

Байматова Р.Т., Сатывалдиев А.С., Акчубакова А.О.

**Fe-Cu СИСТЕМАСЫН ЭЛЕКТР УЧКУНДУК ДИСПЕРСТӨӨ
ПРОДУКТАЛАРЫНЫН КУРАМЫНДАГЫ МЕТАЛЛАРДЫН САНЫН
ЭНЕРГОДИСПЕРСТИК РЕНТГЕНДИК СПЕКТРОСКОПИЯ
МЕТОДУ МЕНЕН АНЫКТОО**

Байматова Р.Т., Сатывалдиев А.С., Акчубакова А.О.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ В СОСТАВЕ ПРОДУКТОВ
ЭЛЕКТРОИСКРОВОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ СИСТЕМЫ Fe-Cu МЕТОДОМ
ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ**

R.T. Baimatova, A.S. Satyvaldiev, A.O. Akchubakova

**DETERMINATION OF METAL CONTENT IN THE COMPOSITION OF
ELECTROSPARK DISPERSION PRODUCTS OF THE Fe-Cu SYSTEM USING
ENERGY DISPERSIVE X-RAY SPECTROSCOPY**

УДК: 621.762:546.72:546.56

Fe-Cu системасын электр учкундук дисперстөө продукталарындагы металлдардын катышы суюк чөйрөнүн жаратылышынан көз карандылыгы энергодисперстик рентгендик спектроскопия методу менен аныкталды. Гександа алынган продуктынын курамындагы жездин саны темирдин санына караганда бир топ жогору. Спиртте алынган продуктынын курамында темирдин саны жездин санына караганда 3,6 эсеге (масс.%) көп. Сууда алынган продуктынын курамында да жезге караганда темирдин саны жогору. Электроддордун сарпталышы боюнча продуктылардын курамында, суюк чөйрөнүн жаратылышына карабастан, темирдин саны, жезге караганда 1,5-2,2 эсеге (масс.%) көп. Электроддордун сарпталышы жана микрорентгендик анализ методу боюнча аныкталган металлдардын сандык кармалышындагы айырмачылык электр учкундук дисперстөө продуктыларынын курамында эркин көмүртек жана кычкылтек, көмүртек кармаган металлдардын кошулмалары түрүндөгү кошумча фазалардын болушу, ошондой эле энергодисперстик рентгендик спектроскопия методундагы анализдин өзгөчөлүгү менен байланышкан болот.

Негизги сөздөр: электр учкундук дисперстөө, продукт, темир, жез, энергодисперстик рентгендик спектроскопия.

Методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии установлено, что соотношение железа и меди в продуктах электроискрового диспергирования системы Fe-Cu зависит природы жидкой среды. В гексане образуется продукт, где содержание меди, значительно более высокое, чем количество железа. В составе продукта, полученного в спирте, 3,6 раза (масс.%)

больше содержится железа, чем медь. Продукт, полученный в воде, также содержит железо больше, чем меди. По расходу электродов в составе продуктов, не зависимо от природы жидкой среды, 1,5-2,2 раза больше (масс, %) содержится железо, чем медь. Отличие по количественному содержанию металлов, определенных по расходу электродов и методом микрорентгеновского анализа, связано содержанием в составе продуктов электроискрового диспергирования дополнительных фаз в виде свободного углерода и кислород-, углеродосодержащих соединений металлов, а также особенностями анализа в методе энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии.

Ключевые слова: электроискровое диспергирование, продукт, железо, медь, энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия.

By the method of energy dispersive X-ray spectroscopy, it was established that the ratio of iron and copper in the electric-spark dispersion products of the Fe-Cu system depends on the nature of the liquid medium. In hexane, a product is formed, where the copper content is much higher than the amount of iron. The composition of the product obtained in alcohol, 3.6 times (wt.%) Contains more iron than copper. The product obtained in water also contains more iron than copper. According to the consumption of electrodes in the composition of the products, regardless of the nature of the liquid medium, 1.5-2.2 times more (wt.%) Contains iron than copper. The difference in the quantitative content of metals, determined by the consumption of electrodes and the X-ray analysis method, is due to the content in the composition of electrospark dispersion products of additional phases in the form of free carbon and oxygen-, carbon-containing metal compounds, as well as analysis features in the method of energy dispersive X-ray spectroscopy.

