

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ,
ОБОРУДОВАНИЕ И АНАЛИТИЧЕСКИЕ
СИСТЕМЫ ДЛЯ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ
И НАНОМАТЕРИАЛОВ**

ТРУДЫ XIII МЕЖДУНАРОДНОЙ КОНФЕРЕНЦИИ



24–26 мая 2016 года

Часть 1

Курск 2016

ISBN 978-5-7681-1119-9



9 785768 111199

M. T. Gabdullin, D. V. Ismailov, Kh. A. Abdullin, D. G. Batryshv, D. S. Kerimbekov, K. M. Amir Khanova

Kazakh National University, Al-Farabi, 050040, Kazakhstan, Almaty, 71 al-Farabi ave.

ARC SYNTHESIS OF CARBON NANOSTRUCTURES IN THE LIQUID PHASE

In this work the method of nano- and microparticles synthesis in plasma of arc discharge in the liquid phase is considered. Nano- and microparticles of various chemical compositions can be synthesized under proposed method. The mechanism and scheme of combination of the chemical composition of electrode material and liquid medium were suggested.

Key words: arc discharge, nanoparticles, synthesis, scanning electron microscopy.

УДК 537.291:533.9

Д. Г. Батрышев, Т. С. Рамазанов, М. К. Досболаев, М. Т. Габдуллин, Е. Ерланулы

Казахский национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, пр. аль-Фараби, 71

МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ КОМПОЗИТНОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ МЕЛКОДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ

В представленной работе рассматривается метод получения композитного материала на основе мелкодисперсных частиц. Предлагаемый метод состоит из двух этапов: сепарации, механической – грубой сепарации и плазменной – мягкой сепарации, а также этапа нанесения каталитического нанослоя путем пропитки сепарированных частиц в водных растворах нитрата никеля. В ходе таких процедур был получен композитный порошок мелкодисперсных частиц цеолита со средним диаметром 5 мкм и каталитическим слоем никеля. Полученные образцы были исследованы на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ, Quanta 3D 2001, FEI). В ходе экспериментальных работ и микроскопического анализа образцов было обнаружено, что увеличение дисперсности сепарированного порошка приводит к увеличению массовой доли катализатора в композите, а применяемый плазменный метод сепарации для получения частиц высокой дисперсности не разрушает каталитический слой.

Ключевые слова: композитный материал, мелкодисперсные частицы, плазма, катализатор, ВЧ-разряд.

Композитный материал – это многокомпонентный твердый материал с четкой границей раздела между компонентами. Нанокompозит отличается от других композитных материалов тем, что средний размер одного из компонентов лежит в нанодиапазоне (до 100 нм), в этом случае в нем проявляются размерный эффект и такой материал обладает особыми физическими и химическими свойствами. Данные материалы широко находят применение в самых разных областях человеческой деятельности, например, в электронике [1–3] (транзисторы, диоды, дисплеи и т. д.), в медицине [4–7] (функциональные микрокапсулы и биомаркеры, стенты с нанослоем для лечения атеросклероза), в энергетике [8–10] (создание монокристаллических солнечных панелей) и т. д. Но в некоторых ситуациях требуется контроль величины физико-химических свойств композитного материала. К примеру, при лечении онкологических заболеваний нередко применяется технология селективной внутренней радиотерапии, которая позволяет уничтожать раковые клетки не внешним источником излучения, а внутренним, доставленным непосредственно к больному органу. В такой технологии используется композитный материал – частицы $YAS (Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2)$, где дисперсность таких частиц

играет большую роль. В таких ситуациях применяются композитные материалы на основе мелкодисперсных или монодисперсных частиц, в которых все частицы имеют однородные свойства (размеры и/или вес частиц, площадь поверхности, химия поверхности, химический состав, морфология, длительность активации поверхностного вещества и т. д.).

В данной работе представлен метод получения композитного материала на основе мелкодисперсных частиц, который состоит из нескольких стадий. Первая стадия – механическая сепарация твердых частиц (прессование и просеивание на ситах). Вторая стадия – нанесение каталитического нанослоя на поверхность сепарированных частиц после процесса механической сепарации. Третья стадия – плазменная сепарация [11-13] полученного композитного порошка для экстракции мелкодисперсной фракции. В данной работе в качестве носителя катализатора и объекта сепарации был использован минерал цеолит, который благодаря пористости структуры имеет хорошие адсорбционные характеристики. Такое свойство позволяет провести качественное нанесение каталитического нанослоя на поверхность цеолита (рис. 1).

