood F. Hydrogen production for energy: An overview / F. Dawood, M. Anda, G.M. Shafiullah // Int. J. Hydrogen Energy. – 2020. – № 45. – P. 3847-3869.
4. Zubairu N. A review of hydrogen energy in renewable energy supply chain finance / N. Zubairu, L.Al Jabri, A. Rejeb // Discover Sustainability. – 2025. – Vol. 6, art. 186. <https://doi.org/10.1007/s43621-025-01007-0>.
5. Reda S.M. Green hydrogen as a source of renewable energy / S.M. Reda // Environmental Science and Pollution Research. – 2024. <https://doi.org/10.1007/s11356-024-35429-0>.
6. Jaradat M.A. Green Hydrogen in Focus: A Review of Production, Storage, and Applications / M.A. Jaradat, K.M. Al-Azzam, M.A. Hammad // Energies. – 2024. – Vol. 17, № 16. – Article 3992. <https://doi.org/10.3390/en17163992>.
7. Hydrogen production, storage, transportation and key challenges with applications: A review / A.M. Abdalla et al // Energy conversion and management. – 2018. – Vol. 165. – P. 602-627.
8. Hydrogen production, transportation, utilization, and storage: Recent advances towards sustainable energy / N.S. Muhammed et al // Journal of energy storage. – 2023. – Vol. 73. – P. 109207.
9. Drawer C. Metal hydrides for hydrogen storage—Identification and evaluation of stationary and transportation applications / C. Drawer, J. Lange, M. Kaltschmitt // Journal of energy storage. – 2024. – Vol. 77. – P. 109988.
10. Perspectives and challenges of hydrogen storage in solid-state hydrides / Z. Chen et al // Chinese Journal of Chemical Engineering. – 2021. – Vol. 29. – P. 1-12.
11. Nemukula E. Metal Hydrides for Sustainable Hydrogen Storage: A Review / E. Nemukula // Energy Reports. – 2025. <https://doi.org/10.1155/er/6300225>.
12. Boser O. Hydrogen sorption in LaNi_5 / O. Boser // Journal of the Less Common Metals. – 1976. – Vol. 46, № 1. – P. 91-99.
13. LaNi_5 related AB₅ compounds: Structure, properties and applications / J.M. Joubert et al // Journal of Alloys and Compounds. – 2021. – Vol. 862. – P. 158163.
14. Jurczyk M. (ed.). Handbook of nanomaterials for hydrogen storage. – CRC Press, 2017.
15. Suzuki K. Degradation of LaNi_5 and LaNi_4 . 7Al_{0.3} hydrogen-absorbing alloys by cycling / K. Suzuki, K. Ishikawa, K. Aoki // Materials Transactions, JIM. – 2000. – Vol. 41, № 5. – P. 581-584.
16. Łodziana Z. Surface properties of LaNi_5 and TiFe – Future opportunities of theoretical research in hydrides / Z. Łodziana // Frontiers in Energy Research. – 2021. – Vol. 9. – P. 719375.
17. Hydrogen absorption reactions of hydrogen storage alloy LaNi_5 under high pressure / T. Sato et al // Molecules. – 2023. – Vol. 28, № 3. – P. 1256.
18. Polytypism of La–Ni phases in multicomponent AB₅ type hydride electrode alloys / Y. Chen et al // International journal of hydrogen energy. – 2002. – Vol. 27, № 1. – P. 63-68.
19. Liu Y. Optimization of LaNi_5 hydrogen storage properties by the combination of mechanical alloying and element substitution / Y. Liu, D. Chabane, O. Elkedim // International Journal of Hydrogen Energy. – 2024. – Vol. 53. – P. 394-402.
20. Experimental investigation of the hydrogen storage capacity in LaNi_3 . 6Al_{0.4} 4Mn_{0.3} 3Co_{0.7} alloy / S. Harrat et al // International Journal of Hydrogen Energy. – 2024. –Vol. 77. – P. 33-39.
21. Kaszyca K. Using the Spark Plasma Sintering System for Fabrication of Materials / K. Kaszyca. // Materials. – 2024.

