

КАЗАХСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
ИМЕНИ АЛЬ-ФАРАБИ  
ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ  
НАЦИОНАЛЬНАЯ НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ  
ОТКРЫТОГО ТИПА  
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ И ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ ФИЗИКИ

---

Сборник трудов  
IV международной научной конференции  
**СОВРЕМЕННЫЕ ПРОБЛЕМЫ ФИЗИКИ  
КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ,  
НАНОТЕХНОЛОГИИ И НАНОМАТЕРИАЛОВ**  
(Сарсембиновские чтения)  
10-12 октября 2016 г.



Алматы 2016

Казахский Национальный Университет им. Аль-Фараби  
Физико-технический факультет  
Национальная нанотехнологическая лаборатория открытого типа (ННЛОТ)  
Научно-исследовательский институт экспериментальной и  
теоретической физики (НИИЭТФ)

**СОВРЕМЕННЫЕ ПРОБЛЕМЫ ФИЗИКИ  
КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ,  
НАНОТЕХНОЛОГИЙ И НАНОМАТЕРИАЛОВ**  
*(Сарсембиновские чтения)*

*Сборник трудов  
IV Международной научной конференции*

*10-12 октября 2016 года  
Алматы*

*Алматы  
2016*

## ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ МЕДИ И ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА ИХ РАЗМЕРЫ

Ж.Т. Накысбеков, М.Ж. Буранбаев, М.Б. Айтжанов, Г.С. Суюндыкова, М.Т. Габдуллин

*Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, пр. аль-Фараби, 71*  
[jhasulan@list.ru](mailto:jhasulan@list.ru)

*Аннотация.* Исследованы закономерности роста порошков меди и их геометрия от параметров процесса электролиза. Рассмотрено влияние электрических параметров электролиза на формирование порошков меди. Определены методы получения субмикронных порошков и наночастиц меди. Методом оптической и электронной микроскопий определены формы и размеры получаемых порошков меди. Показано, что порошки меди сферической формы складываются в дендритную структуру. Определено влияние электронного облучения на размеры медных порошков

Ключевые слова наночастицы меди, электролиз, электронное облучение, субмикронные порошки

### *Введение*

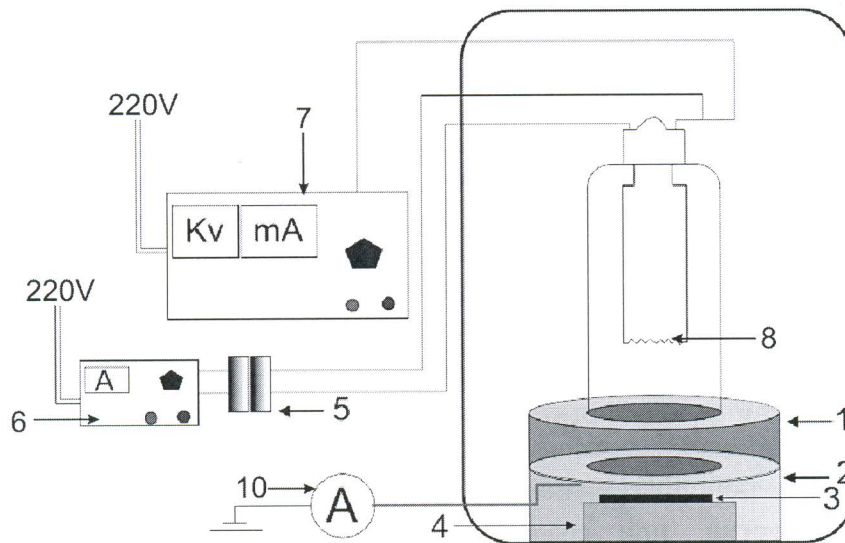
Металлические порошки используются в таких отраслях производства, как: порошковая металлургия, при создании антифрикционных [1], фрикционных [2], конструкционных, электротехнических материалов; гальванопластика [3], при изготовлении копий изделий и покрытий драгметаллами; сельское хозяйство, в качестве биоактивных добавок [4]; медицина, как составляющие бактерицидных тканей и мазей. В настоящее время в технике используются в основном порошки с размерами частиц более 10 мкм, при переходе размера порошков из микронной в субмикронную область ( $d < 1$  мкм) структурные характеристики и свойства порошков изменяются, так как доля поверхностных атомов становятся соизмеримы с долей атомов в объеме. При переходе в нано область изменение структурных характеристик и свойств порошков наиболее выражена, доля поверхностных атомов соизмеримо или даже больше атомов в объеме, реакционная способность частиц становятся больше. Благодаря таким свойствам синтез субмикронных и нанопорошков являются актуальной задачи современного материаловедения. Из методов синтеза порошков металлов наибольшими перспективами, на наш взгляд, обладают электрохимические методы [5], которые за счет варьирования выбора условий электролиза, в первую очередь, силы тока и напряжения между электродами дают возможность управления скоростью электродных реакций и за счет этого производительностью, химическим составом, размерами и формой получаемых продуктов.

