

Инжу Куаныш — инженер, Институт проблем горения, PhD докторант, Казахстанско-Британский технический университет, Алматы, Казахстан; e-mail: inzhu.2017@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-1773-2405>.

Авторлар туралы мәліметтер

Гаухар Ергазиевна Ергазиева* — х.ғ.к., профессор, Жану проблемалары институты, каталитикалық процестер зертханасының меңгерушісі, Алматы, Қазақстан; e-mail: ergazieva_g@mail.ru. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9464-5317>.

Инжу Куаныш — инженер, Жану проблемалары институты, PhD докторант, Қазақстан-Британ техникалық университеті, Алматы, Қазақстан; e-mail: inzhu.2017@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-1773-2405>.

Information about the authors

Gaukhar Yergaziyevea* — c.s.s., Professor, Institute of Combustion Problems, Head of the Catalytic Processes Laboratory, Almaty, Kazakhstan; e-mail: ergazieva_g@mail.ru. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9464-5317>.

Inzhu Kuanysh — Engineer, Institute of Combustion Problems, PhD student, Kazakh-British Technical University Almaty, Kazakhstan; e-mail: inzhu.2017@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-1773-2405>.

Поступила в редакцию 26.01.2026

Поступила после доработки 27.02.2026

Принята к публикации 02.03.2026

[https://doi.org/10.53360/2788-7995-2026-1\(21\)-81](https://doi.org/10.53360/2788-7995-2026-1(21)-81)

МРНТИ: 31.15.01



Д.Р. Мулдаш*, А.Р. Кажмуратов, Ж.Т. Кули, А.Ж. Байменов, С. Азат

Satbayev University,

050013, Республика Казахстан, г. Алматы, ул. Сатпаева, 22

*e-mail: muldashevdiyas@gmail.com

ВЛИЯНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ КРЕМНИЙСОДЕРЖАЩИХ ДОБАВОК НА СИНТЕЗ И СТРУКТУРУ МАХ-ФАЗЫ

Аннотация: В данной научной работе исследовано влияние наноразмерных добавок элементарного кремния (nSi) и диоксида кремния (SiO_2) на процессы твердофазного синтеза МАХ-фазы Ti_3AlC_2 . Синтез осуществляли из порошковых смесей состава $2Ti/TiC/Al$ с введением 1 и 3 мас.% кремнийсодержащих добавок. Подготовка шихты включала механоактивацию в планетарной шаровой мельнице в течение 24 часов, обеспечивающую повышение реакционной способности исходных компонентов, после чего проводили реакционное спекание при температуре $1400^\circ C$ в атмосфере аргона. Методами рентгенофазового анализа и сканирующей электронной микроскопии установлено, что введение nSi и SiO_2 оказывает существенное влияние на фазовый состав, дефектность и морфологию синтезируемых материалов, а также на кинетику фазообразования. Показано, что добавка 1 мас.% nSi способствует формированию более однородной МАХ-фазной структуры Ti_3AlC_2 и снижению доли остаточного TiC за счёт интенсификации диффузионных процессов. Введение SiO_2 приводит к формированию дефектной и пористой структуры с возможным участием оксидных компонентов, что может ограничивать полноту образования целевой фазы. Полученные результаты демонстрируют перспективность использования кремнийсодержащих добавок для направленного управления структурой и свойствами материалов на основе МАХ-фаз в процессе низкотемпературного твердофазного синтеза и оптимизации их эксплуатационных характеристик.

Ключевые слова: МАХ-фаза, Кремний, Рисовая шелуха, Диоксид кремния, МХеке.

1 ВВЕДЕНИЕ

МАХ-фазы (соединения вида $Mn+1AX_n$) представляют собой тройные слоистые соединения, обладающие уникальным сочетанием металлических и керамических свойств.

©Д.Р. Мулдаш, А.Р. Кажмуратов, Ж.Т. Кули, А.Ж. Байменов, С. Азат, 2026

Среди множества МАХ-фаз наибольший интерес с точки зрения физико-химических характеристик вызывают титановые фазы (например, Ti_3AlC_2 и Ti_3SiC_2), обладающие высокой твердостью, жаропрочностью и электропроводностью [1]. В последние годы интерес к МАХ-фазам резко возрос после открытия двумерных материалов MXene. Классическим примером стало получение Ti_3C_2Tx путём селективного травления слоя Al из Ti_3AlC_2 , в результате чего образуется новая 2D-структура с выдающимися фототермическими, электрохимическими и поверхностными свойствами [2]. Перспектива использования МАХ-фаз как прекурсоров для получения функциональных наноматериалов требует изучения способов модификации их структуры и состава.

Существуют различные методы модификации МАХ-фаз с введением добавок. Так, легирование слоя А другими элементами позволяет формировать новые твёрдые растворы. Например, замещение Al на Si в Ti_3AlC_2 приводит к образованию твёрдого раствора $Ti_3AlC_2-xSixC_2$ с повышенной твердостью и термостойкостью [3]. Введение в реакционную смесь оксидов кремния также существенно меняет фазовый состав. При спекании Ti_3AlC_2 с добавкой кремниевого монооксида (SiO) происходит диффузия Si в структуру и формируется фаза Ti_3SiC_2 (аналог Ti_3AlC_2 с заменой Al на Si) с выделением Al_2O_3 [4]. Недавние работы предложили использовать газообразный $SiCl_4$: в реакциях с МАХ-фазами это ведёт к одновременному внедрению Si и образованию аморфного нано-Si, что позволяет синтезировать Si-легированные МАХ-фазы и даже Si-покрытые MXene-композиты за один технологический шаг [5].

