

Оригинальная статья / Original article

УДК 661.666:541.183

<https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-3-108-123>

Структурно-морфологическая трансформация пиролизного углерода в процессе активации

И.В. Локтионова¹✉, П.В. Абакумов², Л.В. Тарасов¹, А.Е. Кузько¹,
А.И. Колпаков¹

¹ Юго-Западный государственный университет
ул. 50 лет Октября, д. 94, г. Курск 305040, Российская Федерация

² Курский государственный медицинский университет
ул. К. Маркса, д. 3, г. Курск 305041, Российская Федерация

✉ e-mail: ms.chuhaeva@mail.ru

Резюме

Цель. Комплексное изучение влияния процесса активации на морфологические, структурные и элементные характеристики технического углерода для создания функциональных углеродсодержащих материалов с заданными свойствами.

Методы. Морфология поверхности и дисперсность исследованы методом сканирующей электронной микроскопии (JEOL 6610LV, детектор вторичных электронов, 20 кВ, увеличение до $\times 100\,000$). Локальный элементный состав определялся энергодисперсионным анализатором (Oxford Instruments) с картированием элементов. Конфокальная лазерная микроскопия (OmeGaScope AIST-NT, разрешение до 300 нм) применялась для анализа формы, размеров и агрегации частиц. Кристаллохимический анализ проводился методом рентгенофазового анализа (EMMA, СиКа, $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$, диапазон $2\theta = 10 - 80^\circ$). Структурные дефекты и функциональные группы идентифицировались методом спектроскопии комбинационного рассеяния света (лазер $\lambda = 532 \text{ nm}$, спектральное разрешение 3 см $^{-1}$).

Результаты. Установлено, что процесс активации приводит к значительной трансформации структуры технического углерода. Наблюдается уменьшение среднего размера частиц с $\sim 3 \text{ мкм}$ для пиролизного углерода до $\sim 2 \text{ мкм}$ для активированной формы, сопровождающееся снижением коэффициента полидисперсности с 1,2 до 0,3, что свидетельствует о сужении распределения частиц по размерам. Процесс активации обеспечивает равномерное внедрение кремния в углеродную матрицу с достижением концентрации до 3,2 ат.%, способствуя формированию гомогенной нанокомпозитной структуры углерод – кремнезем. Одновременно происходит структурное упорядочение углеродного компонента с достижением параметров, характерных для графита с межслоевым расстоянием $d_{002} = 0,3354 \text{ nm}$.

Заключение. Активация технического углерода позволяет целенаправленно формировать упорядоченные углерод-кремнеземные нанокомпозиты с развитой поверхностью и контролируемой дефектностью, перспективные для применения в сорбционных процессах и катализе.

Ключевые слова: технический углерод; активация; пиролизный углерод; морфология; рентгенофазовый анализ; Рaman-спектроскопия.

Благодарность: Авторы выражают благодарность директору ООО «Ультрамол» П.В. Гречкину за предоставление образцов для проведения исследований.

Конфликт интересов: Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Для цитирования: Структурно-морфологическая трансформация пиролизного углерода в процессе активации / И.В. Локтионова, П.В. Абакумов, Л.В. Тарасов, А.Е. Кузько, А.И. Колпаков // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2025. Т. 15, № 3. С. 108–123. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-3-108-123>.

Поступила в редакцию 24.08.2025

Подписана в печать 02.09.2025

Опубликована 30.09.2025

Structural and morphological transformation of pyrolysis Carbon during activation

Inna V. Loktionova^{1✉}, Pavel V. Abakumov², Lev V. Tarasov¹,
Andrey E. Kuzko¹, Artem I. Kolpakov¹

¹ Southwest State University
50 Let Oktyabrya Str. 94, Kursk 305040, Russian Federation

² Kursk State Medical University
3 K. Marx Str., Kursk 305041, Russian Federation

✉ e-mail: ms.chuhayeva@mail.ru

Abstract

Purpose. Comprehensive study of the effect of the activation process on the morphological, structural, and elemental characteristics of technical Carbon in order to create functional carbon-containing materials with specified properties.

Methods. Surface morphology and dispersity were investigated by scanning electron microscopy (JEOL 6610LV, secondary electron detector, 20 kV, magnification up to $\times 100,000$). Local elemental composition was determined by energy-dispersive X-ray analysis (Oxford Instruments) with element mapping. Confocal laser microscopy (OmegaScope AIST-NT, resolution up to 300 nm) was used to analyze particle shape, size, and aggregation. Crystalllochemical analysis was carried out by the method of rethgenophase analysis of X-ray diffraction (EMMA, CuKa, $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$, 2θ range = 10 – 80°). Structural defects and functional groups were identified by the method of Raman scattering spectroscopy (laser $\lambda = 532 \text{ nm}$, spectral resolution 3 cm^{-1}).

Results. It has been established that the activation process leads to a significant transformation of the technical Carbon structure. There is a decrease in the average particle size from $\sim 3 \mu\text{m}$ for pyrolytic Carbon to $\sim 2 \mu\text{m}$ for the activated form, accompanied by a decrease in the polydispersity coefficient from 1.2 to 0.3, which indicates a narrowing of the particle size distribution. The activation process ensures the uniform incorporation of silicon into the Carbon matrix, reaching a concentration of up to 3.2 at.%, resulting in the formation of a homogeneous Carbon-silica nanocomposite structure. At the same time, the Carbon component is structurally ordered, reaching the parameters characteristic of graphite with $d_{002} = 0.3354 \text{ nm}$.

Conclusion. Activation of technical carbon allows for the purposeful formation of ordered Carbon-silica nanocomposites with a developed surface and controlled defectiveness, which are promising for use in sorption processes and catalysis.

Keywords: technical Carbon; activation; pyrolyzed Carbon; morphology; X-ray phase analysis; Raman spectroscopy.

Acknowledgement: The authors express their gratitude to the director of Ultramol LLC, Grechkin P.V., for providing samples for research.

Conflict of interest: The Authors declare no apparent or potential conflicts of interest related to the publication of this article.

For citation: Loktionova I.V., Abakumov P.V., Tarasov L.V., Kuzko A.E., Kolpakov A.I. Structural and morphological transformation of pyrolysis Carbon during activation. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies.* 2025;15(3):108–123. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-3-108-123>.

Received 24.08.2025

Accepted 02.09.2025

Published 30.09.2025

Введение

Современные тенденции в материаловедении и химической технологии неразрывно связаны с разработкой и применением новых многофункциональных материалов, обладающих заданным комплексом свойств [1]. Одним из наиболее перспективных направлений в этой области является создание и модификация материалов с использованием углеродныхnanoструктур и функциональных углеродсодержащих добавок (ФУД) [2]. Особый интерес представляют материалы на основе пиролизного углерода (ПУ), а также традиционные, но непрерывно совершенствуемые материалы, такие как технический углерод (ТУ) [3]. Технический углерод представляет собой высокодисперсный углеродный материал, получаемый путем неполного сгорания или термического разложения углеводородов [4]. Благодаря уникальному сочетанию физикохимических свойств [5], в частности, высокой удельной поверхности, электропроводности, адсорбционной способности, ТУ находит широкое применение в резинотехнической, лакокрасочной, полимерной промышленности [6], а также в производстве аккумуляторов и электронных устройств [7]. Однако для различных технологических применений требуются материалы с определенными характеристиками, что обуславливает необходимость детального изучения морфологии и структуры ТУ. Классический ТУ состоит из первичных сферических частиц размером 10–100 нм, агрегирующих в сложные разветвленные структуры (агрегаты), которые, в свою очередь, формируют более крупные агломераты [8]. Именно эта иерархическая структура определяет его упрочняющие и проводящие свойства в композитах.