### *Методика эксперимента*

Для синтеза порошков меди методом электролиза использовался электролит медного купороса:  $\text{H}_2\text{O}$  (900ml) +  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (100ml) +  $\text{Cu}_2\text{SO}_4$  (70g). Анод – медный стержень с диаметром 4 мм погруженная в электролит на 2см (поверхность анода  $2,5 \text{ см}^2$ ), катод – титановая пластина с системой охлаждения покрытая диэлектриком с открытой окошкой в форме квадрата с ребром 1 см (площадь открытой поверхности  $1 \text{ см}^2$ ).

Экспериментальная установка для облучения электронами собрана в вакуумной камере ВУП 5 (рисунок 1). Облучение электронами проводилась в высоком вакууме. На вольфрамовую нить подавался ток с напряжением 6 В, вследствие термоэлектронной эмиссии из вольфрама вырываются электроны. Электроны ускоряются вследствие отталкивания высоким отрицательным напряжением подаваемой на нить накала.

Электронны облучают образец, на порошке меди происходит переизбыток электронов и частицы меди отталкиваются друг от друга. Это заметно по движению порошков меди. Чтобы порошки не разлетелись по камере, нужно помещать их в кварцевый цилиндр. Электроны покидают камеру через миллиамперметр в землю.



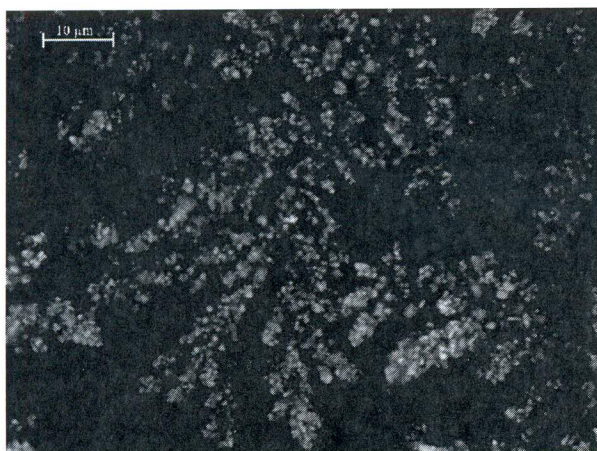
1-кварцевый цилиндр, 2-кварцевый диск с отверстием в центре, 3-облучаемый образец (порошок меди), 4-диэлектрик (фторопласт), 5-трансформатор низкого напряжения (состоит из двух обмоток которые отдалены друг от друга на 2 см для того чтобы не было пробоя высокого напряжения 9), 6-Латр (Лабораторный Автотрансформатор Регулируемый), 7-трансформатор высокого напряжения (напряжение постоянное), 8-вольфрамовая нить накала, 9-провод высокого напряжения (соединен с 8)