Кремний заметно влияет на морфологию и дефектность МАХ-фаз. Добавка Si и его оксидов может привести к формированию мелкозернистой структуры с кремнийсодержащими фазами (Ti_3SiC_2 , SiC) и образованию вакансий в слое А. При последующем травлении таких модифицированных МАХ-фаз на поверхности получаемых MXene обнаруживаются наночастицы аморфного кремния [5]. Кроме того, более мелкая (нанометрическая) структура МАХ-фазы облегчает процесс эксфолиации: показано, что получение субмикронных частиц Ti_3AlC_2 существенно сокращает время химического травления и увеличивает выход двумерных листов Ti_3C_2Tx . Таким образом, внедрение Si/SiO₂ в Ti_3AlC_2 может быть полезно для тонкой настройки микроструктуры и дефектности исходного материала при подготовке к синтезу MXene, однако необходимо контролировать образование побочных фаз и дефектов, влияющих на чистоту и свойства конечного материала [6].

2 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Материалы исследования: В качестве прекурсора для синтеза аморфных наноразмерных частиц диоксида кремния были использованы отходы производства риса – рисовая шелуха из Кызылординской области. Обосновано это высоким содержанием SiO₂ – 11,5% и сравнительно превосходящей аналогии пористостью, а соответственно и удельной поверхностью (в среднем 627 м²/г). [8] Основные компоненты рисовой шелухи составляют: сырое волокно, целлюлоза, лигнин, пентозаны, белки, экстрактивные вещества, диоксид кремния (SiO₂), фосфор, магний, калий, кальций, сера, цинк, молибден, кобальт и бор.

Для создания МАХ-фаз использовались следующие реактивы: порошки титана (Ti, 99,5%, <45 мкм), алюминия (Al, 99,9%, <50 мкм) и карбида титана (TiC, 99%, <2 мкм). Дополнительно применялись порошки кремния (Si, наноразмерный, 99,9%) и аморфного диоксида кремния (SiO₂, 99,8%) в количествах 1 и 3 % от общей массы смеси для спекания. Следующие реагенты и дополнительные вещества использовались для остальных химических реакций: гидроксид натрия (NaOH, чистый, ≥ 98%), соляная кислота (HCl, 37%), дистиллированная вода.

2.1 Получение диоксида кремния из рисовой шелухи

Для экстракции SiO₂ из сырья рисовой шелухи применялся метод выщелачивания, при котором воздействие раствора гидроксида натрия (NaOH) приводит к растворению аморфного диоксида кремния и одновременной деполимеризации органической матрицы (лигнина и целлюлозы), что сопровождается образованием темноокрашенного раствора. Для эксперимента было использовано 45 г предварительно промытой и высушенной рисовой шелухи. Подготовка сырья соответствовала распространённым в литературе подходам по влажной щелочной экстракции, при которых исходная биомасса очищается от легкоудаляемых загрязнений и высушивается перед дальнейшей обработкой [9].

Для проведения выщелачивания был приготовлен 0.25 М раствор гидроксида натрия (NaOH) объемом 0.75 л. Стехиометрические расчёты, выполненные при молярной массе 40 г·моль⁻¹, показали, что для получения такого раствора необходимо 7.50 г NaOH. Приготовленный раствор NaOH помещали в термостойкую реакционную ёмкость и нагревали на лабораторной плитке до температуры ~60 °С. После стабилизации температуры в раствор вводили взвесь рисовой шелухи. Смесь нагревали далее до 90 °С и выдерживали при этой температуре в течение 2 ч при постоянном перемешивании магнитной мешалкой со скоростью 250 об/мин. Для предотвращения тепловых потерь реакционная колба была обернута алюминиевой фольгой, что обеспечивало равномерное поддержание температуры во всём объёме. В процессе щелочной обработки происходят несколько взаимосвязанных химико-технологических процессов. Основным является растворение аморфного диоксида кремния, содержащегося в структуре шелухи, под действием NaOH с образованием растворимого силиката натрия [7]. Одновременно с этим происходит частичная деполимеризация и растворение органической матрицы – лигнина, целлюлозы и гемицеллюлозы. Эти процессы приводят к образованию тёмноокрашенного щелочного раствора, в состав которого входят растворённые органические фрагменты, низкомолекулярные продукты термохимического распада, а также ионные формы кремния в виде моно- и полисиликатов натрия. Таким образом, в ходе щелочной экстракции происходит перевод большей части неорганического кремнезёма из твёрдой фазы в растворимую форму Na₂SiO₃, что является ключевым этапом в процессе получения высокочистого диоксида кремния [9].

