

*Котов С., Бообекова А.А., Сатывалдиев А.С., Осмонканова Г.Н.*

**О ВОЗМОЖНОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОРАЗМЕРНОГО НИКЕЛЯ В УСЛОВИЯХ ЭЛЕКТРОИСКРОВОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ**

*S. Kotov, A.A. Boobekova, A.S. Satyvaldiev, G.N. Osmonkanova*

**ON THE POSSIBILITY OF NANOSIZED NICKEL GENERATION UNDER CONDITIONS OF ELECTRIC DISPERSING**

УДК 621.762.214

*Методами рентгенофазового анализа и электронной микроскопии показано, что в продуктах электроискрового диспергирования никеля в этиловом спирте и воде содержание наночастиц этого металла составляет от 38,5 до 43,4%.*

*By the method of X-ray phase analysis and electron microscopy was shown that content of this metal nanoparticles in products of electrospark dispersion of nickel in ethanol and water is from 38.5 to 43.4%.*

В последние годы большое внимание уделяется получению, изучению физико-химических свойств и применению наноразмерных порошков металлов, в том числе нанопорошков никеля. Это объясняется тем, что нанопорошки никеля обладают магнитными, каталитическими и другими свойствами [1]. Перспективы применения нанопорошков никеля в различных областях промышленности и техники зависят от разработки эффективных методов их синтеза [2].

В этом плане определенный интерес для получения нанопорошков металлов представляет использование метода электроискрового диспергирования, который характеризуется одностадийностью, простотой аппаратного оформления. На стабильность нанодисперсных порошков металлов, полученных в условиях искрового разряда, определенное влияние оказывает их высокоскоростная закалка в условиях диспергирования [3].

Для получения нанопорошков никеля в условиях электроискрового диспергирования нами использована лабораторная гранульная установка, где искровой разряд создается с помощью RC-генератора [4]. Электроды были изготовлены из технического никеля с чистотой 99,8% и помещены в реактор, в виде сосуда цилиндрической формы, с объемом 100 мл, заполненный жидким диэлектриком и на дне которого были равномерно уложены мелкие куски никеля с размерами около 8x6x4 мм. В качестве диэлектрической среды были использованы гексан, этиловый спирт (96%) и вода.

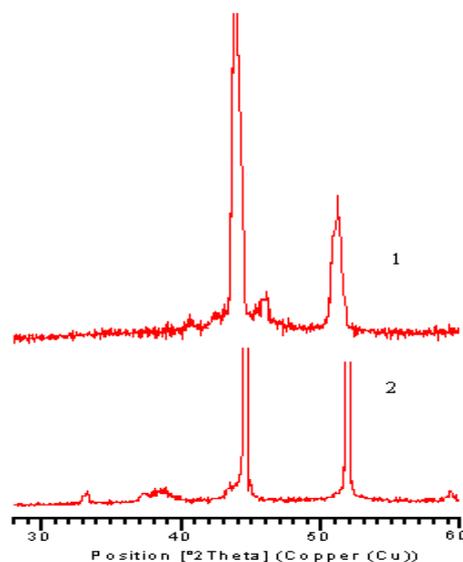
Продукты электроискрового диспергирования никеля находятся в составе твердой фазы, поэтому она отделялась от жидкой фазы декантацией. Твердые продукты, полученные в гексане, промывались чистым гексаном и этиловым спиртом для удаления продуктов пиролиза диэлектрика, затем и высушивались. Продукты, полученные в этиловом спирте и воде, промывались спиртом и высушивались. Одним из продуктов термического пиролиза углерод-

содержащих диэлектрических сред является свободный углерод в виде сажи, который находится в составе твердых продуктов электроискрового диспергирования никеля в гексане и спирте.

Фазовый состав продуктов электроискрового диспергирования никеля изучен методом рентгенофазового анализа. Рентгенограммы продуктов снимались на дифрактометре ДРОН-2 на кобальтовом излучении и на рентгеновском дифрактометре X.Pert MPD PRO (Panalytical) с отфильтрованным медным излучением. Расчет дифрактограмм проводился по методике [5]. Для определения дисперсности и морфологии металлов, осажденных на силикагеле, использован метод электронной микроскопии. Микрофотографии образцов снимались на растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6490 LA.