В последние годы особое внимание исследователей привлекают модифицированные формы технического углерода, в

частности активированные сорта, обладающие повышенной удельной поверхностью и улучшенными адсорбционными свойствами [9]. Процесс активации, обычно проводимый паром или диоксидом углерода при высоких температурах, приводит к существенным изменениям морфологии частиц, их размерного распределения и внутренней структуры, что требует комплексного подхода к их характеристике. Активация создает развитую микропористость, значительно увеличивая удельную поверхность с типичных 50–150 м²/г до 1000–1500 м²/г и более [10]. Это открывает новые области применения ТУ, выходящие далеко за рамки упрочняющей добавки, в сферу высокоэффективной сорбции, катализа и электрохимии. Так, исследования в [11] продемонстрировали, что активированный технический углерод, полученный из отходов пиролиза шин, проявляет исключительную емкость по отношению к ионам тяжелых металлов (Pb^{2+} , Cd^{2+}) в водных растворах, что делает его перспективным сорбентом для очистки сточных вод. Параллельно с развитием технологий модификации ТУ все более значимую роль играют материалы на основе пиролизного углерода, синтезируемого методом CVD [12]. Данная технология позволяет получать углеродные покрытия и матрицы с уникальным сочетанием физико-химических характеристик, таких как высокая термостабильность, химическая инертность, регулируемая электропроводность и исключительная адгезия к широкому спектру подложек и наполнителей.

Актуальность создания ФУД на основе пиролизного углерода и модифицированного технического углерода обусловлена их ключевой ролью в высокотехнологичных отраслях. В композитах ПУ служит интерфасциальным слоем на волокнах, предотвращая химическое взаимодействие с матрицей и повышая прочность за счет отклонения трещин [13].

Нанокомпозиты полимер – ТУ демонстрируют скачкообразное улучшение электропроводности и прочности при достижении перколяционного порога [14]. В электрохимии ПУ используется как проводящая механически стабильная оболочка для анодных материалов в литий-ионных аккумуляторах [15]. Активированный ТУ, благодаря развитой поверхности и низкой стоимости, применяется как проводящая добавка в электродах суперконденсаторов и батарей, где оптимальное соотношение пор обеспечивает высокую емкость [16].

Ключевой особенностью и одновременно главной научно-технической задачей является возможность точного управления структурой и, как следствие, свойствами как пиролизного углерода, так и технического углерода. Морфология и микроструктура осаждаемого ПУ (изотропная, анизотропная, ламинарная, сферулитная, глассированная) критически зависят от большого числа параметров CVD-процесса: природы и концентрации углеродсодержащего прекурсора (метан, пропан, ацетилен, толуол и др.), температуры осаждения, давления в реакторе, времени процесса и геометрии газовых потоков [17]. Например, низкие температуры (800–1100 °C) и высокие парциальные давления углеводородов часто приводят к образованию так называемого «сажеподобного» изотропного углерода, по структуре имеющего сходство с ТУ, в то время как более высокие температуры и низкие давления благоприятствуют формированию высокоориентированного слоистого (ламинированного) углерода с выраженной анизотропией свойств [18]. Аналогично свойства ТУ кардинально меняются в зависимости от метода производства (печной, термический, ламповый) и последующей модификации.

В работе проведен комплексный анализ качественного состава двух типов углеродных материалов: пиролизного технического углерода и печного технического

углерода, модифицированного путем активации добавками.

Материалы и методы

В данной работе исследовались два типа технического углерода: пиролизный (неактивированный) ПТУ и печной (активированный) – АПТУ. Пиролизный ТУ был получен термическим разложением природного газа при температурах 1000–1300 °C в инертной атмосфере, тогда как печной ТУ подвергался дополнительной паровой активации при 800–900 °C в присутствии кремнеземного катализатора для целенаправленного формирования пористой структуры и модификации поверхностных свойств.

Для всесторонней морфологической и структурно-химической характеристики образцов был применен комплекс современных аналитических методов. Детальное изучение морфологии поверхности и дисперсности осуществляли с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе JEOL 6610LV с детектором вторичных электронов при ускоряющем напряжении 20 кВ и увеличении до ×100 000. Локальный элементный состав и распределение гетероатомов исследовали методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) с картрированием элементов. Анализ формы, размеров и агрегации частиц проводили методом конфокальной лазерной микроскопии на приборе OmegaScope AIST-NT с разрешением до 300 нм. Кристаллохимический анализ и оценку степени структурной упорядоченности углеродной матрицы проводили методом рентгенофазового анализа на дифрактометре EMMA в СуКα-излучении ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) в диапазоне углов 2θ от 10 до 80°. Для идентификации функциональных групп на поверхности и анализа дефектности структуры использовали рамановскую спектроскопию на конфокальном

микроспектрометре с лазерным возбуждением 532 нм и спектральным разрешением 3 см⁻¹, что позволило надежно идентифицировать D- и G-полосы и рассчитать параметры структуры материалов.

Результаты и их обсуждение

Анализ морфологии порошков, проведенный методом сканирующей электронной микроскопии, выявил существенные различия в структуре исследованных образцов технического углерода.

На представленных микрофотографиях (рис. 1) визуализированы характерные особенности формы частиц, их размеров и способа агрегации. ПТУ содержит высокодисперсные сферические частицы, объединенные в разветвленные пластинчатые агрегаты, что свидетельствует о слоистом механизме роста углерода в процессе пиролиза [19]. Средний размер первичных частиц составляет ~3 мкм, которые, в свою очередь, формируют крупные агрегаты размером до 50 мкм (рис. 1, а).

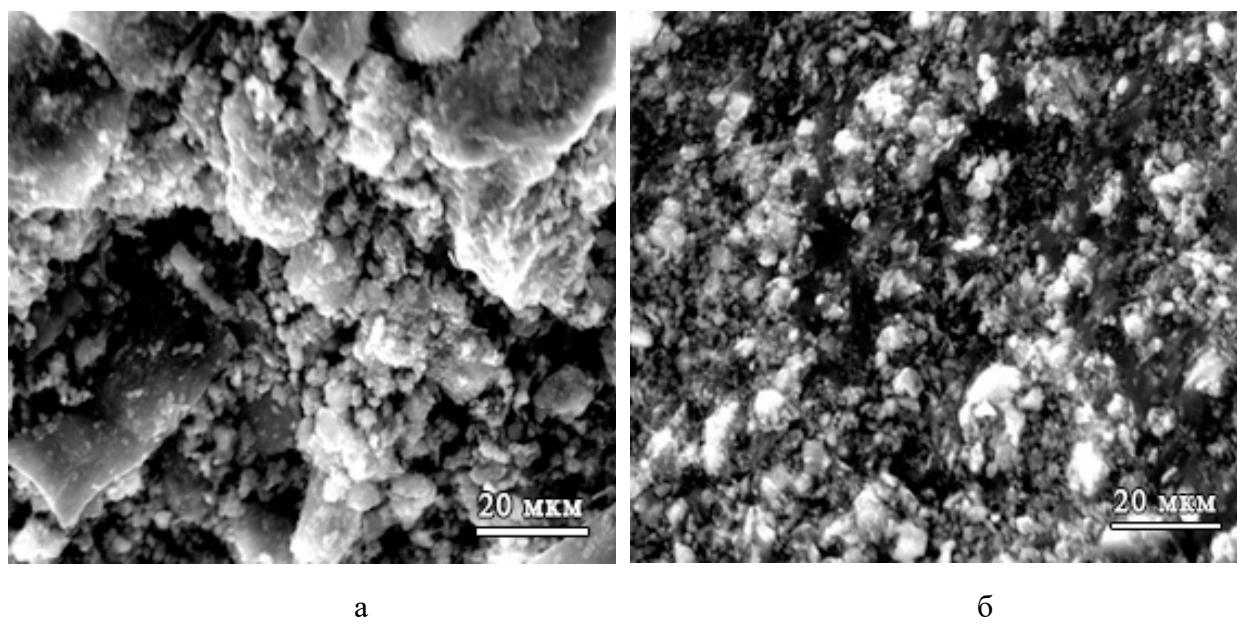


Рис. 1. СЭМ-изображения поверхности порошка технического углерода: а – ПТУ; б – АПТУ