Рисунок 1 – схема экспериментальной установки для облучения электронами

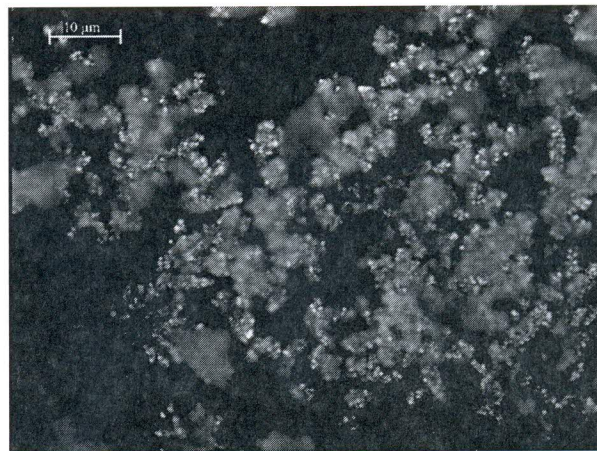
### Результаты экспериментов и их обсуждение

Было установлено, что при электролизе порошки меди растут в виде дендритных структур, которые состоят из частиц меди сферической формы.

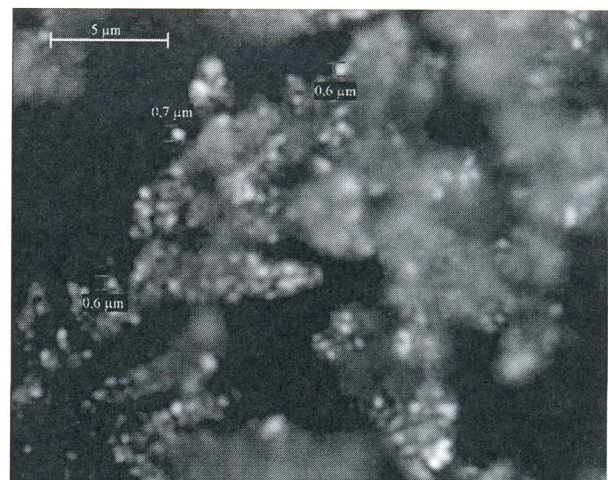
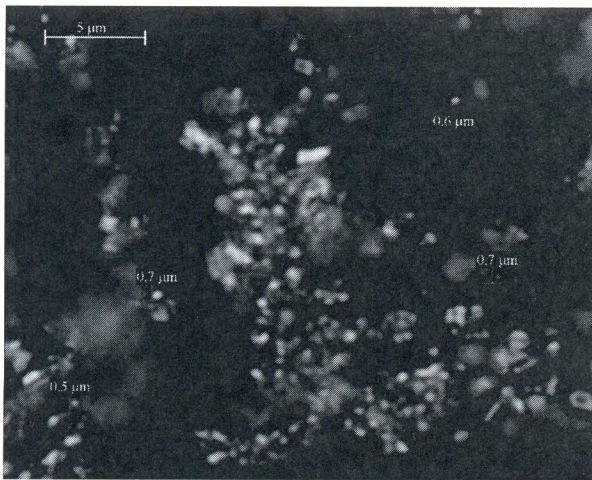
На рис.1. показано микрофотография субмикронных порошков меди снятые на цифровом материаловедческом микроскопе Leica DM 6000. На рис.1. показано сравнение порошков меди полученных при одинаковых напряжениях ( $U=11.3V$ ) но при разной силе тока, методом электролиза.



а)



б)



в) г)

а)  $I=4$  А, увеличение 10 мкм, б)  $I=8$  А, увеличение 10 мкм,

в)  $I=4$  А, увеличение 5 мкм, с размерами частиц меди, г) в)  $I=8$  А, увеличение 5 мкм, с размерами частиц меди