22. MAX phases and their spark plasma sintered composites / G.O. Kayan et al // Smart Materials Research. – 2025.
23. Munir Z.A. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method / Z.A. Munir, U. Anselmi-Tamburini, M. Ohyanagi // Journal of Materials Science. – 2006. – Vol. 41. – P. 763-777. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-6555-2>.
24. Influence of transition metals on hydrogen storage properties of LaNi₅ alloy / K. Asheesh et al // International Atomic Energy Agency. – 2022. – P. 31-35.
25. Khan, H.B. Metal hydride hydrogen storage risk assessment: A review / H.B. Khan // International Journal of Hydrogen Energy. – 2025.
26. Experimental and Mathematical Investigation of Hydrogen Absorption in LaNi₅ and La_{0.7}Ce_{0.1}Ga_{0.3}Ni₅ Compounds / S. Belkhiria et al // Metals. – 2024. – Vol. 14, № 9. – P. 967.
27. Improvement of hydriding kinetics of LaNi₅-type metal alloy through substitution of nickel with tin followed by palladium deposition / T.R. Somo et al // Bulletin of Materials Science. – 2022. – Vol. 45. – P. 1-11.
28. Evolution of Phase Transformations in the Mg-Ni-Ce System After Mechanical Synthesis and Spark Plasma Sintering. Nuriya Mukhamedova, Arman Miniyazov, Gainiya Zhanbolatova, Zhanna Ospanova, Aisara Sabyrtayeva, Karina Shaikieva. – Materials 2025. – V. 18. <https://doi.org/10.3390/ma18092131>.
29. LaNi₅ related AB₅ compounds: Structure, properties and applications / J.M. Joubert et al // Journal of Alloys and Compounds. – 2021. – Vol. 862. – P. 158163.

Алғыс

Бұл жұмыс Қазақстан Республикасы Ғылым және жоғары білім министрлігі Ғылым комитетінің қаржылық қолдауымен BR21882200 «Сутегін өндіруге, сақтауға және электр энергиясын генерациялауға арналған инновациялық технологияларды, материалдар мен құрылғыларды әзірлеу және зерттеу» тақырыбы бойынша бағдарламалық-мақсатты қаржыландыру аясында орындалды.

Авторлар Сутегі энергетикасы саласындағы технологиялық құзыреттер орталығының ұжымына зерттеуді жүргізуге көрсеткен қолдаулары мен көмектері үшін шынайы алғыс білдіреді.

А.Ж. Миниязов^{1,2}, М.К. Скаков¹, Н.М. Мухамедова^{1,2*}, О. Өкен¹, М.Е. Скопченко¹

¹Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК,
071100, Республика Казахстан, г. Курчатов, ул. Бейбит атом, 10

²Шәкәрім университет,
071412, Республика Казахстан, г. Семей, ул. Глинки, 20 А

*e-mail: bakayeva@nnc.kz

ПОЛУЧЕНИЕ МАТЕРИАЛА НАКОПИТЕЛЯ ВОДОРОДА НА ОСНОВЕ LANi₅ МЕТОДОМ ИСКРОПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

В данной статье исследована технология получения сплава на основе LaNi₅ методом искрового плазменного спекания (ИПС) для хранения водорода. Предварительная механическая активация и механический синтез проводились с использованием металлических порошков лантана (La) и никеля (Ni) в массовых соотношениях 20:1 и 30:1. Подготовленные порошковые смеси помещались в графитовую матрицу диаметром 20 мм, предварительно подпрессовывались и спекались на установке искрового плазменного спекания ISKRA при температуре 1250°C и постоянном давлении в среде вакуума.

Для фазового анализа синтезированных образцов использовался метод рентгеновской дифрактометрии, в результате чего были определены фазовые превращения и кристаллические особенности структуры сплава. В результате было установлено, что наблюдается образование фазы LaNi₅. Помимо основной фазы, обнаружен также оксид La₂O₃, что свидетельствует о частичном окислении материала. Кроме того, морфология и микроструктура материала были исследованы с помощью сканирующего электронного микроскопа, что позволило охарактеризовать поверхностную структуру и распределение размеров частиц полученных образцов. Результаты исследования подтвердили эффективность метода механического синтеза и искрового плазменного спекания для получения материала на основе LaNi₅ для хранения водорода и позволили

определить влияние параметров синтеза на фазовый состав и микроструктурные характеристики полученного материала.