Fig. 1. SEM images of the surface of technical carbon powder: a – PTC; б – AFTC

Активация печного углерода способствовала образованию мелкодисперсного материала, состоящего из сферических частиц со средним размером около 2 мкм, с тенденцией к плотной упаковке. Наблюдается незначительная агломерация частиц с формированием вторичных структур размером до 10 мкм (рис. 1, б).

Анализ данных энергодисперсионной спектроскопии (рис. 2 и 3) выявил значимые различия в элементном составе ПТУ и АПТУ. В частности, было обнаружено

значительное увеличение содержания кремния в активированном образце. Данный факт может быть объяснен технологическими особенностями процесса активации, в ходе которого использовался кремнеземный активатор. Вероятно, остаточные количества соединений кремния адсорбировались на поверхности частиц углерода в ходе обработки, что и было зафиксировано при последующем ЭДС-анализе.

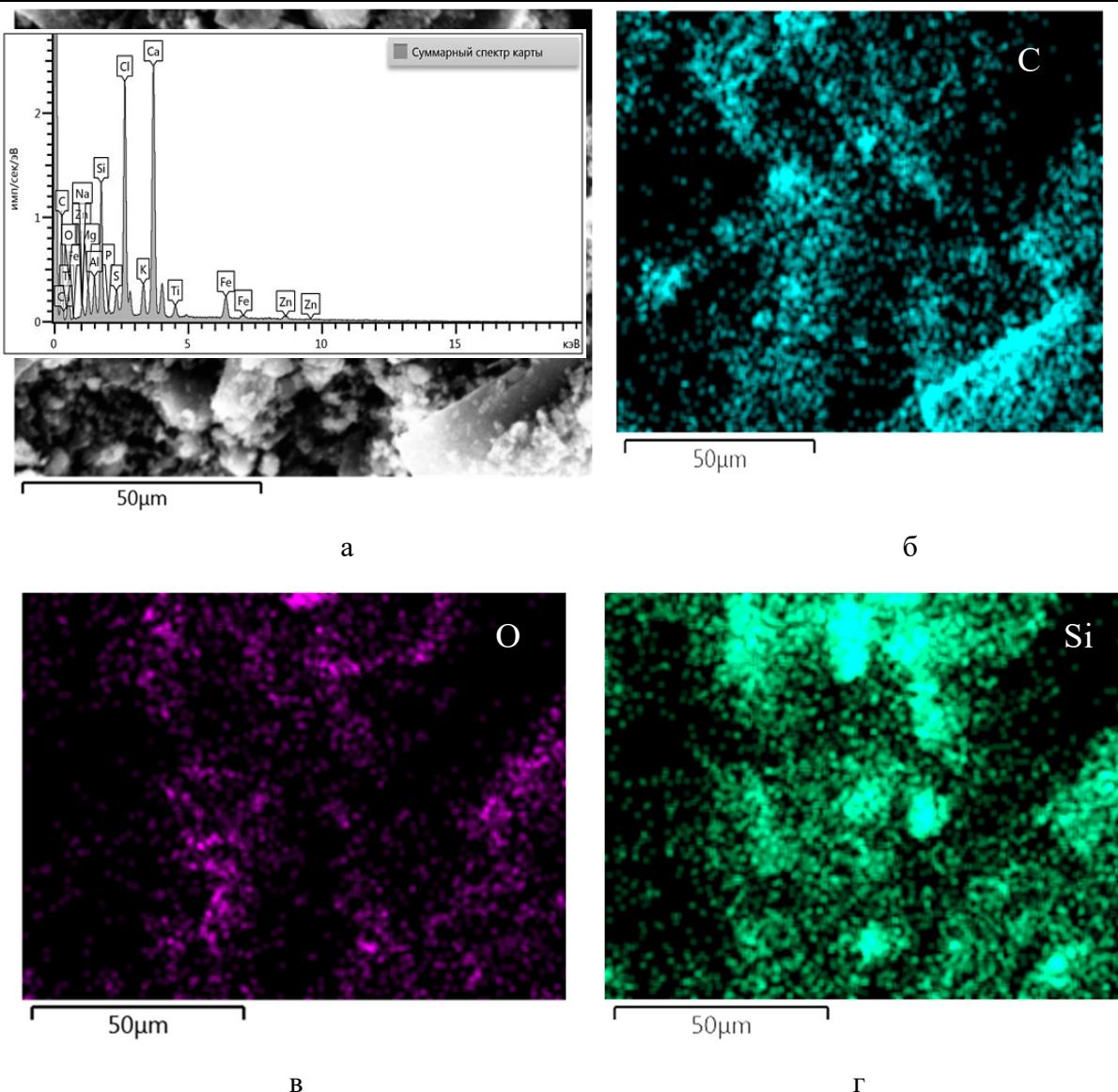


Рис. 2. СЭМ-изображения пиролизного технического углерода (а) и ЭДС-картирование порошка: элемент углерод (С) (б); элемент кислород (О) (в); элемент кремний (Si) (г)

Fig. 2. SEM images of pyrolyzed carbon black (a) and EDX mapping of the powder: carbon (C) element (b); oxygen (O) element (v); silicon (Si) element (g)

Состоит ПТУ преимущественно из углерода (98,7 ат.%) (рис. 2, б) с незначительными примесями кислорода (рис. 2, в) и серы. При этом спектры также демонстрируют заметное присутствие хлора и кальция: наличие хлора указывает на использование хлорсодержащих прекурсоров, а кальция – либо на биогенное происхождение исходного сырья (например, костный уголь), либо на введение карбоната кальция (CaCO_3) в качестве мине-

рального наполнителя для модификации свойств конечного продукта.

В АПТУ содержание углерода снижается до 89,5 ат. % (рис. 3, б), тогда как концентрация кислорода возрастает до 7,3 ат. % (рис. 3, в), а также сильнее проявляется кремний (3,2 ат. %) (рис. 3, г). Картирование элементов показало равномерное распределение кремния по поверхности частиц, что объясняется использованием силиката натрия в процессе активации.