Дифрактограммы продуктов электроискрового диспергирования никеля в этиловом спирте и воде представлены на рис. 1, а результаты расчета дифрактограмм продуктов, полученных в спирте, воде и гексане приведены в таблицах 1-3.

Результаты расчета дифрактограмм продуктов электроискрового диспергирования никеля показывает, что фазовый состав продуктов зависит от состава диэлектрической среды. Основной фазой продукта электроискрового диспергирования никеля во всех диэлектрических средах является металлический никель с гранцентрированной кубической



**Рис.1.** Дифрактограммы продуктов электроискрового диспергирования никеля в этиловом спирте (1) и в воде (2)

Таблица 1

Результаты расчета дифрактограммы продуктов электроискрового диспергирования никеля в этиловом спирте

№	Экспериментальные данные		Фазовый состав				
	I	d, A°	Ni		Ni <sub>4</sub> C <sub>3</sub>		
			hkl	a, A°	hkl	a, A°	c, A°
1	4	2,2325			100	2,578	
2	4	2,1317			002		4,263
3	100	2,0713	111	3,587			
4	10	1,9770			101	2,574	4,272
5	40	1,7906	200	3,581			

Таблица 2

Результаты расчета дифрактограммы продуктов электроискрового диспергирования никеля в воде

№	Экспериментальные данные		Фазовый состав			
	I	d, A°	Ni		NiO	
			hkl	a, A°	I	d, A°
1	3	2,3324			91	2,41
2	100	2,0316	111	3,519		
3	45	1,7585	200	3,519		
4	2	1,4754			57	1,476

Таблица 3

Результаты расчета дифрактограммы продуктов электроискрового диспергирования никеля в гексане.

№	Экспериментальные данные		Фазовый состав				
	I	d, A°	Ni		Ni <sub>4</sub> C <sub>3</sub>		
			hkl	a, A°	hkl	a, A°	c, A°
1	7	2,2496			100	2,598	
2	10	2,1609			002		4,322
3	100	2,0904	111	3,622			
4	30	1,9976			101	2,599	4,343
5	44	1,8092	200	3,618			

решеткой. Второй фазой, в зависимости от состава диэлектрической среды, является карбид никеля Ni<sub>4</sub>C<sub>3</sub> с гексагональной решеткой или оксид никеля. Во всех углеродсодержащих диэлектрических средах происходит карбидизация никеля, а в воде образуются кислородсодержащие соединения никеля. Содержание второй фазы незначительное.

Значение параметра кристаллической решетки нанопорошков никеля в зависимости от природы диэлектрической среды меняется от 3,524 A° до 3,650 A° (табл. 4). Близкие к литературным данным (a=3,52 A°, [6]) значение

Таблица 4

Зависимость параметра кристаллической решетки наноразмерного никеля, полученного при электроискровом диспергировании, от природы диэлектрической среды

№	Диэлектрическая среда	Параметр решетки, A°
1	Гексан	3,620
3	Этиловый спирт	3,593
4	Вода	3,524

параметра решетки имеет порошок никеля, полученный в воде. Относительно высокие значения параметра решетки порошков никеля, полученных в углеродсодержащих средах, возможно связано с образованием твердого раствора углерода в металлическом никеле.

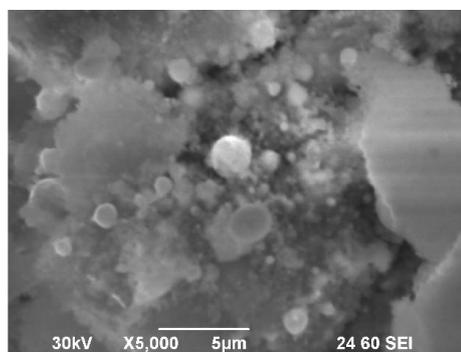


Рис.2. Микрофотографии наноразмерного никеля, полученного при электроискровом диспергировании никеля в гексане

