

МАХ-фазалардан МХеке материалдарын синтездеу жолдары: өңдеу әдістеріне салыстырмалы шолу және олардың қолданылуы

М. Әліпұлы^{1*}, К.С. Бексейтова¹, Қ. Асқарұлы¹,
А.Ж. Байменов¹, К. Тоштай^{1,2}, С. Азат¹

¹Satbayev University, Сәтпаев к., 22, Алматы, Қазақстан

²Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, әл-Фараби д., 71, Алматы, Қазақстан

МАҚАЛА ТУРАЛЫ АҚПАРАТ

Алынған
05.06.2025

Түзетілген түрде алынды
14.08.2025

Қабылданды
26.09.2025

Түйін сөздер:

МХеке; МАХ-фаза;
өңдеу әдістері;
фторсыз синтез;
энергия сақтау құрылғылары;
катализ

АҢДАТПА

МХеке-дер – екіөлшемді (2D) өтпелі металдардың карбидтері, нитридтері және карбонитридтері класына жататын материалдар. Олар жоғары электр өткізгіштігімен, гидрофильдігімен және беткі химиялық құрамын баптауға болатын қасиетімен кеңінен назар аудартауда. Бұл материалдар әдетте МАХ-фазалар деп аталатын қабатты үштік прекурсорлардан алынады, олардың жалпы формуласы – $M_{n+1}AX_n$, мұнда М – ерте өтпелі металл, А – 13 немесе 14 топ элементі, ал Х – көміртек және/немесе азот. МАХ фазасынан МХекеге ауысу процесі А-қабатын селективті өңдеу арқылы жүзеге асады. Синтез және өңдеу стратегиясын дұрыс таңдау алынған МХеке-нің құрылымдық және функционалдық қасиеттерін анықтауда шешуші рөл атқарады.

Бұл шолу жұмысы МАХ-фазаларды синтездеу мен МХеке материалдарын өндіру саласындағы соңғы жетістіктерге жан-жақты талдау ұсынады. Әсіресе өңдеу әдістерінің – соның ішінде фторсутек қышқылымен (HF) өңдеу, *in situ* HF (LiF + HCl), балқытылған тұздар, және электрохимиялық тәсілдер – МХеке-нің морфологиясына, беткі топтарының түзілуіне және функционалдық қасиеттеріне әсеріне ерекше назар аударылған. Салыстырмалы талдау нәтижесінде әрбір әдістің қауіпсіздік, масштабталу мүмкіндігі және алынатын өнім сапасы тұрғысынан өзіндік артықшылықтары мен шектеулері бар екендігі анықталды.

Шолу барысында қазіргі кезде кездесетін бірқатар өзекті мәселелер де атап өтіледі, олардың ішінде фторсыз және экологиялық тұрғыдан қауіпсіз өңдеу үдерістерін дамыту қажеттілігі мен беткі топтарды бақылаудың маңыздылығы бар. Сонымен қатар, болашақ бағыттар ретінде МХеке синтез жолдарын жаңа буын энергия сақтау жүйелерінде, катализде, қоршаған ортаны тазартуда және электроникада қолдануға бейімдеу бойынша ұсыныстар берілген.

1. Кіріспе

МХеке материалдары – қабатты үштік МАХ-фазалық прекурсорлардан алынатын, екіөлшемді (2D) өтпелі металл карбидтері, нитридтері немесе карбонитридтерінің жаңа, қарқынды дамып келе жатқан класы [1]. Құрылымдық тұрғыда олар $M_{n+1}X_nT_x$ жалпы формуласына сәйкес келеді, мұндағы М – өтпелі металл (мысалы, Ti, V, Nb), Х – көміртек және/немесе азот, ал T_x – синтез процесі кезінде, әсіресе өңдеу кезеңінде енгізілетін беткі топтар (мысалы, –O, –OH, –F) [2]. МХеке алынатын МАХ-фазалар $M_{n+1}AX_n$ формуласымен сипатталады, мұндағы А – периодтық жүйенің 13 немесе 14 тобына жататын элемент (мысалы,

Al, Si). А-қабатын селективті өңдеу нәтижесінде өзіне тән физика-химиялық қасиеттері бар қабатты 2D МХеке құрылымдары түзіледі [3]. n мәніне байланысты әртүрлі МХеке құрылымдары синтезделеді: мысалы, Ti_2C (n = 1), Ti_3C_2 (n = 2), және Nb_4C_3 (n = 3) [4]. Бұл қабатты материалдар жоғары электр өткізгіштікке [5], гидрофильдікке [6], беткі функционалдық қасиеттерді реттеу мүмкіндігіне [7] және тамаша механикалық беріктікке [8]. Мұндай сипаттамалар МХеке материалдарын энергия сақтау жүйелері [9], сезгіш құрылғылар [10], катализ [11], және электромагниттік кедергілерден қорғау (EMI shielding) салаларында кеңінен қолдануға мүмкіндік береді [12].

*Corresponding author: M. Alipuly; E-mail address: mukhtaralipuly@gmail.com

1-кестеде МХене материалдарының жалпы құрылымы, n мәніне байланысты тән өкілдері және олардың негізгі қасиеттері мен қолдану салалары келтірілген. Бұл материалдар МАХ-фазалардан алынып, олардың құрылымы мен беткі топтарына байланысты жоғары электр өткізгіштік, гидрофильдік, және беткі функционалды қасиеттерді реттеу мүмкіндігі сияқты сипаттамаларға ие болады.

МАХ -фазалық прекурсорларындағы [4] $n = 1$, 2 немесе 3 мәндері құрылымдағы атом қабаттарының санын анықтайды, бұл өз кезегінде Ti_2AlC ($n = 1$), Ti_3AlC_2 ($n = 2$) және Nb_4AlC_3 ($n = 3$) сияқты фазаларға әкеледі. Бұл фазалар металл мен керамиканың қасиеттерін қатар көрсете алады – мысалы, жоғары жылу [13] және электр өткізгіштік [5], өңдеуге икемділік [14] және ерекше жылу

соққысына төзімділік [15]. Бұл қасиеттер олардың қабатты құрылымына байланысты, мұнда күшті М-Х ковалентті/иондық байланыстар әлсіз М-А металдық байланыстармен бірге орналасқан. Осындай анизотропты байланыс А-қабатын селективті өңдеу арқылы екіөлшемді МХене құрылымдарын алуға мүмкіндік береді. МАХ фазалардың физикалық және химиялық қасиеттері – стехиометриялық құрам, кристалдылығы және фазалық тазалығы – алынатын МХене-нің құрылымы, шығымы және беткі химиялық қасиеттеріне айтарлықтай әсер етеді. Сондықтан бастапқы МАХ прекурсорын таңдау алынатын МХене материалдарының қасиеттері мен олардың әртүрлі қолданбалардағы тиімділігін айқындайтын негізгі фактор болып табылады [16].

Кесте 1. МХене материалдарының құрылымы, құрамы және мысалдары

n мәні	МХене үлгісі	Формуласы	Негізгі қасиеттері	Қолдану салалары
1	Ti_2C	Ti_2C-T_x	Жоғары электрөткізгіштік, гидрофильдік	Энергия сақтау (батареялар, суперконденсаторлар)
2	Ti_3C_2	$Ti_3C_2-T_x$	Беткі топтарды баптау мүмкіндігі, EMI экрандау	Сенсорлар, электромагниттік экрандау
3	Nb_4C_3	$Nb_4C_3-T_x$	Механикалық беріктік, катализдік белсенділік	Катализ, құрылымдық материалдар

2-кестеде әртүрлі МАХ-фазалар мен олардан алынатын сәйкес МХене құрылымдары көрсетілген. Әрбір МХене материалының формуласы оның бастапқы МАХ-фазасындағы элементтерге және өңдеу нәтижесінде пайда болатын беткі топтарға байланысты анықталады. Кесте сондай-ақ осы материалдардың кең таралған қолдану салаларын ұсынады, мысалы: суперконденсаторлар, батареялар, фотокатализ, электрокатализ және электромагниттік экрандау. Бұл кесте МХене таңдауын олардың мақсатты қолдану саласына бейімдеуге мүмкіндік береді.

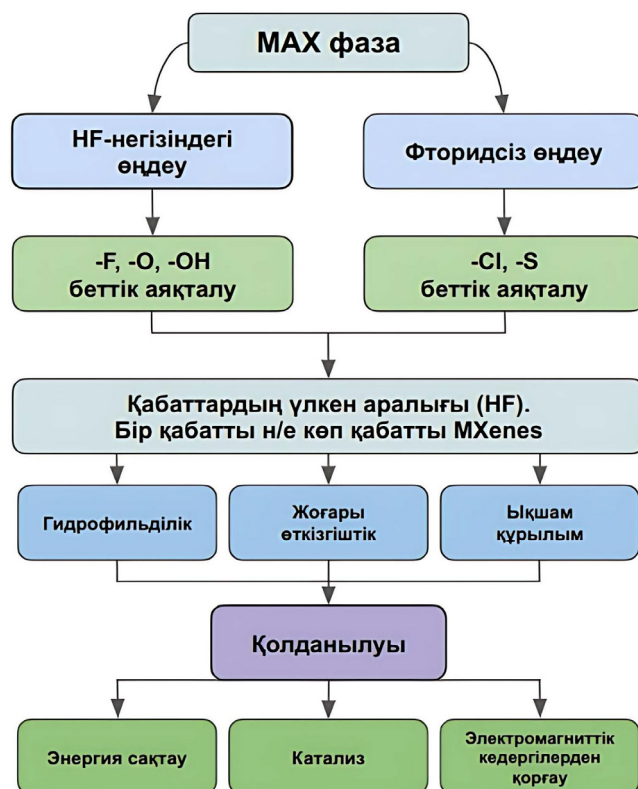
МАХ-фазалардан МХене материалдарын алу үшін қолданылатын синтез тәсілі олардың құрылымын, беткі химиялық құрамын және функционалдық қасиеттерін айқындауда маңызды рөл атқарады (1-сурет). МАХ-фазалардың қабатты табиғаты оларды екіөлшемді материалдарға айналдыруға мүмкіндік берсе де, өңдеу әдісін таңдау және кейінгі өңдеу қадамдары алынған МХене парақтарының шығымына, қабатаралық қашықтыққа, беткі топтарының құрамына және ақаулар тығыздығына айтарлықтай әсер етеді [23]. Мысалы, фторсутекке (HF) негіз-

Кесте 2. МАХ-фазалар мен сәйкес МХене құрылымдары

МАХ фазалар ($M_{n+1}AX_n$)	МХене ($M_{n+1}X_nT_x$)	Кең таралған қолданулары	Әдебиет
Ti_2AlC	Ti_2C_{tx}	Суперконденсаторлар, электромагниттік экрандау	[17]
Ti_3AlC_2	Ti_3C_{2tx}	Батареялар, сенсорлар, катализ	[18]
Nb_2AlC	Nb_2C_{tx}	Фотокатализ, конденсаторлар	[19]
V_2AlC	V_2C_{tx}	Электрокатализ, биосезімталдық	[20]
Mo_2Ga_2C	Mo_2C_{tx}	Сүтек реакциясының катализі, энергия құрылғылары	[21]
Nb_4AlC_3	Nb_4C_{3tx}	Электромагниттік кедергілерден қорғаныс, электрокатализ	[22]

делген өңдеу нәтижесінде бетінде негізінен $-F$, $-O$ және $-OH$ топтары бар MXene түзіледі, бұл топтар олардың гидрофильділігіне, коллоидтық тұрақтылығына және электрондық қасиеттеріне тікелей ықпал етеді [24]. Ал фторсыз әдістер – мысалы, балқытылған тұздармен немесе электрохимиялық өңдеу – нәтижесінде беткі құрамында $-Cl$ немесе $-S$ сияқты балама топтар бар MXene түзіледі, және бұл олардың электр өткізгіштігін жақсартуға және экологиялық қауіпсіздігін арттыруға мүмкіндік береді [25]. Сонымен қатар, синтез әдісі қабаттардың ажырау (delamination) сипатына да әсер етеді – нәтижесінде бір қабатты немесе көп қабатты MXene алынуы мүмкін. Бұл өз кезегінде олардың энергия сақтау, катализ және сенсорлық құрылғылар сияқты салалардағы жұмыс тиімділігін анықтайды. Мысалы, жұмсақ өңдеу немесе интеркаляция арқылы ұлғайған қабатаралық қашықтық иондардың диффузиясын жеңілдетіп, суперконденсаторларда тиімділікті арттырады, ал тығыз көпқабатты құрылымдар электромагниттік экрандау немесе мембраналық технологиялар үшін пайдалы болуы мүмкін. Сондықтан синтез процесін тиімді түрде таңдау және оңтайландыру – соның ішінде өңдеу жағдайларын, интеркаляттарды және кейінгі өңдеуді ескеру – MXene қасиеттерін нақты функционалдық қолдану салаларына бейімдеу үшін шешуші маңызға ие [26].