По завершении реакции смесь охлаждали до комнатной температуры, после чего проводили фильтрацию через фильтровальную бумагу с размером пор 0.45 мкм для отделения нерастворимого остатка и получения прозрачного раствора силиката натрия. Далее полученный раствор использовался для стадии кислотного осаждения SiO₂, обеспечивающего выделение аморфного кремнезёма высокой чистоты. Раствор подвергали кислотной обработке (подкислению) до значения pH ~7.6. При понижении pH растворимые анионы силикатов протонируются и образуют молекулы кремниевой (IV) кислоты, которые при перенасыщении полимеризуют и коагулируют в виде коллоидного геля [9]. Данный гель затем охлаждали и подвергали последовательному промыванию для удаления растворённых солей, органических продуктов и мелкодисперсных коллоидных примесей. В работе гель промывали несколько раз и подвергали центрифугированию при 3000 об/мин в течение 5 минут до получения визуально более прозрачной/очищенной гелевой фазы. Повторные циклы промывок/центрифугирования служат для снижения уровня ионов Na⁺/Cl⁻ (или аналогичных) и органических остатков, что критично для получения высокочистого аморфного SiO₂ после сушки/кальцинации. [10]

2.2 Магнетермическое восстановление кремния

Порошок магния, предварительно промытый для удаления поверхностно-адсорбированных загрязнений и хранившийся в инертных условиях, взвешивали на аналитических весах, затем каждый образец помещали в реакционный сосуд, содержащий 1,0 М раствор соляной кислоты. Кислота использовалась как минимум в двукратном стехиометрическом избытке относительно содержания магния для обеспечения полного расходования металлической фракции и устранения кинетических ограничений. Выделяющийся водород количественно собирали методом вытеснения воды. На основании этих данных была рассчитана эффективная чистота металлического магния путем сравнения экспериментально измеренного выхода водорода с теоретическим выходом водорода, полученным непосредственно из взвеси магния.

В ходе изучения методики восстановления было выяснено, что добавление инертной соли (NaCl) служит как «теплоотвод», рассеивающий тепловой пик реакций, препятствующий спеканию и чрезмерному локальному росту зерен Si, и позволяющий лучше сохранить исходную морфологию наноструктур [11]. Соль была добавлена и смешана с образцами Mg и SiO₂.

Далее образцы были помещены в горизонтальную трубчатую печь, с применением медленного линейного разогрева (5°С·мин⁻¹), который снижает вероятность внезапной быстрой экзотермии и даёт управляемую передачу тепла сквозь соль к частицам SiO₂/Mg. Атмосфера – аргон (Минимизирует окисление NaCl и Si и препятствует образованию

оксидных/оксигидратных фаз в газовой фазе) [12]. Нагрев осуществляли линейно со скоростью 5 градусов Цельсия в минуту до целевой температуры 680 градусов Цельсия, затем выдержка при 680 °С – 2 часа; затем контролируемое охлаждение в печи в течение ≈3 часов до комнатной температуры.

После охлаждения реакционной загрузки первичная обработка включала удаление NaCl промывкой в дистиллированной воде при 40°C в течение ~1 ч. Растворимые продукты ($MgCl_2$) удаляются последующими промывками до достижения нейтрального pH; затем материал уплотняли центрифугированием (3000 RPM, 5 минут) и сушили при 80°C перед отправкой на СЭМ-анализ.

2.3 Синтез МАХ-фазы, модифицированной кремнием и диоксидом кремния

Исходные порошки титана (Ti), алюминия (Al) и карбида титана (TiC) смешивали согласно расчётным составам при исходном молярном соотношении 2:1:1 соответственно, и подвергали механоактивации в планетарной шаровой мельнице в атмосфере аргона.

Для изучения влияния кремния на процессы формирования и стабилизации МАХ-структуры в исходную смесь дополнительно вводили кремний в количествах 1 и 3 мас.% от общей массы всех порошков и аморфный диоксид кремния (SiO_2). Выбор добавок кремния в количестве 1 и 3 % обусловлен необходимостью целенаправленного воздействия на дефектную структуру и морфологию МАХ-фазы Ti_3AlC_2 без нарушения её фазовой устойчивости. Низкая концентрация Si (1 %) рассматривается как мягкий модификатор, обеспечивающий изоморфное внедрение кремния в А-слой и/или на границы зёрен с формированием дополнительных дефектов и нанокристаллической структуры при сохранении целостности МАХ-фазной матрицы. Повышение содержания Si до 3 % позволяет усилить структурное упорядочение и развитие слоистой морфологии, характерной для хорошо сформированных МАХ-фаз, что является критически важным для последующего селективного травления и получения MXene. Добавление 3 % SiO_2 выбрано с целью оценки влияния кислородсодержащего источника кремния на микроструктуру и элементное распределение, а также моделирования условий частичного окисления, способствующих формированию пористой и дефектной структуры. Таким образом, выбранные концентрации Si и SiO_2 обеспечивают контролируемую модификацию МАХ-фазы и позволяют установить взаимосвязь между составом, дефектностью и морфологией материала.

Использование двух различных форм кремния позволяло проследить роль как элементарного Si с высокой реакционной способностью, так и аморфного SiO_2 , характеризующегося возможностью восстановления и взаимодействия в условиях высокотемпературного синтеза. Все исходные порошки подвергались предварительному смешиванию в планетарной мельнице при 300 об/мин в течение 24 ч в среде аргона с целью обеспечения равномерного распределения компонентов и увеличения реакционной поверхности. Температурный режим синтеза составлял 1380 °С при скорости нагрева 50С/мин выдержке 2 ч с последующим естественным охлаждением в инертной среде. Введение наноразмерного кремния обеспечивало его возможное внедрение в структуру МАХ-фазы за счет частичной замены атомов алюминия и/или взаимодействия с TiC с образованием переходных соединений, что способствует образованию упорядоченной многослойной структуры $Ti_3AlC_2(Si)$.

