



«Ресурстарды тиімді пайдалану және қоршаған ортаны қорғау –
тау-кен металлургиялық кешенді дамытудың түйінді мәселелері» атты
IX Халықаралық конференциясының
және

«Материалтануға және наноматериалға арналған
болашақты технологиялар, жабдықтар, талдамалық жүйелер»
атты XII Халықаралық ғылыми конференциясының

МАТЕРИАЛДАРЫ

20-23 мамыр

МАТЕРИАЛЫ

IX Международной конференции

«Эффективное использование ресурсов и охрана окружающей среды –
ключевые вопросы развития горно-металлургического комплекса»

и

XII Международной научной конференции

«Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы
для материаловедения и наноматериалов»

20-23 мая

MATERIALS


of IX International conference

"Efficient use of resources and environmental protection - key issues
of mining and metallurgical complex development"

and

XII International science conference «Advanced technologies,
equipment and analytical systems for materials and nano-materials»

May 20-23



БӨЛІМ
ЧАСТЬ I
PART

**POLUCHENIYE MELKODISPERSNYH CHASTYC V PLAZME KOMBINIROVANNOGO
ELECTRODUGOVOOG I VYSOKOCHASTOTNOGO RAZPYADA
[OBTAINING OF SMALL DISPERSED PARTICLES IN THE PLASMA OF COMBINED ARC
AND RADIO-FREQUENCY DISCHARGE]**

(Batryshev D.G., Ramazanov T.S., Dosbolayev M.K., Gabdullin M.T., Erlanuly E.)

Al-Farabi Kazakh National University, The Republic of Kazakhstan

Abstract

Purpose – The development of a new method of synthesis of small dispersed/monodisperse particles in plasma of combined discharge.

Methodology - In this work for obtaining of small dispersed/ monodisperse particles were used two methods: synthesis of polydisperse particles in arc discharge and extraction of small dispersed particles in radio-frequency discharge. The arc discharge synthesis of particles is well-known method, whereas extraction method in radio-frequency discharge is a new method which is developed by authors of this work. All obtained samples were studied by a Quanta 3D 200i scanning electron microscopy.

Originality/value - The method of the polydisperse particles separation in plasma of the radio-frequency discharge is considered for extraction of small dispersed/monodisperse particles. Difference of proposed method from other one is absence of the external influence impurity, because the separation process goes in a plasma reactor, also it is possible to use a different kind of materials for separation.

Findings - The polydisperse graphite particles were synthesized in the plasma of arc discharge. The size of polydisperse graphite particles was in range of 1 – 100 μm . The average diameter of separated small dispersed particles was about 4 μm . The advantage of proposed method is the simplicity of technology for obtaining small dispersed microparticles of different materials, including their composites.

Keywords – Separation, synthesis, scanning electron microscopy, combined discharge.

Введение

Монодисперсные частицы это частицы, обладающие одинаковыми геометрическими, структурными и фазовыми параметрами. Частицы такого рода имеют более однородную характеристику (к примеру, одинаковые гидродинамические свойства и одинаковое время массопереноса веществ), в связи с этим область применения таких частиц разнообразна и широка. В зависимости от потребности, разделяют на две основные области применения: научные исследования (решение фундаментальных задач, калибровка измерительных систем, моделирование процессов) и технологические установки и процессы (медицина, нанесение покрытий, порошковая металлургия и т.д.).

На сегодняшний день существуют два наиболее распространенных методов получения монодисперсных/мелкодисперсных частиц, это метод газофазного синтеза в основе, которого лежит химический процесс роста частиц [1-3], и метод сепарации, основанный на экстракции монодисперсных/мелкодисперсных частиц из состава полидисперсного порошка [4].