Изначально минералы цеолита имели форму гранул с размерами $3,6 \pm 0,4$ мм (рис. 1, а). Данные гранулы сначала подвергались механической сепарации, которая заключалась в измельчении гранул методом прессования (рис. 1, б), а после полученный порошок цеолита просеивали с помощью двухслойной сетки с размерами пор порядка 0,3 мм (рис. 1, в).

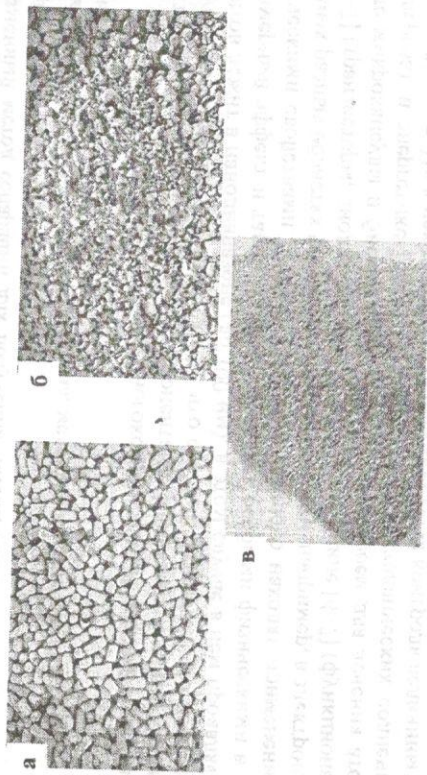


Рис. 1. Цеолит натрия на этапах механической сепарации:
а – гранулы цеолита натрия, размеры ~ 3,6 мм; б – измельченные частицы цеолита натрия, размеры от 1 мкм до 1 мм; в – частицы цеолита натрия, прошедшие просеивание, размеры от 1 до 250 мкм

Как показывает СЭМ-анализ, размеры порошков цеолита после просеивания лежат в диапазоне от 1 мкм до 1 мм, а после просеивания ~ от 1 до 250 мкм (низкая дисперсность).

Далее следовала вторая стадия – нанесение каталитического нанослоя на поверхность порошка с низкой дисперсностью методом пропитки в водном растворе 0,1 М нитрата никеля. Для качественной сорбции и покрытия катализатора полученный раствор с порошком перемешивают в магнитной мешалке в течение 2-х часов, затем осадок отфильтровывают и высушивают естественным путем.

Полученные образцы после сушки были исследованы на сканирующем электронном микроскопе. Микроснимки и химические составы цеолита и цеолита с нанослоем катализатора показаны на рисунке 2.

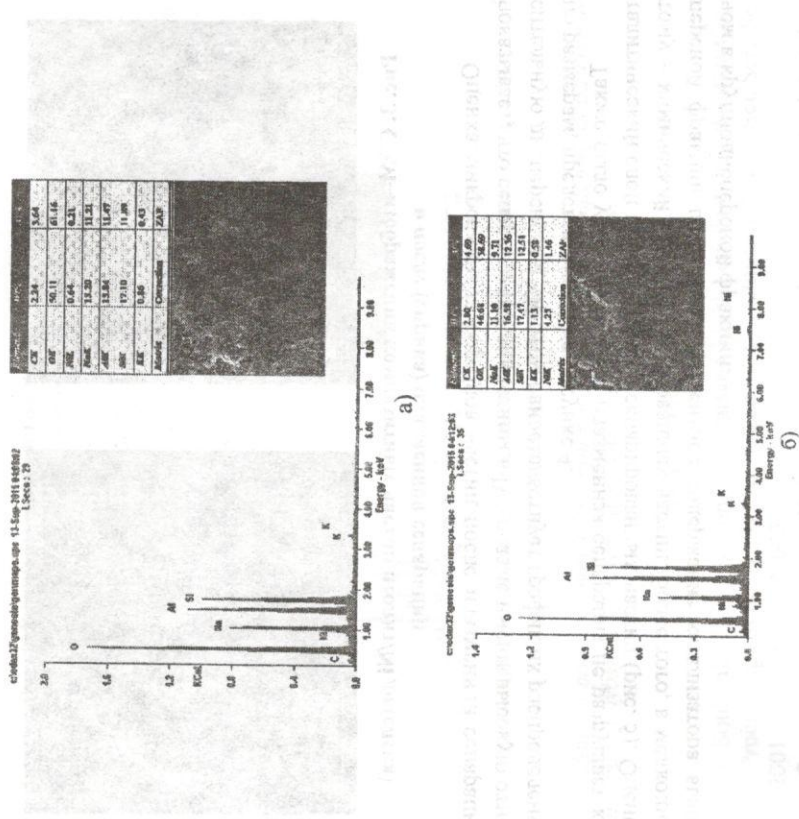


Рис. 2. Химический состав цеолита натрия: а – без каталитического слоя; б – с каталитическим слоем Ni

Как видно из рисунка 2, б, химический состав образца, полученного после механической сепарации с последующим нанесением каталитического слоя на его поверхность, свидетельствует о наличии катализатора никеля 4,25 (Wt %).

