

**ХИМИЯ ИЛИМДЕРИ**  
**ХИМИЧЕСКИЕ НАУКИ**  
**CHEMICAL SCIENCE**

*Бообекова А.А., Чыныбаева В.Т., Сатывалдиев А.С.*

**ЭЛЕКТРУЧКУНДУК ДИСПЕРСТӨӨ МЕТОДУ МЕНЕН НИКЕЛДИН  
НАНОБӨЛҮКЧӨЛӨРҮН СИНТЕЗДӨӨНҮН ӨЗГӨЧӨЛҮГҮ**

*Бообекова А.А., Чыныбаева В.Т., Сатывалдиев А.С.*

**ОСОБЕННОСТИ СИНТЕЗА НАНОЧАСТИЦ НИКЕЛЯ МЕТОДОМ  
ЭЛЕКТРОИСКРОВОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ**

*A.A. Boobekoba, V.T. Chynubaeva, A.S. Satyvaldiev*

**PECULIARITIES OF NICKEL NANOPARTICLES SYNTHESIS BY  
THE METHOD OF ELECTRO-SPARK DISPERSION**

УДК: 621.762.214

*Никелди гександа жана спирте электр учкундук дисперстөөдө, агрегаттарды пайда кылган, өлчөмү 10-20 нм болгон никелдин нанобөлүкчөлөрү пайда болору көрсөтүлгөн.*

**Негизги сөздөр:** *электр учкундук дисперстөө, рентген фазалык анализ, электрондук микроскопия, никель, нанобөлүкчөлөр, гексан, спирт.*

*Показано, что при электроискровом диспергировании никеля в гексане и спирте образуются его наночастицы с размерами 10-20 нм, которые образуют агрегаты.*

**Ключевые слова:** *электроискровое диспергирование, рентгенфазовый анализ, электронная микроскопия, никель, наночастицы, гексан, спирт.*

*It is shown that at electro-spark dispersion of nickel in hexane and alcohol it is formed its nanoparticles with sizes of 10-20 nm, which form aggregates.*

**Key words:** *electro-spark dispersion, X-ray phase analysis, electron microscopy, nickel, nanoparticles, hexane, alcohol.*

Для синтеза нанодисперсных металлов перспективным является метод электроискрового диспергирования, который характеризуется одно стадийностью, простотой аппаратного оформления. Если диспергирование проводится в среде жидкого углеводорода, то процесс протекает в отсутствие воздуха и влаги, что исключает взаимодействие активных частиц металлов с кислородом. На стабильность нанодисперсных порошков металлов, полученных в условиях искрового разряда, определенное влияние оказывает их высокоскоростная закалка [1].

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 [2].

Перспективы применения нанопорошков никеля в различных областях промышленности и техники зависят от разработки эффективных методов их синтеза [3].

Целью настоящей работы является изучение фазового состава и дисперсности продуктов электроискрового диспергирования никеля в гексане и спирте.

Для получения продуктов электроискрового диспергирования никеля нами использована лабораторная установка с одиночными электродами, где искровой разряд создается с помощью РС-генератора [4]. Электроды были изготовлены из технического никеля с чистотой 99,8%, с размерами 6x25x2 мм и помещены в реактор, в виде сосуда цилиндрической формы, с объемом 200 мл, заполненный гексаном или этиловым спиртом (96%).

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, промывались спиртом и высушивались.

Фазовый состав продуктов изучен методом рентгенофазового анализа, а их дифрактограммы сняты на дифрактометре RINT-2500 HV. Дисперсность продуктов установлена методом электронной микроскопии. Микрофотографии продуктов сняты на просвечивающем электронном микроскопе JEOL-2000FX и эмиссионном сканирующем электронном микроскопе JOEL JSM-7600F.

Дифрактограммы продуктов электроискрового диспергирования никеля в гексане и спирте представлены на рисунке 1, а результаты их расчета приведены в таблицах 1, 2.