3 РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

3.1 Рентгенофазовый анализ

Рентгенофазовый анализ образцов (рис. 1) показал наличие чётких пиков, соответствующих МАХ-фазе Ti_3AlC_2 . На дифрактограммах для образцов с 1 % Si, 3 % Si и 3 % SiO_2 наблюдаются характерные рефлексы при $2\theta \approx 35,98^\circ$, $39,0-39,4^\circ$, $41,78-41,88^\circ$ и $60,53-60,68^\circ$, которые соответствуют плоскостям (002), (101), (104) и (110) кристаллической решётки Ti_3AlC_2 . Межплоскостные расстояния составляют 2,49 Å, 2,30-2,28 Å, 2,16 Å и 1,53 Å соответственно. Для всех образцов не наблюдаются выраженных пиков оксидных фаз или свободного кремния, что указывает на их диспергированное состояние или изоморфное замещение. Однако при увеличении содержания добавки отмечается умеренное уширение пиков и снижение их интенсивности, что связано с ростом плотности дефектов решётки и формированием нанокристаллической структуры. Расчёты по формуле Шеррера показали средний размер кристаллитов 40-50 нм с разбросом от 12 до 65 нм, что свидетельствует о наноструктурированном состоянии материала.

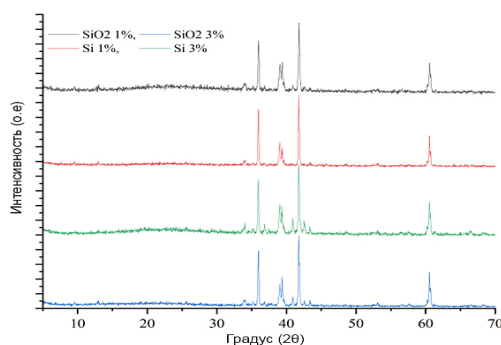


Рисунок 1 – Дифрактограмма полученных МАХ-фаз после модификации

Что касается восстановленного кремния, в результате рентгенофазового анализа (рис. 2) образцов после спекания при температуре 680°C получена дифрактограмма с хорошо выраженными пиками, указывающими на образование кристаллических фаз, характерных для продуктов магнетермического восстановления диоксида кремния. Основной интенсивный рефлекс зафиксирован при $2\theta \approx 28,55^\circ$, что соответствует отражению от плоскости (111) элементарного кремния. Дополнительные пики в областях $47,39^\circ$ и $56,33^\circ$ подтверждают наличие кристаллического кремния с рефлексами от плоскостей (220) и (311), что указывает на успешное восстановление SiO_2 с образованием Si в поликристаллической форме.

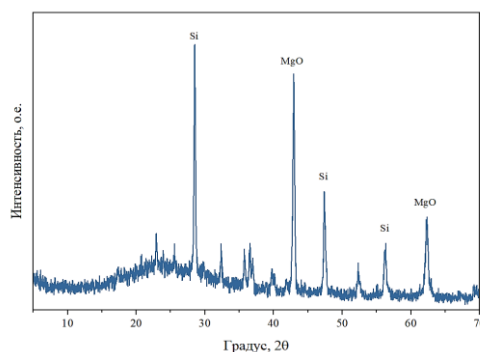


Рисунок 2 – XRD-шаблоны Si после восстановления SiO_2 магнием

На дифрактограмме также присутствуют интенсивные пики в областях $42,95^\circ$ и $62,38^\circ$, соответствующие кристаллической фазе MgO. Это полностью согласуется с реакцией восстановления SiO_2 магнием, в ходе которой образуется MgO как основной побочный продукт. Присутствие MgO после спекания объясняется тем, что при данных условиях он не вступает в дальнейшие реакции и может быть удалён на стадии кислотного травления.

3.2 Результаты сканирующей электронной микроскопии с элементным анализом (СЭМ-ЭДС)

На рисунке 3 показано СЭМ-изображение нано- SiO_2 при увеличении $\times 5\,000$ (масштаб 5 μm). На изображении видна рыхлая структура наноразмерного диоксида кремния, полученного из рисовой шелухи. Частицы имеют неправильную форму и объединяются в агрегаты различной величины, что типично для аморфного SiO_2 , образующегося после выгорания органической матрицы биомассы.

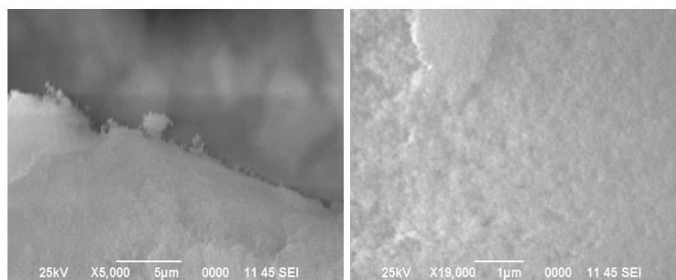


Рисунок 3 – СЭМ-изображения SiO_2 полученного из рисовой шелухи

Поверхность выглядит губчатой, с выраженными микропорами и участками с более плотной упаковкой частиц. При более высоком увеличении можно наблюдать наноструктурированные агрегаты частиц с размером порядка 30-80 нм. Морфологические исследования методом сканирующей электронной микроскопии подтверждают, что полученный из рисовой шелухи диоксид кремния имеет наноразмерную структуру.