Key words: *electrospark dispersion, product, iron, copper, energy dispersive X-ray spectroscopy.*

Нанодисперсные композиционные материалы, состоящие из двух или более металлических фаз, являются перспективными конструкционными материалами [1]. В металлических композитах сочетаются физико-механические свойства металлических компонентов, поэтому композиты системы железо-медь обладают прочностью и жесткостью характерной для железа и высокой тепловой и электрической проводимостью характерной для меди [2]. Поэтому конструкционные материалы композитов системы Fe-Cu характеризуются весьма высокими физико-химическими свойствами.

Ранее [3,4] на основе изучения дифрактограмм продуктов электроискрового диспергирования систем Fe-Cu установлено, что природа образующихся фаз зависит от химического состава жидкой среды. В среде жидкого углеводорода - гексана образуется двух фазный продукт, состоящий из твердого раствора γ -железы в меди и металлической меди, а в среде этилового спирта и воды образуются твердые растворы γ -Fe в меди и меди в α -железе. Поэтому определенный интерес представляет изучение содержания металлов в составе продуктов.

Для определения количественного содержания железа и меди в составе продуктов электроискрового синтеза использован метод энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии, т.к. этот метод относится к наиболее надёжным и часто используемым методам аналитической электронной микроскопии. В методе энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии происходит регистрация характеристического рентгеновского излучения, которое возбуждается проходящими через образец электронами [5].

Возникновение характеристического рентгеновского излучения в методе энергодисперсион-

ной рентгеновской спектроскопии можно объяснить следующим образом. При прохождении электронного пучка через вещество происходит переход электрона атома какого-либо элемента из нижнего энергетического уровня на более высокий энергетический уровень и в то же время происходит обратный переход другого электрона этого же атома с более высокого энергетического уровня на освободившийся нижний энергетический уровень. Последний переход сопровождается возникновением характеристического рентгеновского излучения. Энергия рентгеновского излучения определяется разностью энергий энергетических уровней и измеряется в килоэлектронвольтах (keV). Электронные переходы осуществляются согласно правилам отбора. Рентгеновские излучения, возникающие при переходе электронов на K, L, M энергетические уровни атома, обозначаются символами энергетических уровней. Рентгеновские излучения, образующиеся при переходах электронов между энергетическими под уровнями обозначаются символами K_{α} , K_{β} и т.д. Каждый химический элемент имеет определенный энергетический спектр характеристического рентгеновского излучения. Значения энергий характеристических рентгеновских излучений элементов приведены в справочниках [6].

Энергодисперсионные рентгеновские спектрограммы продуктов системы Fe-Cu сняты на эмиссионном сканирующем электронном микроскопе JOEL JSM-7600 F с системой энергодисперсионным рентгеновским детектором.

На рисунках 1-3 представлены энергодисперсионные рентгеновские спектрограммы продуктов системы Fe-Cu, синтезированных в среде гексана, этилового спирта и воды, а результаты определения количественного содержания металлов на основе рентгеноспектрального микроанализа приведены в таблице.