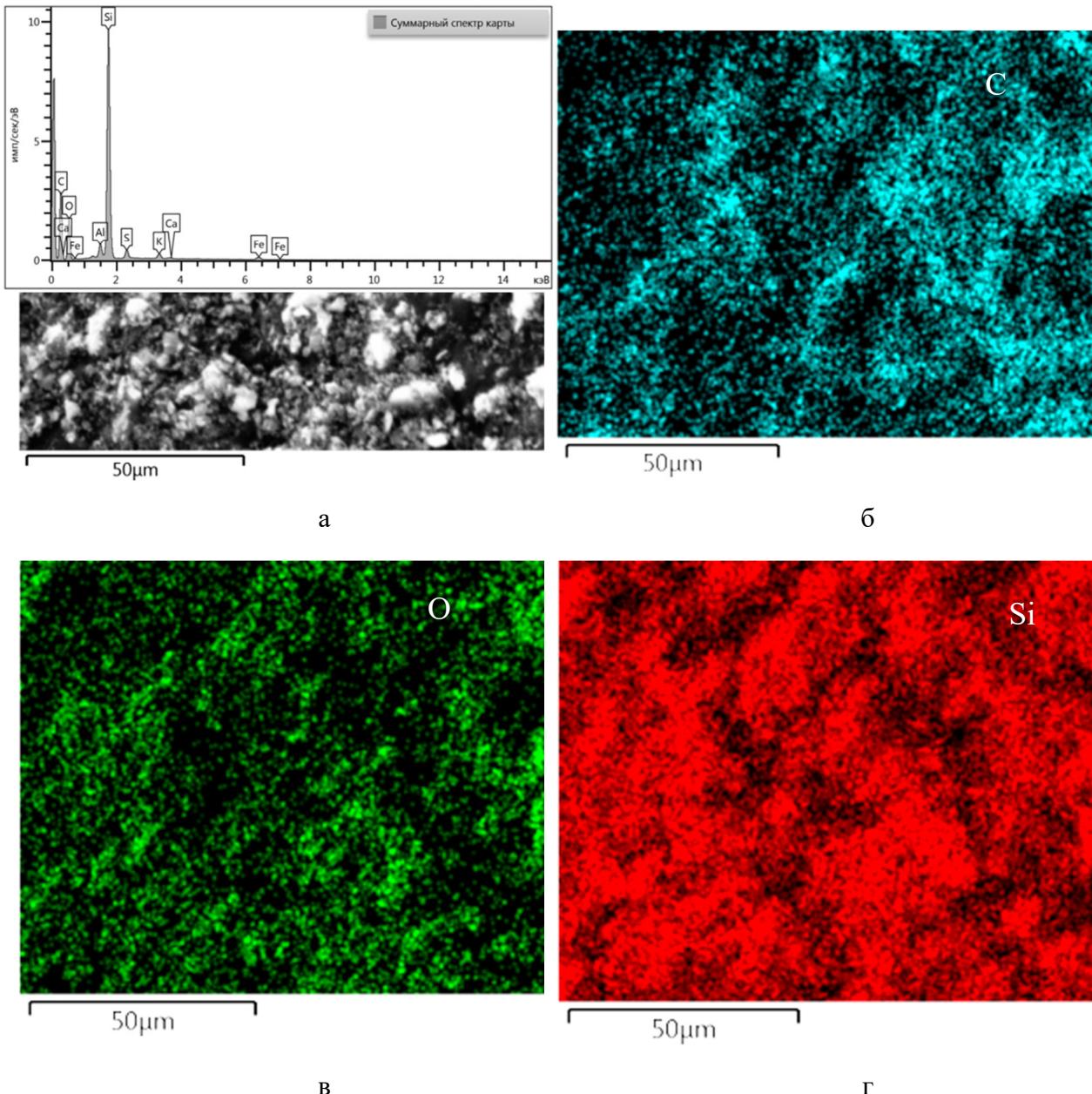


Рис. 3. СЭМ-изображения печного технического углерода (а) и ЭДС-картирование порошка: элемент углерод (С) (б); элемент кислород (О) (в); элемент кремний (Si) (г)

Fig. 3. SEM images of furnace carbon black (a) and EDX mapping of the powder: carbon (C) element (b); oxygen (O) element (v); silicon (Si) element (g)

На конфокальной микрофотографии активированного технического углерода (рис. 4) наблюдаются частицы с выраженным полиморфизмом форм. В структуре материала доминируют два основных морфотипа: частицы овальной формы,

приближающиеся к сферической геометрии (рис. 4, а) со средним размером $(4,1 \pm 1,7)$ мкм, и агрегаты неправильной полиэдрической формы с ярко выраженным острыми углами и рёбрами (рис. 4, б).

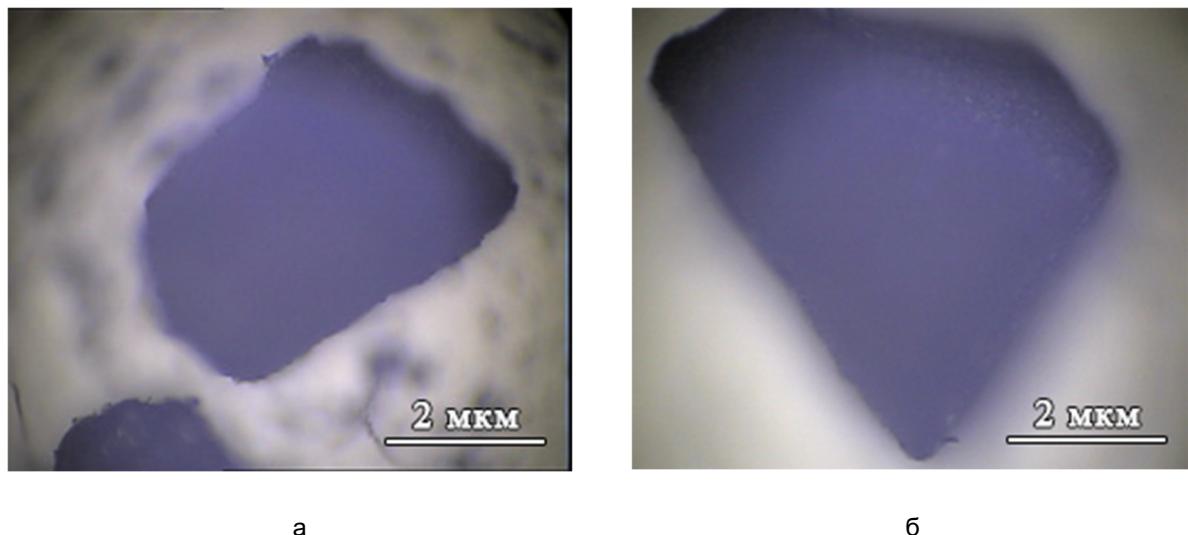


Рис. 4. Изображения с конфокального микроскопа частиц АПТУ с формами: а – овальной; б – неправильной

Fig. 4. Images from a confocal microscope of AFTC particles in the following shapes: a – oval; б – irregular

Коэффициент полидисперсности, рассчитанный как отношение среднеквадратичного отклонения размера частиц (σ) к среднему диаметру частиц (d): $PDI = (\sigma / d)^2$, составил 1,2 для ПТУ, что соответствует высокой неоднородности системы и $PDI = 0,3$ для АПТУ с умеренной полидисперсностью. Полученные данные свидетельствуют, что процесс активации приводит к значительному сужению распределения частиц по размерам, что связано с механическим дроблением исходных гранул и селективным выжиганием аморфных областей, сопровождающимся образованием агрегатов сложной морфологии с развитой поверхностью.

Рентгенофазовый анализ образца ПТУ (рис. 5) показал, что основной дифракционный максимум наблюдается при $2\theta = 29,3^\circ$, что указывает на присутствие более плотно упакованных или частично упорядоченных слоёв углерода, отличающихся от типичного графитоподобного (002)-рефлекса, расположенного около

$26,6^\circ$ [20]. Такая позиция пика может отражать как изменение межслоевого расстояния в упорядоченных структурах, так и указывать на влияние остаточных минеральных включений, обнаруженных в ЭДС-анализе. Однако низкая интенсивность и уширение данного пика указывают на слабо выраженную кристалличность материала и преобладание аморфной фазы.

