

## ПОЛУЧЕНИЕ НАНОРАЗМЕРНОГО ПОРОШКА КАРБИДА ВОЛЬФРАМА МЕТОДОМ ИСКРОВОГО РАЗРЯДА В ЭТАНОЛЕ

В.С. Бураков, Н.А. Савастенко, П.Я. Мисаков, Н.В. Тарасенко  
Институт молекулярной и атомной физика Национальной академии наук Беларуси  
Минск, 220072, пр-кт Независимости, 70. E-mail:sava@imaph.bas-net.by

В последние десятилетия отмечается постоянно растущий интерес к наноразмерным материалам, поскольку они демонстрируют уникальные свойства, отличные как от свойств единичных молекул или атомов, так и от свойств массивных материалов, и могут найти широкое практическое применение [1]. Это обуславливает актуальность разработки новых методов, позволяющих эффективно синтезировать наноразмерные материалы при низкой себестоимости.

Недавно был предложен не требующий больших затрат метод для получения наночастиц в электрическом разряде в жидкости [2]. Электроды были выполнены из вольфрама, никеля, стали или углерода. Было обнаружено наличие нано- и микрочастиц, состоящих как из атомов материала электродов или из атомов углерода, образующихся при разложении этанола в зоне разряда, так и из всевозможных соединений атомов углерода и металлов (промежуточные продукты). При этом с практической точки зрения промежуточные продукты также представляют большой интерес. В частности, карбид вольфрама находит широкое практическое применение в качестве прочного, износостойкого материала. В литературе рассматривается также возможность использования карбида вольфрама в качестве катализатора [3].

В предложенном в работе [2] методе, образование карбида вольфрама возможно только при участии атомов, образующихся при разложении молекул жидкости, в которой производится разряд, что, очевидно, снижает эффективность синтеза WC.

В настоящей работе для повышения эффективности образования наночастиц карбида вольфрама предлагается использовать импульсный искровой разряд переменного тока между погруженными в этанол электродами, один из которых изготовлен из графита, а второй – из вольфрама. Применение искрового разряда обеспечивает более эффективное поступление в разряд материала электродов по сравнению с дуговым разрядом. Использование разряда переменного тока обусловлено необходимостью равномерной эрозии обоих электродов, выполненных из разных материалов. Синтезированные предложенным способом частицы исследованы методом просвечивающей электронной микроскопией (ПЭМ). Для исследования состава синтезированного материала использован рентгеноструктурный анализ.

На рис. 1 представлена экспериментальная установка, используемая для получения нано- и микрочастиц WC. Она состояла из электродов (1), стеклянного сосуда (2) и генератора разряда (3). Электроды погружены в этанол (4). Для создания разряда использовали генератор ДГ-1 в режиме искры (сила тока 3.5 – 4.5 А, частота 100 Гц). В качестве электродов брались графитовый и вольфрамовый стержни диаметром 6 мм, погруженные в 60 мл этанола (ХЧ). Разрядный промежуток - 0.3 мм. Разряд осуществлялся в течение 15 минут в циклическом режиме ( 5 мин. – разряд, 4 мин. – пауза ) во избежание воспламенения жидкости при нагревании. Полученный коллоидный раствор отстаивали в течение 15 мин, наиболее крупные частицы выпадали в осадок. Затем раствор переливали в другую емкость, не взбалтывая, за исключением последних 5-8 мл жидкости с крупным осадком на дне.

Для получения ПЭМ-изображений производилась выборка небольших порций материала из коллоидного раствора и нанесение его на медную сетку, покрытую графитовой пленкой. Для рентгеноструктурных исследований полученный образец выпаривали при ком-

