فصلنامه سرامیک ایران

بررسی اثر روش فرآوری بر خواص ساختاری و نورتابی ماده دوبعدی $Ti_3C_2T_x$: مقایسه روش‌های HF مستقیم و درجا

خشایار بیرامی[۱]، مرجان رجبی[۲]

[۱] دانشجو دکتری مهندسی مواد پیشرفته، سازمان پژوهش‌های علمی و صنعتی ایران
[۲] دانشیار، پژوهشکده مواد پیشرفته و فناوری‌های نوین، سازمان پژوهش‌های علمی و صنعتی ایران

نویسنده اول:
آقای خشایار بیرامی
نویسنده مسئول:
دکتر مرجان رجبی
سازمان پژوهش‌های علمی و صنعتی ایران
* rajabi_m1@yahoo.com

نوع مقاله: پژوهشی
صفحه‌های: ۵۹ تا ۶۷
شاپا چاپی: ۳۳۵۱-۱۷۳۵
شاپا الکترونیکی: ۳۰۹۷-۲۷۸۳
زبان نشریه: فارسی
دسترس‌پذیر در نشانی:
www.JICERS.ir
تاریخ دریافت:
۱۴۰۳/۰۷/۲۸
تاریخ پذیرش:
۱۴۰۳/۱۰/۲۷
DOR: 20.1001.1.17353351.1403.20.2.3.7

چکیده: *در این مقاله میزان تأثیر دو روش حکاکی شیمیایی HF مستقیم و درجا بر ترکیب شیمیایی، خواص ساختاری و نورتابی مکسین $Ti_3C_2T_x$ بررسی و مقایسه شده است. نتایج حاصل از بررسی ریزساختار نمونه‌ها با میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان (FE-SEM) بیانگر ریخت‌شناسی آکاردئونی به همراه ترک‌های سطحی مکسین $Ti_3C_2T_x$ فرآوری‌شده به روش HF مستقیم و ریخت‌شناسی چیندار به همراه سطوح صاف و فاقد ترک نمونه فرآوری‌شده به روش HF درجا است. نتایج حاصل از آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) بیانگر زدایش کارآمدتر اتم‌های آلومینیم از فاز مکس اولیه Ti_3AlC_2 طی فرایند حکاکی HF درجا و افزایش فواصل d ساختار شبکه بواسطه نفوذ یون‌های Li^+ بین لایه‌های $Ti_3C_2T_x$ است. آنالیز عنصری نیز بیانگر زدایش موفق اتم‌های Al در هر دو روش و ایجاد پایانه‌های سطحی حاوی F^-، Cl^- و O^- می‌باشد. سطح ویژه به‌وسیله آنالیز BET برای مکسین‌های فرآوری‌شده به روش‌های حکاکی HF مستقیم و درجا به ترتیب معادل معادل ۴/۴۴۸۹ (g/m^2) و ۳/۶۹۶۴ (g/m^2) اندازه‌گیری شده است. اگرچه براساس ساختار نوار الکترونی مکسین $Ti_3C_2T_x$ ماده فلزی است که خاصیت نورتابی ندارد، اما بررسی خواص نورتابی در دمای اتاق گسیل‌هایی در طول موج‌های تقریبی ۳۷۶، ۴۳۰ و ۵۹۰ نانومتر را نشان می‌دهد که به انرژی برانگیختی بستگی دارند. مقایسه طیف‌های نورتابی حاصل از برانگیختگی با دو طول موج ۲۷۵ و ۳۷۵ نانومتر در دمای اتاق، وجود مقادیر متفاوتی از نقائص TiO_x را بر روی سطح مکسین‌های فرآوری‌شده به دو روش را نشان می‌دهد.*

کلمات کلیدی: *Ti_3AlC_2، $Ti_3C_2T_x$، فرایند حکاکی HF مستقیم، فرایند حکاکی HF درجا، نورتابی.*

۱- مقدمه

کربید تیتانیم (Ti_3C_2) نخستین ماده از مجموعه مواد دوبعدی شامل کربیدها، نیتریدها و یا کربونیتریدهای فلزات واسطه است که با نام عمومی مکسین[۱] و فرمول شیمیایی $M_{n+1}X_nT_x$ (M معرف فلزات واسطه (مانند Ti، Ta، Nb، Mo)، X معرف کربن و نیتروژن، T_x مربوط به گروه‌های سطحی (مانند Cl، F، OH، O) و n مقداری بین ۱ تا ۴) شناخته شده‌اند [۴-۱]. مکسین چندلایه $Ti_3C_2T_x$ با حذف اتم‌های آلومینیم از ساختار لایه‌ای هگزاگونال موسوم به فاز مکس[۲] Ti_3AlC_2 به روش حکاکی شیمیایی[۳] با محلول اسید هیدروفلوئوریک (HF)، مخلوط HCl/LiF، NaOH، NH_4HF_2، اسید لوئیس، نمک‌های مذاب، الکترولیت‌های غنی از فلوئور و غیره

[1] MXene
[2] MAX Phase
[3] Chemical Etching

[Downloaded from jicers.ir on 2026-09-10]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1403.20.2.3.7]