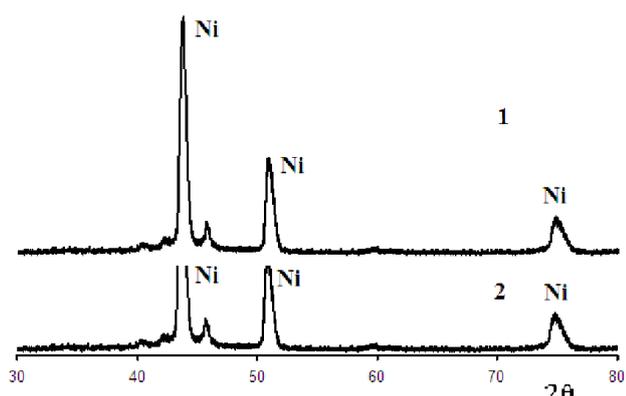


Рис. 1. Дифрактограммы продуктов электроискрового диспергирования никеля в гексане (1) и спирте (2).

Анализ дифрактограмм продуктов электроискрового диспергирования никеля показывают, что продукты не зависимо от состава диэлектрической среды состоят из двух фаз. Основной фазой является высокодисперсный порошок никеля с гранцентрированной кубической решеткой с параметром  $a=3,580 \text{ \AA}$  (рис. 1, табл.). Необходимо отметить, что в условиях искрового разряда диспергированный никель имеет более высокое значение периода кристаллической решетки, чем приведено в литературе ( $a=3,52 \text{ \AA}$ ) [4].

В составе продуктов в незначительном количестве присутствует карбид никеля  $\text{Ni}_4\text{C}_3$  плотноупакованной гексагональной решеткой. Образование карбида никеля можно объяснить тем, что в условиях электроискрового диспергирования никеля в углеродсодержащих средах происходит взаимодействие активных частиц металла с углеродом, находящимся в составе молекул жидкой среды или образовавшемся при термическом распаде этих молекул.

Таблица

Результаты расчета дифрактограммы продуктов электроискрового диспергирования никеля в гексане и спирте

№	Экспериментальные данные		Фазовый состав				
	I	d, $\text{A}^\circ$	Ni		$\text{Ni}_4\text{C}_3$		
			a, $\text{A}^\circ$	hkl	hkl	a, $\text{A}^\circ$	c, $\text{A}^\circ$
<b>Гексан</b>							
1	7	2,1279			002		4,256
2	100	2,0668	111	3,580			
3	12	1,9754			101	2,573	4,264
4	39	1,7893	200	3,579			
5	3	1,5408			102	2,573	4,264
6	16	1,2657	220	3,580			
<b>Спирт</b>							
1	6	2,1281			002		4,256
2	100	2,0680	111	3,582			
3	10	1,9748			101	2,572	4,262
4	38	1,7898	200	3,580			

5	2	1,5410			102	2,572	4,262
6	14	1,2659	220	3,580			

Определенный интерес представляет изучение дисперсности и морфологии продуктов, полученных при электроискровом диспергировании никеля в гексане и спирте. Микрофотографии продуктов представлены на рисунках 2, 3.