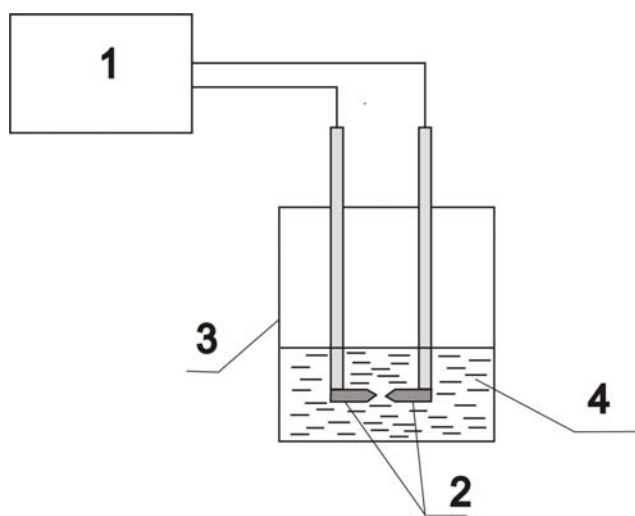


Рис.1.Блок-схема экспериментальной установки.

натной температуре в течение 4 дней для получения порошка.

Средний диаметр синтезированных наночастиц установлен по фотографиям, полученным на просвечивающем микроскопе Hitachi-800 с действующим ускоряющим напряжением до 200 кВ. Размеры наночастиц определены как в свежеприготовленном образце, так и через 24 часа после приготовления.

Фазовый состав порошка выяснен методом рентгеноструктурного анализа на дифрактометре D8-Advance (по излучению Cu-K $\alpha$ ) с использованием программного обеспечения Diffra Plus “EVA” в рамках картотеки PDF-2.

Для определения параметров решетки использовалось программное обеспечение Diffra Plus “TOPAS”.

На рис. 2 представлены ПЭМ изображения синтезированных наночастиц, полученных при нанесении на медную сетку коллоидного раствора непосредственно после приготовления (а) и через 24 часа после приготовления (б). На рис. 2 показаны также распределения частиц по размерам. Как видно из рисунка, в процессе разряда в жидкости образуются сферические частицы диаметром от 2,5 до 35 нм. Средний диаметр частиц в свежеприготовленном растворе, посчитанный по 250 частицам, составляет 7 нм. По прошествии 24 часов частицы коагулируют. Образуются более крупные частицы (средний диаметр составляет 105 нм). Наряду со сферическими частицами наблюдаются также частицы с четко выраженной гексагональной структурой (рис. 2.б).

Из анализа фазового состава частиц определено, что синтезированный порошок содержит WC<sub>1-x</sub> кубической структуры с периодом решетки  $a = 4.2345 \text{ \AA}$  и W<sub>2</sub>C гексагональной структуры с периодами решетки  $a = 5.1026 \text{ \AA}$ ,  $c = 4.8168 \text{ \AA}$ . Обнаружены слабые линии  $\beta$ -W кубической структуры с периодом решетки  $a = 5.0500 \text{ \AA}$ . В синтезированном образце присутствует также графит гексагональной структуры с периодами решетки  $a=2.4612 \text{ \AA}$ ,  $c= 6.7798 \text{ \AA}$ .

Эффективность синтеза нанопорошка методом искрового разряда в этаноле составляет 7 мг/мин, что превышает эффективность получения наноматериалов методом лазерной абляции в 2 –14 раз (в зависимости от плотности мощности излучения лазера) [4].

Таким образом, в настоящей работе показано, что метод искрового разряда в этаноле пригоден для синтеза наночастиц со средним диаметром 7 нм в свежеприготовленном растворе. За последующие 24 часа полученные частицы коагулируют, увеличиваются в размерах, достигая среднего диаметра 105 нм. Поэтому в целях предотвращения последующей коагуляции наночастиц необходимо использовать стабилизаторы.