Соңғы он жыл ішінде MXene материалдары ерекше металдық өткізгіштік, гидрофильдік және реттелетін беткі химиялық құрам сияқты қасиеттерінің бірегей үйлесімі арқасында ең перспективалы екіөлшемді (2D) материалдар тобының біріне айналды [27]. Бұл қасиеттер оларды энергия жинақтау, катализ, сенсорлық құрылғылар және қоршаған ортаны тазарту сияқты түрлі қолдану салалары үшін аса тартымды етеді [28]. Алайда, MXene-нің құрылымдық, химиялық және функционалдық сипаттамалары олардың синтез әдісіне, әсіресе МАХ-фаза прекурсорларындағы А-қабатын жою үшін қолданылатын өңдеу (etching) тәсіліне тікелей тәуелді [29]. MXene материалдарына қатысты көптеген зерттеулер жүргізілгенімен, қазіргі таңда қолжетімді өңдеу әдістеріне – мысалы, фторсутек қышқылымен (HF) өңдеу, $LiF-HCl$ негізіндегі *in situ* HF әдісі, балқытылған тұзбен өңдеу, және электрохимиялық әдістер – қатысты жүйелі әрі салыстырмалы талдау әлі де бытыраңқы күйде қалып отыр [27]. Бұл әдістер өнімділігі, қауіпсіздігі, беткі топтарды басқару мүмкіндігі және масштабталуы жағынан бір-бірінен айтарлықтай ерекшеленеді, бұл өз кезегінде алынатын MXene-нің физика-химиялық және қолданбалы қасиеттеріне тікелей әсер етеді [29]. Осы шолудың мақсаты – MXene синтезі саласындағы қазіргі жетістіктерге кешенді әрі сыни шолу жасау, атап айтқанда әртүрлі МАХ-фазалық пре-



Сурет 1. Инфографика: синтез жолдарының MXene қасиеттеріне әсері.

курсорларды МХепе-ге айналдыру үшін қолданылатын өңдеу әдістеріне ерекше назар аудару. Шолу әр әдістің механизмдерін, артықшылықтары мен шектеулерін, сондай-ақ құрылымдық нәтижелерін сипаттайды. Сонымен қатар, синтез параметрлерінің беткі топтарға, қабат морфологиясына және мақсатты қолданудағы өнімділікке қалай әсер ететіні талданады.

2. МАХ-фаза прекурсорларын синтездеу

2.1. Дәстүрлі қатты фазалық синтез (ыстық престеу, ұшқынды плазмалық күйдіру)

МАХ-фазаларды синтездеудің ең кең таралған тәсілі – бұл дәстүрлі қатты фазалық реакция әдісі, ол прекурсор ұнтақтарын жоғары температурада өңдеуге негізделген [28]. Әдетте, стехиометриялық қатынастағы өтпелі металл (М), А-топ элементі және көміртек немесе азот көзі (Х) ұнтақтары шарлы диірменде немесе қолмен ұнтақтау арқылы біртекті етіп дайындалып, содан кейін вакуумда немесе инертті атмосферада (мысалы, аргонда) термиялық өңдеуден өтеді [30].

Кең таралған синтез әдістеріне мыналар жатады (2-сурет):

Ыстық престеу. Қыздыру кезінде (әдетте 1200-1600 °С) 10-40 МПа шамасындағы бір бағыттағы қысым қолданылады, бұл тығыздықты арттырады, фаза тазалығын қамтамасыз етеді және қабаттардың дұрыс бағдарлануына ықпал етеді. Нәтижесінде жоғары кристалдылыққа және жақсы механикалық қасиеттерге ие МАХ-фазалар алынады [31].

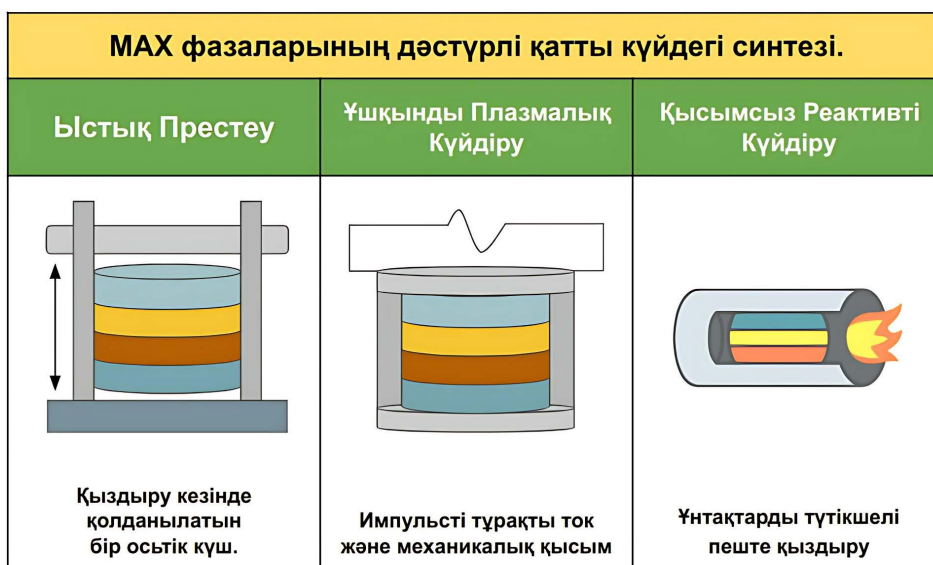
Ұшқынды плазмалық күйдіру. Бөлшек беттерінде жергілікті қыздыру тудыру үшін пульсті тұрақты ток және механикалық қысым қолданылатын жетілдірілген күйдіру әдісі. Бұл синтез температурасын (~1000-1300 °С) төмендетуге, реакцияны жылдамдатуға және дән өлшемін бақылауға мүмкіндік береді. SPS – жоғары тазалықтағы МАХ-фазаларды қысқа мерзімде алуға қолайлы әдіс [32].

Қысым қолданбайтын реакциялық күйдіру. Бұл – ұнтақтарды қосымша қысымсыз тек түтікшелі пеште қыздыруға негізделген үнемді әдіс. Масштабтауға ыңғайлы болғанымен, бақылау дәлдігі жеткіліксіз болған жағдайда фаза тазалығы төмендеуі және қоспа фазалар түзілуі мүмкін [33].

2.2. Тазалық, масштабтау және фаза тұрақтылығына қатысты мәселелер

Дәстүрлі қатты фазалық синтез әдістері арқылы МАХ-фазаларды алу тиімді болғанымен, алынатын МХепе сапасы мен өнімділігіне тікелей әсер ететін бірқатар маңызды қиындықтар сақталып отыр.

Синтез кезінде стехиометриялық қатынасты сақталмаған жағдайда немесе күйдіру процесінде жүйе оттеппен әрекеттессе, қажетсіз екінші фазалар – мысалы, бинарлы карбидтер (TiC, NbC), металл қосындылары немесе тотығулар (мысалы, Al₂O₃) жиі түзіледі. Мұндай қоспалар МХепе құрылымын біркелкі өңдеуге кедергі келтіреді, өнім шығымын төмендетеді және алынған материалдың электрондық немесе механикалық қасиеттерін нашарлатады [34].



Сурет 2. МАХ-фазаларды дәстүрлі қатты фазалық күйдіру әдістеріне шолу.

Кесте 3. МАХ-фаза синтезіндегі қиындықтар және олардың МХене өндірісіне әсері

Қиындық	Себеп	МХене синтезіне әсері
Фаза тазалығы	Толық емес реакция немесе МАХ синтезі кезіндегі ластану	Өңдеу тиімділігін азайтады; құрылымдық ақауларды арттырады
Масштабтау шектеулері	Жоғары температуралық күйдіру әдістеріндегі құралдардың шектеулері	Жоғары сапалы МХене-дердің жаппай өндірісін шектейді
Стехиометриялық ауытқулар	М:А:Х қатынастарынан ауытқу	Қабат аралығына және беттік аяқталуларына әсер етеді
Кристалдылықтың нашарлығы	Синтез температурасы мен уақытын нашар бақылау	Бөлшектелген немесе аморфты МХене қабаттарының түзілуіне әкеледі
Екіншілік фазаның қалыптасуы	TiC, Al ₂ O ₃ , немесе металға бай фазалардың қалыптасуы	Тазалығына және біркелкі қабаттасуына кедергі келтіреді

Ұшқынды плазмалық күйдіру және ыстық престоу әдістері фазалық тазалық пен кристалдылықты қамтамасыз етсе де, бұл әдістер үлгі өлшемі, энергия шығыны және экономикалық тиімділік тұрғысынан шектеледі [28]. Сондықтан оларды өнеркәсіптік ауқымда қолдану қиын [27]. Ал қысымсыз күйдіру технологиясы ауқымды өндіріс үшін қолайлы болғанымен, материал морфологиясы мен құрамы бойынша бақылау әлсіздеу болады [35]. $n=2$ және $n=3$ тәрізді жоғары ретті МАХ-фазаларды бір фазалы және тұрақты морфологиямен алу қиынға соғады [35]. Бұл құрылымдар термодинамикалық тұрғыдан тұрақсыз болып келеді, сондықтан оларды синтездеу барысында реакция температурасы, уақыты және атмосферасы мұқият бақылануы тиіс [29]. Кішкене ғана ауытқудың өзі стехиометриялық емес композицияларға немесе қажетсіз аралас фазалардың түзілуіне әкелуі мүмкін (3-кесте) [35]. Осы шектеулерді еңсеру – жоғары сапалы МАХ-фазаларды тұрақты және өнеркәсіптік деңгейде синтездеуге мүмкіндік беретін маңызды зерттеу бағыты [36].

2.3. МАХ-фаза сипаттамаларының алынатын МХене сапасына әсері

МАХ-фазалық прекурсорлардың құрылымдық және химиялық сапасы алынатын МХене-нің морфологиясына, құрамына және функционалдық қасиеттеріне тікелей және айтарлықтай әсер етеді. Прекурсордың фаза тазалығы, кристалдылығы, дән өлшемі және стехиометриялық құрамы сияқты негізгі сипаттамалар өңдеу (etching) тиімділігі мен соңғы МХене материалының функционалдық тұтастығын айқындайды (3-сурет).

Құрамында қалдық бинарлы карбидтер (мысалы, TiC) немесе тотығулар бар МАХ-фазалар біркелкі емес өңдеуге, құрылымдық ақаулардың түзілуіне және төмен өнім шығымына әкелуі мүмкін. Бұл қоспалар алынған МХене үлпектерінде сақталып, олардың электрлік және беттік қасиеттеріне теріс әсер етеді [24].

Жақсы кристалданған, қабаттары жақсы реттелген МАХ-фазалар А-элементін (мысалы, Al) таза түрде жоюға және 2D үлпектерді жақсы диспергациялауға мүмкіндік береді. Керісінше, нашар кристалданған прекурсорлар жиі бұзылған немесе құлаған үлпектерге әкеліп, олар суперконденсаторлар немесе мембраналар сияқты қолданбаларда төмен өнімділік көрсетеді [37].

Прекурсор құрамындағы ауытқулар (мысалы, артық Al немесе C) қабатаралық қашықтық пен байланыс беріктігін өзгертіп, өңделу мүмкіндігіне және синтез кезінде енгізілетін беттік топтардың (T_x) сипатына әсер етеді. Бұл, өз кезегінде, материалдың гидрофильділігіне, электрөткізгіштігіне және иондардың интеркаляциялану қабілетіне әсер етеді [38, 39].

