

Сатиев М.О.

**Sb/Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> КОМПОЗИТНЫЕ НАНОЧАСТИЦЫ, СИНТЕЗИРОВАННЫЕ В МНОГОАТОМНЫХ СПИРТАХ**

Satiev M.O.

**Sb/Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> THE COMPOSITES NANOPARTICLES, SYNTHESIZED OF POLYATOMIC ALCOHOLS**

УДК:546.86;(575.2)(04)

*Сферические Sb/Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> композитные наночастицы с размерами от 10 до 100 нм были синтезированы с использованием импульсной плазмы при энергии единичного импульса 0,05 Дж в двух – (этиленгликоль) и трех- (глицерин) атомных спиртах.*

*The spherical Sb/Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite nanoparticles with sizes from 10 to 100 nm in were synthesized using the plasma pulsed at energy of 0.05 J. unit impulses in the two – (ethylene glycol) and three- (glycerol) polyhydric alcohols.*

Одной из интенсивно развивающихся областей современной технологии являются композиционные материалы на основе нанотехнологий. Рассматривая композитные наноматериалы следует различать собственно композиционные наноматериалы (нано-композиты и наноструктурированные композиты) и высокодисперсные материалы (порошки), частицы которых имеют структуру композита - композитные наночастицы, состоящие из наноразмерных структурных блоков [1].

В работе [2] с помощью генерации искрового разряда (SDG) были получены Sb/О нанокompозитные

порошки с размером частиц 10-20 нм для литий-ионных анодных аккумуляторов.

Авторы [3-4] инновационным методом гибридной индукции и лазерного нагрева (HILH) синтезировали сферические Sb/Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> композитные наночастицы. Для этого чистый слиток Sb (99,5%), введенный в графитовый тигель, помещали в камеру, в которую под давлением ~10 Па при помощи роторного насоса закачивали газ Ar, смешанный с O<sub>2</sub> при давлении 1,0x10<sup>4</sup>. Путем регулирования потока O<sub>2</sub> установили постоянное парциальное давление кислорода 500 Па, которое и явилось основополагающим фактором для синтеза сферических наночастиц.

Электронно-микроскопические исследования показали (рис.1а), что наночастицы имеют сферическую форму со средним диаметром ~ 80 нм. На дифрактограмме (рис.1б) видно, что наночастицы состоят из двух фаз: металлической сурьмы с ромбоэдрической структурой и оксида сурьмы Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в кубической сингонии. Интенсивность металлической сурьмы гораздо слабее, чем у оксида сурьмы.

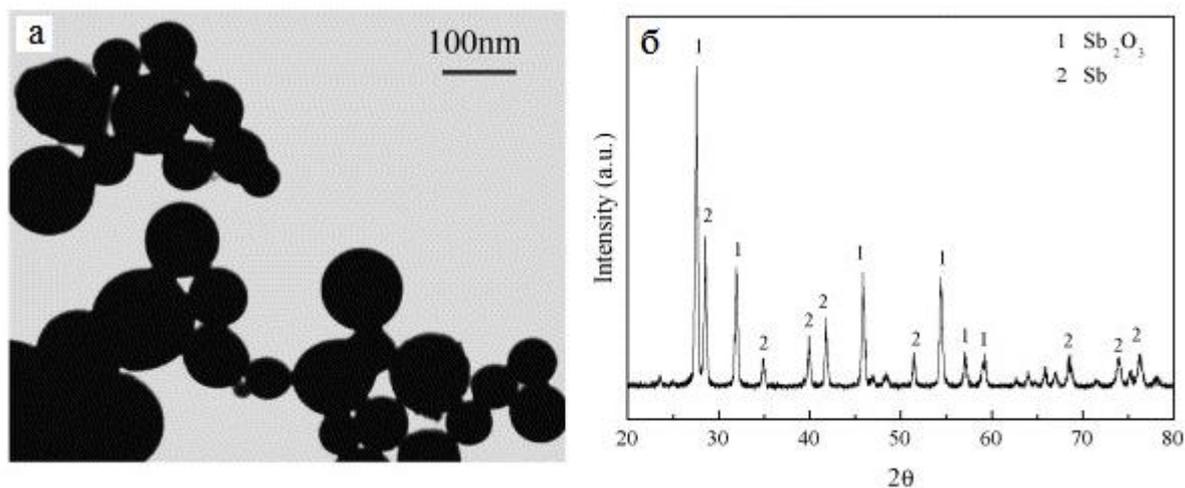


Рис.1. Электронно-микроскопический снимок (а) и дифрактограмма (б) композитных наночастиц, полученных авторами [3].

