

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ЛЕГИРОВАННЫХ Fe, Ni И Co ГРАФИТОВЫХ ЭЛЕКТРОДОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА УГЛЕРОДНЫХ НАНОСТРУКТУР

Слысь И.Г.*, Сычов В.В., Брахнов Н.В., Рогозинская А.А., Головкова М.Е.

Институт проблем материаловедения НАНУ, им. И.Н.Францевича

03142, г. Киев, ул. Кржижановского 3,

E-mail: slys@ipms.kiev.ua

Наиболее распространенным методом получения углеродных нанотрубок является электродуговое испарение углерода вместе с металлическими катализаторами. Для этого используют графитовые стержни Ø8x155мм, в которых высверливают отверстие Ø4x145мм. В это отверстие засыпают металлическую стружку, порошки металлов или их гидридов, которые имеют лучшую сыпучесть и потому обеспечивают большую однородность размещения металла по длине стержня. Большая однородность и равномерность размещения металла повышает стабильность испарения углеродных электродов в электрической дуге и тем самым на 2-3% увеличивает выход синтезируемых структур (нанотрубок, фуллеренов) [1]. Улучшить однородность (равномерность) размещения металла не только по длине, но и по сечению электрода возможно, если насыщать пористый электрод растворами металлических солей с дальнейшим их термическим восстановлением до металла.

С целью решения этой задачи нами были изготовленные электроды размерами 9,5x9,5x250мм из пористого углерода с 30-35% пористости и отработывались технологии их насыщения солями Fe, Ni и Co из водных растворов их сульфатов, а также термического восстановления последних до металлов.

Для исследований использовали водные сульфаты:

- $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$;
- $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$;
- $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Оптимальные условия насыщения образцов из графитовых стержней определялись:

- подбором образцов графита разной пористости;
- изменением концентрации раствора;
- изменением времени насыщения;
- изменением температуры раствора;
- влиянием ультразвука.

Таким образом, были определены условия, которые обеспечили получение заданного количества железа, никеля и кобальта в образцах электродов после термической обработки.

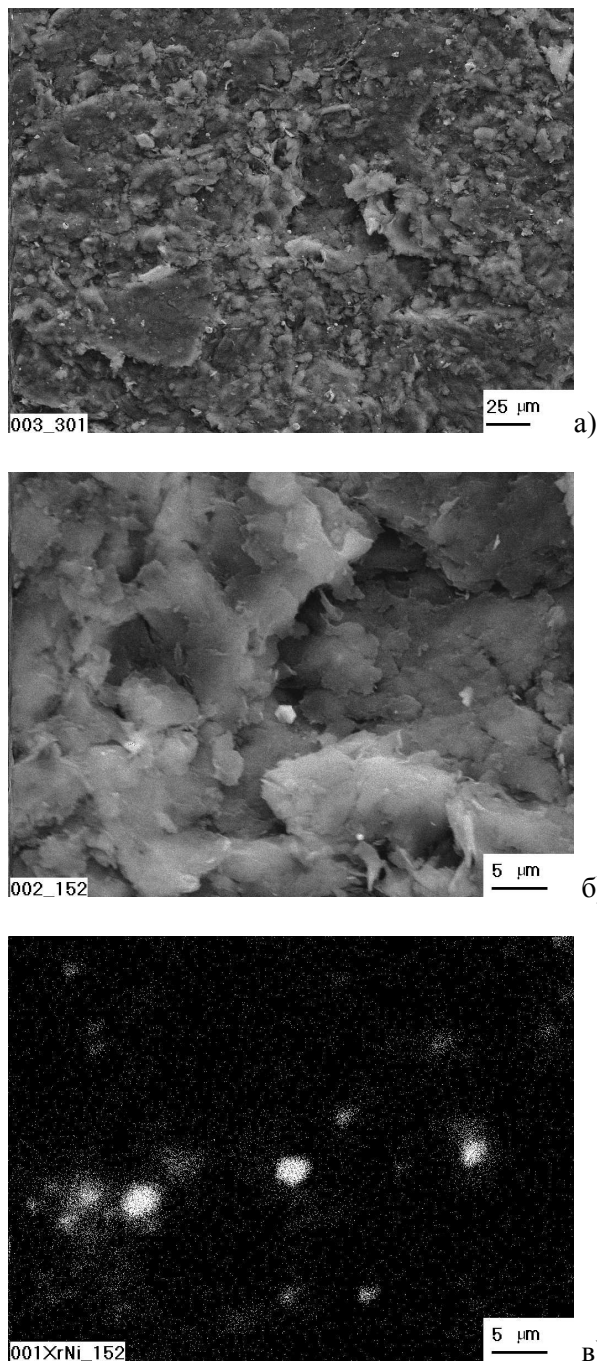


Рис. 1.

При нагреве водные сульфаты сначала отдают воду с образованием безводных сульфатов, термическая стойкость последних незначительно повышается в ряде Fe-Co-Ni, однако, уже при температуре 840⁰С сульфат никеля полностью разлагается на NiO и SO₂. Далее, при 950⁰-1050⁰С оксиды металлов восстанавливаются твердым углеродом электрода и оксидом углерода в автономной газовой среде в контейнере с плавким затвором. Полученные таким образом дисперсные частицы металлов заполняют поры образцов электродов.