Рентгенофазовый анализ АПТУ выявил его смешанный структурный состав (рис. 6). Доминирующей фазой остается графитоподобный углерод, о чём свидетельствует высокоинтенсивный рефлекс (002) при $2\theta \approx 26,2^\circ$. Параллельно зафиксирован комплекс рефлексов, соответствующих кристаллическим фазам диоксида кремния (SiO_2), идентифицированных как кварц и/или кристобалит. Присутствие кремнезема является прямым следствием технологического процесса активации с использованием кремнийсодержащего активатора.

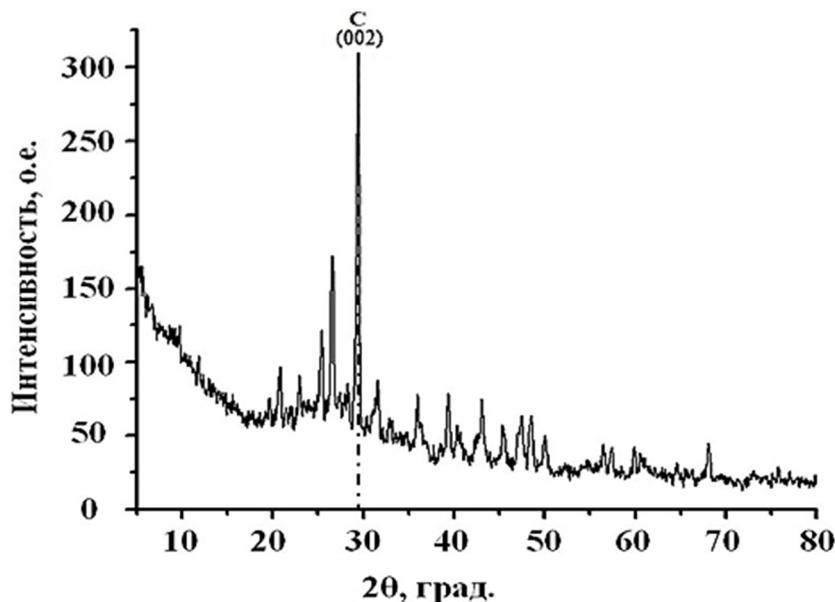


Рис. 5. Рентгеновская дифрактограмма порошка ПТУ

Fig. 5. X-ray diffraction pattern of PTC powder

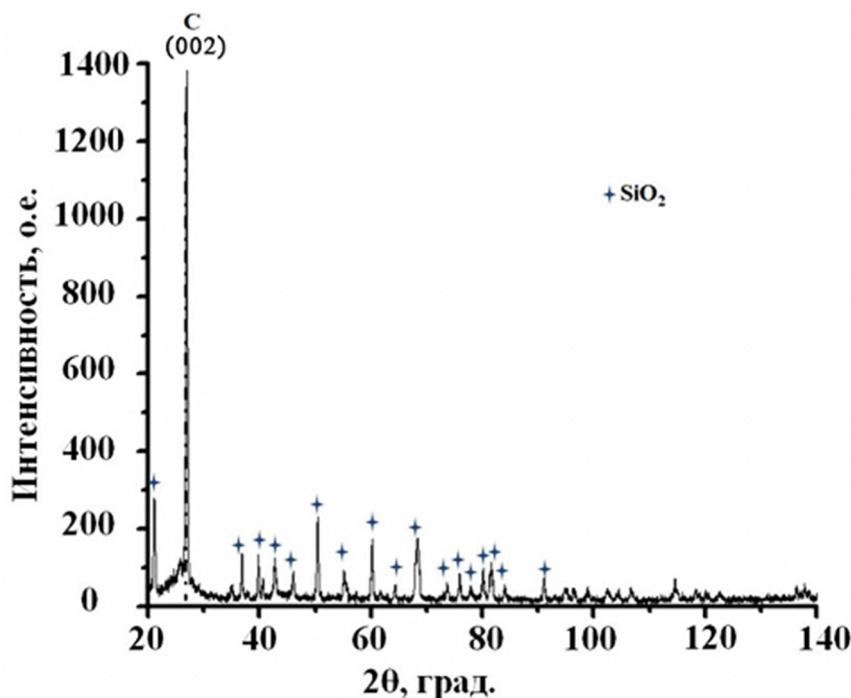


Рис. 6. Рентгеновская дифрактограмма порошка АПТУ

Fig. 6. X-ray diffraction pattern of AFTC powder

Сравнительный анализ дифрактограмм свидетельствует, что процесс активации привел к двум ключевым изменениям: значительному увеличению содержания кристаллического SiO_2 и усилению интенсивности углеродного пика (002),

что указывает на упорядочение углеродной матрицы. Полученные данные полностью коррелируют с результатами энергодисперсионной спектроскопии, подтвердившими повышенное содержание кремния и кислорода в образце АПТУ.

Степень графитизации (g), характеризующая структурное совершенство углеродного материала относительно идеального кристалла графита, рассчитывалась для АПТУ по формуле

$$g = \frac{(0,3440 - d_{002})}{(0,3440 - 0,3354)} \cdot 100\%,$$

где 0,3440 нм – значение межслоевого расстояния d_{002} для полностью неупорядоченного углерода; 0,3354 нм – значение d_{002} для идеального графита. Межслоевое расстояние d_{002} определялось из положения дифракционного пика (002) с использованием уравнения Брэгга – Вульфа

$$d_{002} = \lambda / 2 \sin \theta,$$

где λ – длина волны рентгеновского излучения (1,5406 Å для Cu-К α); θ – положение пика (002), рад.

Активированный технический углерод показывает степень графитизации $g_{\text{АПТУ}} = 52\%$, что свидетельствует о структурном упорядочении после активации.

Детальный расчет и анализ параметров кристаллической решетки выявил наличие трех структурных модификаций, относящихся к гексагональной (пространственные группы Р6/mmm и Р6₃/mmc) и ромбоэдрической (Rm3m) сингониям.

Структура Р6/mmm демонстрирует параметры решетки $a = b = 2,46$ Å, $c = 8,52$ Å с отношением $c/a \approx 3,46$, что характерно для слоистых графитоподобных материалов с межслоевым расстоянием $\sim 3,4$ Å. Структура Р6₃/mmc ($a = b = 2,46$ Å; $c = 12,05$ Å) показывает увеличение параметра c на 41,4% ($c/a \approx 4,90$), что может свидетельствовать о введении дополнительных атомных слоев, наличии интеркалированных молекул или изменении типа упаковки с АВАВ на АВСАВС.

Наиболее аномальные параметры характерны для структуры Rm3m ($a = b = 2,65$ Å; $c = 24,5$ Å, $c/a \approx 9,25$), где наблюдается увеличение параметра c в

2,03 раза по сравнению с Р6₃/mmc. Такое значительное увеличение периода вдоль оси c , сопровождающееся изменением базисного параметра a , указывает на возможное образование суперструктур или длиннопериодических политипов.

В ходе рентгеноструктурного анализа проведена количественная оценка текстуры материала посредством расчета коэффициентов текстурирования (T) для основных кристаллографических ориентаций. Коэффициент текстурирования определялся как отношение интенсивности дифракционного максимума, соответствующего определенным индексам Миллера (hkl), к суммарной интенсивности всех наблюдавшихся дифракционных рефлексов:

$$T(hkl) = I(hkl) / \sum I_i(hkl),$$

где $I(hkl)$ – интенсивность пика от плоскости (hkl); $\sum I_i(hkl)$ – интегральная интенсивность всех зарегистрированных дифракционных максимумов.