Термическая стабильность Sb/Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> наночастиц, синтезированных при 500 Па, изучалась при отжиге наночастиц на воздухе в течение 1 ч при различных температурах (200, 400, 500 и 600°C).

Когда Sb/Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> наночастицы отжигали при 200°C на воздухе в течение 1 ч, их размер и форма не изменились, что указывает на термическую стабильность при низкой температуре. Однако их размер и форма менялись с увеличением температуры отжига

(400-600 °C). Установлено, что чем выше температура отжига, тем больше размер частиц. Форма, размер, состав и свойства наночастиц, синтезированных при сочетании гибридной индукции и лазерного нагрева, имеют сильную зависимость от парциального давления кислорода [3].

В данной работе приведены исследования продукта диспергирования сурьмы в многоатомных спиртах (этиленгликоле и глицерине) при комнатной

температуре с использованием энергии импульсной плазмы[5].

В ранних исследованиях [6] сообщалось, что при диспергировании сурьмы с использованием импульсной плазмы в этиловом спирте ( $C_2H_5OH$ ) образуются металлическиенанотрубки сурьмы с ромбоэдрической структурой. Наличие нанотрубок сурьмы подтверждено просвечивающей электронной микроскопией (ПЭМ) высокого разрешения. На снимках видны скопления прямых, скрученных, а также одиночно скрученной нанотрубок сурьмы с диаметром 3 - 20 нм и длиной до 100 нм.

На дифрактограмме (рис.2) продукта диспергирования сурьмы в этиленгликоле (двух атомный спирт –  $C_2H_4(OH)_2$ ) обнаружено образование двух фаз: металлической сурьмы в ромбоэдрической сингонии (PDF картотека № 85 -1323,  $a = 4,301\text{Å}$  и  $c = 11,232\text{Å}$ ) с параметрами кристаллической решетки:  $a = 4,310\text{Å}$  и  $c = 11,28\text{Å}$  и оксида сурьмы  $Sb_2O_3$  кубической сингонии (PDF № 71-0365,  $a = 11,15\text{Å}$ ) с параметром кристаллической решетки  $a = 11,55\text{Å}$ .

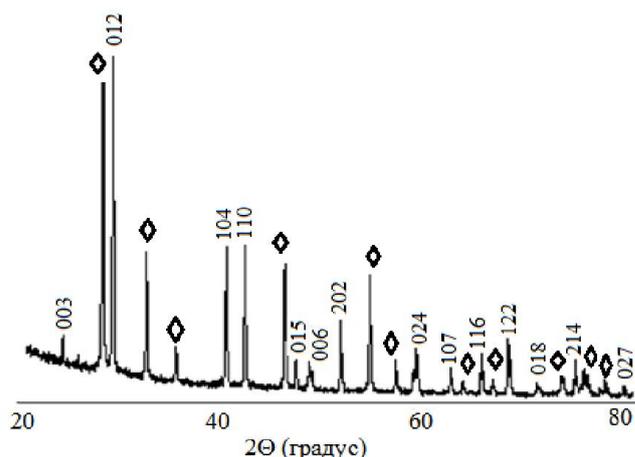


Рис. 2. Дифрактограмма продукта диспергирования сурьмы в этиленгликоле.

Электронно-микроскопические снимки, выполненные на растровом электронном микроскопе (РЭМ) с энергодисперсионным анализатором JEOLJXA-8230, показали (рис.3а) образование агломерированных наночастиц и (рис.3б) приведен микроанализ образца.

