

Эрса Аюб С., Сатывалдиева Г. Э., Сатывалдиев А.С., Осмонканова Г.Н.

ОСАЖДЕНИЕ НАНОРАЗМЕРНОЙ МЕДИ НА ВЫСОКОДИСПЕРСНОМ ГРАФИТЕ МЕТОДОМ ХИМИЧЕСКОГО ВОССТАНОВЛЕНИЯ

Ersa Ayub S., G.E. Satyvaldieva, A.S. Satyvaldiev, G.N. Osmonkanova

THE DEPOSITION OF NANOSCALE COPPER ON HIGHLY DISPERSED GRAPHITE BY CHEMICAL REDUCTION

УДК 666.122.2

Показаны возможности осаждения наноразмерной меди, при восстановлении ионов меди гидразином, на высокодисперсном графите, полученного в условиях электроискрового диспергирования.

It was shown the possibilities of nanoscale copper deposition in the recovery of copper ions with hydrazine, at highly dispersed graphite obtained under conditions of electric dispersion.

Большой научный и технический интерес исследователей к высокодисперсному графиту обусловлен широким использованием его в различных областях промышленности и техники: нанoeлектронике, для аккумуляирования и хранения водорода, в качестве антифрикционного материала, в качестве носителя каталитически активных веществ [1]. Осаждение на высокодисперсном графите наночастиц металлов в еще большей степени расширяет возможности его применения. Поэтому определенный интерес представляет изучение возможности осаждения наноразмерной меди на высокодисперсном графите.

Высокодисперсный графит получали методом электроискрового диспергирования графита в этиловом спирте и воде.

В условиях электроискрового диспергирования материалов возникает высокая температура до 10000°C и при этой температуре многие материалы расплавляются и даже закипают. Искровой разряд также сопровождается появлением высокого давления. В результате образуется высокодисперсный графит с размерами частиц от нескольких до сотни нанометров [2].

Для получения продуктов диспергирования графита в условиях искрового разряда была использована установка, разработанная У. Асановым и его сотрудниками [3] и предназначенная для проведения химического синтеза. Электроискровое диспергирование графита проводилось при следующих электрических параметрах установки; питающее напряжение - 220 В, частота следования импульсов - 50 Гц, емкость разрядного контура - 4 мкф. Это соответствует значению энергии единичного импульса равной 0,1 Дж. В качестве электродов использовался технический электродный графит, а в качестве диэлектрической среды – этиловый спирт (96%) и дистиллированная вода.

Подготовка продуктов для исследования проводилась по следующей схеме. Продукты диспергиро-

вания графита отделялись от жидкой фазы методом центрифугирования при скорости 3000 об/мин. Твердая фаза, отделенная от жидкой, высушивалась при 110°C.

Фазовый состав продуктов установлен методом рентгенофазового анализа, а дисперсность - методом электронной микроскопии. Дифрактограммы продуктов снимались на дифрактометрах ДРОН-2 с кобальтовым излучением и X. Pert MPD PRO (PANalytical) с медным излучением, а микрофотографии продуктов - на растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6490 LA.

На рисунке 1 представлены дифрактограммы исходного графита и продуктов электроискрового диспергирования графита, на рис. 2 микрофотографии продуктов электроискрового диспергирования графита.

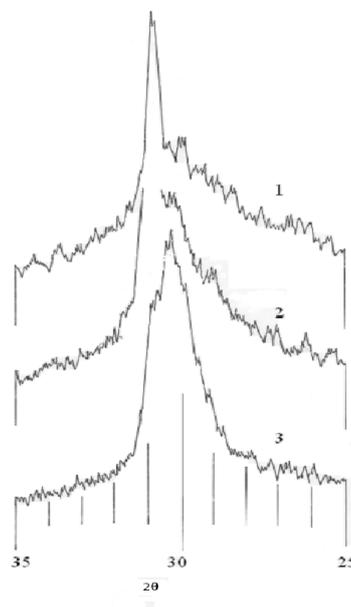


Рис. 1. Участки дифрактограмм исходного графита (1) и продуктов электроискрового диспергирования графита в воде (2) и спирте (3)