Для исходного порошка ПТУ, содержащего фазы с пространственными группами Р6₃/mmc, Р6/mmm и Rm3m, распределение коэффициентов текстурирования оказалось неоднородным. Наиболее высокий вклад внесла графитоподобная фаза Р6₃/mmc, для неё значение коэффициента составило $T = 521/1001 \approx 0,52$, что свидетельствует о ярко выраженной ориентационной анизотропии и предпочтительном расположении слоёв углерода. Это указывает на наличие протяжённых доменов с частично упорядоченной слоистой структурой, близкой к графитовой. Фаза Р6/mmm имела $T = 192/100 \approx 0,19$, что отражает низкую степень предпочтительной ориентации и близкое к изотропному распределение структурных фрагментов. Промежуточное значение $T = 288/1001 \approx 0,28$, полученное для фазы Rm3m, связано с появлением умеренно выраженной текстурированности. Таким образом, для ПТУ наблюдается сочетание

ориентированных графитоподобных областей и более изотропных аморфных составляющих, что придаёт структуре материала полиморфный характер.

После паровой активации (АПТУ) распределение текстурных характеристик существенно изменилось. Коэффициент текстурированности составил $T = 385/1359 \approx 0,28$, что указывает на разрушение крупных ориентированных доменов и частичное сохранение лишь ближнего порядка. Для аморфной фазы Р6/mmm, проявляющейся при высоких углах, коэффициент увеличился до $T = 338/1359 \approx 0,24$, что подтверждает усиление изотропного характера распределения кристаллитов и развитие дефектной структуры. Наибольшую текстурированность в АПТУ показала фаза Rm3m,

$T = 636/1359 \approx 0,46$. Это указывает на образование локальныхnanoструктурированных доменов с выраженной ориентационной анизотропией, что может быть связано с перегруппировкой углеродных фрагментов при высокотемпературной паровой активации.

Проведенный анализ рамановских спектров материалов ПТУ и АПТУ представляет детальную информацию о структурно-фазовых преобразованиях, индуцированных процессом активации углеродного материала (рис. 7). В спектрах всех исследованных образцов содержатся характерные для углеродных материалов моды: D-полоса при $\sim 1350 \text{ см}^{-1}$ и G-полоса при $\sim 1580 \text{ см}^{-1}$.

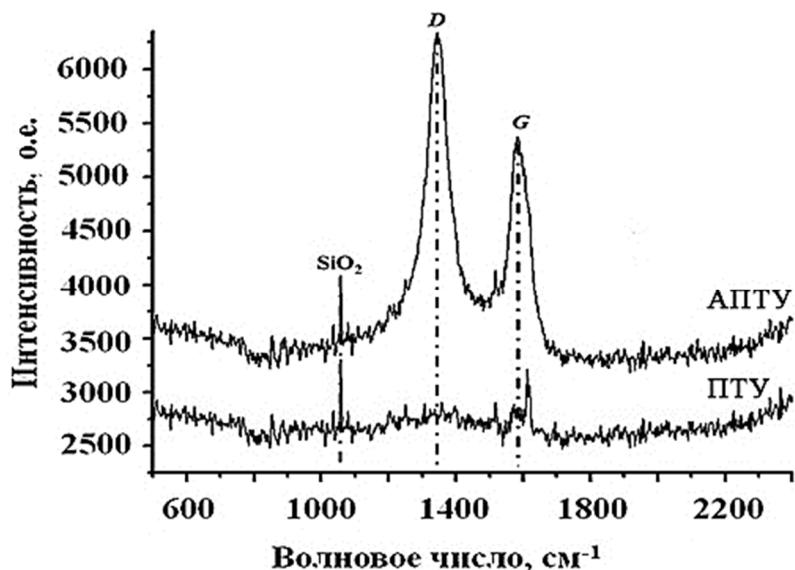


Рис. 7. Спектр комбинационного рассеяния порошков ТУ

Fig. 7. Raman scattering spectrum of powders

D-мода представляет собой запрещенное в идеальном графите колебание, активируемое наличием дефектов кристаллической решетки [21]. Происхождение данной полосы связано с комплексом структурных дефектов, включая точечные и протяженные нарушения кристаллической решетки, потерю дальнего порядка и увеличение дисперсности графеновых

слоев, краевые дефекты графеновых доменов, а также присутствие аморфной углеродной фазы. Качественный анализ спектров выявил существенное увеличение интенсивности D-полосы для активированного образца, что однозначно свидетельствует о значительном росте концентрации структурных дефектов и степени разупорядоченности углеродной матрицы в результате процесса активации.

G-мода соответствует оптическим колебаниям E_{2g} -симметрии в плоскости графенового слоя и характеризует упорядоченные sp^2 -гибридизованные углеродные структуры [22]. Наблюдаемое увеличение интенсивности этой полосы для активированного образца, хотя и менее выраженное по сравнению с *D*-модой, указывает на сохранение базовой графитоподобной структуры материала. Данный факт свидетельствует, что процесс активации, привнося значительное количество дефектов, не приводит к полному разрушению кристаллической структуры углерода.

Количественная оценка степени структурного несовершенства проведена на основе расчета интегрального отношения интенсивностей *D*- и *G*-полос (I_D/I_G). Увеличение данного параметра для активированного образца подтверждает рост дефектности структуры.

Дополнительно в спектрах активированного образца идентифицированы полосы в области 400–500 см⁻¹ и ~1100 см⁻¹, соответствующие колебательным модам диоксида кремния (SiO₂), что находится в полном соответствии с данными РФА и ЭДС-анализа и подтверждает формирование кремнеземных фаз в процессе активации.

Таким образом, комплексный анализ рамановских спектров достоверно демонстрирует, что процесс активации приводит к значительной модификации структуры технического углерода, проявляющейся в увеличении концентрации дефектов кристаллической решетки при сохранении общей графитоподобной организации материала, а также в образовании дополнительных неметаллических включений в виде диоксида кремния.

Выводы

Проведённые исследования позволяют сделать вывод о том, что процесс паровой активации оказывает значительное

влияние на морфологию, элементный состав и структурно-фазовую организацию технического углерода. СЭМ выявила, что исходный ПТУ характеризуется крупными агрегированными структурами с выраженной слоистой организацией, тогда как АПТУ состоит из более мелких и плотнее упакованных сферических частиц, демонстрирующих снижение полидисперсности и усложнение морфологии. Энергодисперсионный анализ показал значительное увеличение содержания кислорода и кремния в АПТУ, что напрямую связано с использованием кремнеземсодержащего активатора и сопровождается перераспределением элементного состава поверхности. Рентгенофазовый анализ зафиксировал смещение дифракционного максимума с $2\theta = 29,3^\circ$ в ПТУ до $26,2^\circ$ в АПТУ. При этом текстурный анализ выявил смену доминирующих фаз: если в исходном материале преобладала графитоподобная структура с выраженной ориентационной анизотропией, то после активации основной становится Rm3m фаза, связанная с формированием локальных наноструктурированных областей, обладающих специфическим типом текстурированности. КРС-спектроскопия подтвердила данные рентгеноструктурного анализа: увеличение отношения I_D/I_G для активированного образца свидетельствует о росте концентрации дефектов и нарушении дальнего порядка при сохранении общей графитоподобной организации углеродной матрицы. Дополнительно были обнаружены вибрационные моды диоксида кремния, что согласуется с результатами ЭДС и подтверждает интеграцию кремнеземных фаз в структуру углерода. В совокупности эти результаты позволяют заключить, что процесс активации сопровождается глубокой перестройкой углеродного материала: от разрушения крупных ориентированных доменов к формированию сложной полиморфной

системы, сочетающей аморфные, графитоподобные и наноструктурированные фрагменты. Такое структурное разнообразие определяет высокую удельную поверхность, развитую пористость и нали-

чие активных центров, что делает активированный углерод перспективным материалом для применения в адсорбционных, каталитических и электрохимических технологиях.