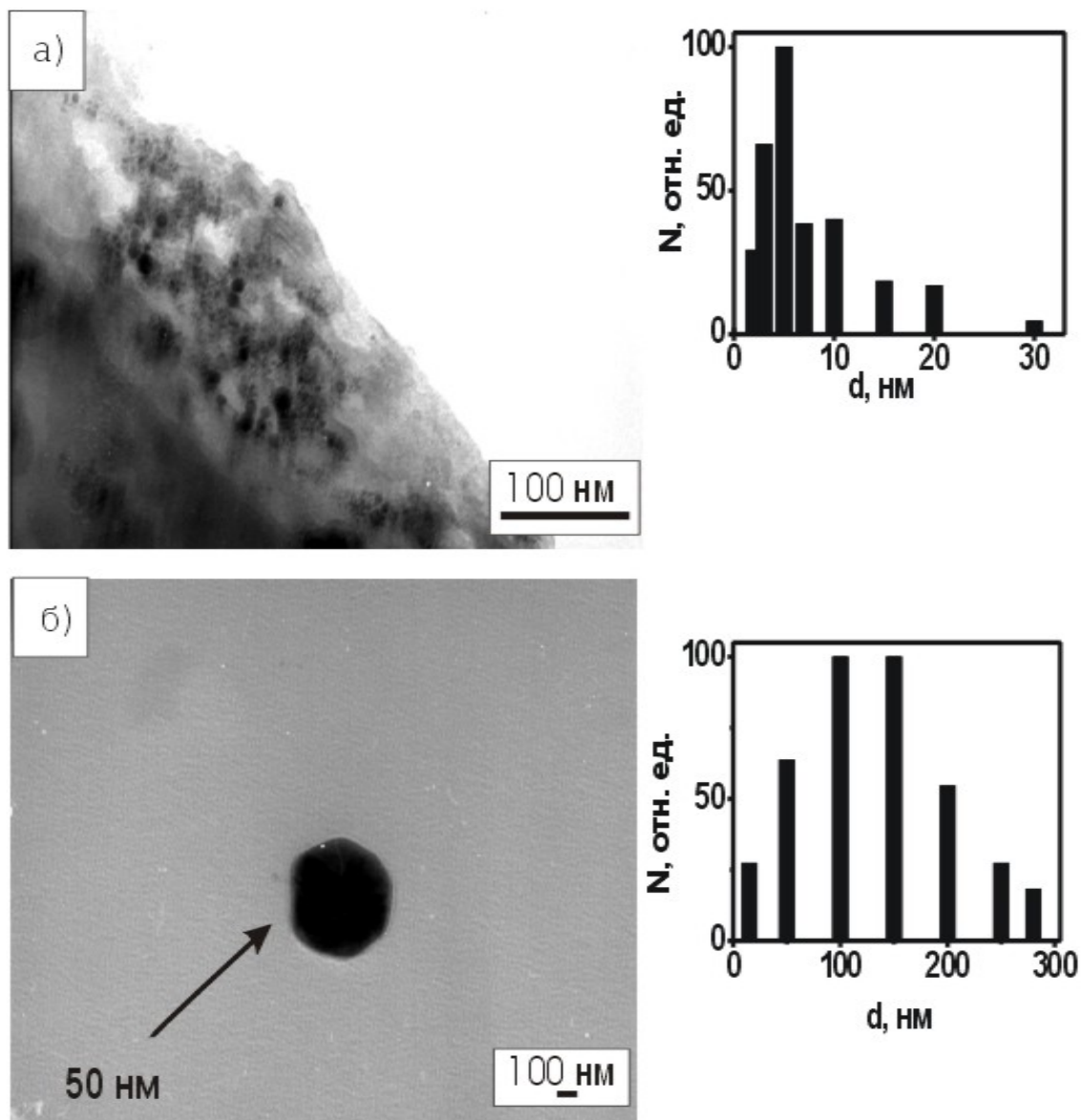


Рис.2. ПЭМ изображение синтезированных частиц. Отбор коллоида производился через 15 минут после получения частиц (а) и через 24 часа (б) после синтеза. Распределения наночастиц по размерам приведены на вставках справа от соответствующей фотографии.

Эффективность синтеза нанопорошка методом искрового разряда в этаноле составляет 7 мг/мин.

1. П.А Витязь. Наноструктурные материалы – 2004: Беларусь-Россия. Минск, (2004). С. 7.
2. N. Parkansky, B. Alterkop, R. L. Voxman, S. Goldsmith, Z. Barkay, and Y. Lereah. Powder Technology. **150**, 36 (2005).
3. J. Brillo, R. Sur, H. Kuhlenbeck and H.-J. Freund. Surface Science. **397**, 137, (1998).
4. H. Lillich, J. Wolfrum, V. Zumbach, L.E. Aleandri, D.J.Jones, J. Roziere, P. Albers, K. Seibold, A. Freund . J.Chem.Phys. **99**, 12413 (1995).