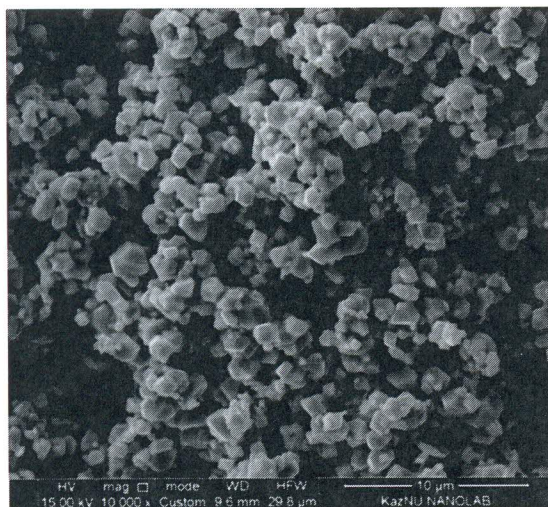
Рисунок 2 – Микрофотография субмикронных порошков меди

Как видно из рисунка 2, при одинаковых напряжениях (11.3В), но с разными силами тока (а-4А; б-8А) размеры порошков отличаются. При токе 4А размеры порошков 500нм (есть и меньше, порядка 250-300нм), а при 8А размеры частиц меди около 600 нм.

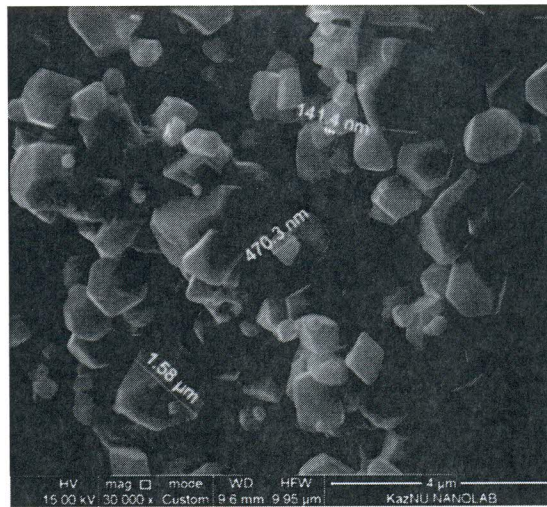
Из вышеизложенного, можно сделать вывод, что сила тока и размеры частиц, полученных при электролизе обратно пропорциональны. Это может быть обусловлено тем, что при электролизе через границу металл-электролит проходят электрические заряды, которые в результате электрохимической реакции ионизируют атомы на поверхности анода и эти атомы под действием кулоновского взаимодействия осаждаются на катоде. Чем больше ток, тем больше зарядов и соответственно больше атомов ионизируются и осаждаются на катоде. Это приводит к увеличению размеров получаемых частиц.

Экспериментально было определено, что при определенном пороге силы тока, на поверхности катода растут не порошки, а покрытие. Это можно объяснить тем, что при низкой плотности тока ионы металла, которые осаждаются на катоде, не образуют дендритную структуру, вследствие чего ионы металлов упорядочиваются на катоде в виде кристаллической структуры (медной пленки).

Полученные порошки меди имеют выраженную полидисперсность, вследствие нестабильности параметров процесса, в том числе электрических. Для стабилизации электрических параметров был использован реостат (потенциометр). Полученные порошки меди при стабильных электрических параметрах имеют более однородную по размерам частицы. На рисунке 3 показано микрофотография субмикронных порошков меди, снятая на многофункциональном растровом электронном микроскопе Quanta 3D 200i.



а)



б)

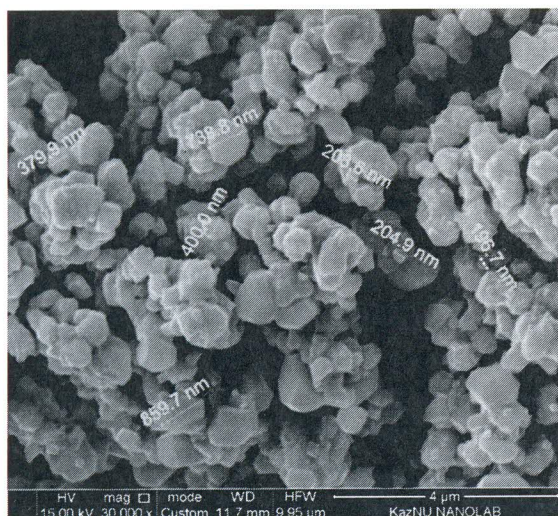
а) увеличение 10 мкм, б) увеличение 4 мкм, показаны размеры частиц меди