Список литературы

1. Recent progress in Carbon-based nanomaterials: critical review / O.S. Ayanda, A.O. Mmuoegbulam, O. Okezie, N.I. Durumin Iya, S.A.E. Mohammed, P.H. James [et al.] // Journal of Nanoparticle Research. 2024. Vol. 26, no. 5. P. 106. <https://doi.org/10.1007/s11051-024-06006-2>.
2. Carbon-based composites in biomedical applications: a comprehensive review of properties, applications, and future directions / C.H. Kim, S.Y. Lee, K.Y. Rhee, S.J. Park // Advanced Composites and Hybrid Materials. 2024. Vol. 7, no. 2. P. 55. <https://doi.org/10.1007/s42114-024-00846-1>.
3. Techno-economic and Carbon dioxide emission assessment of carbon black production / F. Rosner, T. Bhagde, D.S. Slaughter, V. Zorba, J. Stokes-Draut // Journal of Cleaner Production. 2024. Vol. 436. P. 140224. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.140224>.
4. Chakraborty S. Carbon black morphology and its application in elastomer and polymer matrix // Rubber products: Technology and cost optimization / ed. by B. Banerjee. Berlin; Boston: Walter de Gruyter GmbH, 2024. P. 53. <https://doi.org/10.1515/9783110668537-002>.
5. Sustainable use of recycled soot (carbon black) for the cleaner production of value-added products: a compendium / A.N. Uttaravalli, S. Dinda, V.R. Kakara, A.R. Rao, T. Daida, B.R. Gidla // Chemical Engineering Journal Advances. 2022. Vol. 11. P. 100324. <https://doi.org/10.1016/j.ceja.2022.100324>.
6. Advanced characterization of 3D printed polyolefin elastomer-carbon black composites: cyclic mechanical behavior, thermophysical properties, and morphological analysis / W. Liu, T. Ji, Y. Hu, S. Huang, T. Huang, Z. Liu [et al.] // Iranian Polymer Journal. 2025. P. 1-14. <https://doi.org/10.1007/s13726-025-01469-z>.
7. Cumming D. Effect of Carbon blacks on electrical conduction and conductive binder domain of next-generation Lithium-ion batteries / X. Lu, G.J. Lian, J. Parker, R. Ge, M.K. Sadan, R.M. Smith // Journal of Power Sources. 2024. Vol. 592. P. 233916. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2023.233916>.
8. Modeling of Carbon black fragmentation during high-intensity dry mixing using the population balance equation and the discrete element method / E. Asylbekov, J. Mayer, H. Nirschl, A. Kwade // Energy Technology. 2023. Vol. 11, no. 5. P. 2200867. <https://doi.org/10.1002/ente.202200867>.
9. Demiral İ., Samdan C., Demiral H. Enrichment of the surface functional groups of activated Carbon by modification method // Surfaces and Interfaces. 2021. Vol. 22. P. 100873. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2020.100873>.
10. DB M.S., Natatou I., Dubois V. Synthesis of activated Carbon from balanites aegyptiaca and hyphaene thebaica shells by physical activation // Carbon Trends. 2025. P. 100555. <https://doi.org/10.1016/j.cartre.2025.100555>.
11. Recovering Zinc and Iron from waste tire-derived pyrolysis Carbon black to prepare layered metal hydroxide composites for efficient adsorption of dye methyl orange / P. Chen, W. Liu, Y. Sun, Y. Chen, J. Pan // Recycling. 2025. Vol. 10, no. 2. P. 76. <https://doi.org/10.3390/recycling10020076>.
12. Venkatesh R., Pumlianmunga, Ramesh K. Synthesis of beta Carbon nitride nanostructures by simple CVD-pyrolysis method // Diamond and Related Materials. 2021. Vol. 111. P. 108172. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2021.108172>.
13. Zhang Z., Hu C., Qin Q.H. The improvement of void and interface characteristics in fused filament fabrication-based polymers and continuous carbon fiber-reinforced polymer composites: a

comprehensive review // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2025. Vol. 137. P. 1047-1087. <https://doi.org/10.1007/s00170-025-15240-4>.

14. Bauhofer W., Kovacs J.Z. A review and analysis of electrical percolation in carbon nanotube polymer composites // Composites Science and Technology. 2009. Vol. 69, no. 10. P. 1486-1498. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.06.018>.

15. Carbon-coated SiO_x anode materials via PVD and pyrolyzed fuel oil to achieve lithium-ion batteries with high cycling stability / D. Kim, K.H. Kim, C. Lim, Y.-S. Lee // Carbon Letters. 2022. Vol. 32, no. 1. P. 321-328. <https://doi.org/10.1007/s42823-021-00314-6>.

16. Relationship between the nanoporous texture of activated carbons and their capacitance properties in different electrolytes / E. Raymundo-Piñero, K. Kierzek, J. Machnikowski, K. Kibirek, I. Machnikowski // Carbon. 2006. Vol. 44, no. 12. P. 2498-2507. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2006.05.022>.

17. Study on heat-treated pyrolytic Carbon deposited from methane on directly heated Carbon fibres / R. Wielowski, P. Czaja, W. Piekarczyk, M. Zambrzycki, M. Gubernat, A. Fraczek-Szczypta // Diamond and Related Materials. 2024. Vol. 146. P. 111214. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2024.111214>.

18. Reznik B., Gerthsen D., Hüttinger K.J. Micro- and nanostructure of the Carbon matrix of infiltrated Carbon fiber felts // Carbon. 2001. Vol. 39, no. 2. P. 215-229. [https://doi.org/10.1016/S0008-6223\(00\)00116-0](https://doi.org/10.1016/S0008-6223(00)00116-0).

19. Carbon black production characteristics and mechanisms from pyrolysis of rubbers / H. Jiang, J.A. Shao, Q. Hu, Y. Zhu, W. Cheng, J. Zhang [et al.] // Fuel Processing Technology. 2024. Vol. 253. P. 108011. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2023.108011>.

20. The effect of temperature on the roll graphite films derived from Kapton polyimide films / Y. Lan, Y. Xi, W. Xiong, X. Liu, Z. Wang, S. Huang [et al.] // Applied Physics A. 2024. Vol. 130, no. 7. P. 497. <https://doi.org/10.1007/s00339-024-07665-7>.

21. Camerlingo C., Salvatore M., Carotenuto G. Monitoring aging effects in graphite bisulfates by means of raman spectroscopy // Coatings. 2024. Vol. 14, no. 1. P. 101. <https://doi.org/10.3390/coatings14010101>.

22. Developing a novel evaluation technique of Raman spectra for PAN-based Carbon fibers using dependence of excitation wavelength and differential spectra / T. Senda, F. Tanaka, T. Ishikawa, S. Okino, M. Murakami, Y. Yamada // Carbon. 2025. Vol. 234. P. 119970. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2024.119970>.