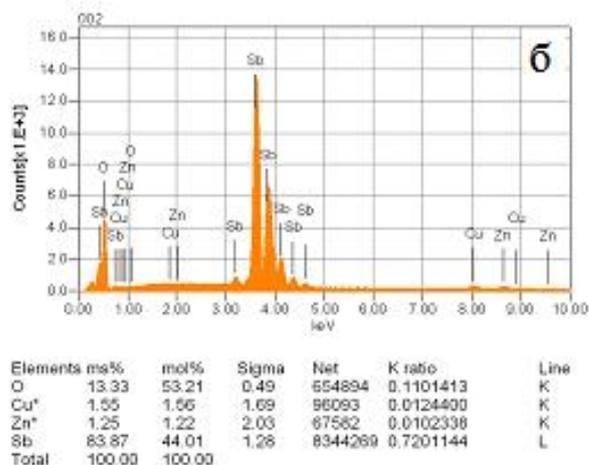
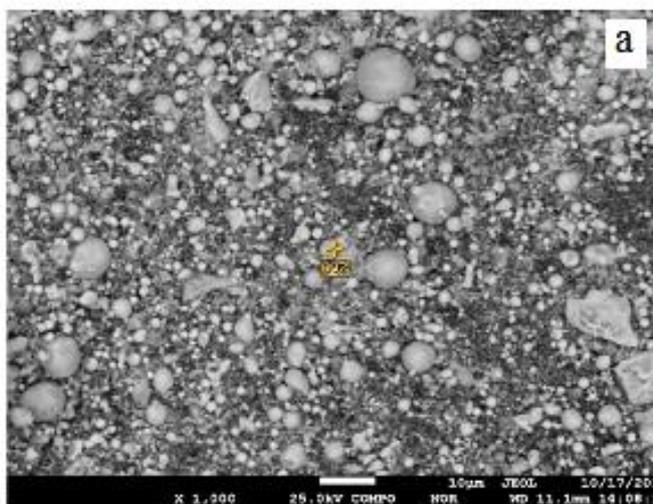


Рис. 3. Микроснимок (а) и энергодисперсионный анализ (б) продукта диспергирования сурьмы в этиленгликоле.

Для более точного анализа продукта диспергирования сурьмы в этиленгликоле были выполнены (рис.4) ПЭМ снимки (JEOL-200FX).

Видны  $Sb/Sb_2O_3$  композитные однородные наночастицы с размерами 10-50 нм.

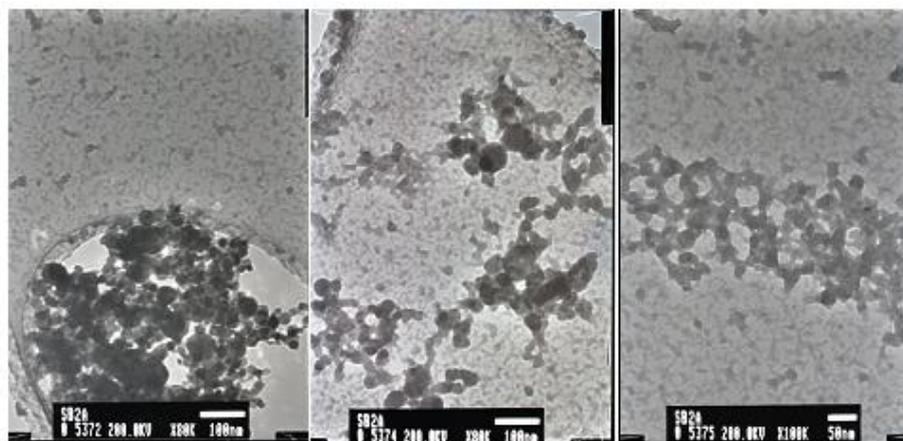


Рис.4. ПЭМ снимок Sb/Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> композитных наночастиц сурьмы в этиленгликоле.

Дифрактограмма продукта диспергирования сурьмы (рис.5) в глицерине (трех атомный спирт - C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>(OH)<sub>3</sub>) показывает образование двух фаз: металлической сурьмы (86,17%) в ромбоэдрической сингонии с параметрами кристаллической решетки: a = 4,311 Å и c = 11,29 Å и оксида сурьмы

(9,17 %) Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> кубической сингонии с параметром кристаллической решетки: a = 11,12 Å. Интенсивность металлической сурьмы намного слабее, чем оксида сурьмы, а при диспергировании сурьмы в этиленгликоле - наоборот.