На СЭМ-изображениях восстановленного кремния (рис. 4) (увеличения $\times 200$, $\times 750$ и $\times 1000$) показана морфология порошка кремния, полученного восстановлением наноразмерного диоксида кремния (SiO_2) магнием. Полученный материал имеет рыхлую, пористую структуру, состоящую из агрегированных частиц различной величины. При низком увеличении ($\times 200$) видно, что частицы формируют крупные конгломераты неправильной формы размером от нескольких десятков до сотен микрометров. Это связано с частичной агломерацией в процессе восстановления и последующего удаления MgO . На более детальном изображении наблюдается неровная зернистая поверхность, состоящая из частиц размером порядка 1-5 мкм. Такая морфология типична для продуктов магнетермического восстановления SiO_2 , при котором выделяющийся кремний образует пористую структуру вследствие интенсивного газовыделения и роста кристаллитов на месте исходного оксида. При дальнейшем увеличении видна мелкие сферические зерна кремния, равномерно распределённые по поверхности. Наличие значительной пористости и шероховатости указывает на эффективное восстановление и частичное сохранение наноструктурной организации исходного SiO_2 .

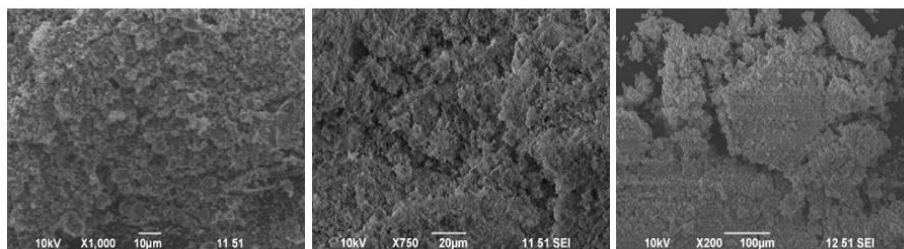


Рисунок 4 – СЭМ-изображения Si после восстановления SiO_2 магнием

Микроструктурные исследования методом сканирующей электронной микроскопии в сочетании с энергодисперсионным анализом (СЭМ-ЭДС) позволили оценить распределение элементов в образце с добавлением 1% кремния. На электронно-микроскопическом изображении (рис. 5) наблюдается развитая рыхлая пористая поверхность с неравномерным рельефом, что указывает на формирование мелкодисперсной структуры при синтезе. Элементные карты распределения Ti, Al и C демонстрируют равномерное распределение данных элементов по всей поверхности, что свидетельствует об однородности сформировавшейся МАХ-фазной матрицы. На карте Ti-K отчётливо видно интенсивное и сплошное распределение титана, подтверждающее, что основная структура представлена Ti-матрицей, характерной для МАХ-фазы Ti_3AlC_2 . Аналогично, сигналы Al-K и C-K распределены равномерно, без локализованных областей обогащения, что указывает на сохранение целостности А-слоя и углеродной подрешётки.

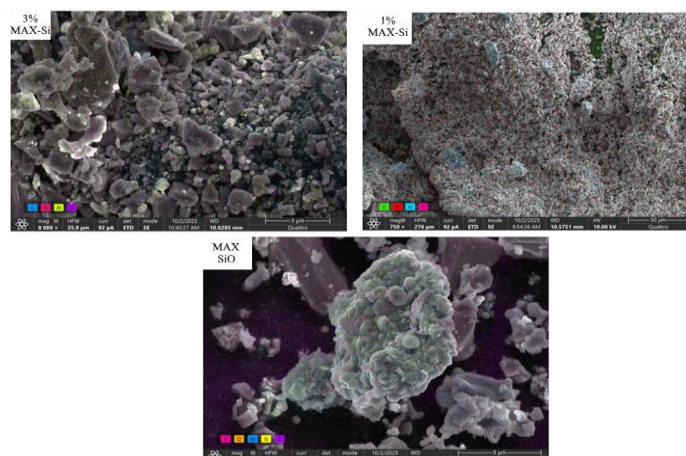


Рисунок 5 – СЭМ-ЭДС изображения модифицированных МАХ-фаз

Особый интерес представляет распределение кремния. На Si-K карте зафиксирован слабый, но равномерно распределённый сигнал, что свидетельствует о диспергированном внедрении Si в структуру материала без образования выраженных вторичных фаз или агломератов. Такой тип распределения характерен для частичного изоморфного замещения алюминия в А-слое и/или формирования тонких оксидных включений на границах зёрен. Пористая структура поверхности и равномерность распределения элементов хорошо согласуются с рентгенофазовым анализом, где были зафиксированы основные пики Ti_3AlC_2 с увеличенной шириной и сниженной интенсивностью по сравнению с исходным образцом, что указывает на нанокристаллическое состояние материала (размер кристаллитов 40-50 нм) и повышенную дефектность решётки при повышенном содержании Si.

Для 3% Si показал, что полученный материал характеризуется развитой текстурой с хорошо выраженными кристаллитами слоистой морфологии, типичной для МАХ-фаз на основе Ti_3AlC_2 . На изображении при увеличении $\times 8000$ наблюдаются пластинчатые и фрагментированные частицы с чётко выраженными гранями и неравномерным рельефом. Такая морфология характерна для хорошо сформированных МАХ-фаз и указывает на наличие слоистых структур, что в дальнейшем благоприятно сказывается на травлении и получении MXene. Распределение элементов показывает чёткое совпадение зон Ti-K, Al-K и C-K сигналов, что свидетельствует об однородном распределении основных элементов матрицы и сохранении целостности кристаллической структуры Ti_3AlC_2 . Титан и алюминий распределены равномерно по всей площади, что подтверждает отсутствие выраженных областей фазового разделения.