3. МХене синтезіне арналған өңдеу стратегиялары

3.1. HF арқылы өңдеу механизмі

Фторсутек қышқылымен (HF) өңдеу – МХене синтезінде ең алғашқы және кеңінен қолданылатын әдіс. Бұл процесте концентрлі HF қышқылы МАХ-фаза прекурсорының (мысалы, Ti₃AlC₂ құрамындағы Al) А-қабатын селективті түрде бұзады, әлсіз М-А байланыстарын үзіп, күшті М-Х (мысалы, Ti-C) байланыстарын сақтайды.



Сурет 3. МАХ-фаза сипаттамаларының МХене сапасына әсерінің сызбасы.

Соның нәтижесінде А-қабат алынып тасталып, бетінде $-F$, $-OH$ және $-O$ сияқты функционалдық топтары бар қабатталған екіөлшемді $M_{n+1}X_nT_x$ құрылымы түзіледі. Әдетте өңдеу реакциясы бөлме температурасында бірнеше сағат бойы жүреді, кейін жуу және диспергация (қабаттарға бөлу) қадамдары орындалады [38].

HF қолданудың басты артықшылығы – А-қабатты толық және тиімді түрде алып тастай алуы, нәтижесінде құрылымы жақсы сақталған МХене қабаттары алынады. Бұл әдіс жоғары кристалдылыққа және фаза тазалығына ие $Ti_3C_2T_x$ сияқты 2D МХене материалдарын алуға мүмкіндік береді, және олар жоғары электрөткізгіштік пен электрохимиялық белсенділік көрсетеді. Сонымен қатар, HF әдісі түрлі М-А-Х жүйелері үшін қайталанатын синтез жасауға мүмкіндік береді, сондықтан МХене зерттеулерінде эталонды әдіс ретінде қарастырылады [40].

Тиімділігіне қарамастан, HF қолдану денсаулық пен қоршаған орта үшін өте қауіпті – бұл қышқылдың уыттылығы және коррозиялық қасиеттері жоғары. HF-пен жанасу терінің қатты күйіктеріне, тіндердің бұзылуына және фтор ұлануына әкелуі мүмкін [41]. Сонымен қатар, HF қолдану және оны жою үшін қатаң қауіпсіздік шаралары мен арнайы зертханалық жабдықтар қажет. Бұл қауіпсіздік талаптары HF негізіндегі МХене синтезінің өндірістік деңгейде қолданылуын шектейді, сондықтан балама әдістерді әзірлеуге сұраныс артуда [41].

HF арқылы Ti_3AlC_2 өңдеу нәтижесінде тұрақты түрде $Ti_3C_2T_x$ МХене алынады – бұл ең көп зерттелген композиция. Алынған материал қабатталған морфологияға, үлкен беткі ауданға және өте жоғары электрөткізгіштікке ие (диспергирленген күйде $\sim 10,000$ S/cm) [42]. Мұндай қасиеттер HF арқылы алынған $Ti_3C_2T_x$ -ті суперконденсаторлар, электромагниттік экрандау және электрокатализ сияқты салаларда қолдануға өте қолайлы етеді. Алайда HF нәтижесінде пайда болатын $-F$ топта-

ры кейбір қолданбаларда өнімділікті төмендетуі мүмкін, сондықтан кейінгі өңдеу немесе беттік модификация қажет болуы мүмкін [43].

3.2. In-situ HF (LiF + HCl) арқылы өңдеу

Бұл әдісте литий фториді (LiF) мен тұз қышқылы (HCl) арасындағы реакция нәтижесінде ортада HF түзіледі [44]. Бұл тәсіл $Ti_3C_2T_x$ сияқты МХене түрлерін синтездеу үшін кеңінен қолданылады, себебі концентрлі HF қолданбай, қауіпсіз ортада синтез жүргізуге мүмкіндік береді. Түзілген HF дәстүрлі түрде МАХ-фазадағы (мысалы, Ti_3AlC_2) А-қабатты селективті түрде жояды, нәтижесінде көпқабатты немесе диспергирленген МХене парқтары алынады [45].

Бұл әдістің басты артықшылығы – беткі топтарды реттеу мүмкіндігі. Атап айтқанда, бұл әдіс $-F$ топтарына қарағанда $-OH$ және $-O$ топтарының пайда болуына бейім, және бұл кейбір электрохимиялық және каталитикалық қолданбалар үшін тиімді. Сонымен қатар, бұл әдісте реакция жағдайлары қолайлы және оңай бақыланады, нәтижесінде МХене коллоидтарының қайталанушылығы мен тұрақтылығы артады.

Салыстырмалы түрде қауіпсіз болуы, беткі топтарды реттеу мүмкіндігі және ірі көлемде синтездеуге бейімділігі арқасында LiF + HCl әдісі $Ti_3C_2T_x$ МХене-нің көлемді өндірісі үшін ең қолайлы тәсілдердің біріне айналды. Бұл әдіспен алынған материалдар суперконденсаторлар, мембраналар, сенсорлар және басқа да функционалдық құрылғыларда кеңінен қолданылады [46].

3.3. Балқытылған тұз арқылы өңдеу

Балқытылған тұзбен өңдеу — МХене-ді синтездеуге арналған жаңа әрі фторсыз стратегия [47]. Бұл әдісте Льюис қышқылды тұздар (мысалы, $ZnCl_2$, $CuCl_2$ немесе $FeCl_3$) МАХ-фаза прекурсор-

ларынан А-элементті (әдетте Al) селективті түрде жою үшін қолданылады [48]. Тотығуды болдырмау үшін реакциялар жоғары температурада (шамамен 550-750 °C) және инертті атмосферада (мысалы, Ar немесе N₂) жүргізіледі [49].

Бұл термиялық көмекпен жүретін әдісте тұзбен кешен түзу реакциялары арқылы А-қабатты (мысалы, AlCl₃ түзілуін) жояды, және нәтижесінде 2D өтпелі металл карбидтері немесе нитридтері (M_{n+1}X_n) түзіледі [47]. Дәстүрлі HF-негізіндегі тәсілдерден айырмашылығы, бұл әдіс фтормен ластануды болдырмайды және бетінде –Cl, –O немесе –S сияқты ерекше терминалды топтары бар MXene материалдарын береді. Бұл топтар материалдың электрөткізгіштігін, химиялық тұрақтылығын және каталитикалық белсенділігін арттыруы мүмкін [49].

Алайда, бұл әдістің өзіндік шектеулері бар. Көпқабатты MXene құрылымының тұтастығы сақталса да, оларды бір қабатты пішінге дейін ажырату қиындық тудырады. Сонымен қатар, бұл қосымша жуу қадамдарын қажет етеді, себебі тұз қалдықтарындағы металлмен ластануы мүмкін. Егер реакция параметрлері оңтайландырылмаса, А-қабаттың толық жойылмауы немесе синтез шығымының төмендеуі де байқалуы мүмкін [50].

Осы қиындықтарға қарамастан, балқытылған тұзбен өңдеу қоршаған ортаға қауіпсіз, арнайы қасиеттері бар MXene материалдарын алу үшін перспективалы әдіске айналып келеді [51]. Әсіресе, каталитика, электромагниттік экрандау және энергия сақтау салаларында фторсыз беттер пайдалы болған жағдайларда бұл әдіс ерекше қызығушылық тудырады [47].

3.4. Электрохимиялық өңдеу

Электрохимиялық өңдеу – МАХ-фаза прекурсорларынан MXene алу үшін қолданылатын басқарылатын, төмен температуралы әдіс болып табылады. Бұл тәсіл химиялық әдістерге қарағанда қауіпсіз әрі экологиялық тұрғыдан тиімді балама ұсынады [52]. Бұл әдісте МАХ материалы (мысалы, Ti₃AlC₂) жұмыс электрод ретінде пайдаланылады және ол электролит ерітіндісіне (мысалы, NH₄Cl, NaCl немесе H₂SO₄) орналастырылады, ал оған әдетте 1-5 В шамасында кернеу беріледі [52]. Үрдіс барысында А-қабаттағы элемент (мысалы, Al) селективті түрде тотығып, жойылады, және нәтижесінде қауіпті фторлы химиялық заттарды қолданбай-ақ MXene түзіледі.

Бұл әдіс арқылы электролиттің құрамы, рН мәні, кернеу және өңдеу ұзақтығын өзгерту арқылы өң-

деу кинетикасын, қабатаралық қашықтықты және беткі топтарды дәл бақылауға болады [53]. Сонымен қатар, қолайлы өңдеу жағдайлары MXene-нің екіөлшемді морфологиясын және кристалдық құрылымын сақтауға мүмкіндік береді. Электролит түріне байланысты алынған материалдардың бетінде –O, –OH немесе –Cl сияқты терминалды топтар болуы мүмкін [54].

Электрохимиялық өңдеу суперконденсаторлар, электрокатализ және суды тазарту сияқты салаларда жоғары өнімділік көрсететін функционалдық MXene алу үшін сәтті қолданылып келеді [55]. Бұл әдіс беткі химиялық құрамның нақты бақылауын және төмен ластану деңгейін қамтамасыз етеді. Сонымен қатар, оны ауқымды өндірісте қолдануға ыңғайлы, қайталануға бейім және жасыл химия талаптарына сәйкес келетін синтез әдісі ретінде болашағы зор [55].

3.5. Басқа перспективалы әдістер

Дәстүрлі HF-негізделген және фторсыз әдістерден бөлек, MXene синтезіне арналған бірнеше жаңа және дамып келе жатқан тәсілдер зерттелуде (4-кесте) [56]. Бұл әдістердің мақсаты — қоршаған ортаға қауіпсіздік деңгейін арттыру, беткі құрылымды басқару және процесті өнеркәсіптік ауқымға бейімдеу [56].

Сілтілік өңдеу әдісінде кейбір МАХ-фазалардан А-қабатты таңдаулы түрде жою үшін NaOH сияқты күшті сілтілер қолданылады. Фтор негізіндегі әдістерге қарағанда тиімділігі төмен болғанымен, бұл тәсіл фторсыз беткі терминалдарды түзуге және қалдықтарды басқаруды жеңілдетуге мүмкіндік береді [57].

Плазма арқылы өңдеу – тағы бір жаңашыл әдіс, ол реактивті иондық немесе атмосфералық плазманы қолдану арқылы А-элементті жоғары дәлдікпен жоюға негізделген. Бұл әдіс химиялық заттарды барынша аз қолдана отырып, өңдеу үдерісін нақты бақылауға мүмкіндік береді [56]. Алайда, қазіргі кезде ол тек шағын көлемде немесе беткі модификациялау мақсатында ғана қолданылады, себебі қажетті жабдықтар өте қымбат.

4. Синтезделген MXene-дерді сипаттау

MXene-дердің сәтті синтезделуін растау, олардың құрылымдық тұтастығын, беткі химиясын және тұрақтылық, кеуектілік сияқты қолдануға қатысты қасиеттерін бағалау үшін кешенді сипаттама жүргізу маңызды. Бұл үшін құрылымдық, морфологиялық, химиялық және беттік талдау әдістері жиі қолданылады.

Кесте 4. MXene синтезіне арналған өңдеу әдістерінің салыстырмалы кестесі

Өңдеу әдісі	Шарттары	Негізгі терминациялық топтар	Артықшылықтары	Шектеулері	Масштабталуы	Қоршаған ортаға әсері
HF өңдеу	Бөлме температурасы, 24-72 сағ, HF 48%	–F, –OH, –O	A-қабатының толық жойылуы, жоғары кристаллдылық	Өте улы, қауіпті қалдықтар	Төмен	Жоғары (HF қауіпі)
LiF + HCl (<i>In situ</i> HF)	Бөлме температурасы, 24-72 сағ, LiF + HCl	–F, –OH, –O	HF-ке қарағанда қауіпсіз, масштабта-лады, жақсы делами-нация	Баяу өңдеу, HF <i>in situ</i> түзіледі	Орташа-жоғары	Орташа (HF азырақ)
Балқылған тұзбен өңдеу	ZnCl ₂ , 550-750 °C, инертті газ	–Cl, –O, өте аз мөлшердегі –F	Фторсыз, өткізгіш терминалды топтар	Жоғары температу-ра, төмен шығым, толық емес дела-минация	Орташа	Төмен (фторсыз)
Электро-химиялық өңдеу	1-5 V, сулы электролит	–OH, –O, –Cl	Төмен температура, бақыланатын, экологиялық әдіс	Өткізгіш МАХ-пен шектеулі, төмен өнімділік	Жоғары	Төмен (қауіпті қал-дықтар жоқ)
Сілтілік өңдеу	6-10 M NaOH, 60-90 °C	–OH, –O	Фторсыз, қалдықтар-ды оңай басқару	Толық емес өңдеу, төмен шығым	Төмен	Төмен (сілтілі қал-дықтар)
Плазмалық өңдеу	Плазма (O ₂ , Ar), <100 °C	Плазма газына байланысты	Құрғақ, таза, беткі қа-батты нақты бақылау	Жоғары шығын, өнім төмен көлемде	Төмен	Өте төмен (құрғақ әдіс)

XRD – MXene құрылымының қалыптасуын растау және бастапқы МАХ-фазаның өңдеу деңгейін бақылау үшін негізгі құрал. MXene-дерде (002) дифракциялық шыңы әдетте МАХ фазасымен салыстырғанда төмен 2 θ бұрыштарына ығысады, бұл А-элементтің жойылуы мен беткі топтардың (–OH, –F, =O) енуінен туындаған қабатаралық арақашықтықтың ұлғаюын көрсетеді. Мысалы, Ti₃AlC₂ материалы ~9.5° бұрышта шың береді, ал ол Ti₃C₂T_x-ке айналғанда бұл шың ~6.5°-ке ауысады. Бұл өзгерістер MXene-нің сәтті синтезделуін көрсетеді [58].