تهیه می‌شود [۶-۵]. مکسین $Ti_3C_2T_x$ که در سال ۲۰۱۱ کشف شده است مانند دیگر مکسین‌ها به دلیل ساختار لایه‌ای و ویژگی‌های منحصربه‌فردی مانند زیست‌سازگاری، مساحت سطح زیاد با قابلیت اصلاح سطح، گروه‌های سطحی فراوان، رسانایی الکتریکی در بازه ۶۰۰۰ تا ۱۵۰۰۰ $S\ cm^{-1}$، استحکام مکانیکی بالا (مقدار مدول یانگ ۰/۳۳ ± ۰/۰۳ TPa برای یک لایه)، جذب در بازه گسترده از ناحیه فرابنفش تا فروسرخ نزدیک (NIR) و مقادیر تابع کار قابل تنظیم در بازه ۱/۶ تا ۵/۸ الکترون‌ولت بسیار مورد توجه قرار گرفته است [۷]. با توجه به این خواص، این دسته از مواد دوبعدی کاربردهای گسترده‌ای در ساخت نانومولدها [۸]، ابرخازن‌ها [۹]، فوتوکاتالیست‌ها [۱۰]، باتری‌های لیتیومی [۱۱]، مواد محافظ تداخل الکترومغناطیس EMI [۱۲]، حسگرها [۱۳] و بیومواد [۱۴] یافته‌اند. در میان روش‌های تولید، استفاده مستقیم از محلول غلیظ HF متداول‌ترین روشی است که امروزه به‌واسطه مخاطرات زیستی استفاده از آن بسیار کاهش یافته است. یک روش کاربردی جایگزین برای فرآوری مکسین استفاده از روش حکاکی HF درجا[1] می‌باشد. فرآوری مکسین $Ti_3C_2T_x$ طی فرآیند حکاکی HF درجا در مقایسه با روش HF مستقیم دارای مزایایی همچون افزایش اندازه دانه‌ها و فاصله بین صفحات بلوری و کاهش میزان عیوب می‌باشد [۱۵].

طیف‌سنجی نورتابی روشی غیرمخرب برای بررسی ساختار نوار الکترونی و نقائص ماده است. مکسین $Ti_3C_2T_x$ ساختار لایه‌ای واندروالس دارد که نوار رسانش و ظرفیت آن در جهت‌های $\Gamma - M$ و M-K ناحیه اول بریلوئن هم‌پوشانی دارند. براساس چنین ساختار نوار الکترونی و مقادیر گزارش‌شده انرژی نوار ممنوعه (۰/۱ eV–۰) مشاهده نورتابی در این ماده دور از انتظار می‌باشد. اما گزارش‌هایی از نورتابی مرئی تحت برانگیختگی‌هایی در ناحیه فرابنفش و مرئی، ناشی از اثر محدودیت کوانتومی در نقاط کوانتومی Ti_3C_2 و یا وجود نقائص TiO_2 بر روی سطح Ti_3C_2 منتشر شده است. علاوه‌بر این تغییر در گروه‌های سطحی مکسین $Ti_3C_2T_x$ از طریق فرایند اصلاح سطح عامل ایجاد تغییر در طیف نورتابی است [۱۶]. ازآنجایی‌که مکسین‌های فرآوری‌شده به روش‌های حکاکی HF مستقیم و درجا دارای گروه‌های سطحی متفاوتی می‌باشند [۳، ۱۷]، بنابراین انتظار می‌رود که خواص نورتابی متفاوتی داشته باشند.

در این پژوهش مکسین $Ti_3C_2T_x$ به دو روش حکاکی HF مستقیم و درجا فرآوری شد و سپس ریزساختار و خواص نورتابی آن‌ها بررسی شده است. زدایش اتم‌های Al از فاز مکس Ti_3AlC_2 به‌وسیله آزمون‌های پراش پرتو ایکس و پراش انرژی پرتو ایکس برای دو روش حکاکی HF مستقیم و درجا سنجیده و مقایسه شده است. ریخت‌شناسی پودرهای مکسین $Ti_3C_2T_x$ حاصل و عیوب ریزساختاری بوسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی مطالعه شده است. بررسی سطح ویژه پودرهای مکسین فرآوری‌شده به‌وسیله آنالیز BET انجام شده است. همچنین امکان استفاده از طیف‌سنجی نورتابی در دمای اتاق برای تشخیص نقائص TiO_x، گروه‌های سطحی و تمایز مکسین‌های $Ti_3C_2T_x$ حاصل از دو روش سنجیده شده است.

۲- روش تحقیق

۲-۱- تهیه مواد اولیه

در این پژوهش فاز مکس Ti_3AlC_2 تهیه‌شده ساخت شرکت شانگ‌های شینگلوی کشور چین با خلوص ۹۹٪ می‌باشد. دیگر مواد مصرفی در این تحقیق همگی ساخت شرکت مرک آلمان با خلوص بالا می‌باشند.

۲-۲- فرآوری مکسین $Ti_3C_2T_x$

در این پژوهش مکسین $Ti_3C_2T_x$ به دو روش حکاکی شیمیایی HF مستقیم و درجا فرآوری و مشخصه‌یابی شده است.

۲-۲-۱- فرآوری مکسین $Ti_3C_2T_x$ به روش حکاکی HF مستقیم

در این روش، ابتدا محلول HF با غلظت ۴۸ درصد وزنی تهیه شده است. سپس ۱ گرم پودر Ti_3AlC_2 به آرامی به ۱۰ میلی‌لیتر محلول HF در ظرف تفلون دردار اضافه شده است. لازم به ذکر است به‌واسطه گرمازابودن واکنش ذرات فاز مکس با اسید HF، ذرات فاز مکس به آهستگی به محلول اسیدی افزوده شده است. در مرحله بعد مخلوط حاصل برروی همزن مغناطیسی تحت

[1] In-Situ HF etching

[Downloaded from jicers.ir on 2026-09-10]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1403.20.2.3.7]

شرایط دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۴ ساعت و با سرعت ۸۰۰ دور در دقیقه قرار گرفته و پس از مدت زمان مشخص، ذرات حکاکی‌شده به‌وسیله سانتریفیوژ با سرعت ۴۰۰۰ rpm هربار به مدت ۵ دقیقه تا زمان دستیابی به PH بالای ۶ شست‌وشو شده است. در پایان رسوبات جمع‌آوری شده به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد در آون خشک شده‌اند.