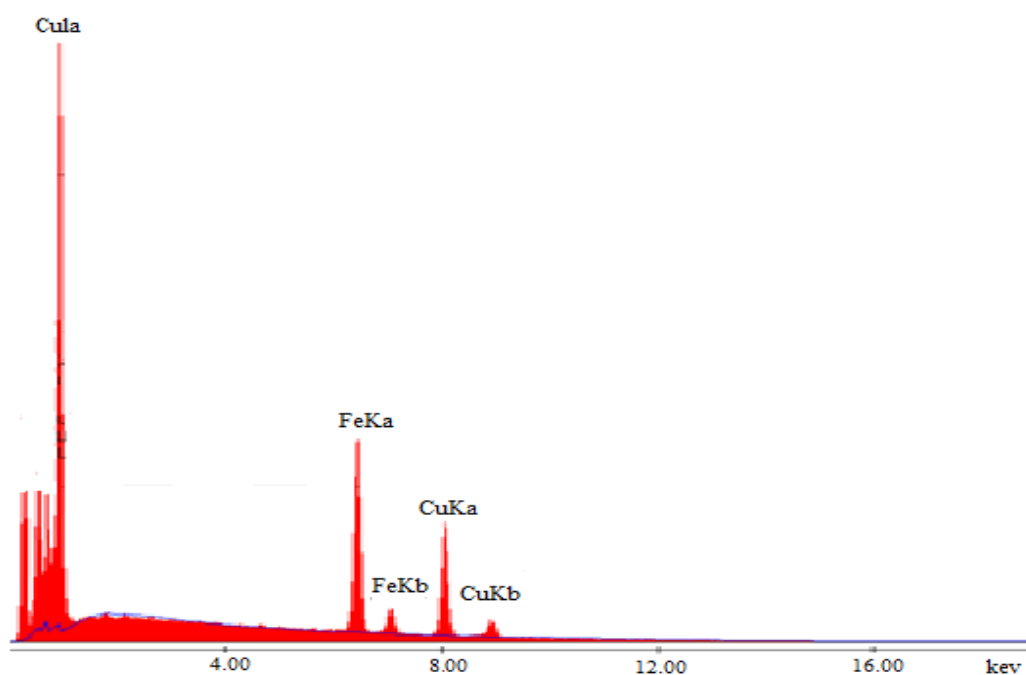


Рис. 1. Энергодисперсионная рентгеновская спектрограмма продукта системы Fe-Cu, синтезированного в гексане.