References

1. Ayanda O.S., Mmuoegbulam A.O., Okezie O., Durumin Iya N.I., Mohammed S.A.E., James P.H., et al. Recent progress in Carbon-based nanomaterials: critical review. *Journal of Nanoparticle Research*. 2024;26(5):106. <https://doi.org/10.1007/s11051-024-06006-2>.
2. Kim C.H., Lee S.Y., Rhee K.Y., Park S.J. Carbon-based composites in biomedical applications: a comprehensive review of properties, applications, and future directions. *Advanced Composites and Hybrid Materials*. 2024;7(2):55. <https://doi.org/10.1007/s42114-024-00846-1>.
3. Rosner F., Bhagde T., Slaughter D.S., Zorba V., Stokes-Draut J. Techno-economic and Carbon dioxide emission assessment of carbon black production. *Journal of Cleaner Production*. 2024. Vol. 436. P. 140224. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.140224>.
4. Chakraborty S. Carbon black morphology and its application in elastomer and polymer matrix. In: Banerjee B. (ed.) Rubber products: Technology and cost optimization. Berlin; Boston: Walter de Gruyter GmbH. 2024. P. 53. <https://doi.org/10.1515/9783110668537-002>.
5. Uttaravalli A.N., Dinda S., Kakara V.R., Rao A.R., Daida T., Gidla B.R. Sustainable use of recycled soot (Carbon black) for the cleaner production of value-added products: a compendium. *Chemical Engineering Journal Advances*. 2022;11:100324. <https://doi.org/10.1016/j.ceja.2022.100324>.

6. Liu W., Ji T., Hu Y., Huang S., Huang T., Liu Z., Mao X., et al. Advanced characterization of 3D printed polyolefin elastomer-Carbon black composites: cyclic mechanical behavior, thermophysical properties, and morphological analysis. *Iranian Polymer Journal*. 2025. P. 1-14. <https://doi.org/10.1007/s13726-025-01469-z>.
7. Lu X., Lian G.J., Parker J., Ge R., Sadan M.K., Smith R.M., et al. Effect of Carbon blacks on electrical conduction and conductive binder domain of next-generation Lithium-ion batteries. *Journal of Power Sources*. 2024;592:233916. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2023.233916>.
8. Asylbekov E., Mayer J., Nirschl H., Kwade A. Modeling of Carbon black fragmentation during high-intensity dry mixing using the population balance equation and the discrete element method. *Energy Technology*. 2023;11(5):2200867. <https://doi.org/10.1002/ente.202200867>.
9. Demiral İ., Samdan C., Demiral H. Enrichment of the surface functional groups of activated carbon by modification method. *Surfaces and Interfaces*. 2021;22:100873. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2020.100873>.
10. DB M.S., Natatou I., Dubois V. Synthesis of activated Carbon from balanites aegyptiaca and hyphaene thebaica shells by physical activation. *Carbon Trends*. 2025. P. 100555. <https://doi.org/10.1016/j.cartre.2025.100555>.
11. Chen P., Liu W., Sun Y., Chen Y., Pan J. Recovering Zinc and Iron from waste tire-derived pyrolysis Carbon black to prepare layered metal hydroxide composites for efficient adsorption of dye methyl orange. *Recycling*. 2025;10(2):76. <https://doi.org/10.3390/recycling10020076>
12. Venkatesh R., Pumlianmunga, Ramesh K. Synthesis of beta Carbon nitride nanostructures by simple CVD-pyrolysis method. *Diamond and Related Materials*. 2021;111:108172. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2021.108172>.
13. Zhang Z., Hu C., Qin Q.H. The improvement of void and interface characteristics in fused filament fabrication-based polymers and continuous carbon fiber-reinforced polymer composites: a comprehensive review. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2025;137:1047-1087. <https://doi.org/10.1007/s00170-025-15240-4>.
14. Bauhofer W., Kovacs J.Z. A review and analysis of electrical percolation in Carbon nanotube polymer composites. *Composites Science and Technology*. 2009;69(10):1486-1498. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.06.018>.
15. Kim D., Kim K.H., Lim C., Lee Y.-S. Carbon-coated SiO_x anode materials via PVD and pyrolyzed fuel oil to achieve Lithium-ion batteries with high cycling stability. *Carbon Letters*. 2022;32(1):321-328. <https://doi.org/10.1007/s42823-021-00314-6>.
16. Raymundo-Piñero E., Kierzek K., Machnikowski J., Kibirek K., Machnikowski I. Relationship between the nanoporous texture of activated carbons and their capacitance properties in different electrolytes. *Carbon*. 2006;44(12):2498-2507. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2006.05.022>.
17. Wielowski R., Czaja P., Piekarczyk W., Zambrzycki M., Gubernat M., Fraczek-Szczypta A. Study on heat-treated pyrolytic Carbon deposited from methane on directly heated carbon fibres. *Diamond and Related Materials*. 2024;146:111214. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2024.111214>.
18. Reznik B., Gerthsen D., Hüttinger K.J. Micro- and nanostructure of the Carbon matrix of infiltrated Carbon fiber felts. *Carbon*. 2001;39(2):215-229. [https://doi.org/10.1016/S0008-6223\(00\)00116-0](https://doi.org/10.1016/S0008-6223(00)00116-0).
19. Jiang H., Shao J.A., Hu Q., Zhu Y., Cheng W., Zhang J., et al. Carbon black production characteristics and mechanisms from pyrolysis of rubbers. *Fuel Processing Technology*. 2024;253:108011. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2023.108011>.
20. Lan Y., Xi Y., Xiong W., Liu X., Wang Z., Huang S., Lin J., et al. The effect of temperature on the roll graphite films derived from Kapton polyimide films. *Applied Physics A*. 2024;130(7):497. <https://doi.org/10.1007/s00339-024-07665-7>.
21. Camerlingo C., Salvatore M., Carotenuto G. Monitoring Aging Effects in Graphite Bisulfates by means of raman spectroscopy. *Coatings*. 2024;14(1):101. <https://doi.org/10.3390/coatings14010101>.

22. Senda T., Tanaka F., Ishikawa T., Okino S., Murakami, M., Yamada Y. Developing a novel evaluation technique of Raman spectra for PAN-based Carbon fibers using dependence of excitation wavelength and differential spectra. *Carbon*. 2025;234:119970. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2024.119970>.

Информация об авторах / Information about the Authors

Локтионова Инна Владимировна, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры нанотехнологий, микроэлектроники, общей и прикладной физики, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: ms.chuhaeva@mail.ru, ORCID: 0009-0005-7272-2939

Абакумов Павел Владимирович, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры физики, информатики и математики, Курский государственный медицинский университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: abakumovpavel18@gmail.com, ORCID: 0009-0009-1055-4019

Тарасов Лев Викторович, студент, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: tarasovleva47@gmail.com

Кузько Андрей Евгеньевич, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры нанотехнологий, микроэлектроники, общей и прикладной физики, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: kuzko@mail.ru, Researcher ID: 7801324495

Колпаков Артем Игоревич, аспирант, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: artem.kolpakov.96@mail.ru

Inna V. Loktionova, Candidate of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor of the Department of Nanotechnology, Microelectronics, General and Applied Physics, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: ms.chuhaeva@mail.ru, ORCID: 0009-0005-7272-2939

Pavel V. Abakumov, Candidate of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor of the Physics, Informatics and Mathematics Department, Kursk State Medical University, Kursk, Russian Federation, e-mail: abakumovpavel18@gmail.com, ORCID: 0009-0009-1055-4019

Lev V. Tarasov, Student, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: tarasovleva47@gmail.com

Andrey E. Kuzko, Candidate of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor of the Department of Nanotechnology, Microelectronics, General and Applied Physics, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: novikov.2403@mail.ru, Researcher ID: 7801324495

Artyom I. Kolpakov, Postgraduate Student, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: artem.kolpakov.96@mail.ru