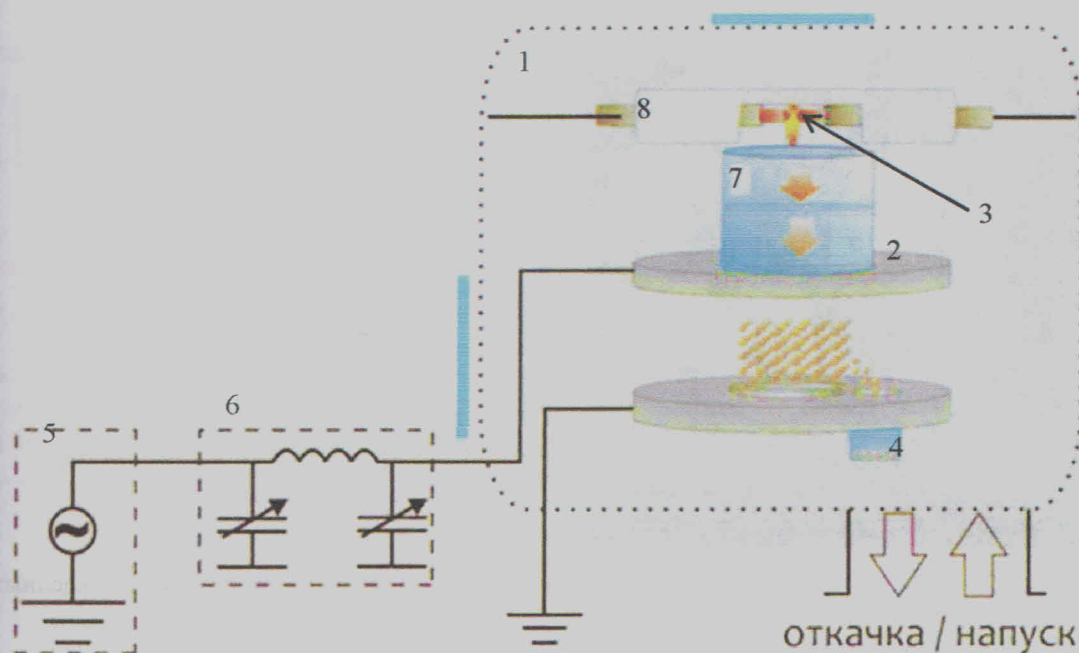
В представленной работе рассматривается метод сепарации монодисперсных/мелкодисперсных частиц в плазме высокочастотного разряда (ВЧ), где образование плазменно-пылевого облака осуществлялся методом катодного распыления в дуговом разряде. Метод электродугового распыления материала катода хорошо описан в [5]. Способ сепарации в плазме высокочастотного разряда описан в работе [6]. Комбинирование двух методов позволяет производить синтез частиц различного материала и их композиты и одновременно проводить сепарацию синтезированных частиц по размерам. Преимущество данной технологии является простота и универсальность.

Основная часть исследования

Экспериментальная часть

В основе экспериментальной установки лежит комбинация двух параллельных процессов – это электроэрозионное диспергирование, которое в результате термического и динамического воздействия на твердые материалы позволяет создавать полидисперсные нано- и микропорошки и второе формирование нано- и микрочастиц в структуру в виде пылевого образования в плазме высокочастотного емкостного разряда.

Принципиальная схема установки комбинированного разряда для синтеза полидисперсных нано- и микропорошков и их сепарации представлена на рисунке 1.



1 – рабочая камера, 2 – высокочастотные электроды 3 – дуговые электроды, 4 – стеклянный контейнер, 5 – ВЧ генератор, 6 – согласующее устройство, 7 – цилиндрическое сито, 8 – держатель электродов

Рисунок 1 – Структура установки комбинированного разряда для синтеза и сепарации

Этапы механизма получения монодисперсных/мелкодисперсных порошков заключается в следующем: в рабочую камеру, после установления высокого вакуума с помощью пьезо-элементного затекателя напускается рабочий газ – аргон, давление $10^{-2} - 1$ Тор, затем на верхний электрод подается переменное напряжение от ВЧ генератора с частотой 13,56 МГц для образования между плоскопараллельными электродами плазмы ВЧЕР. После, зажигается плазма дугового разряда. Продукты дугового распыления попадают в цилиндрическое сито, крупные частицы задерживаются на ситах, а частицы меньшей фракции проходят дальше и попадают в плазму ВЧ разряда. В зависимости от массы частиц и параметров разряда, инжектированные из дуги частицы либо образуют пылевую структуру, которая сепарируется полем плазмы, либо, преодолев встречное электрическое поле, осаждаются на поверхности нижнего электрода.

Результаты

Полученные образцы были исследованы на морфологию, химический состав и геометрические формы образцов полученных в дуговом разряде постоянного тока (DC), прошедшие и не прошедшие этап сепарации в ВЧ разряде. Прошедшие этап сепарации синтезированные частицы будем условно именовать как «сепарированные», а не прошедшие сепарацию как «осажденные частицы». Для изучения свойств образцов были использованы следующие методы исследования: сканирующая электронная микроскопия, рентгенофлуоресцентный анализ, графические представления распределения частиц по размерам и расчеты факторов форм. Для идеальной сферической частицы коэффициент форм фактора $f = 1$. Отклонение от единицы свидетельствует о не сферичности формы частиц.