Для SiO_2 выявлено чётко выраженные морфологические и элементные особенности, подтверждающие равномерное внедрение кремния в структуру МАХ-фазы. Зафиксировано устойчивое распределение титана, отражающее формирование основной Ti-матрицы МАХ-фазы Ti_3AlC_2 . Карта Al-K демонстрирует плотное и равномерное распределение алюминия, а карта C-K подтверждает его присутствие в структуре карбида и на поверхности частиц.

Таблица 1 – Количественное содержание кремний модифицированных МАХ-фаз

Образец	Элемент	Атм. %	Масс. %	Интенс. ед.	Атм. % ошиб.	Масс. % ошиб.
МАХ-Si-1%	C	16.5	5.2	14 502	0.2	0.1
	Al	15.1	10.6	37 720	0.1	0.1
	Si	1.3	0.9	3 001	0.1	0.1
	Ti	67.1	83.3	63 323	0.4	0.5
МАХ-Si-3%	C	33.3	12.1	22 738	0.3	0.1
	Al	11.2	9.1	21 208	0.1	0.1
	Si	2.3	2	4 196	0.1	0.1
	Ti	53.2	76.8	37 722	0.4	0.6
МАХ-SiO ₂ -3%	C	30.4	16.1	44 717	0.2	0.1
	O	36.7	25.8	26 446	0.7	0.5
	Al	11.2	13.2	47 556	0.1	0.1
	Si	1	1.3	4 082	0	0.1
	Ti	20.7	43.6	31 486	0.2	0.4

СЭМ и СЭМ-ЭДС исследования показали, что восстановленный кремний имеет высокопористую, иерархически организованную структуру, типичную для эффективного восстановления нано- SiO_2 с частичным сохранением исходной наноструктуры. Для модифицированных МАХ-фаз Ti_3AlC_2 с 1-3 % Si/ SiO_2 установлено равномерное распределение Ti, Al, C и Si без образования вторичных фаз, что указывает на изоморфное внедрение кремния и формирование дефектной, нанокристаллической структуры. При повышении содержания Si наблюдается более выраженная слоистая морфология и кристалличность МАХ-фазы, потенциально благоприятная для последующего получения MXene.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе исследовано влияние элементарного кремния и диоксида кремния на формирование структуры и микроморфологии МАХ-фазы Ti_3AlC_2 . Предложен и реализован подход к модификации МАХ-фаз путём введения малых количеств Si и SiO_2 (1-3 мас.%) на

стадии синтеза, направленный на управление дефектностью и структурным состоянием материала без нарушения его фазовой устойчивости. Показано, что диоксид кремния, полученный из рисовой шелухи методом щелочной экстракции и последующего кислотного осаждения, представляет собой аморфный наноразмерный материал с высокой пористостью. Магнитоермическое восстановление SiO_2 в присутствии NaCl и в атмосфере аргона приводит к образованию пористого кристаллического кремния, что подтверждено данными рентгенофазового анализа и СЭМ.

В целом показано, что введение кремния и диоксида кремния в малых концентрациях является эффективным инструментом контролируемой модификации МАХ-фазы Ti_3AlC_2 , позволяющим управлять её дефектностью, морфологией и наноструктурным состоянием. Полученные результаты создают экспериментальную основу для дальнейшего селективного травления модифицированных МАХ-фаз и получения МХене с улучшенными структурными и функциональными характеристиками.

Список литературы

1. Smetkin A.A. Svojstva materialov na osnove MAX-faz (obzor) / A.A. Smetkin, YU.K. Majorova // Vestnik PNIPU. Mashinostroenie, materialovedenie. – 2015. – № 4. URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/svojstva-materialov-na-osnove-mah-faz-obzor> (data obrashcheniya: 26.12.2025). (In Russian).
2. Sposoby sinteza MXenes iz MAX-faz: sravnitel'nyj obzor metodov travleniya i ih primeneniya / M. Əlipұly i dr. // Gorenje i plazmohimiya. – 2025. – T. 23, № 3. – S. 253-271. [https://doi.org/10.18321/cpc23\(3\)253-271](https://doi.org/10.18321/cpc23(3)253-271). 3. Phase stability, elastic, electronic, thermal and optical properties of $\text{Ti}_3\text{Al}_{1-x}\text{Si}_x\text{C}_2$ ($0 \leq x \leq 1$): First principle study / M.S. Ali et al // Physica B: Condensed Matter. – 2012. – Vol. 407, № 21. – P. 4221-4228. <https://doi.org/10.1016/j.physb.2012.07.007>. (In Russian).
4. Formation mechanisms of $\text{Ti}_3(\text{Si,Al})\text{C}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ composites from Ti_3AlC_2 and SiO via low-temperature sintering / Z. Zhang et al // Journal of Advanced Ceramics. – 2022. – Vol. 12. – P. 93-110. <https://doi.org/10.26599/JAC.2023.9220669>.
5. Si-substituted MAX phases and in-situ formation of Si-coated MXene composites via chlorosilane etching / X. Wang et al // arXiv. – 2025. – arXiv:2509.11380. <https://doi.org/10.48550/arXiv.2509.11380>.
6. The synthesis of high purity Ti_3AlC_2 MAX phase via molten salt method / L. Feng et al // Advanced Powder Technology. – 2023. – Vol. 34, № 1. – Art. 103920. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2022.103920>.
7. Thermochemistry and kinetics of silica dissolution in NaOH solutions: Effect of the alkali concentration / M. Fertani-Gmati et al // Thermochimica Acta. – 2014. – Vol. 594. – P. 58-67. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2014.09.003>.
8. Sustainable production of pure silica from rice husk waste in Kazakhstan / S. Azat et al // Journal of Cleaner Production. – 2019. – Vol. 217. – P. 352-359. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.01.142>.
9. Sustainable biowaste-derived carbon aerogel/MXene composite for mercury removal from water / A. Nursharip et al // Materials Today Sustainability. – 2025. – Vol. 31. – Art. 101132. <https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2025.101132>.
10. Silica extraction from rice husk: Comprehensive review and applications / P.U. Nzereogu et al // Hybrid Advances. – 2023. – Vol. 4. – Art. 100111. <https://doi.org/10.1016/j.hybadv.2023.100111>.
11. Efficient fabrication of nanoporous Si and Si/Ge enabled by a heat scavenger in magnesiothermic reactions / W. Luo et al // Scientific Reports. – 2013. – Vol. 3. – Art. 2222. <https://doi.org/10.1038/srep02222>.
12. Entwistle J. A review of magnesiothermic reduction of silica to porous silicon for lithium-ion battery applications and beyond / J. Entwistle, A. Rennie, S. Patwardhan // Journal of Materials Chemistry A. – 2018. – Vol. 6, № 38. – P. 18344-18356. <https://doi.org/10.1039/C8TA06370B>.