SEM арқылы MXene-дердің қабатталған морфологиясын көруге болады – өңдеуден кейін олар әдетте "аккордеон" тәріздес құрылым береді. ТЕМ жоғары ажыратымдылықта жұқа қабаттарды, торлық сызықтарды, ақауларды және қабатаралық арақашықтықтарды көруге мүмкіндік береді. Бұл әдістер синтезделген материалдың наноқұрылымын және қабаттану сапасын растау үшін маңызды [59].

XPS – MXene бетінің химиялық құрамын және элементтердің тотығу күйін анықтайтын негізгі әдіс. Бұл әдіс арқылы –O, –OH, –F сияқты беткі топтардың түрі мен мөлшері туралы ақпарат алынады, олар материалдың реакциялық қабілетіне, гидрофильділігіне және электрохимиялық қасиеттеріне әсер етеді. Ti 2p, C 1s, F 1s және O

1s спектрлері арқылы функционалдық топтарды және тотығу өнімдерін анықтауға болады [60].

BET әдісі арқылы MXene-дердің беткі ауданы мен кеуекті құрылымы азот адсорбция-десорбция изотермалары көмегімен анықталады. Жеке қабатталған MXene-дердің беткі ауданы жоғары (мысалы, Ti₃C₂T_x үшін 20-50 м²/г), бұл оларды адсорбция, катализ және энергия сақтау салаларында қолдануға қолайлы етеді. Изотерма түрлері (көбінесе IV типті) және кеуек өлшемдерінің таралуы мезопористік құрылымды сипаттайды [61].

Раман спектроскопиясы металл-көміртек байланыстары мен беткі топтарға тән тербелістерді анықтауға қолданылады. Раман шыңдарының ығысуы немесе кеңеюі тотығу, құрылымдық ретсіздік немесе қонақ молекулалармен әрекеттесуді көрсетеді. FTIR әдісі бұған қосымша ретінде –OH (~3400 см⁻¹), C=O (~1650 см⁻¹), және металл–оттек тербелістерін көрсететін топтарды анықтайды. Бұл екі әдіс MXene-нің сәтті өңделуі мен беткі модификациясын растауға көмектеседі [62].

Сулы ортадағы MXene суспензияларының тұрақтылығы олардың ерітінді негізіндегі қолданылуы үшін өте маңызды. Zeta-потенциал өлшемдері тұрақтылықты бағалауға көмектеседі; ±30 мВ-тан жоғары немесе төмен мәндер суспензияның тұрақты екенін білдіреді. Dynamic Light Scattering (DLS) арқылы бөлшек өлшемдерінің

таралуы анықталады, ал UV-Vis спектроскопиясы арқылы концентрация мен тұрақтылық уақыты бойынша бақыланады. Бұл әдістер агрегатталу қасиетін түсінуге және дисперсияны оңтайландыруға көмектеседі [63].

5. MXene қолданбаларына өңдеу әдісінің әсері

МАХ-фазаларды өңдеп MXene-ге айналдыру үшін қолданылатын синтез әдісі алынған материалдардың физика-химиялық қасиеттерін анықтауда шешуші рөл атқарады және бұл қасиеттер олардың әртүрлі технологиялық салалардағы қолданылуына тікелей әсер етеді. Беттік топтар, қабатаралық қашықтық, кристалдық құрылым және химиялық құрамы – бәрі өңдеу әдісіне байланысты, ал бұл өз кезегінде электрөткізгіштікке, гидрофильділікке және тұрақтылыққа ықпал етеді. Төмендегі бөлімдерде өңдеу әдістері мен мақсатты қолдану салалары арасындағы өзара байланыс сипатталады.

5.1. Энергия сақтау құрылғыларына арналған қолданбалар (суперконденсаторлар мен литий-ионды батареялар)

HF арқылы алынған $Ti_3C_2T_x$ MXene жоғары өткізгіштікке ие, бұл оны суперконденсатор электродтары үшін тиімді етеді, және оның электродтары 350-400 F/g дейін меншікті сыйымдылық көрсетеді [64]. Ал литий-ионды батареялар үшін, балқытылған тұз арқылы (мысалы, $ZnCl_2$) өңдеу әдісімен алынған MXene үлгілері Cl-пен аяқталған беткі топтарға, тотығуға қарсы тұрақтылыққа және кеңейтілген қабатаралық қашықтыққа ие болады, бұл өз кезегінде бейсу сулы жүйелерде Li^+ иондарының диффузиясы мен сақтау қабілетін арттырады, 10 000 циклдан кейін 90-95% сыйымдылықты сақтайды [65].

5.2. Катализ: сутегі мен оттегі бөліну реакциялары (HER және OER)

Өңдеу үрдісі кезінде пайда болатын беткі функционалдық топтар MXene материалдарының сутегі бөліну реакциясы (HER) және оттегі бөліну реакциясы (OER) кезіндегі электрокаталитикалық тиімділігіне айтарлықтай әсер етеді. HF арқылы өңделген MXene материалдары –ОН және =О топтарын сақтап қалады, бұл оларды қышқыл ортада HER үшін белсенді етеді [66].

MXene негізіндегі электродтар HER реакциясы үшін 250 мВ-қа дейін активациялық потенциал

мен 60-100 мВ/dec Tafel бағытын көрсетті, және бұл оларды тиімді платинасыз катализаторлар қатарына қосады [67].

5.3. Электрохимиялық және газ сенсорлары

HF немесе LiF/HCl әдісімен алынған үлгілердің жоғары дисперсиялылығы мен функционалдық топтары оларды сезгіш сенсорларда қолдануға тиімді етеді. $Ti_3C_2T_x$ негізіндегі сенсорлар NO_2 газын 50 ppb концентрацияда анықтап, 10 секунд ішінде жауап береді, бұл оларды жоғары сезімтал сенсорлық жүйелерге бейім етеді [10]. Ақаусыз беттерді сақтау үшін жұмсақ өңдеу әдістері (мысалы, LiF/HCl) сенсорлық жүйелерде жоғары сезімталдықты қамтамасыз етуде жиі таңдалады [68].

5.4. Электромагниттік сәулеленуден қорғаныс

Электромагниттік сәулеленуден қорғаныс (EMI shielding) қолданбалары үшін жоғары реттелген, өткізгіш және қабатты құрылымға ие MXene материалдары аса қолайлы. HF және LiF/HCl көмегімен өңделген MXene түрлері бұл талаптарға сәйкес келеді. MXene қабықшалары 1.5 мкм қалыңдықта 70 дБ-ға дейін EMI экрандау тиімділігін көрсетті, ал кейбір Ag-NW композиттерімен бірге 90 дБ-дан асты [12, 69].

5.5. Су тазарту

HF арқылы өңделген MXene материалдары бетінде көп мөлшерде –ОН және =О топтарының болуына байланысты ерекше гидрофильділік пен әртүрлі ластаушы заттарға жоғары тартылыс қабілетін көрсетеді. Бұл функционалдық топтар ауыр металл иондарын (мысалы, Pb^{2+} , Cd^{2+}), органикалық бояғыштарды және фармацевтикалық ластаушыларды адсорбциялауға мүмкіндік береді. Мысалы $Ti_3C_2T_x$ үлгілері Pb^{2+} иондарын 200 мг/г дейін адсорбциялай алды, ал метилен көгін (MB) 30 мин ішінде 90%-дан жоғары тиімділікпен жойды [70].

6. Қиындықтар мен болашақ бағыттар

MXene материалдарын синтездеу мен қолдану саласында айтарлықтай жетістіктерге қол жеткізілгеніне қарамастан, олардың технологиялық әлеуетін толық ашу үшін шешуді қажет ететін бірқатар маңызды мәселелер бар. Болашақ зерттеулер келесі шектеулерді еңсеруге бағытталуы тиіс:

6.1. Фторсыз және экологиялық тұрғыдан қауіпсіз синтез жолдары

Дәстүрлі MXene синтезі көбінесе фтор құрамды реактивтерді — мысалы, сутекті фторқышқыл (HF) немесе *in situ* өңдеу қоспаларын ($\text{LiF} + \text{HCl}$) пайдалануға негізделген. Мұндай процестер, әсіресе өндірісті ірі ауқымда жүзеге асыру кезінде, қауіпсіздікке, қоршаған ортаға және қалдықтарды жоюға байланысты елеулі проблемалар туындатады.

Фторсыз және «жасыл» өңдеу әдістерін әзірлеу — мысалы, электрохимиялық өңдеу, балқытылған тұздармен синтез немесе органикалық интеркаланттарды қолдану — MXene материалдарын қауіпсіз әрі экологиялық таза жолмен алу үшін болашағы зор бағыт [71].

6.2. Күрделі МАХ-фазаларды селективті өңдеу

Бүгінгі күнге дейінгі MXene бойынша зерттеулердің көпшілігі негізінен А-элемент ретінде алюминийді қамтитын шектеулі МАХ-фазалар тобына бағытталған. Зерттеу аясын M_4AlC_3 секілді күрделі немесе реттелген МАХ-фазаларға, сондай-ақ қос өтпелі металдар жүйелеріне (мысалы, $\text{Mo}_2\text{TiAlC}_2$) дейін кеңейту — өңдеу тиімділігінің төмендігі мен эксфолиация (қабаттарға жіктеу) кезінде құрылымдық тұрақсыздыққа байланысты күрделі міндет болып отыр [67].

Фазалық таза, қажетті құрылымдық және құрамдық сипаттамаларға ие MXene материалдарын алу үшін өңдеудің селективтілігін дәл бақылау аса маңызды [72].

6.3. Беттік аяқталуларды басқару және инженериясы

MXene материалдарын өңдеу барысында пайда болатын беттік функционалды топтар ($-\text{OH}$, $-\text{F}$, $=\text{O}$, $-\text{Cl}$ және т.б.) олардың электрондық құрылымын, гидрофильділігін, иондарды интеркаляциялау қабілетін және каталитикалық белсенділігін айқындайтын негізгі факторлардың бірі болып табылады. Алайда қазіргі таңда бұл топтардың түрі мен тығыздығын дәл әрі тұрақты түрде басқару мүмкіндігі шектеулі, нәтижесінде аралас әрі тұрақсыз функционалды топтар пайда болады [73].

MXene өнімділігін әртүрлі қолдану салаларында оңтайландыру үшін синтезден кейінгі өңдеу әдістері (мысалы, термиялық өңдеу, негіздермен немесе нуклеофилдермен функционалдау, плаз-

малық модификация) арқылы беттік химияны дәл баптау және қайта жаңғыртылатын нәтижелерге қол жеткізілуі қажет [74].

6.4. Өндірістік ауқымға шығару және өнеркәсіпке біріктіру

MXene материалдарын жоғары сапаны, бір-келкілікті және қауіпсіздікті сақтай отырып, өндірістік ауқымда синтездеу — оларды зертханалық деңгейден коммерциялық қолдануға көшірудегі басты қиындықтардың бірі болып табылады. Партиялар арасындағы айтарлықтай айырмашылықтар, эксфолиация тиімділігінің төмендігі және ұлы реагенттерді қолдану — жаппай өндірісті тежейтін негізгі факторлар [75].