۲-۲-۲- فرآوری مکسین $Ti_3C_2T_x$ به روش حکاکی HF درجا

در این روش، ابتدا محلول HCl با غلظت مولی ۹ مولار تهیه شده است. در مرحله بعد ۰/۵ گرم نمک LiF به محلول HCl در دمای ۳۵ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه توسط همزن مغناطیسی حل شده است. سپس پودر فاز مکس Ti_3AlC_2 به آرامی به محلول اضافه و در ظرف تفلون دردار و با سرعت ۸۰۰ rpm به مدت ۲۴ ساعت و در دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد هم‌زده شده است. ذرات حکاکی شده تا زمان دستیابی به PH بالای ۶ شست‌وشو و هربار با سرعت ۴۰۰۰ rpm به مدت ۵ دقیقه سانتریفیوژ شده‌اند. در مرحله آخر، رسوبات حاصل به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد در آون خشک شده‌اند.

۲-۲-۳- روش‌های مشخّصه‌یابی

بررسی ساختار بلوری پودرها به روش پراش پرتو ایکس (XRD) به‌وسیله دستگاه Philips با لامپ مس (k_α= ۱/۵۴۰۶۰ Å) انجام شده است. ریخت‌شناسی $Ti_3C_2T_x$ با میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی FESEM مدل MIRA2 تولید شرکت TESCAN کشور جمهوری چک و مجهز به آنالیز عنصری EDX مطالعه شده است. سطح ویژه مکسین‌های $Ti_3C_2T_x$ فرآوری‌شده به روش‌های HF درجا و مستقیم نیز به روش تخلخل‌سنجی جذب و واجذب گاز نیتروژن (BET) اندازه‌گیری و مقایسه شده است. خواص نورتابی محلول آبی حاوی نانوذرات مکسین $Ti_3C_2T_x$ با دستگاه طیف‌سنج نوری فلورسانس (Varian Carry Eclipse) در طول موج‌های تابشی ۲۷۵ و ۳۷۵ نانومتر اندازه گیری شده است.

۳- نتایج و بحث

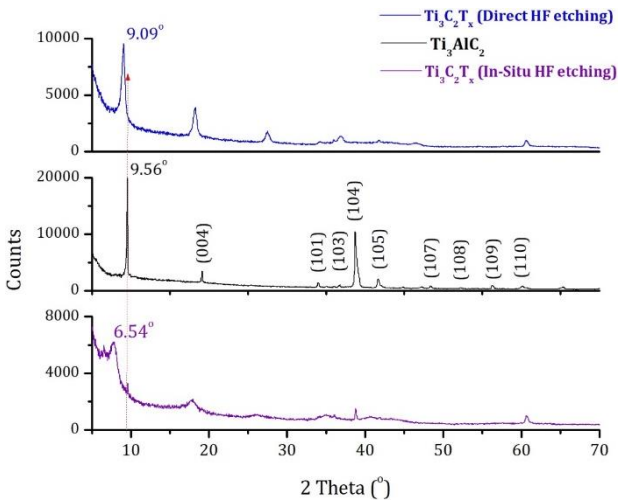
شکل ۱ الگوهای پراش پرتو ایکس ماده اولیه فازمکس Ti_3AlC_2 و مکسین‌های $Ti_3C_2T_x$ فرآوری‌شده به روش‌های حکاکی شیمیایی HF مستقیم و درجا را نشان می‌دهد. صفحات بلوری متناظر با قلّه‌های موجود در فاز مکس اولیه براساس اطلاعات مرجع [۱۹] مشخص شده‌اند. مقایسه این الگوها تاثیر روش فرآوری بر موقعیت و شدت قلّه‌های پراش را نشان می‌دهد. کاهش شدید در شدت قلّه‌های مکسین $Ti_3C_2T_x$ فرآوری‌شده به روش حکاکی HF درجا در مقایسه با فاز مکس Ti_3AlC_2 نشان‌دهنده حذف موفق اتم‌های Al از فاز مکس اولیه می‌باشد [۳]. همچنین پیک (۰۰۲) بعد از فرایند حکاکی HF درجا از زاویه ۹/۵۶ (برای فاز مکس Ti_3AlC_2) به ۶/۵۴ منتقل شده است که دلیل آن افزایش فواصل d و پارامتر شبکه c می‌باشد. در خصوص مکسین حکاکی‌شده به روش HF مستقیم پیک‌های (۰۰۲) و (۰۰۴) فاز مکس Ti_3AlC_2 به ترتیب از زوایای ۹/۵۶ و ۱۹/۱۳ درجه به ۹/۰۹ و ۱۸/۲۳ درجه انتقال یافته است. علت جابه‌جایی پیک‌ها به سمت چپ افزایش فواصل d و پارامتر شبکه است. همچنین پیک‌های مشخصه بعد از فرایند حکاکی به روش HF مستقیم یا ناپدید شدند و یا به پیک‌های وسیع‌تری[1] تبدیل شدند، که علت این پدیده زدایش اتم‌های Al می‌باشد. کاهش شدت پیک‌های مکسین فرآوری‌شده به روش حکاکی HF درجا در مقایسه با مکسین فرآوری‌شده به روش حکاکی HF مستقیم نشان‌دهنده زدایش بهتر اتم‌های Al و همچنین افزایش بیش‌تر فواصل d به واسطه نفوذ یون‌های لیتیوم[2] مابین صفحات مکسین در روش حکاکی HF درجا می‌باشد [۳، ۱۸]. فاصله بین لایه‌های فاز مکس Ti_3AlC_2 و مکسین‌های $Ti_3C_2T_x$ حکاکی‌شده به روش‌های HF مستقیم و درجا برای پیک (۰۰۲) با کمک رابطه براگ به ترتیب برابر ۹/۲۴، ۹/۷۲ و ۱۳/۵۱ انگستروم می‌باشد.