Благодарность: Данное исследование финансировалось Комитетом науки, Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант № BR24992873).

Д.Р. Мулдаш*, А.Р. Кажмуратов, Ж.Т. Құли, А.Ж. Байменов, С. Азат
Satbayev University,
050013, Қазақстан Республикасы, Алматы қ., Сәтбаев көш., 22
*e-mail: muldashevdiyas@gmail.com

НАНОӨЛШЕМДІ КРЕМНИЙ БАР ҚОСПАЛАРДЫҢ МАХ ФАЗАСЫНЫҢ СИНТЕЗІ МЕН ҚҰРЫЛЫМЫНА ӨСЕРІ

Бұл ғылыми жұмыста наноөлшемді элементтік кремний (nSi) мен кремний диоксиді (SiO₂) қоспаларының Ti₃AlC₂ МАХ-фазасының қаттыфазалық синтез процестеріне өсері зерттелді. Синтез 2Ti/TiC/Al құрамындағы ұнтақ қоспаларынан 1 және 3 масс.% кремнийқұрамды қоспалар енгізу арқылы жүргізілді. Шихтаны дайындау бастапқы компоненттердің реакциялық қабілетін арттыратын 24 сағат бойы планетарлық шарлы диірменде механоактивациялауды қамтыды, содан кейін аргон атмосферасында 1400°C температурада реакциялық күйдіру жүргізілді. Рентгенфазалық талдау және сканерлеуші электрондық микроскопия әдістері nSi және SiO₂ енгізілуі синтезделген материалдардың фазалық құрамына, ақаулылық дәрежесіне, морфологиясына, сондай-ақ фазатүзілу кинетикасына айтарлықтай әсер ететінін көрсетті. 1 масс.% nSi қоспасының диффузиялық процестерді күшейту арқылы Ti₃AlC₂ МАХ-фазасының неғұрлым біртекті құрылымын қалыптастыруға және қалдық TiC мөлшерін азайтуға ықпал ететіні анықталды. SiO₂ енгізу оксидтік компоненттердің ықтимал қатысуымен ақаулы және кеуекті құрылымның түзілуіне әкеледі, бұл мақсатты фазаның толық қалыптасуын шектеуі мүмкін. Алынған нәтижелер төмен температуралы қаттыфазалық синтез барысында МАХ-фаза негізіндегі материалдардың құрылымы мен қасиеттерін бағытталған түрде басқару және олардың пайдалану сипаттамаларын оңтайландыру үшін кремнийқұрамды қоспаларды қолданудың перспективалы екенін көрсетеді.

Түйін сөздер: МАХ-фаза, кремний, күріш қауызы, кремний диоксиді, МХене.

D.R. Muldash*, A.R. Kazhmuratov, Zh.T. Quly, A.Zh. Baimenov, S. Azat
Satbayev University,
050013, Republic of Kazakhstan, Almaty, Satpayev St., 22
*e-mail: muldashevdiyas@gmail.com

EFFECT OF NANOSIZED SILICON-CONTAINING ADDITIVES ON THE SYNTHESIS AND STRUCTURE OF MAX PHASE

This study investigates the effect of nanoscale additives of elemental silicon (nSi) and silicon dioxide (SiO₂) on the solid-state synthesis of the MAX phase Ti₃AlC₂. The synthesis was carried out using powder mixtures with a composition of 2Ti/TiC/Al containing 1 and 3 wt.% silicon-containing additives. Powder preparation included mechanical activation in a planetary ball mill for 24 hours, which enhanced the reactivity of the initial components, followed by reactive sintering at 1400°C in an argon atmosphere. X-ray diffraction and scanning electron microscopy revealed that the addition of nSi and SiO₂ has a significant effect on the phase composition, defect structure, and morphology of the synthesized materials, as well as on the kinetics of phase formation. It was shown that the addition of 1 wt.% nSi promotes the formation of a more homogeneous MAX-phase Ti₃AlC₂ structure and reduces the amount of residual TiC due to intensified diffusion processes. The introduction of SiO₂ leads to the formation of a defective and porous structure with possible involvement of oxide components, which may limit the completeness of target phase formation. The obtained results demonstrate the prospects of using silicon-containing additives for targeted control of the structure and properties of MAX-phase-based materials during low-temperature solid-state synthesis and optimization of their performance characteristics.