MXene өндірісін өнеркәсіптік деңгейге жеткізу үшін үздіксіз немесе автоматтандырылған синтез жүйелерін жасау, сапаны бақылаудың тиімді стратегияларын енгізу және стандартталған хаттамаларды әзірлеу қажет. Сонымен қатар, бұл материалдарды энергия сақтау, электромагниттік сәулеленуден қорғау немесе су тазарту сияқты құрылғылар өндірісіне енгізу үшін олардың технологиялық өңделуін (мысалы, сиялар, жұқа қабықшалар, композиттер) және ұзақ мерзімді тұрақтылығын жақсарту талап етіледі [76].

7. Қорытынды

Бұл мақалада МАХ-фаза прекурсорларынан алынатын MXene материалдарын синтездеудің әртүрлі әдістеріне салыстырмалы талдау жасалды. HF қышқылымен өңдеу ең кең таралған және тиімді әдіс болғанымен, оның жоғары ұйыттылығы мен қауіпсіздікке байланысты шектеулері бар. LiF пен HCl негізіндегі *in situ* HF әдісі қауіпсіздігі жоғары, басқаруға ыңғайлы балама ретінде танылып отыр. Сонымен қатар, фторсыз баламалар — балқытылған тұздармен немесе электрохимиялық жолмен өңдеу — экологиялық қауіпсіздігімен және арнайы беттік топтар түзу қабілетімен ерекшеленеді. Әр синтез әдісінің нәтижесінде пайда болатын функционалды топтар (мысалы, $-\text{F}$, $-\text{OH}$, $-\text{Cl}$) MXene-нің электрөткізгіштік, гидрофильдік және каталитикалық қасиеттеріне тікелей әсер етеді, яғни оларды нақты қолдану салаларына бейімдеуге мүмкіндік береді. Осылайша, синтез тәсілін дұрыс таңдау материалдың құрылымы мен функционалдығына тікелей ықпал ететін маңызды фактор болып табылады. Болашақта бұл салада фторсыз және өнеркәсіптік деңгейде масштабталатын жасыл әдістерді әзірлеу, күр-

делі құрамды МАХ-фазаларды тиімді өңдеу және беттік топтарды дәл басқару бағыттарында зерттеулерді тереңдету қажет. Мұндай жетістіктер МХене материалдарын келесі буындағы энергия сақтау құрылғыларында, сенсорларда, су тазарту жүйелерінде және икемді электроникада кеңінен қолдануға жол ашады.

Алғыс

Бұл зерттеу Қазақстан Республикасы Ғылым және Жоғары Білім министрлігінің Ғылым комитеті тарапынан қаржыландырылды (грант № BR24992873).

Әдебиеттер тізімі (ГОСТ)

- [1]. Kumar N., Singh H., Khatri M., Bhardwaj N. 2D-transition metal carbides and nitrides: materials for the next generation // *ACS Symp. Ser.* – Washington, DC: Amer. Chem. Soc. – 2023. – P. 1–25.
- [2]. Zhou J., Dahlgqvist M., Björk J., Rosen J. Atomic scale design of MXenes and their parent materials – from theoretical and experimental perspectives // *Chem. Rev.* – 2023. – Vol. 123. – P. 13291–13322.
- [3]. Anasori B., Lukatskaya M.R., Gogotsi Y. 2D metal carbides and nitrides (MXenes) for energy storage // *MXenes.* – New York: Jenny Stanford Publ., 2023. – P. 677–722.
- [4]. Gogotsi Y., Anasori B. The rise of MXenes // *MXenes.* – New York: Jenny Stanford Publ. – 2023. – P. 3–11.
- [5]. Jia L., Zhou S., Ahmed A., Yang Z., Liu S., Wang H., Li F., Zhang M., Zhang Y., Sun L. Tuning MXene electrical conductivity towards multifunctionality // *Chem. Eng. J.* – 2023. – Vol. 475. – P. 146361.
- [6]. Kedambaimoole V., Harsh K., Rajanna K., Sen P., Nayak M.M., Kumar S. MXene wearables: properties, fabrication strategies, sensing mechanism and applications // *Mater. Adv.* – 2022. – Vol. 3. – P. 3784–3808.
- [7]. Liu S., Zhang H., Chen J., Peng X., Chai Y., Shao X., He Y., Wang X., Ding B. Functionalization strategies of MXene architectures for electrochemical energy storage applications // *Energies.* – 2025. – Vol. 18. – P. 1223.
- [8]. Protayai M.I.H., Bin Rashid A. A comprehensive overview of recent progress in MXene-based polymer composites: their fabrication processes, advanced applications, and prospects // *Heliyon.* – 2024. – Vol. 10. – P. e37030.
- [9]. Fan W., Wang Q., Rong K., Shi Y., Peng W., Li H., Guo Z., Xu B.B., Hou H., Algadi H., et al. MXene enhanced 3D needled waste denim felt for high-performance flexible supercapacitors // *Nano-Micro Lett.* – 2023. – Vol. 16.
- [10]. Ottaviano L., Mastrippolito D. The future ahead gas sensing with two-dimensional materials // *Appl. Phys. Lett.* – 2023. – Vol. 123.
- [11]. Li Z., Huang W., Liu J., Lv K., Li Q. Embedding CdS@Au into ultrathin Ti3-xC2Ty to build dual Schottky barriers for photocatalytic H2 production // *ACS Catal.* – 2021. – Vol. 11. – P. 8510–8520.
- [12]. Cheng M., Ying M., Zhao R., Ji L., Li H., Liu X., Zhang J., Li Y., Dong X., Zhang X. Transparent and flexible electromagnetic interference shielding materials by constructing sandwich AgNW@MXene/wood composites // *ACS Nano.* – 2022. – Vol. 16. – P. 16996–17007.
- [13]. Li X., Ran F., Yang F., Long J., Shao L. Advances in MXene films: synthesis, assembly, and applications // *Trans. Tianjin Univ.* – 2021. – Vol. 27. – P. 217–247.
- [14]. Ampong D.N., Agyekum E., Agyemang F.O., Mensah-Darkwa K., Andrews A., Kumar A., Gupta R.K. MXene: fundamentals to applications in electrochemical energy storage // *Discov. Nano.* – 2023. – Vol. 18.
- [15]. Wyatt B.C., Nemani S.K., Desai K., Kaur H., Zhang B., Anasori B. High-temperature stability and phase transformations of titanium carbide (Ti3C2Tx) MXene // *J. Phys.: Condens. Matter.* – 2021. – Vol. 33. – P. 224002.
- [16]. Naguib M., Kurtoglu M., Presser V., Lu J., Niu J., Heon M., Hultman L., Gogotsi Y., Barsoum M.W. Two-dimensional nanocrystals produced by exfoliation of Ti3AlC2 // *Adv. Mater.* – 2011. – Vol. 23. – P. 4248–4253.
- [17]. Badie S., Sebold D., Vaßen R., Guillon O., Gonzalez-Julian J. Mechanism for breakaway oxidation of the Ti2AlC MAX phase // *Acta Mater.* – 2021. – Vol. 215. – P. 117025.
- [18]. Ahmad K., Raza W., Khan R.A. Ti3AlC2 MAX phase modified screen-printed electrode for the fabrication of hydrazine sensor // *Micromachines.* – 2024. – Vol. 15. – P. 633.
- [19]. Liu T., Tan G., Feng S., Zhang B., Liu Y., Wang Z., Bi Y., Yang Q., Xia A., Liu W., et al. Dual localized surface plasmon resonance effect enhances Nb2AlC/Nb2C MXene thermally coupled photocatalytic reduction of CO2 hydrogenation activity // *J. Colloid Interface Sci.* – 2023. – Vol. 652. – P. 599–611.
- [20]. Sijuade A.A., Bellevu F.L., Devendhar Singh S.K.,

- Rahman M.M., Arnett N., Okoli O.I. Processing of V2AlC MAX phase: optimization of sintering temperature and composition // *Ceram. Int.* – 2024. – Vol. 50. – P. 3733–3738.
- [21]. Du Y., Wang F., Hu M., Hu Q., Zhou A. Stability and wettability of ternary carbide Mo2Ga2C in molten metals // *Ceram. Int.* – 2023. – Vol. 49. – P. 21449–21454.
- [22]. Gandara M., Mladenović D., Oliveira Martins M. de J., Rakocevic L., Kruszynski de Assis J.M., Šljukić B., Sarmiento Gonçalves E. MAX phase (Nb4AlC3) for electrocatalysis applications // *Small.* – 2024. – Vol. 20.
- [23]. Naguib M., Mochalin V.N., Barsoum M.W., Gogotsi Y. 25th anniversary article: MXenes: a new family of two-dimensional materials // *Adv. Mater.* – 2013. – Vol. 26. – P. 992–1005.
- [24]. Li R., Zhang L., Shi L., Wang P. MXene Ti3C2: an effective 2D light-to-heat conversion material // *ACS Nano.* – 2017. – Vol. 11. – P. 3752–3759.
- [25]. Kumar S. Fluorine-free MXenes: recent advances, synthesis strategies, and mechanisms // *Small.* – 2023. – Vol. 20.
- [26]. Mashtalir O., Naguib M., Mochalin V.N., Dall'Agnese Y., Heon M., Barsoum M.W., Gogotsi Y. Intercalation and delamination of layered carbides and carbonitrides // *MXenes.* – New York: Jenny Stanford Publ., 2023. – P. 359–377.
- [27]. Gokul Eswaran S., Rashad M., Santhana Krishna Kumar A., El-Mahdy A.F.M. A comprehensive review of MXene-based emerging materials for energy storage applications and future perspectives // *Chem. Asian J.* – 2025. – Vol. 20.
- [28]. Oyehan T.A., Salami B.A., Abdulrasheed A.A., Hambali H.U., Gbadamosi A., Valsami-Jones E., Saleh T.A. MXenes: synthesis, properties, and applications for sustainable energy and environment // *Appl. Mater. Today.* – 2023. – Vol. 35. – P. 101993.
- [29]. Indhumathi R., Priya A.S., Aepuru R., Shanmugaraj K. Advancements, prospects, and challenges in the synthesis and stability of MXenes for energy applications: a comprehensive review // *J. Mater. Sci.* – 2025. – Vol. 60. – P. 5649–5685.
- [30]. Verma R., Sharma A., Dutta V., Chauhan A., Pathak D., Ghotekar S. Recent trends in synthesis of 2D MXene-based materials for sustainable environmental applications // *Emerg. Mater.* – 2023. – T. 7. – C. 35–62.
- [31]. Barsoum M.W., El-Raghy T. Synthesis and characterization of a remarkable ceramic: Ti3SiC2 // *J. Am. Ceram. Soc.* – 1996. – Vol. 79. – P. 1953–1956.
- [32]. Liang B.Y. Combustion synthesis of Ti3SiC2 induced by spark plasma sintering // *Mater. Res. Innov.* – 2013. – Vol. 17. – P. 448–452.
- [33]. Eklund P., Beckers M., Jansson U., Högberg H., Hultman L. The M+1AX phases: materials science and thin-film processing // *Thin Solid Films.* – 2010. – Vol. 518. – P. 1851–1878.
- [34]. Simonenko E.P., Simonenko N.P., Nagornov I.A., Simonenko T.L., Mokrushin A.S., Sevastyanov V.G., Kuznetsov N.T. Synthesis of MAX phases in the Ti2AlC–V2AlC system as precursors of heterometallic MXenes Ti2–xVxC // *Russ. J. Inorg. Chem.* – 2022. – Vol. 67. – P. 705–714.
- [35]. Alam Md.S., Chowdhury M.A., Khandaker T., Hossain M.S., Islam Md.S., Islam Md.M., Hasan Md.K. Advancements in MAX phase materials: structure, properties, and novel applications // *RSC Adv.* – 2024. – Vol. 14. – P. 26995–27041.
- [36]. Suarez M., Fernandez A., Menendez J.L., Torrecillas R., U. H., Hennicke J., Kirchner R., Kessel T. Challenges and opportunities for spark plasma sintering: a key technology for a new generation of materials // *Sintering Applications.* – InTech, 2013.
- [37]. Bhat A., Anwer S., Bhat K.S., Mohideen M.I.H., Liao K., Qurashi A. Prospects challenges and stability of 2D MXenes for clean energy conversion and storage applications // *npj 2D Mater. Appl.* – 2021. – Vol. 5.
- [38]. Meng W., Liu X., Song H., Xie Y., Shi X., Dargusch M., Chen Z.-G., Tang Z., Lu S. Advances and challenges in 2D MXenes: from structures to energy storage and conversions // *Nano Today.* – 2021. – Vol. 40. – P. 101273.
- [39]. Naguib M., Mashtalir O., Carle J., Presser V., Lu J., Hultman L., Gogotsi Y., Barsoum M.W. Two-dimensional transition metal carbides // *ACS Nano.* – 2012. – Vol. 6. – P. 1322–1331.
- [40]. Anasori B., Xie Y., Beidaghi M., Lu J., Hosler B.C., Hultman L., Kent P.R.C., Gogotsi Y., Barsoum M.W. Two-dimensional, ordered, double transition metals carbides (MXenes) // *ACS Nano.* – 2015. – Vol. 9. – P. 9507–9516.
- [41]. Amrillah T., Abdullah C., Hermawan A., Sari F., Alviani V. Towards greener and more sustainable synthesis of MXenes: a review // *Nanomaterials.* – 2022. – Vol. 12. – P. 4280.
- [42]. Murugesan M., Nagavenkatesh K.R., Devendran P., Nallamuthu N., Sambathkumar C., Krishna Kumar M. Scalable synthesis of 2D-layered Ti3C2 MXene by HF etching method; electrochemical investigations and device fabrication to enhancing capacitive nature // *Mater. Sci. Eng. B.* – 2024. – Vol. 309. – P. 117607.
- [43]. Chen I.-W.P., Kashale A.A., Pan Y.-H. Hydrofluoric acid-free synthesis of Ti3C2Tx MXene