Ключевые слова: механосинтез, механическая активация, порошковая смесь, водород, лантан, никель, искрово-плазменное спекание.

A.Zh. Miniyazov^{1,2}, M.K. Skakov¹, N.M. Mukhamedova^{1,2*}, O. Oken¹, M.E. Skopchenko¹

¹Branch of the Institute of Atomic Energy of the RSE NNC RK,
071100, Republic of Kazakhstan, Kurchatov, Beybit Atom St. 10.

²Shakarim University,
071412, Republic of Kazakhstan, Semey, Glinka St. 20A

*e-mail: bakayeva@nnc.kz

PRODUCTION OF HYDROGEN STORAGE MATERIAL BASED ON LaNi_5 BY SPARK-PLASMA SINTERING

In this paper, we study the technology of producing a LaNi_5 -based alloy by spark plasma sintering (SPS) for hydrogen storage. Preliminary mechanical activation and mechanical synthesis were carried out using lanthanum (La) and nickel (Ni) metal powders in mass ratios of 20:1 and 30:1. The prepared powder mixtures were placed in a graphite matrix with a diameter of 20 mm, pre-pressed and sintered on an ISKRA spark plasma sintering unit at a temperature of 1250 °C and constant pressure in a vacuum environment.

X-ray diffractometry was used for phase analysis of the synthesized samples, as a result of which phase transformations and crystalline features of the alloy structure were determined. As a result, it was found that the LaNi_5 phase is formed. In addition to the main phase, La_2O_3 oxide was also detected, which indicates partial oxidation of the material. In addition, the morphology and microstructure of the material were studied using a scanning electron microscope, which allowed us to characterize the surface structure and particle size distribution of the obtained samples. The results of the study confirmed the effectiveness of the mechanical synthesis and spark plasma sintering method for obtaining a LaNi_5 -based material for hydrogen storage and made it possible to determine the effect of synthesis parameters on the phase composition and microstructural characteristics of the obtained material.

Key words: mechanosynthesis, mechanical activation, powder mixture, hydrogen, lanthanum, nickel, spark plasma sintering.

Авторлар туралы мәліметтер

Арман Жанарбекұлы Миниязов – PhD, ҚР ҰАО РМК Атом энергиясы институты филиалы директорының орынбасары, ҚР ҰАО РМК Атом энергиясы институты филиалы, Қазақстан; e-mail: Miniyazov@nnc.kz ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2188-8075>.

Мажын Канапинұлы Скаков – физика-математика ғылымдарының докторы, ҚР ҰАО РМК бас ғылыми қызметкері, Қазақстан; e-mail: skakov@nnc.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3716-8846>.

Нурия Мейрамканқызы Мухамедова* – PhD докторы, ҚР ҰАО РМК Атом энергиясы институты филиалының перспективті материалдар зертханасының бастығы, Қазақстан; e-mail: bakayeva@nnc.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4189-6539>.

Оспан Өкен – ҚР ҰАО РМК Атом энергиясы институты филиалының перспективті материалдар зертханасының лаборанты, Қазақстан; e-mail: oken@nnc.kz.

Михаил Евгеньевич Скопченко – ҚР ҰАО РМК Атом энергиясы институты филиалының перспективті материалдар зертханасы тоб бастығы, Қазақстан; e-mail: skopchenko@nnc.kz.

Сведения об авторах

Арман Жанарбекович Миниязов – PhD, заместитель директора филиала ИАЭ РГП НЯЦ РК, филиал Институт атомной энергии РГП НЯЦ РК, Қазақстан; e-mail: Miniyazov@nnc.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2188-8075>.

Мажын Канапинович Скаков – д.ф.-м.н. главный научный сотрудник РГП НЯЦ РК, Қазақстан; e-mail: skakov@nnc.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3716-8846>.

Нурия Мейрамкановна Мухамедова* – PhD, начальник лаборатории перспективных материалов филиал Институт атомной энергии РГП НЯЦ РК, Қазақстан; e-mail: bakayeva@nnc.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4189-6539>.

Оспан Өкен – техник-лаборатории перспективных материалов филиал Институт атомной энергии РГП НЯЦ РК, Қазақстан; e-mail: oken@nnc.kz.

Михаил Евгеньевич Скопченко – начальник группы лаборатории перспективных материалов филиал Институт атомной энергии РГП НЯЦ РК, Қазақстан; e-mail: skopchenko@nnc.kz.