Сравнение дифрактограмм исходного графита и продуктов электроискрового диспергирования графита в воде и спирте показывает, что дифрактограммы исходного графита и продуктов диспергирования графита практически не отличаются по положению интенсивного пика. Данный пик относится к графиту. Согласно литературным данным [4] графит имеет гексагональную решетку с пара-

метрами: $a=2,461 \text{ \AA}$, $c =6,708 \text{ \AA}$. Из данных рентгенофазового анализа мы смогли рассчитать только один параметр решетки и для исходного графита, и для продукта электроискрового диспергирования графита. Для исходного графита $c = 6,703 \text{ \AA}$, а продукт диспергирования графита в воде имеет период решетки $c =6,716 \text{ \AA}$. Отсюда можно сделать вывод о том, что в воде и спирте под действием искрового разряда происходит диспергирования графита.

Из микрофотографий видно, что продукты электроискрового диспергирования графита, не зависимо от природы диэлектрической среды, представляют собой полидисперсную систему, состоящую из частиц различных форм. Большинство частиц не имеют определенную форму, но среди них имеются высокодисперсные частицы сферической формы.

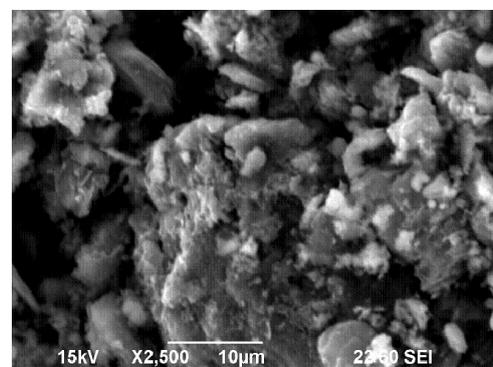
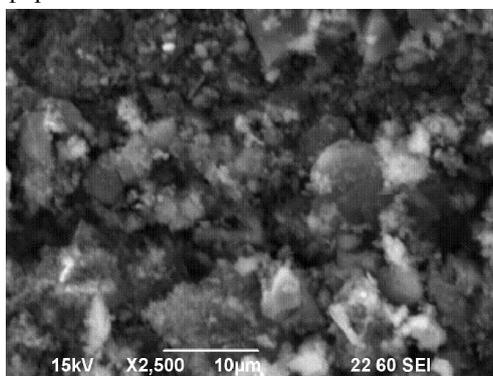


Рис. 2. Микрофотографии продуктов электроискрового диспергирования графита в воде (а) и спирте (б)

Осаждение наноразмерной меди на высокодисперсном графите, полученного методом электроискрового диспергирования, проводились по следующей методике. Определенное количество высокодисперсного графита (50-100 мг) добавлялся в определенный объем (10-50 мл) раствора CuSO_4 , содержащего 1мг Cu в 1 мл. Затем раствор перемешивается и в него добавляется концентрированный раствор NaOH до $\text{pH}=10-11$. После этого раствор нагревается до $50-60^\circ\text{C}$ и при постоянном перемешивании добавляется восстановитель – гидразин. Реакция восстановления ионов меди до металлического состояния завершается за 45 мин. Высокодисперсный графит с осажденной медью

отделяется центрифугированием и промывается до нейтральной реакции водой и затем этиловым спиртом, и высушивается при 110°C . Полученный продукт изучался методами рентгенофазового анализа и электронной микроскопии.

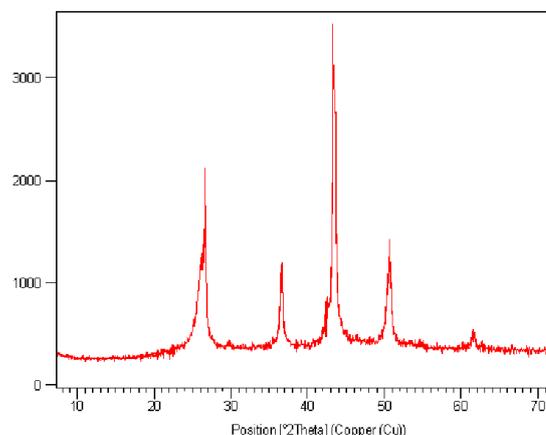


Рис. 3. Дифрактограмма высокодисперсного графита, полученного при электроискровом диспергировании графита в этиловом спирте, с осажденной медью

На рис. 3 представлена дифрактограмма высокодисперсного графита, полученного при электроискровом диспергировании графита в этиловом спирте, с осажденной медью, результаты расчета этой дифрактограммы представлены в таблице.