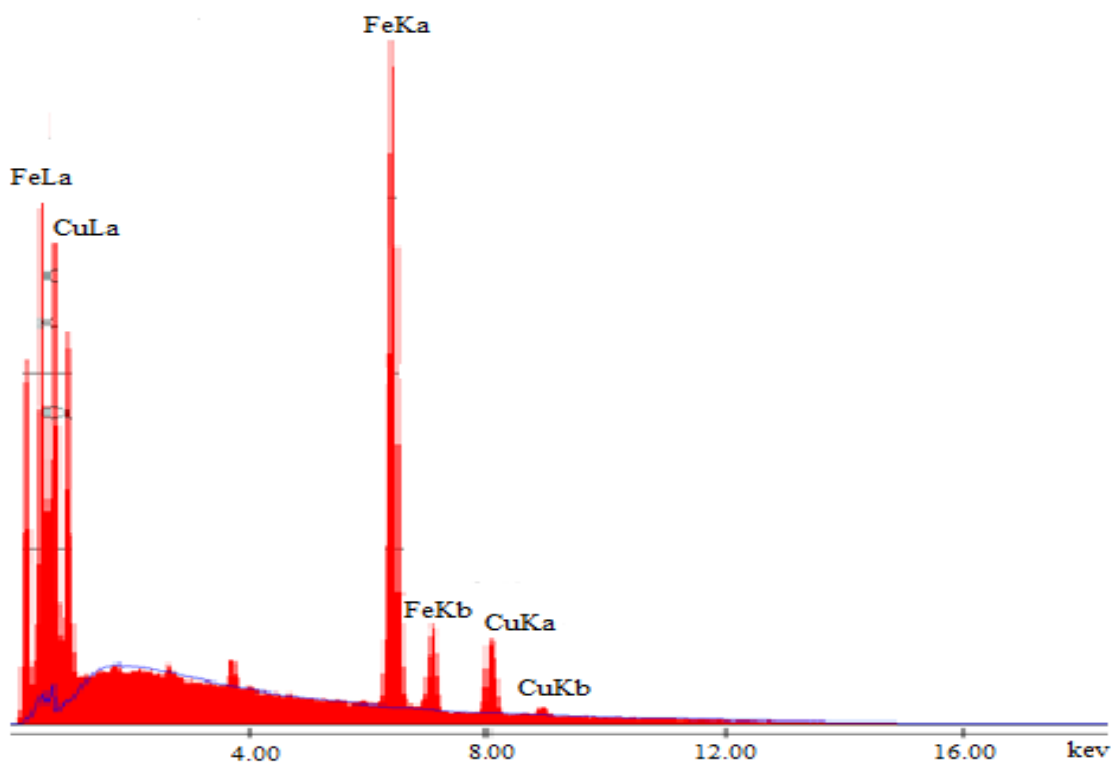
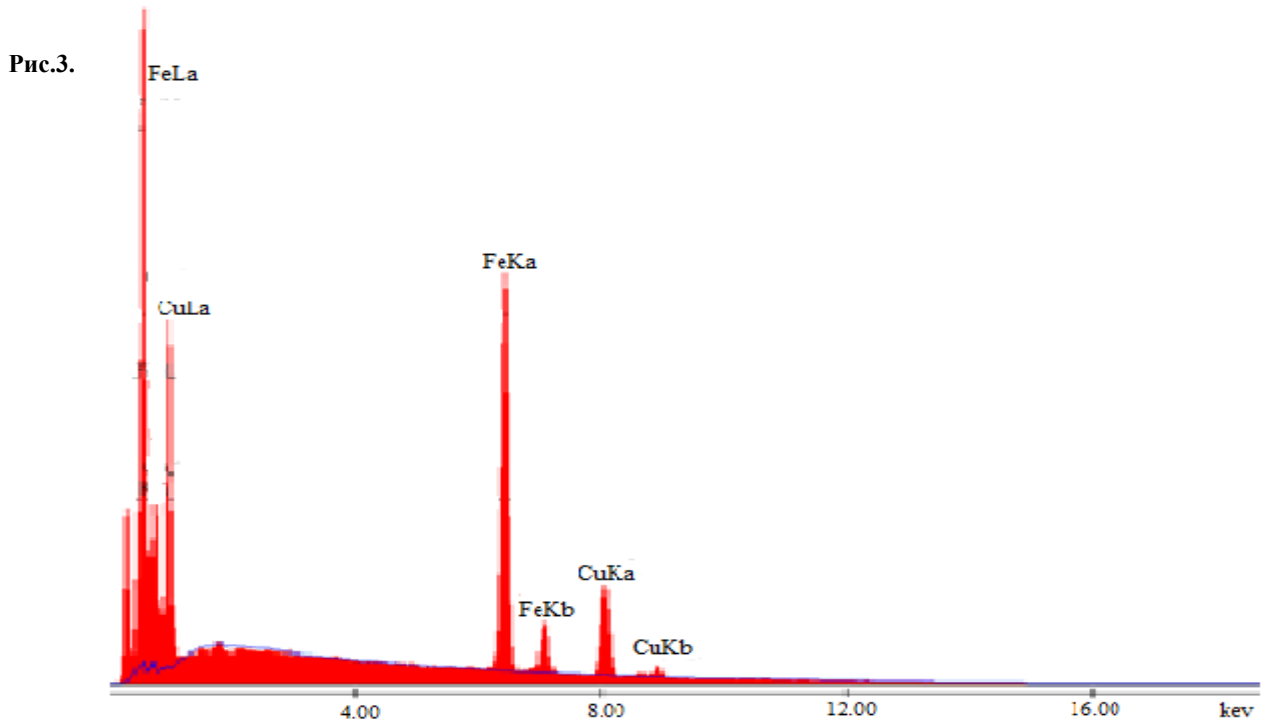


Рис. 2. Энергодисперсионная рентгеновская спектрограмма продукта системы Fe-Cu, синтезированного в спирте.



Энергодисперсионная рентгеновская спектрограмма продукта системы Fe-Cu, синтезированного в воде.