Information about the author

Arman Miniyazov – PhD, deputy director of the branch of the Institute of Atomic Energy of the RSE NNC RK, branch of the Institute of Atomic Energy of the RSE NNC RK, Kazakhstan; e-mail: Miniyazov@nnc.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2188-8075>.

Mazhyn Skakov – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Chief Researcher, RSE NNC RK, Kazakhstan; e-mail: skakov@nnc.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3716-8846>.

Nuriya Mukhamedova* – PhD, Head of the Laboratory of Advanced Materials, branch of the Institute of Atomic Energy of the RSE NNC RK, Kazakhstan; e-mail: bakayeva@nnc.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4189-6539>.

Ospan Oken – laboratory technician of the laboratory of advanced materials, branch of the Institute of Atomic Energy of the RSE NNC RK, Kazakhstan; e-mail: oken@nnc.kz.

Mikhail Skopchenko – Head of the group of the laboratory of advanced materials, branch of the Institute of Atomic Energy of the RSE NNC RK, Kazakhstan; e-mail: skopchenko@nnc.kz.

Редакцияға енуі 01.07.2025
Өңдеуден кейін түсуі 14.08.2025
Жариялауға қабылданды 18.08.2025

[https://doi.org/10.53360/2788-7995-2025-3\(19\)-59](https://doi.org/10.53360/2788-7995-2025-3(19)-59)

MPHTI: 55.22.00



Л.С. Баймолданова^{1*}, А.Д. Погребняк², Баяндинова М.Б.¹, Сакенова Р.Е.¹

¹Восточно-Казахстанский университет имени Сарсена Аманжолова,
Республика Казахстан, г. Усть-Каменогорск, улица Крылова, 72

²Сумский государственный университет,
Украина, Сумская область, Сумы, улица Римского-Корсакова, 2

*e-mail: baimoldals@gmail.com

СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В НАНОСЛОИСТЫХ ПОКРЫТИЯХ (TiAlSiY)N/CrN ПОСЛЕ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ ИОНАМИ ЗОЛОТА

Аннотация: В настоящей работе исследовано влияние ионной имплантации ионами золота (Au⁺) с энергией 60 кэВ и флюенсом 1×10^{17} ион/см² на структурно-фазовое состояние многослойных покрытий (TiAlSiY)N/CrN, полученных методом магнетронного напыления. С целью комплексного анализа были применены методы grazing-инцидентной рентгеновской дифрактометрии (GIXRD), просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (HRTEM), вторичного ионного масс-спектрометрического анализа (SIMS), обратного рассеяния ионов (RBS), а также SRIM-моделирования пробега ионов. Показано, что ионная имплантация приводит к аморфизации приповерхностной зоны толщиной ~20 нм, снижению размера кристаллитов с ~8 нм до 4-5 нм и размытому межслойному перемешиванию компонентов. Установлено селективное распыление азота, превышающее в 3-4 раза значения для Ti и Al, что сопровождается локальной нестехиометрией и перераспределением легирующих элементов, таких как Si и Y. Результаты моделирования и экспериментальные данные коррелируют и указывают на существенное разрушение исходной кристаллической структуры в зоне имплантации. Полученные результаты могут быть использованы при разработке радиационно-стойких, износостойчивых и термически стабильных защитных покрытий для эксплуатации в условиях высокоэнергетического облучения, термомеханических нагрузок и агрессивных сред.

Ключевые слова: нанослоистые покрытия, TiAlSiY(N)/CrN, ионная имплантация, фазовые превращения, XRD, HRTEM, аморфизация, ионное перемешивание.

Введение

Многослойные нанокompозитные покрытия на основе нитридов переходных металлов являются перспективными материалами для эксплуатации в условиях интенсивного износа, термических и радиационных нагрузок [1, 2]. Благодаря чередованию наномасштабных слоёв с различной химической природой, такие покрытия демонстрируют супертвёрдость, стабильную текстуру роста и повышенную термостабильность [3, 4]. Особенно эффективно проявляют себя покрытия системы (TiAlSiY)N/CrN, сочетающие высокую твёрдость нитрида титана с хорошей термической стабильностью CrN и легирующими добавками Al, Si и Y [5-7].