Рисунок 3 – Микрофотографий порошков меди снятые на электронном микроскопе

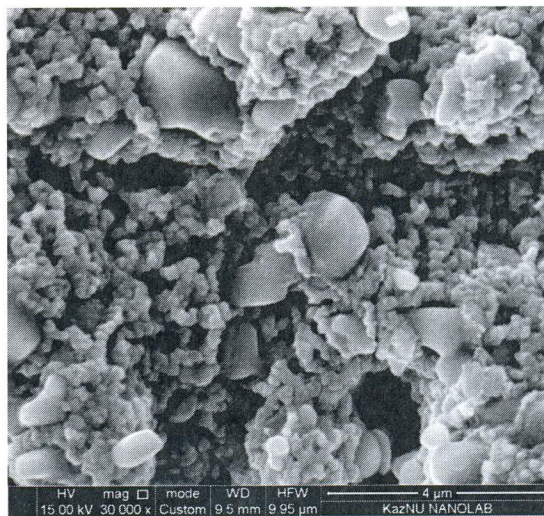
На рисунке 3 изображены микрофотографий субмикронных порошков меди, полученных методом электролиза, при  $U=30V$ ,  $I=1A$ . Как видно на рисунке 3 субмикронные порошки меди имеют частицы меди с размерами 100 нм и меньше.

На рисунка 4 показаны электролитические порошки меди до и после электронного облучения.

Как видно из рисунка 4 до облучения средний размер порошков меди было 400-700 нм, после облучения средний размер частиц меди уменьшилось до 100-200 нм, то есть 3-4 раза. Но появились агломераты больших размеров, 1-3 мкм. Агломераты появились из-за термического эффекта, то есть они спеклись вследствие высокой температуры. Порошки облучались в течение 30 минут, высокое напряжение было  $U=5kV$ , поток электронов в секунду  $n \sim 10^{19}$  ( $I=1...2mA$ ).



а)



б)

а) порошок меди до облучения; б) порошок меди после облучения электронами

Рисунок 4 – электролитические порошки меди до и после электронного облучения

### Выводы

1. Порошки меди, получаемые методом электролиза, имеют дендритную структуру.

2. При напряжений 30В и силе тока 1А получают медные субмикронные порошки с наночастицами меди.
3. Электронное облучение приводит к уменьшению размеров порошков 3-4 раза и образованию агломератов.

1. Zhang Y.D., Yan J.S., Yu L.G., Zhang P.Y., 2010. Effect of Nano-Cu Lubrication Additive on the Contact Fatigue Behavior of Steel. TribolLett., 37: pp.203–207.
2. Jeongseok Oh, Changkyu Rhee, 2008. Tribological Performance of Cu-Ni Alloy Nanoparticles Synthesized using a Pulsed-Wire Evaporation Method. metals and materials International, 14: pp.425-432.
3. Ю.Д. Гамбург Гальванические покрытия. Справочник по применению. – Москва: Техносфера, 2006. – 216 с.
4. Гарасько Е. В., Тесакова М. В., Чуловская С. А., Парфенюк В. И. Применение наноразмерных медьсодержащих порошков в качестве эффективных биоцидных препаратов. // Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2008. №10. с. 116 -119.
5. Parthasarathy P., Virkar A. V., 2010. Electrochemical Coarsening of Copper Powder in Aqueous Media. Journal of The Electrochemical Society, 5: pp.768-775

## СИНТЕЗ НАНОЧАСТИЦ МЕДИ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОЛИЗА

Ж.Т. Накысбеков, Буранбаев М.Ж., Айтжанов М.Б., Габдуллин М.Т.

*Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, пр. аль-Фараби, 71  
[jhasulan@list.ru](mailto:jhasulan@list.ru)*

*Аннотация.* Исследованы закономерности роста порошков меди и их геометрия от параметров процесса электролиза. Показано, что при стабилизациях электрических параметром можно получить моодисперсные порошки. Определены методы получения субмикронных порошков и наночастиц меди. Методом оптической и электронной микроскопий определены формы и размеры получаемых порошков меди. Показано, что порошки меди сферической формы складываются в дендритную структуру.

Ключевые слова: наночастицы меди, электролиз, субмикронные порошки, электрохимический метод

### *Введение*

Металлические порошки используются в таких отраслях производства, как: порошковая металлургия, при создании антифрикционных [1], фрикционных [2], конструкционных, электротехнических материалов; гальванопластика [3], при изготовлении копий изделий и покрытий драгметаллами; сельское хозяйство, в качестве биоактивных добавок [4]; медицина, как составляющие бактерицидных тканей и мазей. В настоящее время в технике используются в основном порошки с размерами частиц более 10 мкм, при переходе размера порошков из микронной в субмикронную область ( $d < 1$  мкм) структурные характеристики и свойства порошков изменяются, так как доля поверхностных атомов становятся соизмеримы с долей атомов в объеме. При переходе в нано область изменение структурных характеристик и свойств порошков наиболее выражена, доля поверхностных атомов соизмеримо или даже больше атомов в объеме, реакционная способность частиц становятся больше. Благодаря таким свойствам синтез субмикронных и нанопорошков являются актуальной задачи современного *материаловедения*. Из методов синтеза порошков металлов наибольшими перспективами, на наш взгляд, обладают электрохимические методы [5], которые за счет варьирования выбора условий электролиза, в первую очередь, силы тока и напряжения между электродами дают возможность управления скоростью электродных реакций и за счет этого производительностью, химическим составом, размерами и формой получаемых продуктов.

	Оптические и электрические свойства пленок аморфного углерода, модифицированных серебром.....	154
....103	<i>А.П. Рязузов, Р.Р. Немкаева, Р.К. Алиаскаров, Н.Р. Гусейнов</i> Влияние условий синтеза на структуру и свойства $\alpha$ -C:H<Sn <sub>x</sub> > пленок, приготовленных ионно-плазменным методом на постоянном токе.....	156
....110	<i>О.Е. Кайполдаев, М.Ж. Буранбаев, А.Д. Мурадов, К. Тауасаров, Г.А. Байгаринова, Е.С. Мухаметкаримов, Н.Р. Гусейнов</i> Технология получения слоистых пленок Ti <sub>3</sub> C <sub>2</sub> методом вакуумной фильтрации .....	160
....116	<i>Ш. Жанаділдаева, С.Б. Алдабергенова, Г.К. Мусабек, К.К. Диханбаев, Е.Т. Таурбаев</i> Формирование пленки диоксида титана с помощью химического паросаждения из раствора TiCl <sub>4</sub> .....	161
....118	<i>Ж.Т. Накысбеков, М.Ж. Буранбаев, М.Б. Айтжанов, Г.С. Суюндыкова, М.Т. Габдуллин</i> Особенности формирования электролитических порошков меди и влияние электронного облучения на их размеры.....	167
....121	<i>Ж.Т. Накысбеков, М.Ж. Буранбаев, М.Б. Айтжанов, М.Т. Габдуллин</i> Синтез наночастиц меди методом электролиза.....	171
....124	<i>Ильин А.М., Кудряшов В.В., Тулегенова М.А., Мырзабекова М.М</i> Изучение механических свойств композита графен-полимер с использованием атомно-силового микроскопа.....	175
....128	<i>Ильин А.М., Кудряшов В.В., Тулегенова М.А., Gary Beall</i> Исследование влияния электронного облучения на структуру малослойного графена.....	177
....134		
....137		
....140		
....144		
....152		