Эксперименты проводились при следующих параметрах: давление $p = 7 \cdot 10^{-2}$ Тор, для дуги постоянного тока $U = 30$ В и $I = 25$ А, для ВЧ разряда $W = 5$ Вт, время дугового синтеза 1 минута, материал электродов – графит.

На рисунках 2а и 2б приведены микроснимки осажденных образцов углеродных частиц не прошедшие этап сепарации. Видно, что осажденные частицы не имеют сферической формы, оценка среднего значения показателя форм фактора $f = 1,51$. На основе графических расчетов и полученных

данных по микроснимкам был построен график распределения осажденных частиц по размерам (рисунок 3). Установлено, что у большинства синтезированных частиц диаметры лежат в диапазоне от 20 до 170 мкм.

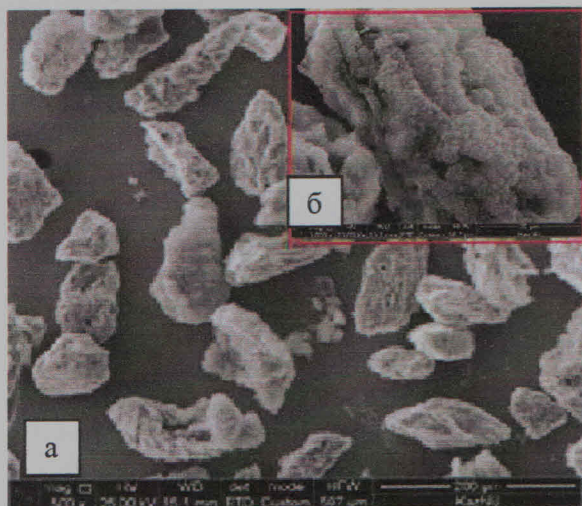


Рисунок 2 – СЭМ снимки осажденных микрочастиц в дуге DC
а) – общий вид б) морфология осажденной микрочастицы

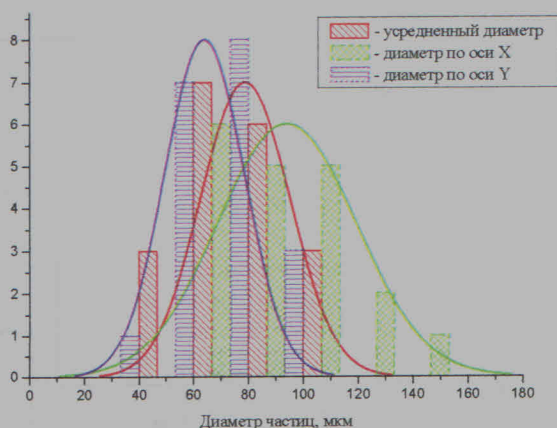


Рисунок 3 – График распределения осажденных частиц по размерам (DC)

На рисунке 4 представлен микроснимок сепарированного образца (синтезированного в дуговом разряде постоянного тока и прошедшие процесс сепарации в высокочастотном разряде). График распределения сепарированных частиц представлена на рисунке 5. Оценка показателя форм фактора для сепарированных частиц равна $f = 1,37$. Из графика видно, что диаметры сепарированных частиц лежат в диапазоне от 1 до 8 мкм.

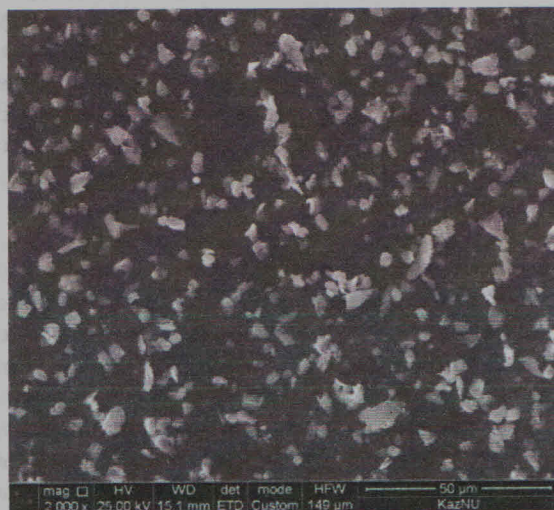


Рисунок 4 – СЭМ сепарированных частиц (DC)