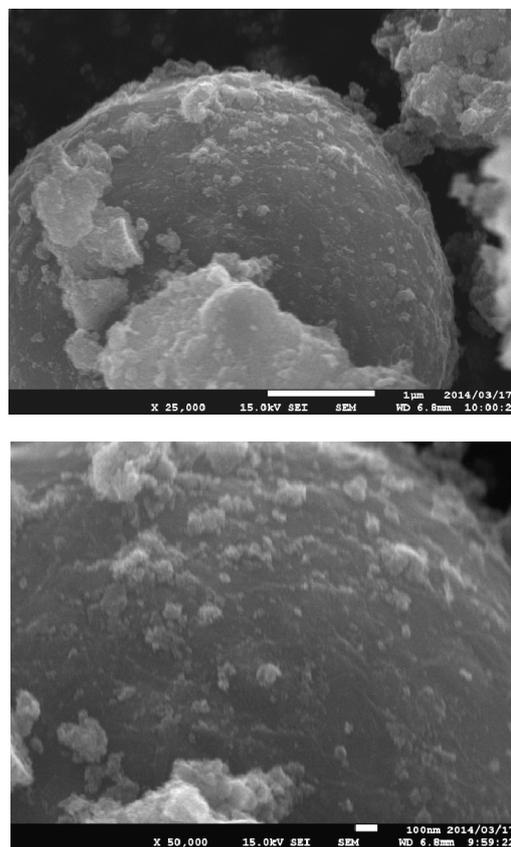
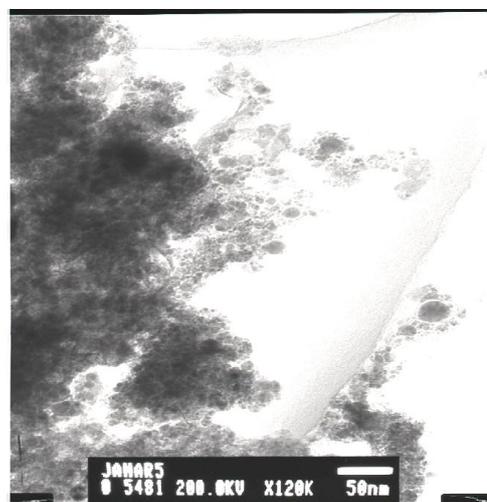
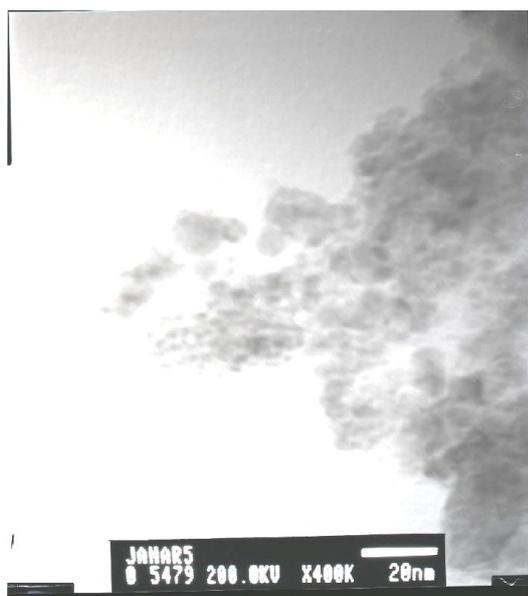


Рис. 2. Микрофотографии продуктов электроискрового диспергирования никеля в гексане, полученные на сканирующем электронном микроскопе.





**Рис. 3.** Микрофотографии продуктов электроискрового диспергирования никеля в спирте, полученные на просвечивающем электронном микроскопе.

Анализ микрофотографий показывает, что порошок никеля, синтезированный методом электроискрового диспергирования, представляет собой полидисперсную систему, состоящую из частиц разных размеров и морфологий. Согласно микрофотографиям, полученным на сканирующем электронном микроскопе, продукты электроискрового диспергирования никеля в гексане состоит из агломератов нанодисперсных частиц. Анализ микрофотографий продуктов электроискрового диспергирования никеля в спирте, полученные на просвечивающем электронном микроскопе, показывает, что частицы никеля

имеют размеры порядка 10-20 нм. При подготовке образца к исследованию на просвечивающем электронном микроскопе готовят ее суспензии в спирте обработкой ультразвуком. Поэтому на микрофотографиях, полученных просвечивающим электронным микроскопом, фиксируются исходные частицы, синтезированные в условиях электроискрового диспергирования. Эти частицы с течением времени коагулируют с образованием более крупных агрегатов. На микрофотографиях, снятых на сканирующем электронном микроскопе, показаны эти агрегаты.

Таким образом, методом рентгенофазового анализа показано, что фазовый состав продуктов электроискрового диспергирования никеля не зависит от природы жидкой среды. В гексане и спирте, кроме нанодисперсного никеля, образуется также карбид никеля. При электроискровом диспергировании никеля в жидкой среде происходит образование наноразмерных частиц никеля, которые коагулируются с образованием агрегатов.

#### Литература:

1. Байрамов Р.К. Особенности электроискрового диспергирования некоторых металлов //ЖПХ, 2003, т. 76, №5. – С. 771-773.
2. 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.
3. 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.
4. Асанов У.А., Петренко Б.Я., Денисов А.С. Установка для получения продуктов электроэрозии металлов // АС. № 322249, БН., 1972, №36.

Рецензент: к.хим.н. Мурзабекова Э.Т.