Далее полученный композитный порошок подвергался последней стадии обработки методом плазменной сепарации. Данный метод хорошо описан в предыдущих работах [11-13], где в качестве инструмента сепарации использовалась специальная конфигурация высокочастотного (ВЧ) электрода и ловушки для плазменно-пылевых структур. Таким образом, после плазменной сепарации полученные образцы были исследованы на сканирующем электронном микроскопе. На рисунке 3 представлены микроснимки образцов (цеолит/Ni) до и после плазменной сепарации.

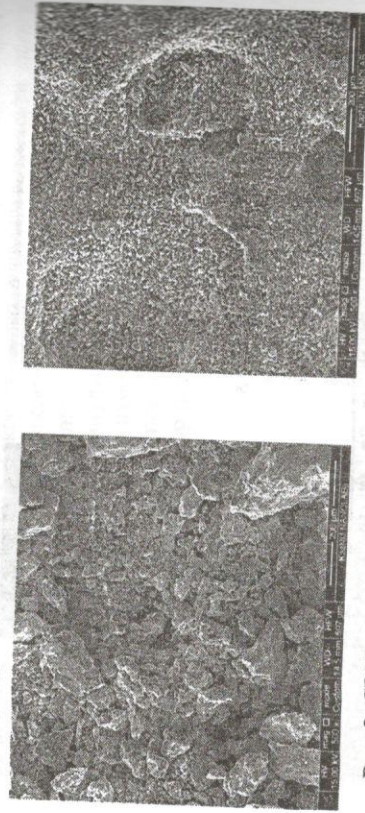


Рис. 3. СЭМ-изображения композитных частиц цеолит/Ni до (слева) и после (справа) плазменной сепарации

Оценка микроснимков образцов частиц после плазменной сепарации показывает, что сепарированные частицы в ВЧ-плазме имеют высокую относительную дисперсность. Об этом свидетельствует график их распределения по размерам, представленный на рисунке 4.

Также было установлено, что плазменная сепарация не разрушает каталитический слой на поверхности сепарированных частиц (рис. 5). Оценка переносной фракции цеолита/Ni процентное содержание катализатора выше, чем в крупнодисперсной фракции.

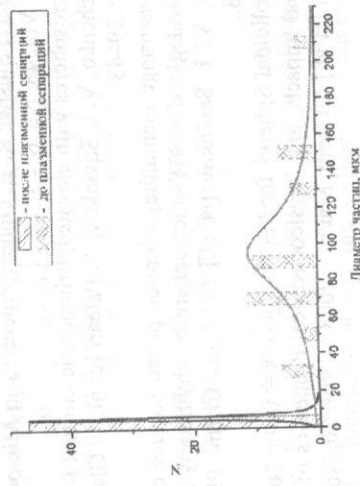


Рис. 4. Распределение частиц цеолита/Ni по размерам до и после плазменной сепарации

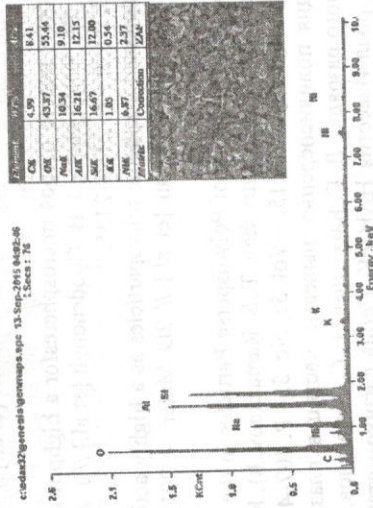


Рис. 5. Химический состав мелкодисперсной фракции цеолита/Ni после плазменной сепарации

Данная работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Республики Казахстан в рамках гранта 3214/ГФ4.