- nanostructures for energy applications // *ACS Appl. Nano Mater.* – 2023. – Vol. 6. – P. 1985–1995.
- [44]. Zhang X., Zhang W., Zhao H. Electrochemical performance of Ti₃C₂Tx MXenes obtained via ultrasound assisted LiF-HCl method // *Mater. Today Commun.* – 2022. – Vol. 33. – P. 104384.
- [45]. Gentile A., Marchionna S., Balordi M., Pagot G., Ferrara C., Di Noto V., Ruffo R. Critical analysis of MXene production with in-situ HF forming agents for sustainable manufacturing // *ChemElectroChem.* – 2022. – Vol. 9.
- [46]. Sarkar P., Chatterjee K., Pal P., Das K. Exploring the molarity of lithium fluoride in minimally intensive layer delamination (MILD) method for efficient room temperature synthesis of high quality Ti₃C₂Tx free-standing film // *Mater. Sci. Semicond. Process.* – 2025. – Vol. 185. – P. 108881.
- [47]. Kruger D.D., García H., Primo A. Molten salt derived MXenes: Synthesis and applications // *Adv. Sci.* – 2024. – P. 7106.
- [48]. Huang P., Han W.-Q. Recent advances and perspectives of Lewis acidic etching route: An emerging preparation strategy for MXenes // *Nano-Micro Lett.* – 2023. – Vol. 15. – P. 1039
- [49]. Liu L., Zschiesche H., Antonietti M., Daffos B., Tarakina N.V., Gibilaro M., Chamelot P., Massot L., Duployer B., Taberna P., et al. Tuning the surface chemistry of MXene to improve energy storage: Example of nitrification by salt melt // *Adv. Energy Mater.* – 2022. – Vol. 13. – P. 2709.
- [50]. Siddique S., Waheed A., Iftikhar M., Mehran M.T., Zarif M.Z., Arafat H.A., Hussain S., Shahzad F. Fluorine-free MXenes via molten salt Lewis acidic etching: Applications, challenges, and future outlook // *Prog. Mater. Sci.* – 2023. – Vol. 139. – P. 101183.
- [51]. Hu W., Yang M., Fan T., Li Z., Wang Y., Li H., Zhu G., Li J., Jin H., Yu L. A simple, efficient, fluorine-free synthesis method of MXene/Ti₃C₂Tx anode through molten salt etching for sodium-ion batteries // *Battery Energy.* – 2023. – Vol. 2. – P. 21.
- [52]. De S., Acharya S., Sahoo S., Nayak G.C. A quick and effective strategy for the synthesis of Ti₃C₂Tx via electrochemical method // *Energy Adv.* – 2024. – Vol. 3. – P. 774–777.
- [53]. Li G., Lian S., Wang J., Xie G., Zhang N., Xie X. Surface chemistry engineering and the applications of MXenes // *J. Materiomics.* – 2023. – Vol. 9. – P. 1160–1184.
- [54]. Chan K.C., Guan X., Zhang T., Lin K., Huang Y., Lei L., Georgantas Y., Gogotsi Y., Bissett M.A., Kinloch I.A. The fabrication of Ti₃C₂ and Ti₃CN MXenes by electrochemical etching // *J. Mater. Chem. A.* – 2024. – Vol. 12. – P. 25165–25175.
- [55]. Bilibana M.P. Electrochemical properties of MXenes and applications // *Adv. Sensor Energy Mater.* – 2023. – Vol. 2. – P. 100080.
- [56]. Kubitz N., Büchner C., Sinclair J., Snyder R.M., Birkel C.S. Extending the chemistry of layered solids and nanosheets: Chemistry and structure of MAX phases, MAB phases and MXenes // *ChemPlusChem.* – 2023. – Vol. 88. – P. 214.
- [57]. Khan U., Gao B., Kong L.B., Chen Z., Que W. Green synthesis of fluorine-free MXene via hydrothermal process: A sustainable approach for proton supercapacitor electrodes // *Electrochim. Acta.* – 2024. – Vol. 475. – P. 143651.
- [58]. Zhao M., Ren C.E., Ling Z., Lukatskaya M.R., Zhang C., Van Aken K.L., Barsoum M.W., Gogotsi Y. Flexible MXene/carbon nanotube composite paper with high volumetric capacitance // *Adv. Mater.* – 2014. – Vol. 27. – P. 339–345.
- [59]. Xia Q.X., Fu J., Yun J.M., Mane R.S., Kim K.H. High volumetric energy density annealed-MXene-nickel oxide/MXene asymmetric supercapacitor // *RSC Adv.* – 2017. – Vol. 7. – P. 11000–11011.
- [60]. Näslund L.-Å., Persson I. XPS spectra curve fittings of Ti₃C₂Tx based on first principles thinking // *Appl. Surf. Sci.* – 2022. – Vol. 593. – P. 153442.
- [61]. Krishnan S., Marimuthu S., Singh M.K., Rai D.K. Two-dimensional Ti₃C₂Tx MXene nanosheets for CO₂ electroreduction in aqueous electrolytes // *Energy Adv.* – 2023. – Vol. 2. – P. 1166–1175.
- [62]. Adomaviciute-Grabusove S., Popov A., Ramanavicius S., Sablinskas V., Shevchuk K., Gogotsi O., Baginskiy I., Gogotsi Y., Ramanavicius A. Monitoring Ti₃C₂Tx MXene degradation pathways using Raman spectroscopy // *ACS Nano.* – 2024. – Vol. 18. – P. 13184–13195.
- [63]. Malina T., Hamawandi B., Toprak M.S., Chen L., Björk J., Zhou J., Rosen J., Fadeel B. Tuning the transformation and cellular signaling of 2D titanium carbide MXenes using a natural antioxidant // *Matter.* – 2024. – Vol. 7. – P. 191–215.
- [64]. Jussambayev M., Shakenov K., Sultakhan S., Zhantikeev U., Askaruly K., Toshtay K., Azat S. MXenes for sustainable energy: A comprehensive review on conservation and storage applications // *Carbon Trends.* – 2025. – Vol. 19. – P. 100471.
- [65]. Li Y., Shao H., Lin Z., Lu J., Liu L., Duployer B., Persson P.O.Å., Eklund P., Hultman L., Li M., et al. A general Lewis acidic etching route for preparing MXenes with enhanced electrochemical performance in non-aqueous electrolyte // *Nat. Mater.* – 2020. – Vol. 19. – P. 894–899.
- [66]. Zhang Z., Zeng X., Jin C., Liang T., Cui Y., Gao Y.

- Molten salt-modified Mo-MXene coupled with CoFe-LDH heterostructure for stable oxygen evolution reaction // *Mater. Today Energy*. – 2025. – Vol. 49. – P. 101835.
- [67]. Ghidui M., Naguib M., Shi C., Mashtalir O., Pan L.M., Zhang B., Yang J., Gogotsi Y., Billinge S.J.L., Barsoum M.W. Synthesis and characterization of two-dimensional Nb₄C₃ (MXene) // *Chem. Commun.* – 2014. – Vol. 50. – P. 9517–9520.
- [68]. Bhardwaj R., Hazra A. MXene-based gas sensors // *J. Mater. Chem. C*. – 2021. – Vol. 9. – P. 15735–15754.
- [69]. Han M., Shuck C.E., Rakhmanov R., Parchment D., Anasori B., Koo C.M., Friedman G., Gogotsi Y. Beyond Ti₃C₂T_x: MXenes for electromagnetic interference shielding // *ACS Nano*. – 2020. – Vol. 14. – P. 5008–5016.
- [70]. Zhang H., Wang Z., Shen Y., Mu P., Wang Q., Li J. Ultrathin 2D Ti₃C₂T_x MXene membrane for effective separation of oil-in-water emulsions in acidic, alkaline, and salty environment // *J. Colloid Interface Sci.* – 2020. – Vol. 561. – P. 861–869.
- [71]. Xiu L.-Y., Wang Z.-Y., Qiu J.-S. General synthesis of MXene by green etching chemistry of fluoride-free Lewis acidic melts // *Rare Met.* – 2020. – Vol. 39. – P. 1237–1238.
- [72]. Li M., Lu J., Luo K., Li Y., Chang K., Chen K., Zhou J., Rosen J., Hultman L., Eklund P., et al. Element replacement approach by reaction with Lewis acidic molten salts to synthesize nanolaminated MAX phases and MXenes // *J. Am. Chem. Soc.* – 2019. – Vol. 141. – P. 4730–4737.
- [73]. Huang W., Wang J., Lai W., Guo M. MXene surface architectonics: Bridging molecular design to multifunctional applications // *Molecules*. – 2025. – Vol. 30. – P. 1929.
- [74]. Bao Z., Lu C., Cao X., Zhang P., Yang L., Zhang H., Sha D., He W., Zhang W., Pan L., et al. Role of MXene surface terminations in electrochemical energy storage: A review // *Chin. Chem. Lett.* – 2021. – Vol. 32. – P. 2648–2658.
- [75]. Abid M.Z., Rafiq K., Aslam A., Jin R., Hussain E. Scope, evaluation and current perspectives of MXene synthesis strategies for state of the art applications // *J. Mater. Chem. A*. – 2024. – Vol. 12. – P. 7351–7395.
- [76]. Clark M.J., Oakley A.E., Zhelev N., Carravetta M., Byrne T., Nightingale A.M., Bimbo N. MXene synthesis in a semi-continuous 3D-printed PVDF flow reactor // *Nanoscale Adv.* – 2025. – Vol. 7. – P. 2166–2170.