شکل ۲ تصویر (الف) ساختار لایه‌ای ذرات فاز مکس Ti_3AlC_2 را قبل از فرایند حکاکی و زدایش اتم‌های Al نشان می‌دهد که در آن ساختار لایه‌ای فاز مکس Ti_3AlC_2 به خوبی قابل مشاهده است. در تصویر (ب) ذرات مکسین $Ti_3C_2T_x$ فرآوری شده به روش حکاکی شیمیایی HF درجا، ریخت‌شناسی چروک مانند[3] نشان‌دهنده حذف اتم‌های Al و همچنین آزادسازی گاز و حرارت است.

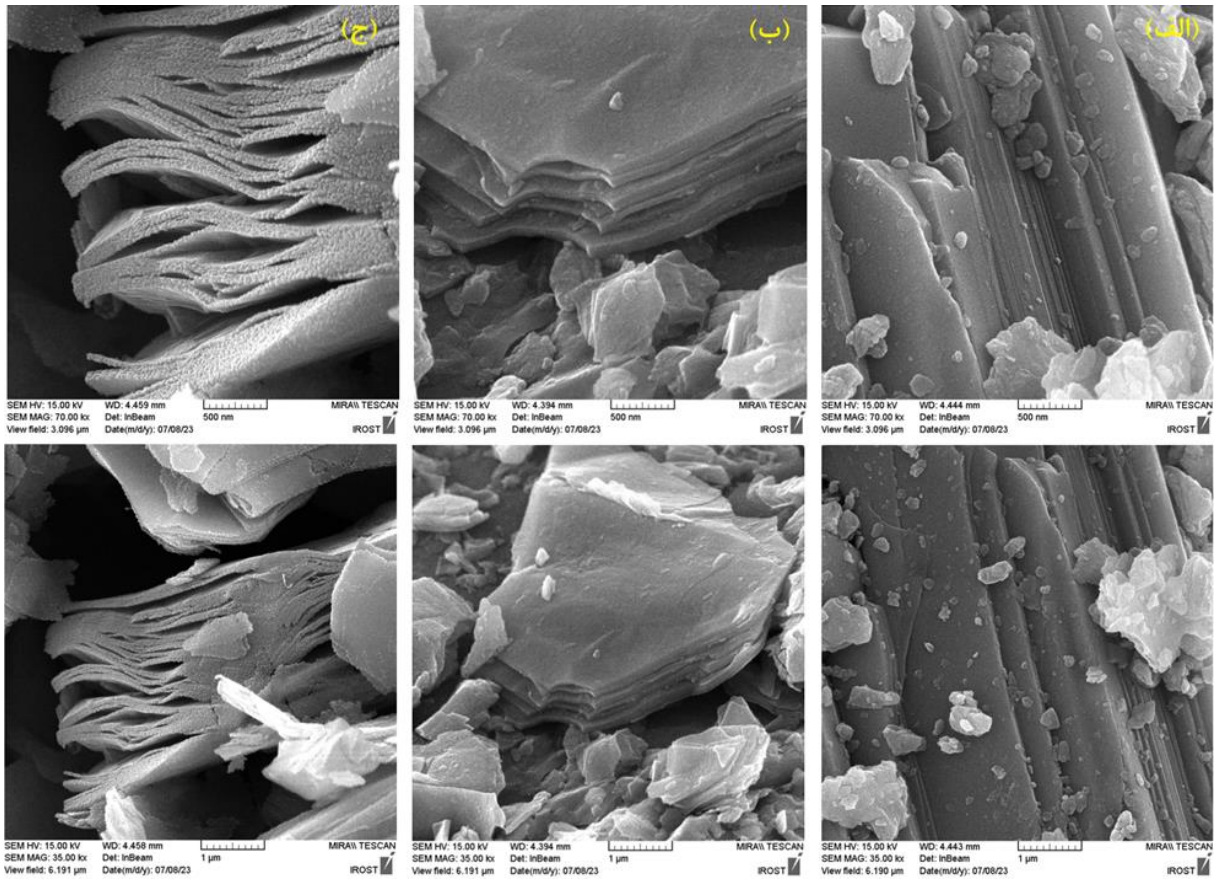
[1] Broader Peak
[2] Intercalation of Li^+ ions
[3] Crinkle-like morphology

[Downloaded from jicers.ir on 2026-09-10]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1403.20.2.3.7]



شکل ۱: اثر روش حکاکی شیمیایی HF بر الگوی پراش اشعه ایکس



شکل ۲: تصاویر SEM از الف) پودر فاز مکس Ti_3AlC_2، ب) پودر مکسین $Ti_3C_2T_x$ فراوری‌شده به روش حکاکی شیمیایی HF درجا و ج) پودر مکسین $Ti_3C_2T_x$ فراوری‌شده به روش حکاکی HF مستقیم (خطوط مقیاس معرف ۵۰۰ نانومتر و ۱ میکرومتر می‌باشند)