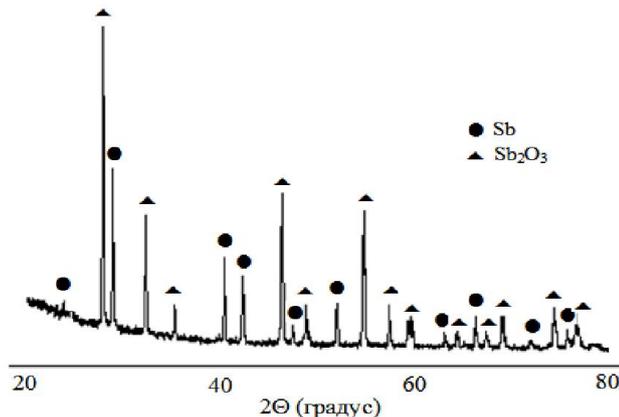
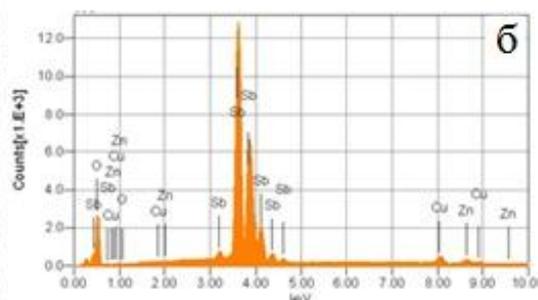
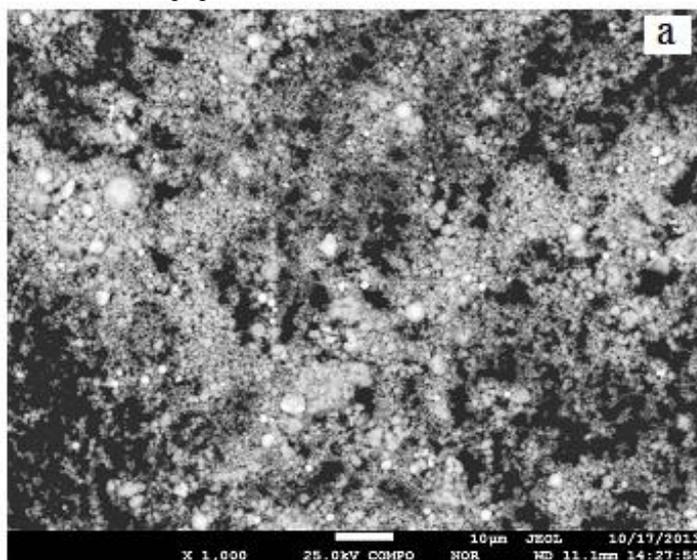


Рис. 5. Дифрактограмма продукта диспергирования сурьмы в глицерине.

РЭМ снимок продукта диспергирования сурьмы в глицерине (рис.6а) показал наличие более мелких агломерированных композитных наночас-

тиц, чем при диспергировании сурьмы в этиленгликоле. На рис.6б представлен микроанализ образца, выполненный на РЭМ.



Elements	ms%	mol%	Sigma	Net	K ratio	Line
O	9.17	42.36	0.49	413849	0.0551021	K
Cu	2.61	3.03	1.67	150841	0.0154595	K
Zn*	2.05	2.32	2.01	104088	0.0124783	K
Sb	86.17	52.29	1.26	7985864	0.5456098	L
Total	100.00	100.00				

Рис. 6. Дифрактограмма(б) и микроснимок (а) продукта диспергирования сурьмы в глицерине.

Sb/Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> композитные сферические наночастицы с размерами от 10 до 100 нм изображены

(рис.7) на ПЭМ снимке для продукта диспергирования сурьмы в глицерине.