References

- [1]. N. Kumar, H. Singh, M. Khatri, et al. 2D-transition metal carbides and nitrides: materials for the next generation, *ACS Symp. Ser.*, Amer. Chem. Soc., Washington, DC, 2023, pp. 1–25. <https://doi.org/10.1021/bk-2023-1464.ch001>.
- [2]. J. Zhou, M. Dahlqvist, J. Björk, et al. Atomic scale design of MXenes and their parent materials – from theoretical and experimental perspectives, *Chem. Rev.* 123 (2023) 13291–13322. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.3c00241>.
- [3]. B. Anasori, M.R. Lukatskaya, Y. Gogotsi. 2D metal carbides and nitrides (MXenes) for energy storage, in: *MXenes*, Jenny Stanford Publ., New York, 2023, pp. 677–722. <https://doi.org/10.1201/9781003345616-20>.
- [4]. Y. Gogotsi, B. Anasori. The rise of MXenes, in: *MXenes*, Jenny Stanford Publ., New York, 2023, pp. 3–11. <https://doi.org/10.1201/9781003345616-1>.
- [5]. L. Jia, S. Zhou, A. Ahmed, et al. Tuning MXene electrical conductivity towards multifunctionality, *Chem. Eng. J.* 475 (2023) 146361. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2023.146361>.
- [6]. V. Kedambaimoole, K. Harsh, K. Rajanna, et al. MXene wearables: properties, fabrication strategies, sensing mechanism and applications, *Mater. Adv.* 3 (2022) 3784–3808. <https://doi.org/10.1039/d1ma01170g>.
- [7]. S. Liu, H. Zhang, J. Chen, et al. Functionalization strategies of MXene architectures for electrochemical energy storage applications, *Energies* 18 (2025) 1223. <https://doi.org/10.3390/en18051223>.
- [8]. M.I.H. Protayi, A. Bin Rashid. A comprehensive overview of recent progress in MXene-based polymer composites: their fabrication processes, advanced applications, and prospects, *Heliyon* 10 (2024) e37030. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e37030>.
- [9]. W. Fan, Q. Wang, K. Rong, et al. MXene enhanced 3D needled waste denim felt for high-performance flexible supercapacitors, *Nano-Micro Lett.* 16 (2023) 226. <https://doi.org/10.1007/s40820-023-01226-y>.
- [10]. L. Ottaviano, D. Matrippolito. The future ahead gas sensing with two-dimensional materials, *Appl. Phys. Lett.* 123 (2023) 23401. <https://doi.org/10.1063/5.0164342>.
- [11]. Z. Li, W. Huang, J. Liu, et al. Embedding CdS@Au into ultrathin Ti₃-x C₂T_y to build dual Schottky barriers for photocatalytic H₂ production, *ACS Catal.* 11 (2021) 8510–8520. <https://doi.org/10.1021/acscatal.1c02018>.

- [12]. M. Cheng, M. Ying, R. Zhao, et al. Transparent and flexible electromagnetic interference shielding materials by constructing sandwich AgNW@MXene/wood composites, *ACS Nano* 16 (2022) 16996–17007. <https://doi.org/10.1021/acsnano.2c0711>.
- [13]. X. Li, F. Ran, F. Yang, et al. Advances in MXene films: synthesis, assembly, and applications, *Trans. Tianjin Univ.* 27 (2021) 217–247. <https://doi.org/10.1007/s12209-021-00282-y>.
- [14]. D.N. Ampong, E. Agyekum, F.O. Agyemang, et al. MXene: fundamentals to applications in electrochemical energy storage, *Discov. Nano* 18 (2023) 3786. <https://doi.org/10.1186/s11671-023-03786-9>.
- [15]. B.C. Wyatt, S.K. Nemani, K. Desai, et al. High-temperature stability and phase transformations of titanium carbide (Ti₃C₂T_x) MXene, *J. Phys. Condens. Matter* 33 (2021) 224002. <https://doi.org/10.1088/1361-648x/abe793>.
- [16]. M. Naguib, M. Kurtoglu, V. Presser, et al. Two-dimensional nanocrystals produced by exfoliation of Ti₃AlC₂, *Adv. Mater.* 23 (2011) 4248–4253. <https://doi.org/10.1002/adma.201102306>.
- [17]. S. Badie, D. Sebold, R. Vaßen, et al. Mechanism for breakaway oxidation of the Ti₂AlC MAX phase, *Acta Mater.* 215 (2021) 117025. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117025>.
- [18]. K. Ahmad, W. Raza, R.A. Khan. Ti₃AlC₂ MAX phase modified screen-printed electrode for the fabrication of hydrazine sensor, *Micromachines* 15 (2024) 633. <https://doi.org/10.3390/mi15050633>.
- [19]. T. Liu, G. Tan, S. Feng, et al. Dual localized surface plasmon resonance effect enhances Nb₂AlC/Nb₂C MXene thermally coupled photocatalytic reduction of CO₂ hydrogenation activity, *J. Colloid Interface Sci.* 652 (2023) 599–611. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2023.08.097>.
- [20]. A.A. Sijuade, F.L. Bellevu, S.K. Devendhar Singh, et al. Processing of V₂AlC MAX phase: optimization of sintering temperature and composition, *Ceram. Int.* 50 (2024) 3733–3738. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.11.126>.
- [21]. Y. Du, F. Wang, M. Hu, et al. Stability and wettability of ternary carbide Mo₂Ga₂C in molten metals, *Ceram. Int.* 49 (2023) 21449–21454. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.03.275>.
- [22]. M. Gandara, D. Mladenović, M. de J. Oliveira Martins, et al. MAX phase (Nb₄AlC₃) for electrocatalysis applications, *Small* 20 (2024) 2310576. <https://doi.org/10.1002/smll.202310576>.
- [23]. M. Naguib, V.N. Mochalin, M.W. Barsoum, et al. 25th anniversary article: MXenes: a new family of two-dimensional materials, *Adv. Mater.* 26 (2013) 992–1005. <https://doi.org/10.1002/adma.201304138>.
- [24]. R. Li, L. Zhang, L. Shi, et al. MXene Ti₃C₂: an effective 2D light-to-heat conversion material, *ACS Nano* 11 (2017) 3752–3759. <https://doi.org/10.1021/acsnano.6b08415>.
- [25]. S. Kumar. Fluorine-free MXenes: recent advances, synthesis strategies, and mechanisms, *Small* 20 (2023) 2308225. <https://doi.org/10.1002/smll.202308225>.
- [26]. O. Mashtalir, M. Naguib, V.N. Mochalin, et al. Intercalation and delamination of layered carbides and carbonitrides, in: *MXenes*, Jenny Stanford Publ., New York, 2023, pp. 359–377. <https://doi.org/10.1201/9781003306511-18>.
- [27]. S. Gokul Eswaran, M. Rashad, A. Santhana Krishna Kumar, et al. A comprehensive review of MXene-based emerging materials for energy storage applications and future perspectives, *Chem. Asian J.* 20 (2025) e202401181. <https://doi.org/10.1002/asia.202401181>.
- [28]. T.A. Oyehan, B.A. Salami, A.A. Abdulrasheed, et al. MXenes: synthesis, properties, and applications for sustainable energy and environment, *Appl. Mater. Today* 35 (2023) 101993. <https://doi.org/10.1016/j.apmt.2023.101993>.
- [29]. R. Indhumathi, A.S. Priya, R. Aepuru, et al. Advancements, prospects, and challenges in the synthesis and stability of MXenes for energy applications: a comprehensive review, *J. Mater. Sci.* 60 (2025) 5649–5685. <https://doi.org/10.1007/s10853-025-10728-6>.
- [30]. R. Verma, A. Sharma, V. Dutta, et al. Recent trends in synthesis of 2D MXene-based materials for sustainable environmental applications, *Emerg. Mater.* 7 (2023) 35–62. <https://doi.org/10.1007/s42247-023-00591-z>.
- [31]. M.W. Barsoum, T. El-Raghy. Synthesis and characterization of a remarkable ceramic: Ti₃SiC₂, *J. Am. Ceram. Soc.* 79 (1996) 1953–1956. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1996.tb08018.x>.
- [32]. B.Y. Liang. Combustion synthesis of Ti₃SiC₂ induced by spark plasma sintering, *Mater. Res. Innov.* 17 (2013) 448–452. <https://doi.org/10.1179/1433075x11y.0000000057>.
- [33]. P. Eklund, M. Beckers, U. Jansson, et al. The M+1AX phases: materials science and thin-film processing, *Thin Solid Films* 518 (2010) 1851–1878. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2009.07.184>.
- [34]. E.P. Simonenko, N.P. Simonenko, I.A. Nagornov, et al. Synthesis of MAX phases in the Ti₂AlC–V₂AlC

- system as precursors of heterometallic MXenes Ti₂-xVxC, *Russ. J. Inorg. Chem.* 67 (2022) 705–714. <https://doi.org/10.1134/s0036023622050187>.
- [35]. M.S. Alam, M.A. Chowdhury, T. Khandaker, et al. Advancements in MAX phase materials: structure, properties, and novel applications, *RSC Adv.* 14 (2024) 26995–27041. <https://doi.org/10.1039/d4ra03714f>.
- [36]. M. Suarez, A. Fernandez, J.L. Menendez, et al. Challenges and opportunities for spark plasma sintering: a key technology for a new generation of materials, *Sinter. Appl. InTech.* 13 (2013). <https://doi.org/10.5772/53706>.
- [37]. A. Bhat, S. Anwer, K.S. Bhat, et al. Prospects challenges and stability of 2D MXenes for clean energy conversion and storage applications, *npj 2D Mater. Appl.* 5 (2021) 1–21. <https://doi.org/10.1038/s41699-021-00239-8>.
- [38]. W. Meng, X. Liu, H. Song, et al. Advances and challenges in 2D MXenes: from structures to energy storage and conversions, *Nano Today* 40 (2021) 101273. <https://doi.org/10.1016/j.nantod.2021.101273>.
- [39]. M. Naguib, O. Mashtalir, J. Carle, et al. Two-dimensional transition metal carbides, *ACS Nano* 6 (2012) 1322–1331. <https://doi.org/10.1021/nn204153h>.
- [40]. B. Anasori, Y. Xie, M. Beidaghi, et al. Two-dimensional, ordered, double transition metals carbides (MXenes), *ACS Nano* 9 (2015) 9507–9516. <https://doi.org/10.1021/acs.nano.5b03591>.
- [41]. T. Amrillah, C. Abdullah, A. Hermawan, et al. Towards greener and more sustainable synthesis of MXenes: a review, *Nanomaterials* 12 (2022) 4280. <https://doi.org/10.3390/nano12234280>.
- [42]. M. Murugesan, K.R. Nagavenkatesh, P. Devendran, et al. Scalable synthesis of 2D-layered Ti₃C₂ MXene by HF etching method; electrochemical investigations and device fabrication to enhancing capacitive nature, *Mater. Sci. Eng. B* 309 (2024) 117607. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2024.117607>.
- [43]. I.W.P. Chen, A.A. Kashale, Y.H. Pan. Hydrofluoric acid-free synthesis of Ti₃C₂Tx MXene nanostructures for energy applications, *ACS Appl. Nano Mater.* 6 (2023) 1985–1995. <https://doi.org/10.1021/acsanm.2c04948>.
- [44]. X. Zhang, W. Zhang, H. Zhao. Electrochemical performance of Ti₃C₂Tx MXenes obtained via ultrasound assisted LiF-HCl method, *Mater. Today Commun.* 33 (2022) 104384. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.104384>.
- [45]. A. Gentile, S. Marchionna, M. Balordi, et al. Critical analysis of MXene production with in-situ HF forming agents for sustainable manufacturing, *ChemElectroChem* 9 (2022) 1–11. <https://doi.org/10.1002/celec.202200891>.
- [46]. P. Sarkar, K. Chatterjee, P. Pal, et al. Exploring the molarity of lithium fluoride in minimally intensive layer delamination (MILD) method for efficient room temperature synthesis of high quality Ti₃C₂Tx free-standing film, *Mater. Sci. Semicond. Process.* 185 (2025) 108881. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2024.108881>.
- [47]. D.D. Kruger, H. García, A. Primo. Molten salt derived MXenes: synthesis and applications, *Adv. Sci.* (2024) 7106. <https://doi.org/10.1002/advs.202307106>.
- [48]. P. Huang, W.Q. Han. Recent advances and perspectives of Lewis acidic etching route: an emerging preparation strategy for MXenes, *Nano-Micro Lett.* 15 (2023) 1039. <https://doi.org/10.1007/s40820-023-01039-z>.
- [49]. L. Liu, H. Zschiesche, M. Antonietti, et al. Tuning the surface chemistry of MXene to improve energy storage: example of nitrification by salt melt, *Adv. Energy Mater.* 13 (2022) 2709. <https://doi.org/10.1002/aenm.202202709>.
- [50]. S. Siddique, A. Waheed, M. Iftikhar, et al. Fluorine-free MXenes via molten salt Lewis acidic etching: applications, challenges, and future outlook, *Prog. Mater. Sci.* 139 (2023) 101183. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2023.101183>.
- [51]. W. Hu, M. Yang, T. Fan, et al. A simple, efficient, fluorine-free synthesis method of MXene/Ti₃C₂Tx anode through molten salt etching for sodium-ion batteries, *Batter. Energy* 2 (2023) 21. <https://doi.org/10.1002/bte2.20230021>.
- [52]. S. De, S. Acharya, S. Sahoo, et al. A quick and effective strategy for the synthesis of Ti₃C₂Tx via electrochemical method, *Energy Adv.* 3 (2024) 774–777. <https://doi.org/10.1039/d3ya00489a>.
- [53]. G. Li, S. Lian, J. Wang, et al. Surface chemistry engineering and the applications of MXenes, *J. Materiomics* 9 (2023) 1160–1184. <https://doi.org/10.1016/j.jmat.2023.08.003>.
- [54]. K.C. Chan, X. Guan, T. Zhang, et al. The fabrication of Ti₃C₂ and Ti₃CN MXenes by electrochemical etching, *J. Mater. Chem. A* 12 (2024) 25165–25175. <https://doi.org/10.1039/d4ta03457k>.
- [55]. M.P. Bilibana. Electrochemical properties of MXenes and applications, *Adv. Sens. Energy Mater.* 2 (2023) 100080. <https://doi.org/10.1016/j.asems.2023.100080>.
- [56]. N. Kubitz, C. Büchner, J. Sinclair, et al. Extending the chemistry of layered solids and nanosheets:

- chemistry and structure of MAX phases, MAB phases and MXenes, *ChemPlusChem* 88 (2023) 214. <https://doi.org/10.1002/cplu.202300214>.
- [57]. U. Khan, B. Gao, L.B. Kong, et al. Green synthesis of fluorine-free MXene via hydrothermal process: a sustainable approach for proton supercapacitor electrodes, *Electrochim. Acta* 475 (2024) 143651. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2023.143651>.
- [58]. M. Zhao, C.E. Ren, Z. Ling, et al. Flexible MXene/carbon nanotube composite paper with high volumetric capacitance, *Adv. Mater.* 27 (2014) 339–345. <https://doi.org/10.1002/adma.201404140>.
- [59]. Q.X. Xia, J. Fu, J.M. Yun, et al. High volumetric energy density annealed-MXene-nickel oxide/MXene asymmetric supercapacitor, *RSC Adv.* 7 (2017) 11000–11011. <https://doi.org/10.1039/c6ra27880a>.
- [60]. L.Å. Näslund, I. Persson. XPS spectra curve fittings of Ti₃C₂Tx based on first principles thinking, *Appl. Surf. Sci.* 593 (2022) 153442. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2022.153442>.
- [61]. S. Krishnan, S. Marimuthu, M.K. Singh, et al. Two-dimensional Ti₃C₂Tx MXene nanosheets for CO₂ electroreduction in aqueous electrolytes, *Energy Adv.* 2 (2023) 1166–1175. <https://doi.org/10.1039/d3ya00117b>.
- [62]. S. Adomaviciute-Grabusove, A. Popov, S. Ramanavicius, et al. Monitoring Ti₃C₂Tx MXene degradation pathways using Raman spectroscopy, *ACS Nano* 18 (2024) 13184–13195. <https://doi.org/10.1021/acsnano.4c02150>.
- [63]. T. Malina, B. Hamawandi, M.S. Toprak, et al. Tuning the transformation and cellular signaling of 2D titanium carbide MXenes using a natural antioxidant, *Matter* 7 (2024) 191–215. <https://doi.org/10.1016/j.matt.2023.10.026>.
- [64]. M. Jussambayev, K. Shakenov, S. Sultakhan, et al. MXenes for sustainable energy: a comprehensive review on conservation and storage applications, *Carbon Trends* 19 (2025) 100471. <https://doi.org/10.1016/j.cartre.2025.100471>.
- [65]. Y. Li, H. Shao, Z. Lin, et al. A general Lewis acidic etching route for preparing MXenes with enhanced electrochemical performance in non-aqueous electrolyte, *Nat. Mater.* 19 (2020) 894–899. <https://doi.org/10.1038/s41563-020-0657-0>.
- [66]. Z. Zhang, X. Zeng, C. Jin, et al. Molten salt-modified Mo-MXene coupled with CoFe-LDH heterostructure for stable oxygen evolution reaction, *Mater. Today Energy* 49 (2025) 101835. <https://doi.org/10.1016/j.mtener.2025.101835>.
- [67]. M. Ghidui, M. Naguib, C. Shi, et al. Synthesis and characterization of two-dimensional Nb₄C₃ (MXene), *Chem. Commun.* 50 (2014) 9517–9520. <https://doi.org/10.1039/c4cc03366c>.
- [68]. R. Bhardwaj, A. Hazra. MXene-based gas sensors, *J. Mater. Chem. C* 9 (2021) 15735–15754. <https://doi.org/10.1039/d1tc04085e>.
- [69]. M. Han, C.E. Shuck, R. Rakhmanov, et al. Beyond Ti₃C₂Tx: MXenes for electromagnetic interference shielding, *ACS Nano* 14 (2020) 5008–5016. <https://doi.org/10.1021/acsnano.0c01312>.
- [70]. H. Zhang, Z. Wang, Y. Shen, et al. Ultrathin 2D Ti₃C₂Tx MXene membrane for effective separation of oil-in-water emulsions in acidic, alkaline, and salty environment, *J. Colloid Interface Sci.* 561 (2020) 861–869. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2019.11.069>.
- [71]. L.Y. Xiu, Z.Y. Wang, J.S. Qiu. General synthesis of MXene by green etching chemistry of fluoride-free Lewis acidic melts, *Rare Met.* 39 (2020) 1237–1238. <https://doi.org/10.1007/s12598-020-01488-0>.
- [72]. M. Li, J. Lu, K. Luo, et al. Element replacement approach by reaction with Lewis acidic molten salts to synthesize nanolaminated MAX phases and MXenes, *J. Am. Chem. Soc.* 141 (2019) 4730–4737. <https://doi.org/10.1021/jacs.9b00574>.
- [73]. W. Huang, J. Wang, W. Lai, et al. MXene surface architectonics: bridging molecular design to multifunctional applications, *Molecules* 30 (2025) 1929. <https://doi.org/10.3390/molecules30091929>.
- [74]. Z. Bao, C. Lu, X. Cao, et al. Role of MXene surface terminations in electrochemical energy storage: a review, *Chin. Chem. Lett.* 32 (2021) 2648–2658. <https://doi.org/10.1016/j.ccllet.2021.02.012>.
- [75]. M.Z. Abid, K. Rafiq, A. Aslam, et al. Scope, evaluation and current perspectives of MXene synthesis strategies for state of the art applications, *J. Mater. Chem. A* 12 (2024) 7351–7395. <https://doi.org/10.1039/d3ta06548k>.
- [76]. M.J. Clark, A.E. Oakley, N. Zhelev, et al. MXene synthesis in a semi-continuous 3D-printed PVDF flow reactor, *Nanoscale Adv.* 7 (2025) 2166–2170. <https://doi.org/10.1039/d4na00991f>.

Авторлар туралы мәліметтер

М. Әліпұлы – “Материалтану, нанотехнология және инженерлік физика” кафедрасының докторанты; Satbayev University, Алматы, Қазақстан
E-mail: mukhtaralipuly@gmail.com
ORCID: 0000-0002-6265-6238

К.С. Бексейтова – PhD, ғылыми қызметкер, Satbayev University, Алматы, Қазақстан
E-mail: kalampyr.bexeitovas@gmail.com
ORCID: 0000-0002-5510-7660

Қ. Асқарұлы – PhD, қауымдастырылған профессор, “Жалпы физика” кафедрасы, Satbayev University, Алматы, Қазақстан
E-mail: k.askaruly@satbayev.university
ORCID: 0000-0002-8998-0409

А.Ж. Байменов – PhD, қауымдастырылған профессор, физика-техникалық институтының аға ғылыми қызметкері, Satbayev University, Алматы, Қазақстан
E-mail: a.baimenov@sci.kz
ORCID: 0000-0002-6509-2087

К. Тоштай – PhD, Физикалық химия, катализ және мұнай химиясы кафедрасының доценті; Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан
E-mail: kainaubek.toshtay@gmail.com
ORCID: 0000-0003-1182-7460

С. Азат – PhD, Профессор, Инженерлі бейімді зертхана жетекшісі, Satbayev University, Алматы, Қазақстан
E-mail: s.azat@satbayev.university
ORCID: 0000-0002-9705-7438

Synthesis Methods of MXenes from MAX Phases: A Comparative Review of Etching Methods and Their Implications

M. Alipuly^{1*}, K. Bexeitova¹, K. Askaruly¹, A. Baimenov¹, K. Toshtay^{1,2}, S. Azat¹

¹Satbayev University, Satpayev st., 22, Almaty, Kazakhstan

²Al-Farabi Kazakh National University, AL-Farabi ave., 71, Almaty, Kazakhstan

ABSTRACT

MXenes are a class of two-dimensional (2D) materials composed of transition metal carbides, nitrides, and carbonitrides. Due to their high electrical conductivity, hydrophilicity, and tunable surface chemistry, they have gained significant attention. These materials are typically synthesized from layered ternary precursors known as MAX phases, with the general formula $M_{n+1}AX_n$, where M is an early transition metal, A is a group 13 or 14 element, and X is carbon and/or nitrogen. The transformation from MAX to MXene occurs via selective etching of the A-layer. Choosing an appropriate synthesis and etching strategy plays a critical role in determining the structural and functional properties of the resulting MXene.

This review provides a comprehensive analysis of recent advances in the synthesis of MAX phases and the production of MXene materials. Particular focus is placed on etching methods – such as hydrofluoric acid (HF), *in situ* HF (LiF + HCl), molten salts, and electrochemical techniques – and their effects on MXene morphology, surface terminations, and functional properties. Comparative analysis reveals that each method has distinct advantages and limitations in terms of safety, scalability, and product quality.

The review also highlights current challenges, including the need for fluorine-free and environmentally safe etching processes and the importance of controlling surface terminations. Finally, future directions are proposed for adapting MXene synthesis routes for use in next-generation energy storage systems, catalysis, environmental remediation, and electronics.

Keywords: MXene, MAX phase, etching methods, fluorine-free synthesis, energy storage devices, catalysis.

Способы синтеза MXenes из МАХ-фаз: сравнительный обзор методов травления и их применения

М. Әліпұлы^{1*}, К.С. Бексейтова¹, Қ. Асқарұлы¹, А.Ж. Байменов¹, К. Тоштай^{1,2}, С. Азат¹

¹Satbayev University, ұл. Сатпаева, 22, Алматы, Қазақстан

²Қазақстан Республикасының Ұлттық Ақпараттық Университеті, пр. Аль-Фараби, 71, Алматы, Қазақстан

АННОТАЦИЯ

MXene – это класс двумерных (2D) материалов, представляющих собой карбиды, нитриды и карбонитриды переходных металлов. Благодаря высокой электрической проводимости, гидрофильности и возможности тонкой настройки поверхностного химического состава эти материалы привлекают широкое внимание. Обычно MXene получают из слоистых тройных прекурсоров, известных как МАХ-фазы, с общей формулой $M_{n+1}AX_n$, где: М – ранний переходный металл; А – элемент 13-й или 14-й группы; X – углерод и/или азот. Переход от МАХ к MXene осуществляется посредством селективного удаления А-слоя. Выбор целесообразной стратегии синтеза и травления играет ключевую роль в определении структуры и функциональных свойств получаемого материала.

В данном обзоре представлен всесторонний анализ последних достижений в области синтеза МАХ-фаз и производства MXene-материалов. Особое внимание уделено методам травления – таким как обработка фтористоводородной кислотой (HF), *in situ* HF (LiF + HCl), плавленными солями и электрохимическим подходам – и их влиянию на морфологию, поверхностные функциональные группы и свойства MXene. В результате сравнительного анализа выявлены преимущества и ограничения каждого метода с точки зрения безопасности, масштабируемости и качества конечного продукта.

В обзоре также обозначены актуальные проблемы, включая необходимость разработки фторсвободных и экологически безопасных методов травления, а также важность управления поверхностными окончаниями. В заключение даны рекомендации по направлению будущих исследований с целью адаптации методов синтеза MXene для применения в системах хранения энергии нового поколения, катализе, очистке окружающей среды и электронике.

Ключевые слова: MXene, МАХ-фаза, методы травления, безфтористый синтез, устройства накопления энергии, катализ.