Список литературы

1. Soukoulis C. M. Photonic Crystals and Light Localization in the 21st Century // Proceedings of the NATO Advanced Study Institute: NATO Sci. Ser., Ser. C. – 2001. – Vol. 563. – P. 605.
2. Fleming J. G., Lin S. Y. Free-Dimensional Photonic Crystal With a Stop Band From 1.35 to 1.95 μm // Optics Letters. – 1999. – Vol. 24, No 1. – P. 49–51.

3. Yamamoto Y., Slusher R. E. Optical Processes in Microcavities // *Physics Today*. – 1993. – Vol. 46, No. 6. – P. 66.
4. Glassy microspheres with elevatedyttriumoxide content for nuclear medicine / G. N. Atroshchenko, V. I. Savinkov, A. Paleari [et al.] // *Glassand Ceram.* – 2012. – Vol. 69. – P. 39–43.
5. Structural rearrange mentattheyttrium-de pleted surface of HCl-processedyttriumaluminosilicateglassfor 90Y-microsphere brachytherapy / V. N. Sigaev, G. N. Atroschenko, V. I. Savinkov [et al.] // *Mater. Chem. Phys.* – 2012. – Vol. 133. – P. 24–28.
6. Uniform Colloidal Spheres for $(Y_{1-x}Gd_x)_2O_3$ ($x = 0-1$): Formation Mechanism, Compositional Impacts, and Physicochemical Properties of the Oxides / J. G. Li, X. Li, X. Sun [et al.] // *Chem. Mater.* – 2008. – Vol. 20, No 6. – P. 2274–2281.
7. Well-Ordered Mesoporous Silica Nanoparticles as Cell Markers / Y. S. Lin, C. P. Tsai, H. Y. Huang [et al.] // *Chem. Mater.* – 2005. – Vol. 17. – P. 4570.
8. Broadband light management using low-Q whispering gallery modes in spherical nanoshells / Y. Yan, Y. Jie, V. K. Narasimhan [et al.] // *Nature Communications*. – 2012. – Vol. 3. – P. 664.
9. Monodisperse porous lifepo4 microspheresfor a highpower li-ion battery cathode / Ch. Sun, Sh. Rajasekhara, J. B. Goodenough [et al.] // *J. Am. Chem. Soc.* – 2011. – Vol. 133, No 7. – P. 2132–2135.
10. N-dopedpierced graphene microparticles as a highly activeelectro catalyst for Li-air batteries / Tao Yuan [et al.] // *2D Mater.* – 2015. – Vol. 2. – P. 024002.
11. A Method of Separation of Polydisperse Particles in the Plasma of Radio-Frequency Discharge / D. G. Batyshev, T. S. Ramazanov, M. K. Dosbolayev [et al.] // *Contrib. Plasma Phys.* – 2015. – Vol. 55, No. 5. – P. 407–412.
12. Сепарация полидисперсных пылевых частиц в плазме высококачественного емкостного разряда / Д. Г. Батрышев, Т. С. Рамазанов, М. К. Досболлаев [и др.] // *Журнал Известия РАН РК, Серия физико-математическая*. – 2014. – Вып. 2. – С. 145–148.
13. Separation Process of Polydisperse Particles in the Plasma of Radio-frequency Discharge / D. G. Batyshev, T. S. Ramazanov, M. K. Dosbolayev [et al.] // *Journal of Nano- and Electronic Physics*. – 2014. – Vol. 6, No. 3. – P. 30–32.

**D. G. Batyshev, T. S. Ramazanov, M. K. Dosbolayev,
M. T. Gabdullin, Ye. Yerlanuly**

*Kazakh National University al-FarabiKazNU, 050040,
Kazakhstan, Almaty, 71 al-Farabi ave.*

METHOD OF OBTAINING A COMPOSITE MATERIAL BASED ON SMALL-DISPERSED PARTICLES

In this work a method of obtaining a composite material based on small-dispersed particles is considered. Proposed method consists of two steps of separation, mechanical – rough separation and plasma – soft separation, and also of step of deposition a catalytic nanolayer by wet impregnation of separated particles in an aqueous solution of nickel nitrate. During such procedure a composite powder of small-dispersed zeolite particles with average diameter of 5 μm and catalytic nickel layer was obtained. All obtained samples were studied on a Quanta 3D 200i scanning electron microscope. Microscopic analysis and obtained experimental results show, that increasing of dispersion of separated powder allows for increasing a mass of catalyst in the composite, and the used separation method in plasma for obtaining of particles with high dispersion do not erode a catalytic layer.

Key words: composite material, small-dispersed particles, plasma, catalyst, RF discharge.