Key words: MAX phase, silicon, rice husk, silicon dioxide, MXene.

Авторлар туралы мәліметтер

Диас Рустемұлы Мулдаш* – Сәтбаев Университеті, Инженерлік бейінді зертханасының ғылыми қызметкері; e-mail: muldashevdiyas@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0006-2883-261X>.

Айдын Рустемович Кажмуратов – Сәтбаев Университеті, Инженерлік бейінді зертханасының ғылыми қызметкері; e-mail: kazak4458@gmail.com.

Жансерік Тілеубердіұлы Құли – Сәтбаев Университеті, Инженерлік бейінді зертханасының ғылыми қызметкері; e-mail: kuliev.zhanserik@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-5726-7899>.

Альжан Жулдасович Байменов – PhD, доцент, Сәтбаев Университеті, Инженерлік бейінді зертханасының аға ғылыми қызметкері; e-mail: a.baimenov@sci.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6509-2087>.

Сейтхан Азат – PhD, профессор, Сәтбаев Университеті, Инженерлік бейінді зертханасының жетекшісі; e-mail: seytghan.azat@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3858-9477>.

Сведения об авторах

Диас Рустемұлы Мулдаш* – Сатбаев Университет, научный сотрудник лаборатории инженерного профиля; e-mail: muldashevdiash@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0006-2883-261X>.

Айдын Рустемович Кажмуратов – Сатбаев Университет, научный сотрудник лаборатории инженерного профиля; e-mail: kazak4458@gmail.com.

Жансерик Тылеубердыұлы Кули – Сатбаев Университет, научный сотрудник лаборатории инженерного профиля; e-mail: kuliev.zhanserik@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-5726-7899>.

Альжан Жулдасович Байменов – PhD, Ассоциированный профессор, Сатбаев Университет, старший научный сотрудник лаборатории инженерного профиля; e-mail: a.baimenov@sci.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6509-2087>.

Сейтхан Азат – PhD, профессор, Сатбаев Университет, руководитель лаборатории инженерного профиля; e-mail: seytghan.azat@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3858-9477>.

Information about the authors

Dias Rustemuly Muldash* – Satbayev University, Researcher, Engineering Profile Laboratory; e-mail: muldashevdiash@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0006-2883-261X>

Aydyn Rustemovich Kazhmuratov – Satbayev University, Researcher, Engineering Profile Laboratory; e-mail: kazak4458@gmail.com

Zhanserik Tileuberdiyuly Kuli – Satbayev University, Researcher, Engineering Profile Laboratory; e-mail: kuliev.zhanserik@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-5726-7899>.

Alzhan Zhuldasovich Baimenov – PhD, Associate Professor, Satbayev University, Senior Researcher, Engineering Profile Laboratory; e-mail: a.baimenov@sci.kz. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6509-2087>.

Seytkhan Azat – Satbayev University, Head of the Engineering Laboratory; e-mail: seytghan.azat@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3858-9477>.

Поступила в редакцию 05.01.2026

Поступила после доработки 05.03.2026

Принята к публикации 06.03.2026

[https://doi.org/10.53360/2788-7995-2026-1\(21\)-82](https://doi.org/10.53360/2788-7995-2026-1(21)-82)

MPHTI: 61.63.31



**А.О. Оразымбетова¹, Г.Ф. Сагитова^{1*}, А.С. Сидиков², С.А. Сакибаева¹,
А.Ж. Суйгенбаева¹**

¹М. Әуезов атындағы Оңтүстік Қазақстан университеті,
160012, Қазақстан Республикасы, Шымкент қ., Тауке хан даңғылы, 5

²И.М. Губкин атындағы Ресей мемлекеттік мұнай және газ университетінің филиалы,
Өзбекстан Республикасы, Ташкент қ., Дурмон йули көшесі, 34

*e-mail: guzalita.f1978@mail.ru

ШАҢҚАНАЙ КЕН ОРНЫ ЦЕОЛИТТЕРІН РЕЗИНА ӨНДІРІСІНДЕ ҚОЛДАНУ

Аннотация: Бұл мақалада Шанқанай кен орнының табиғи және белсендірілген цеолиттерін резина қоспаларының толықтырғышы ретінде жүргізілген зерттеу нәтижелері ұсынылған. Минералды қоспалардың эластомерлердің қасиеттеріне әсерін талдауға бағытталған кең ауқымды ғылыми зерттеулердің нәтижелері зерттеудің осы саласының жоғары әлеуеті мен болашақта даму мүмкіндіктерін растайды. Стандартты жағдайда резина матрицасына минералды қоспаларды енгізу іс-жүзінде қолдану сипаттамаларын жақсартуға жағдай жасайды, яғни материалдың құнын төмендетуге, оның серпімділік және беріктік қасиеттерін жақсартуға және технологиялық қасиеттерін оңтайландыруға мүмкіндік береді. Бұл жұмыстың мақсаты – резина қоспаларының барлық қажетті қасиеттерін сақтай отырып, қымбат толықтырғыштарды қол жетімді баламалармен алмастыру. Беріктік, серпімділік, ескіруге төзімділік және басқа да маңызды көрсеткіштерін сақтай отырып алмастырғыштарды енгізу басты басымдық болып табылады, бұл өнім сапасын жоғалтпай шығындарды азайтуға мүмкіндік береді. Сондықтан, ұсынылған

©А.О. Оразымбетова, Г.Ф. Сагитова, А.С. Сидиков, С.А. Сакибаева, А.Ж. Суйгенбаева, 2026