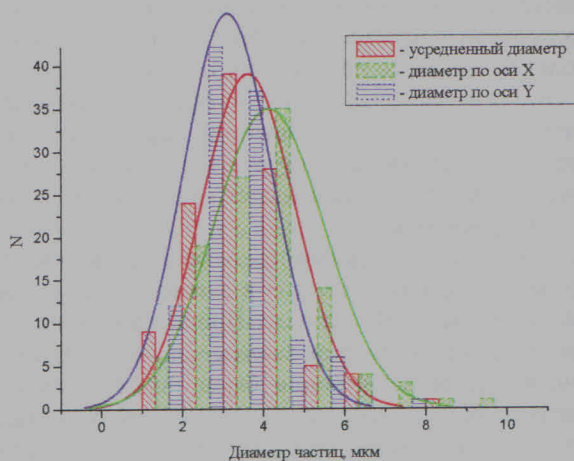
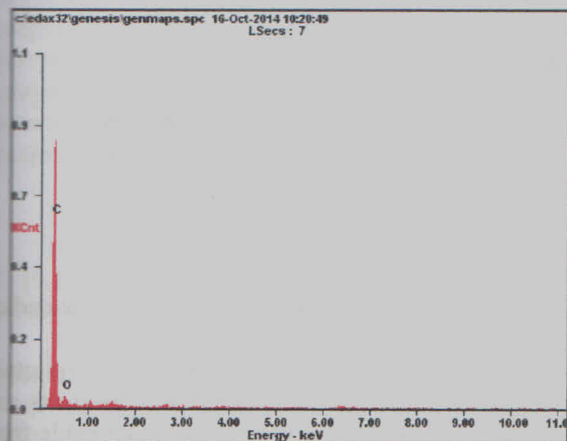


Рисунок 5 – График распределения сепарированных частиц по размерам (DC)

Таким образом, в настоящей работе была синтезирована фракция мелкодисперсных частиц на основе двух параллельных процессов синтеза и экстракции в комбинированном дуговом и высокочастотном разряде. Установлено, что средний размер фракции мелкодисперсных частиц равен 4

мкм. Оценка форм фактора указывает на большое отклонение синтезированных частиц от сферической формы, что объясняет отклонение размеров мелкодисперсных частиц от среднего диаметра.

Анализ химического состава полученных образцов представлен на рисунке 6.



<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	87.76	90.52
<i>OK</i>	12.24	9.48
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF

Рисунок 6 – Химический состав синтезированных и серарированных частиц

Выводы

В представленной работе был предложен новый метод синтеза с экстракцией в комбинированном дуговом и высокочастотном разряде для получения мелкодисперсных порошков. Полученные образцы были исследованы на сканирующем микроскопе для изучения их геометрических размеров, морфологии и для расчета форм фактора. Установлено, что средний размер частиц после сепарации равен ~ 4 мкм. По оценкам графиков распределения частиц по размерам и критерию монодисперсности, можно утверждать, что полученные после сепарации синтезированные частицы углерода соответствуют монодисперсным частицам со средними размерами 4 мкм, и коэффициентом форм фактора $f = 1,37$. Преимущество данной технологии заключается в использовании инновационной технологии комбинированного разряда, позволяющей получать монодисперсные/мелкодисперсные порошки различных материалов и их композитов.

Список литературы

- 1 A. Fridman, L. Boufendi, T. Hbid, B. Potapkin, and A. Bouchoule, J.Appl. Phys.79, 1303.
- 2 L. Boufendi, Ph.D. thesis, University of Orléans, 1994.
- 3 M. Shiratani, T. Fukuzawa, and Y. Watanabe, Jpn. J. Appl. Phys., Part 1 38, 4542.
- 4 Hosokava M., Nogi K., Naito M., Yokoyama T.// Spravochnik po nanotehnologii nanochastic. – 2013. – S.495-496.
- 5 V. E. Muradyan, Yu. M. Shulga, M. Leonowicz, Ferromagnetic nanoparticles produced by arc-discharge evaporation of Fe-Ni-graphite electrodes / Carbon Nanomaterials in Clean Energy Hydrogen Systems, 2008; – P. 313-316.
- 6 Batryshev D.G., Ramasanov T.S., Dosbolaev M.K., Gabdullin M.T., Orasbaev S.A., Separaciya polydispersnyh pylevyh chastic v plazme vysokochastotnogo yomkostnogo rasryada / Zhurnal Izvestiya NAN RK, Seriya phisiko-matematicheskaya. - №2. – 2014. – S.145-148.