Таблица 1

Содержание металлов в составе продуктов электроискрового диспергирования системы Fe-Cu

Металлы	Содержание металлов			
	По расходу электродов		Микрорентгеновский анализ	
	Масс.%	Атом.%	Масс.%	Атом.%
Гексан				
Fe	61,51	63,73	27,17	13,85
Cu	38,49	36,27	40,60	18,19
Спирт				
Fe	69,10	71,43	52,65	26,87
Cu	30,90	28,57	14,57	6,54
Вода				
Fe	62,05	65,75	41,88	21,18
Cu	37,95	34,25	23,49	10,57

Содержание металлов в составе продуктов электроискрового диспергирования системы Fe-Cu по расходу электродов устанавливался взвешиванием электродов, изготовленных из железа и меди, до и после электроискрового процесса. По расходу электродов в составе продуктов электроискрового диспергирования системы Fe-Cu, не зависимо от природы жидкой среды, 1,5-2,2 раза (масс.%) больше содержится железо. Результаты энергодисперсионной рентгеновской

спектроскопии (микрорентгеновского анализа) по содержанию металлов достаточно резко отличается от результатов, полученных по расходу электродов, для продукта полученного в гексане. Согласно данным микрорентгеновского анализа в составе продукта, полученного в гексане, содержание меди 1,5 раза (масс.%) превышает количество железа, а по расходу электродов, наоборот, количество железа 1,6 раза больше, чем меди. В составе продукта, полученного в спирте,

3,6 раза (масс.%) больше содержится железа, чем медь, а по расходу электродов это соотношение составляет 2,2 раза. В продукте, полученного в воде, количество железа 1,8 раза (масс.%) больше, чем меди, что близко к соотношению металлов, полученных по расходу металлов. Отличие по количественному содержанию металлов, определенных по расходу электродов и методом микрорентгеновского анализа, в составе продуктов можно объяснить двумя причинами. Во-первых, в условиях электроискрового диспергирования одновременно с разрушением материала электродов происходит разложение молекул жидкой среды с образованием дополнительных фаз в виде свободного углерода и углерод-, кислородсодержащих соединений металлов. Это влияет на соотношение металлов в составе продуктов. Во-вторых, метод энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии с использованием сканирующей электронной микроскопии определяет содержание элементов в поверхностном слое образца, а содержание металлов в поверхностном слое и объеме образца могут отличаться.

Таким образом, метод энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии подтверждает содержание металлов в составе продуктов электроискрового диспергирования системы Fe-Cu, а соотношение металлов в продуктах зависит от природы жидкой среды.

Литература:

1. Колпаков М.Е., Дресвянников А.Ф. Электрохимические закономерности и кинетика саморазогрева при образовании нанокристаллической фазы Fe-Cu в водных растворах // Вестник Казанского технологического университета, 2011. - Вып. 9. - С. 159-164.
2. Сидорова Е.Н., Дзидзигури Э.Л., Левина В.В., Рыжонков Д.И., Шестаков Н.В. Исследование фазового состава, кристаллической структуры и морфологии нанопорошков системы Fe-Cu // Материаловедение, 2002, №10. - С. 25-28.
3. Байматова Р.Т., Сатывалдиев А.С., Мурзубраимов Б.М. Влияние природы жидкой среды на фазовый состав продуктов совместного электроискрового диспергирования железа и меди. / Республиканский научно-теоретический журнал «Наука, новые технологии и инновации Кыргызстана», №7. - Бишкек, 2016. - С. 111-113.
4. Байматова Р.Т. Образование твердых растворов металлов при совместном электроискровом диспергировании железа с медью и никелем. / Республиканский научно-теоретический журнал «Известия вузов Кыргызстана», №11. - Бишкек, 2017. - С.13-15.
5. Применение метода энергодисперсионной микроспектроскопии для анализа наночастиц серебра, оксидов цинка, алюминия и церия в тканях животных и растений: Методические рекомендации. - М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2012. - 43 с.
6. Акулинин С.А., Проскурина И.С., Наролина Т.С. Диагностика наноматериалов и нано-структур. - Воронеж: ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет», 2017. - С. 103.

Рецензент: к.хим.н., профессор Молдошев А.М.