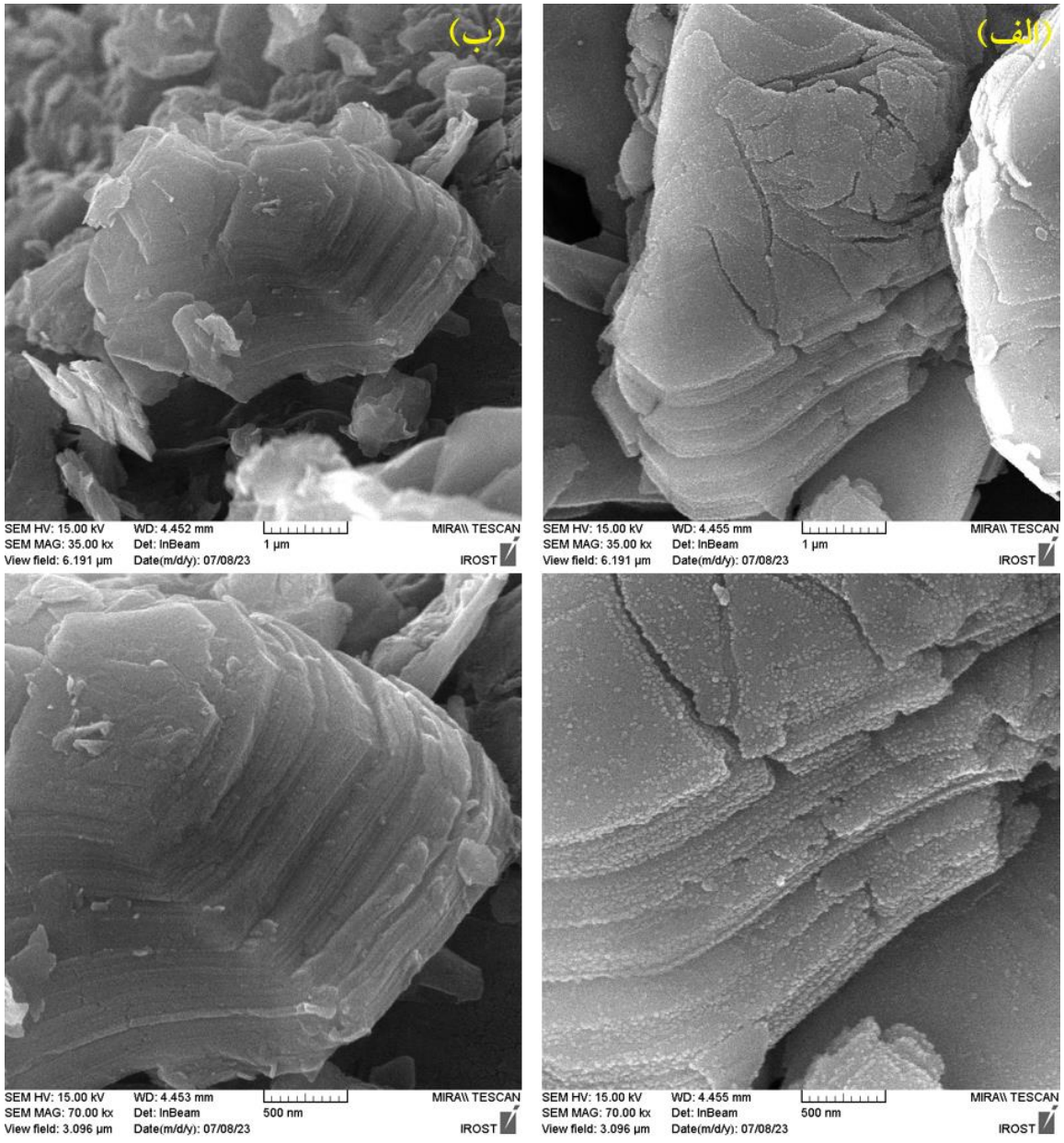
در ضمن ساختار صاف حاصل نشان‌دهنده آزادشدن گاز شدید حاصل از واکنش و شکافته‌شدن ذرات با ابعاد بزرگ‌تر می‌باشد. تصویر (ج) نیز ریخت‌شناسی آکاردئونی مانند[1] حاصل نشان‌دهنده زدایش موفق اتم‌های Al از فاز مکس Ti_3AlC_2 می‌باشد. ریخت‌شناسی چروک مانند تصویر (ب) در مقایسه با ریخت‌شناسی آکاردئونی مانند تصویر (ج) نشان‌دهنده قدرت بالای حکاکی شیمیایی به روش HF درجا در مقایسه با روش مستقیم به‌واسطه ایجاد واکنش‌های شدید است [۳]. مطابق با شکل ۳، تصویر (الف) مکسین $Ti_3C_2T_x$

[1] Accordion-like morphology

[Downloaded from jicers.ir on 2026-09-10]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1403.20.2.3.7]

حکاکی‌شده به روش HF مستقیم دارای ترک‌های فراوان می‌باشد، در حالی که تصویر (ب) مکسین $Ti_3C_2T_x$ حکاکی‌شده به روش HF درجا فاقد ترک می‌باشد.