Рентгенофазовый анализ проводился на аппарате ДРОН-3М в фильтрованном Cu K α излучении. Установлено, что фазовый состав поверхности и внутренней части электродов идентичны. Определено наличие фаз: С (графит) - основа, Co, Fe или Ni, в зависимости от исходного водного сульфата, и немного их карбидов. Металлические дисперсные частицы в образцах электродов распределяются довольно равномерно соответственно пористости. Микрорентгеноструктурный анализ проводился на установке "Superprobe 723. Jeol". На примере Ni – графитовой композиции на рис. 1 показано распределение металла в электродах: а) фрагмент сечения электрода во вторичных электронах – х 300; б) участок фрагмента во вторичном излучении - х 1500; в) тот же участок в характеристическом излучении Ni x1500;. На рис.2. а) показано распределение частиц восстановленного железа в фрагменте Fe-графитовой композиции во вторичных электронах при увеличении – х 300; б) в характеристическом излучении железа х 1500. На рис. 3. а) и б), то же для Co- графитовой композиции.

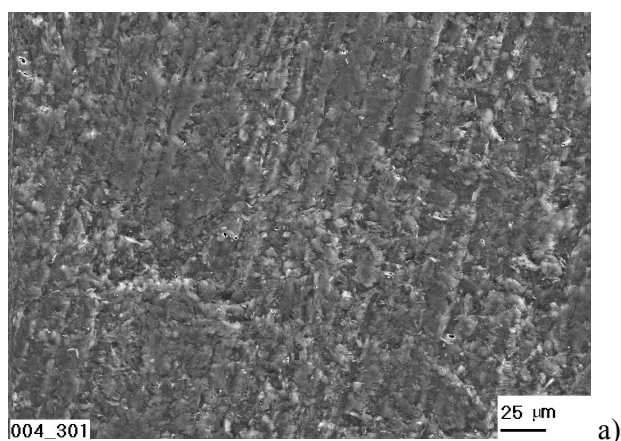


Рис. 2.

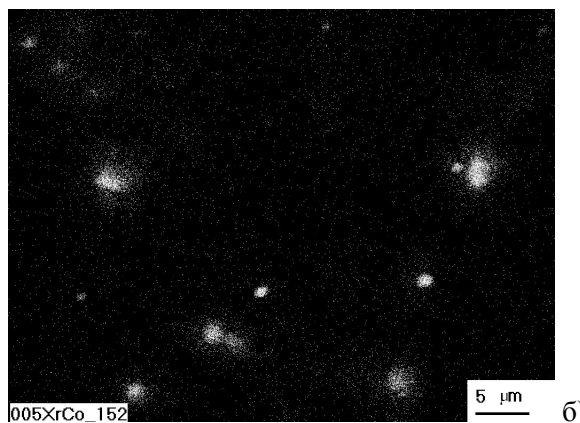
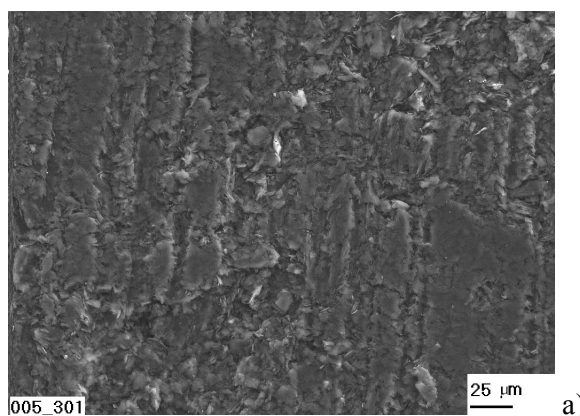
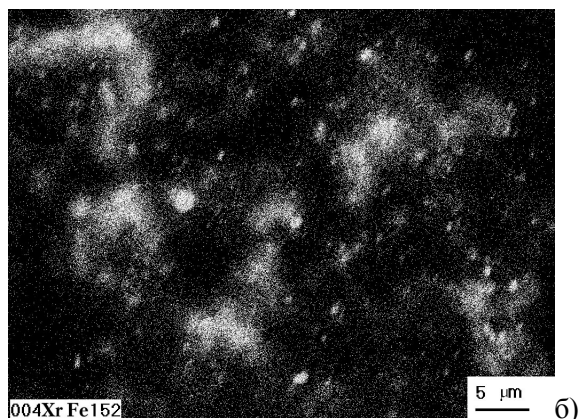


Рис.3.

Таким образом, были получены графитовые образцы электродов с разным содержанием железа, никеля или кобальта, в частности, 0,5-2%(масс) и больше.

На основании выполненных исследовательских работ была изготовлена партия электродов с разным содержанием Fe, Ni, Co для исследования синтеза углеродных структур при их испарении.

Литература

1. Э.Г. Раков. Успехи химии, 69, №1. 2000 с.42-46.
2. В.И. Трефилов, Д.В. Щур, В.К. Пишук и др. Фуллерены- основа материалов будущего, К, АДЕФ-Украина, 2001.