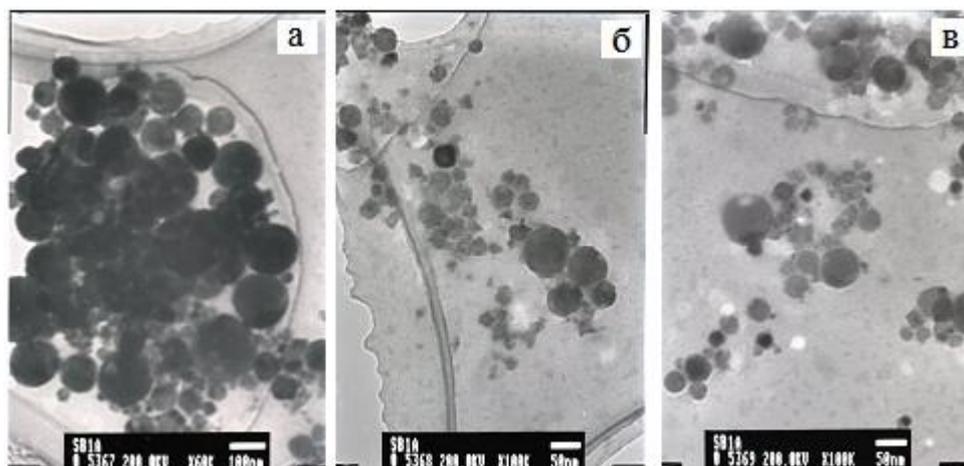


Рис. 7. ПЭМ снимок сферических композитных наночастиц сурьмы в глицерине.

При диспергировании сурьмы в этиловом спирте образуется металлическая сурьма (ромбоэдрическая) в виде нанотрубок, а в изопропиловом спирте - такая же металлическая сурьма ромбоэдрической сингонии, но в виде наночастиц сферической формы [7].

Таким образом, при диспергировании сурьмы в двух - (этиленгликоль) и трех-(глицерин) атомных спиртах образуются две фазы: металлическая (ромбоэдрическая) сурьма и оксид сурьмы кубической сингонии - Sb/Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> композитные сферические наночастицы с размерами от 10 до 100 нм. Эти данные подтверждаются исследованиями авторов [3], которые синтезировали аналогичные сферические Sb/Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> композитные наночастицы ~ 80 нм в диаметре инновационным методом сочетания гибридной индукции и лазерного нагрева (HILH).

Однако предлагаемый нами метод синтеза композитных наночастиц сурьмы с использованием энергии импульсной плазмы, создаваемой в различных жидкостях, прост, одностадийный, эффективен и энергетически экономичен.

#### Литература:

1. [http://www.nanometer.ru/2008/10/18/quantum\\_dots\\_5430.html#](http://www.nanometer.ru/2008/10/18/quantum_dots_5430.html#)
2. Simonin L., Lafont U., Tabrizi N. et al. Sb/O nanocomposites produced via Spark Discharge Generation for Li-ion battery anodes // *Journal of Power Sources* - 2007. - V.174. - P.805-809.
3. Zeng D.W., Chen X., Jiang R. et al. Thermal stability of Sb/Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite nanoparticles // *Materials Chemistry and Physics* - 2006. - V. 96. - № 2/3. - P. 454-458.
4. Zeng D.W., Zhu B.L., Xie C.S. et al. Oxygen partial pressure effect on synthesis and characteristics of Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles // *Materials Science and Engineering: A*. - 2004. - V.366. - № 2. - P. 332 - 337.
5. Сулайманкулова С.К., Асанов У.А. Энергонасыщенные среды в плазме искрового разряда. - Б.: Кыргызпатент, 2002. - 264с.
6. Маткасымова А.А. Наноструктуры на основе висмута и сурьмы из импульсной плазмы: дис. ... канд. хим. наук: 02.00.01. - Бишкек, 2012. - 105 с.
7. Маткасымова А.А., Сатиев М.О., Сулайманкулова С.К. Наноструктуры висмута и сурьмы, полученные в одноатомных спиртах // *European Applied Sciences* - 2013. - № ½. - С. 87-89. Штутгарт, Германия.

Рецензент: к.х.н., доцент Саркелов Ж.