Таблица

Результаты расчета дифрактограммы высокодисперсного графита, полученного при электроискровом диспергировании графита в этиловом спирте, с осажденной медью

№	Экспер. данные		Фазовый состав						
	I	d, \AA	$\text{C}_{\text{граф}}$			Cu		Cu_2O	
			hkl	a, \AA	c, \AA	hkl	a, \AA	hkl	a, \AA
1	20	3,408	002		6,816				
2	20	2,457						111	4,255
3	8	2,131						200	4,262
3	100	2,083				111	3,608		
4	26	1,805				200	3,610		
5	3	1,506						220	4,259
6	15	1,277				220	3,612		
7	12	1,089				113	3,612		

Анализ и результаты расчета дифрактограммы высокодисперсного графита, полученного при электроискровом диспергировании графита в этиловом спирте, с осажденной медью показывают, что действительно графит содержит металлическую медь и в небольшом количестве оксид одновалентной меди.

Для установления дисперсности и морфологии металлической меди, осажденной на высокодисперсном графите нами использован метод электронной микроскопии. Микрофотография высокодисперсного графита, полученного при электроискровом диспергировании графита в этиловом спирте, с осажденной медью представлена на рис.4.

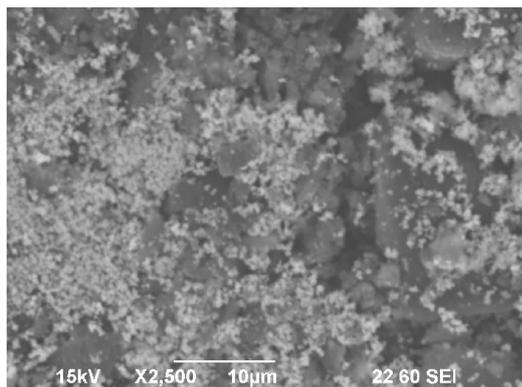


Рис. 4. Микрофотографии высокодисперсного графита, полученного при электроискровом диспергировании графита в этиловом спирте, с осажденной медью.

Анализ микрофотографии высокодисперсного графита, полученного при электроискровом диспергировании графита в этиловом спирте, с осажденной медью показывает, что в составе графита содержатся сферические частицы примерно одинакового размера. Эти частицы представляют собой нанодисперсную медь. Результаты расчета размеров частиц меди,

проведенные на основе микрофотографий показывают, что частицы меди имеют диаметр 50-70 нм.

Таким образом, разработана методика осаждения наноразмерной меди на высокодисперсном графите методом химического восстановления. Методами рентгенофазового анализа и электронной микроскопии установлено, что при восстановлении ионов меди гидразином в присутствии высокодисперсного графита, полученного при электроискровом диспергировании, на поверхности графита осаждается наноразмерная металлическая медь.

Литература

1. Новотворцев В.М., Козлов В.В., Королев Ю.М., Кожитов Л.В., Карпачева Г.П. Новый функциональный материал на основе углеродных нанотрубок, модифицированных наночастицами меди // Координационная химия, 2010, т. 36, №5. – С.366-369.
2. Байрамов Р.К. Поведение металлических частиц, образованных при электроискровом диспергировании алюминия в водных растворах // ЖПХ, 2003, т.26, вып. 7. – С.1067-1070.
3. Асанов У.А., Петренко Б.Я., Денисов А.С. Установка для получения продуктов электроэрозии металлов // АС. № 322249, БН., 1972, №36.
4. Уббелода А.Р., Льюис Ф.А. Графит и его кристаллические соединения. - М.: Мир, 1965. – 256 с.

Рецензент: к.х.н., доцент Мурзабекова Э.Т.