شکل ۳: تصاویر SEM از الف) پودر مکسین $Ti_3C_2T_x$ فراوری‌شده به روش حکاکی شیمیایی HF مستقیم و ب) پودر مکسین $Ti_3C_2T_x$ فراوری‌شده به روش حکاکی HF درجا (خطوط مقیاس معرف ۵۰۰ نانومتر و ۱ میکرومتر می‌باشند)

در جدول ۱ نتایج حاصل از آنالیز عنصری EDX پودر فاز مکس Ti_3AlC_2 و مکسین‌های $Ti_3C_2T_x$ فرآوری‌شده به روش حکاکی HF درجا و مستقیم برحسب درصد اتمی عناصر گزارش شده است. تیتانیم، آلومینیم، کربن و اکسیژن عناصر تشکیل‌دهنده فاز مکس Ti_3AlC_2 می‌باشند. حضور عناصر کلر و فلوئور به واسطه تشکیل گروه‌های عاملی[1] بعد از فرایند حکاکی شیمیایی است. نتایج حاصل از آنالیز عنصری EDS نشان می‌دهد که پس از فرایند حکاکی به دو روش HF مستقیم و درجا درصد اتمی Al از ۱۸/۶۳ درصد به‌ترتیب به ۰/۷۹ و ۰/۳۸ درصد کاهش یافته است، که این امر نشان‌دهنده زدایش موفق اتم Al از فاز مکس اولیه Ti_3AlC_2 بعد از فرایند حکاکی شیمیایی می‌باشد.

[1] Functional groups

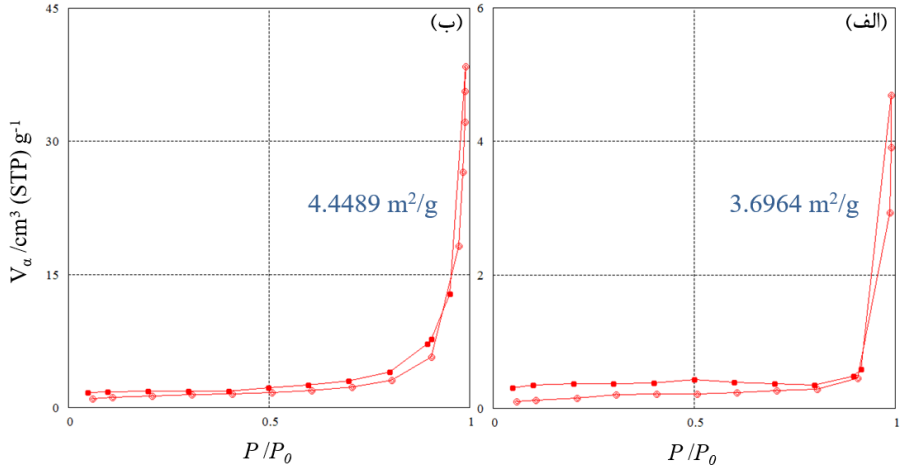
[Downloaded from jicers.ir on 2026-09-10]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1403.20.2.3.7]

جدول ۱: نتایج حاصل از آنالیز عنصری EDX (درصد اتمی)

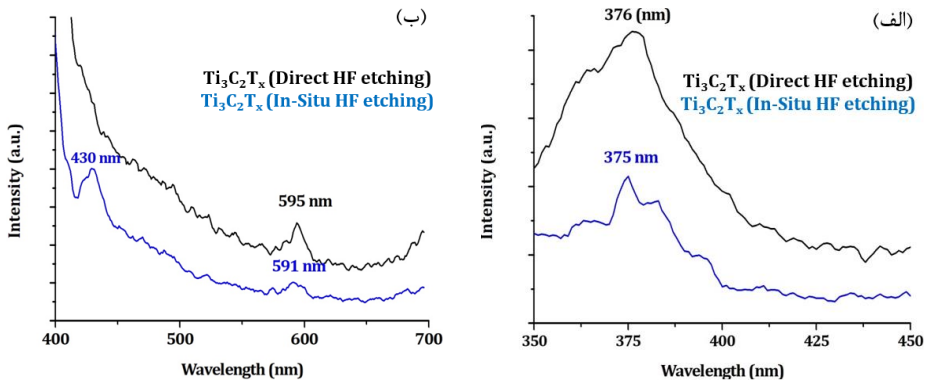
ماده	Ti	Al	O	C	F	Cl
Ti_3AlC_2	۲۵/۴۰	۱۸/۶۳	۱۳/۴۳	۴۲/۵۴	–	–
$Ti_3C_2T_x$ (In-Situ)	۲۴/۹۲	۰/۳۸	۲۲/۸۸	۴۰/۹۸	۸/۴۸	۲/۳۶
$Ti_3C_2T_x$ (Direct)	۲۰/۹۲	۰/۷۹	۲۰/۶۱	۳۹/۸۶	۱۷/۷۷	۰/۰۵

سطح ویژه مکسین‌های $Ti_3C_2T_x$ فرآوری‌شده به روش‌های HF درجا و مستقیم به روش تخلخل‌سنجی جذب و واجذب گاز نیتروژن (BET) به‌ترتیب برابر ۳/۶۹۶۴ (m^2/g) و ۴/۴۴۸۹ (m^2/g) اندازه‌گیری شده است (شکل ۴). مکسین $Ti_3C_2T_x$ حکاکی‌شده به روش HF مستقیم به‌واسطه ساختار آکاردئونی مانند دارای سطح ویژه بیش‌تری در مقایسه با مکسین $Ti_3C_2T_x$ حکاکی‌شده به روش HF درجا می‌باشد. همچنین میانگین قطر منافذ[1] مکسین‌های فرآوری‌شده به روش‌های حکاکی HF مستقیم و درجا به ترتیب ۵۱/۳۸۸ و ۴۵/۵۲۴ نانومتر اندازه‌گیری شد. حجم کل منافذ[2] مکسین‌های فرآوری‌شده به روش‌های حکاکی HF مستقیم و درجا به‌ترتیب برابر ۵/۸۸۳۷ (cm^3g^{-1}) و ۴/۲۳۱۹ (cm^3g^{-1}) به دست آمد.