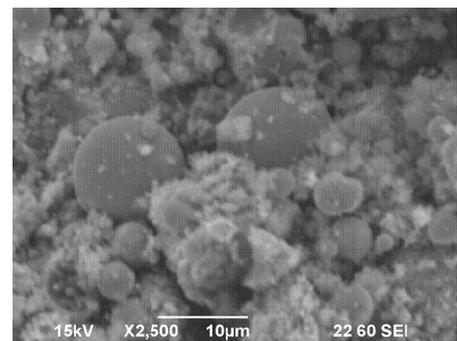


Рис.3. Микрофотографии наноразмерного никеля, полученного при электроискровом диспергировании никеля в спирте

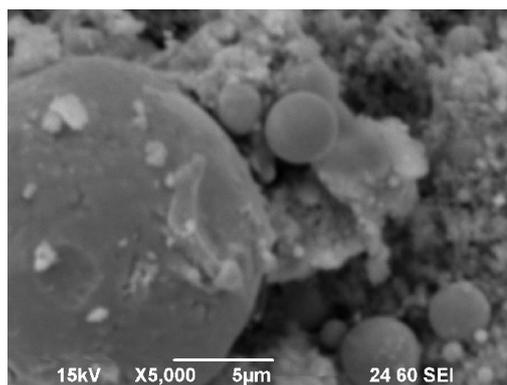


Рис.4. Микрофотографии наноразмерного никеля, полученного при электроискровом диспергировании никеля в воде

На рисунках 2-4 представлены микрофотографии продуктов электроискрового диспергирования никеля в различных диэлектрических жидкостях. Анализ микрофотографий показывает, что продукты диспергирования металлов представляют собой полидисперсные системы. На микрофотографии продуктов диспергирования никеля в

гексане и спирте хорошо видны сферические высокодисперсные частицы металлов, а на микрофотографии продуктов диспергирования никеля в воде появляются аморфные осадки, которые ухудшают видимость сферических частиц никеля.

Гранулометрические характеристики частиц никеля, полученных в условиях искрового разряда, приведены в таблице 5.

*Таблица 5*

**Гранулометрические характеристики высокодисперсных частиц никеля, полученных при электроискровом диспергировании**

Диэлектрическая среда	Диаметр частиц, нм	Содержание частиц в %
Гексан	до 100	39,7
	101-200	45,6
	>200	14,7
Этиловый спирт	до 100	38,5
	101-200	31,6
	>200	29,9
Вода	до 100	43,4
	101-200	28,3
	>200	28,3

В продуктах электроискрового диспергирования никеля доля наноразмерных частиц никеля, т.е. доля металлических частиц с диаметром до 100 нм составляет от 38,5 до 43,4%.

Таким образом, методами рентгенофазового анализа и электронной микроскопии показано, что при электроискровом диспергировании никеля в жидких средах происходит образование нанодисперсного порошка никеля.

**Литература**

1. Кудлаш А.Н., Воробьева С.А., Лесникович А.И. Коллоидный никель, полученный межфазным синтезом в системе гексан-вода//Вестник БГУ, 2006, сер.2, №2. – С.7-12.
2. Алымов М.И., Зеленский В.А., Трегубова И.В., Анкудинов А.Б. Влияние режимов восстановления на дисперсность и степень восстановления никелевых нанопорошков//Физика и химия обработки материалов, 2009, №5. – С.55-58.
3. Байрамов Р.К. Особенности электроискрового диспергирования некоторых металлов//ЖПХ, 2003, т.76, №5. – С. 771-773.
4. Асанов У.А., Петренко Б.Я., Денисов А.С. Установка для получения продуктов электроэрозии металлов //АС. № 322249, БН., 1972, №36.
5. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ. Справочное руководство. Получение и измерение рентгенограмм. - М.: Высш школа, 1974. – 456 с.
6. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. – М.: МИСИС, 1994. – 328 с.

**Рецензент: к.х.н., и.о. доцента Мурзакулова Б.С.**