شکل ۴: آنالیز جذب و واجذب گاز نیتروژن برای نمونه‌های مکسین فراوری‌شده به روش‌های حکاکی HF الف) درجا و ب) مستقیم

شکل ۵، طیف‌های نورتابی مکسین‌های فرآوری‌شده به روش‌های حکاکی شیمیایی HF مستقیم و درجا تحت برانگیختگی با طول موج‌های (الف) ۲۷۵ و (ب) ۳۷۵ نانومتر را نشان می‌دهد.



شکل ۵: طیف‌های نورتابی مکسین‌های فرآوری‌شده به روش‌های حکاکی شیمیایی HF مستقیم و درجا تهییج‌شده در طول موج‌های الف) ۲۷۵ و ب) ۳۷۵ نانومتر

[1] Mean pore diameter
[2] Total pore volume

[Downloaded from jicers.ir on 2026-09-10]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1403.20.2.3.7]

با تهییج مکسین‌های $Ti_3C_2T_x$ در طول موج‌های ۲۷۵ و ۳۷۵ نانومتر، پیک‌های نشری در طول موج‌های ۳۷۵ و ۵۹۰ نانومتر مشاهده می‌شوند. علت ایجاد طیف نشر به پیوندهای سطحی حاصل برروی سطوح مکسین‌ها بستگی دارد [۱۶]. پیک‌های نشری حاصل در طول موج‌های تهییج مختلف بواسطه تشکیل نقائص ناشی از TiO_x برروی سطوح مکسین‌های فراوری‌شده به هر دو روش است. در روش حکاکی شیمیایی HF مستقیم، نقص‌های بیش‌تری در مکسین $Ti_3C_2T_x$ ایجاد می‌شود. بنابر این پیک‌های نشری مکسین فرآوری‌شده به روش HF مستقیم شدیدتر از پیک‌های نشری مکسین فرآوری‌شده به روش HF درجا است. در روش حکاکی شیمیایی HF درجا به دلیل کنترل بهتر شرایط حین فرآیند سنتز و کاهش نقائص، پیک‌های نشری شدت کم‌تری دارند.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش مکسین $Ti_3C_2T_x$ از فاز مکس Ti_3AlC_2 به دو روش حکاکی شیمیایی HF مستقیم و درجا فراوری و خواص شیمیایی، نورتابی و ریزساختاری آن‌ها بررسی و مقایسه شد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، ریخت‌شناسی‌های چیندار و آکاردئونی مکسین‌های $Ti_3C_2T_x$ فرآوری‌شده به روش HF درجا و مستقیم را به‌ترتیب نشان داد. همچنین در مطالعات ریخت‌شناسی مشخص شد که ذرات $Ti_3C_2T_x$ فرآوری‌شده به روش HF درجا دارای سطوح صاف و فاقد عیوب سطحی می‌باشند، در حالی که ذرات مکسین $Ti_3C_2T_x$ تهیه‌شده به روش HF مستقیم دارای ترک‌های فرآوان می‌باشند. آنالیز BET نشان‌دهنده سطح ویژه بیش‌تر مکسین $Ti_3C_2T_x$ فرآوری‌شده به روش HF مستقیم در مقایسه با مکسین $Ti_3C_2T_x$ فرآوری‌شده به روش HF درجا است. بررسی آنالیز عنصری بیانگر زدایش موفق اتم‌های Al برای هر دو روش و ایجاد پایانه‌های سطحی حاوی F، Cl و O می‌باشد. بررسی طیف‌های نورتابی در دمای اتاق با طول موج‌های تهییج مختلف، وجود نقائص ناشی از TiO_x بر روی سطوح مکسین‌های فرآوری‌شده به هر دو روش را نشان می‌دهد. همچنین در بررسی آنالیز PL مشخص شده که کم‌ترین شدت پیک‌های نشری مربوط به مکسین $Ti_3C_2T_x$ فرآوری‌شده به روش HF درجا است. بنابر این در فرآیند حکاکی شیمیایی HF درجا به واسطه کنترل بهتر شرایط حین فرآیند سنتز، مکسین حاصل از نقائص کم‌تری برخوردار است.

مراجع

[1]. M. Naguib, M. Kurtoglu, V. Presser, J. Lu and J. Niu, M. Heon, L. Hultman, Y. Gogotsi, M. W. Barsoum, “Two-Dimensional Nanocrystals Produced by Exfoliation of Ti_3AlC_2”, Advanced Materials, 2011, 23 [37] 4248–4253.

[2]. M. Mozafari, M. Soroush, “Surface functionalization of MXenes”, Materials Advances, 2021, 2 7277–7307.

[3]. X. Zhang, W. Zhang, H. Zhao, “Comparative study on fabrication and energy storage performance of $Ti_3C_2T_x$ MXene by using hydrofluoric acid and in situ forming of hydrofluoric acid-based approaches”, International Journal of Energy Research, 2022, 46 15559-15570.

[4]. Y. Wei, P. Zhang, R. A. Soomro, Q. Zhu, B. Xu, “Advances in the Synthesis of 2D MXenes”, Advanced Materials, 2021, 33 [39] 2103148.

[5]. A. VahidMohammadi, J. Rosen, Y. Gogotsi, “The world of two-dimensional carbides and nitrides (MXenes)”, Science, 2021, 372 [6547] Article eabf1581.

[6]. Y. Tian, Y. An, B. Xu, “MXene-based materials for advanced nanogenerators”, Nano Energy, 2022, 101 107556.

[7]. X. Chen, Z. Shi, Y. Tian, P. Lin, D. Wu, X. Li, B. Dong, W. Xu, X. Fang, “Two-dimensional Ti_3C_2 MXene-based Nanostructures for Emerging Optoelectronic Applications”, Materials Horizons, 2021, 8 [11] 2929–2963.

[8]. S. Ghorbanzadeh, W. Zhang, “Advances in MXene-based triboelectric nanogenerators”, Nano Energy, 2024, 125 109558.

[9]. N. Darmiani, F. Hashemifar, A. Iraji zad, A. Esfandiar, “Facile Fabrication of Highly Oriented Dense Ti_3C_2 Fibers with Enhanced Strength and Supercapacitance Performance by Coagulation Condition Tuning”, ACS Applied Energy Materials, 2023, 6 [4] 2276–2285.

[10]. X. Li, Y. Bai, X. Shi, N. Su, G. Nie, R. Zhang, H. Nie, L. Ye, “Applications of MXene ($Ti_3C_2T_x$) in photocatalysis: a review”, Materials Advances, 2021, 2 [5] 1570–1594.

[11]. Y. Li, S. Vallem, J. Bae, “MXene-based composites for high-performance and fire-safety lithium-ion battery”, Current Applied Physics, 2023, 53 142-164.

[12]. M. Han, C. E. Shuck, R. Rakhmanov, D. Parchment, B. Anasori, C. M. Koo, G. Friedman, Y. Gogotsi, “Beyond $Ti_3C_2T_x$: MXenes for Electromagnetic Interference Shielding”, ACS Nano, 2020, 14 [4] 5008–5016.

[13]. H. Riazi, G. Taghizadeh, M. Soroush, “MXene-Based Nanocomposite Sensors”, ACS Omega, 2021, 6 [17]

[Downloaded from jicers.ir on 2026-09-10]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1403.20.2.3.7]

11103–11112.
[14]. J. Huang, Z. Li, Y. Mao, Z. Li, “Progress and biomedical applications of MXenes”, Nano Select, 2021, 2 1480–1508.
[15]. S. Nam, J. N. Kim, S. Oh, J. Kim, C. W. Ahn, I. K. Oh, “$Ti_3C_2T_x$ MXene for wearable energy devices: Supercapacitors and triboelectric nanogenerators”, APL Materials, 2020, 8 110701.
[16]. L. Zhang, W. Su, H. Shu, T. Lu, L. Fu, K. Song, X. Huang, J. Yu, C. T. Lin, Y. Tang, “Tuning the photoluminescence of large $Ti_3C_2T_x$ MXene flakes”, Ceramics International, 2019, 45 [19] 11468–11474.
[17]. S. Xu, G. Wei, J. Li, W. Han, Y. Gogotsi, “Flexible MXene–graphene electrodes with high volumetric capacitance for integrated co-cathode energy conversion/storage devices”, Journal of Materials Chemistry A, 2017, 5 [33] 17442–17451.
[18]. H. Cai, M. Rong, Q. Meng, Z. Liu, Y. Zhao, C. Chen, L. Yang, “Two-dimensional lithium-intercalated Ti3C2Tx MXene for highly selective neodymium (Ⅲ) adsorption”, Separation and Purification Technology, 2024, 331 125612.
[19]. J. Fan, M. Zhang, M. Yang, Sh. Liu, “Theoretical and Experimental Insights into the Mechanism for Gas Separation through Nanochannels in 2D Laminar MXene Membranes”, Processes, 2019, 7 751.

[Downloaded from jicers.ir on 2026-09-10]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1403.20.2.3.7]

Investigating the Effect of the Processing Method on the Structural and Photoluminescent Properties of the Two-Dimensional $Ti_3C_2T_x$ Material: Comparison of Direct and in Situ HF Etching Methods

Kh. Beirami[1], M. Rajabi[2]*

[1] PhD Candidate, Department of Advanced Materials and New Technologies, Iranian Research Organization for Science and Technology

[2] Associate Professor, Department of Advanced Materials and New Technologies, Iranian Research Organization for Science and Technology

* mrajabi@irost.ir

Abstract: In this article, the effect of two direct and in-situ HF etching on the chemical composition, structural properties and luminescence of $Ti_3C_2T_x$ Mxene has been investigated and compared. The results of examining the microstructure of the samples with FE-SEM showed the accordion-like morphology with surface cracks of $Ti_3C_2T_x$ synthesized by direct HF etching and the crinkle-like morphology with smooth, crack-free surface of $Ti_3C_2T_x$ synthesized by In-situ HF etching. The results of XRD analysis showed more efficient removal of Al atoms from the primary Ti_3AlC_2 Max phase during the in-Situ HF etching and the increase of the d-spacing of the network structure due to the intercalation of Li^+ ions between the $Ti_3C_2T_x$ layers. EDX analysis also showed the successful removal of Al atoms in both methods and the creation of -F, -Cl and -O functional groups. The specific surface area was measured by BET analysis for $Ti_3C_2T_x$ Mxene synthesized by direct and in situ HF etching methods, equal to 4.4489 (m^2/g) and 3.6964 (m^2/g), respectively. Although $Ti_3C_2T_x$ Mxene is a metallic material and based on its electronic band structure, it does not have luminescent properties, but the investigation of luminescent properties at room temperature shows emissions at ~376, 430 and 590 nm wavelengths, which depend on the excitation energy. Investigating the luminescence spectra at room temperature under different excitation wavelengths of 275 and 375 nm showed the presence of defects caused by TiO_x on the surfaces of MXenes synthesized by both methods.

Keywords: Ti_3AlC_2, $Ti_3C_2T_x$, Direct HF etching, In-Situ HF etching, Photoluminescence.

[Downloaded from jicers.ir on 2026-09-10]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1403.20.2.3.7]