

Сатывалдиева Г.Э.

ЭЛЕКТР УЧКУНДУК ДИСПЕРСТӨӨ МЕТОДУ МЕНЕН  
СИНТЕЗДЕЛГЕН НАНОГРАФИТТИН КЫЧКЫЛДАНЫШЫ

Сатывалдиева Г.Э.

ОКИСЛЕНИЕ НАНОГРАФИТА СИНТЕЗИРОВАННОГО  
МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОИСКРОВОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ

G.E. Satyvaldieva

OXIDATION OF NANOGRAFITE SYNTHESIZED  
BY ELECTROSPARK DISPERSION

УДК: 546.26-162

Графиттин спирте жана сууда электр учкундук дисперстөө продуктыларынын жаратылышы жана дисперстүүлүгү рентген фазалык анализ жана электрондук микроскопия методдорун колдонуу менен аныкталды. Электр учкундук дисперстөө шартында суюк чөйрөнүн жаратылышына карабастан графиттин жогорку дисперстүү күкүмдөрү алынарын дифрактограммалардын анализи көрсөттү. Когеренттик чагылуу областынын өлчөмүн эсептөө (7,5 нм) жана микрофотографиялардан бөлүкчөлөрдүн орточо өлчөмдөрүн (8-9 нм) аныктоо жыйынтыктары нанографиттин пайда болушун далилдейт. Спиртте синтезделген нанографиттин дериватограммасында 400-700°C температуралык областа интенсивдүү кең экзотермикалык пик болот жана ал үлгүнүн массасынын 96,5% азайышы менен коштолот. Сууда алынган нанографиттин кычкылданышы эки стадия менен жүрөт. Биринчи стадия 340°Cдагы экзотермикалык пик жана үлгүнүн массасынын 14,25% өзгөрүшү менен коштолот. Кычкылдануунун экинчи стадиясында үлгүнүн массасы 74,5% азайат жана ал 404°Cдагы интенсивдүү экзотермикалык эффект менен мүнөздөлөт. Ошентип, нанографиттин термикалык кычкылдануу механизмине суюк чөйрөнүн жаратылышы таасир этерин дифференциалдык термикалык анализдин жыйынтыгы көрсөттү.

**Негизги сөздөр:** кычкылдануу, нанографит, электр учкундук дисперстөө, рентген-фазалык анализ, электрондук микроскопия, дифференциалдык-термикалык анализ.

Методами рентгенофазового анализа и электронной микроскопии установлены природа и дисперсность продуктов электроискрового диспергирования графита в этиловом спирте и воде. Анализ дифрактограмм показывает, что в условиях электроискрового диспергирования независимо от природы жидкой среды происходит образование высокодисперсного порошка графита. Результаты расчета размера области когерентного рассеяния (7,5 нм) и определение среднего размера частиц (8-9 нм) из микрофотографий подтверждают образование нанографита. На дериватограмме нанографита, синтезированного в спирте,

имеется широкий интенсивный экзотермический пик в области температур 400-700°C и что сопровождается уменьшением массы образца на 96,5%. Окисление нанографита, полученного в воде, происходит в две стадии. Первая стадия сопровождается экзотермическим пиком при 340°C и изменением массы образца на 14,25%. На второй стадии окисления масса образца уменьшается на 74,5% и она характеризуется интенсивным экзотермическим эффектом при 404°C. Таким образом, результаты дифференциально-термического анализа показывают, что природа жидкой среды оказывает определенное влияние на механизм термического окисления нанографита.

**Ключевые слова:** окисление, нанографит, электроискровое диспергирование, рентгенофазовый анализ, электронная микроскопия, дифференциально-термический анализ.

The nature and dispersion of the products of the electrospark dispersion of graphite in ethyl alcohol and water have been established by the methods of X-ray phase analysis and electron microscopy. An analysis of the diffraction patterns shows that under the conditions of electrospark dispersion, regardless of the nature of the liquid medium, a highly dispersed graphite powder is formed. The results of calculating the size of the coherent scattering region (7.5 nm) and determining the average particle size (8-9 nm) from micrographs confirm the formation of nanographite. On the derivatogram of nanographite synthesized in alcohol, there is a broad intense exothermic peak in the temperature range of 400-700 °C and this is accompanied by a decrease in the sample mass by 96.5%. Oxidation of nanographite obtained in water occurs in two stages. The first stage is accompanied by an exothermic peak at 340 °C and a change in the sample mass by 14.25%. At the second stage of oxidation, the sample weight decreases by 74.5% and it is characterized by an intense exothermic effect at 404 °C. Thus, the results of differential thermal analysis show that the nature of the liquid medium has a definite effect on the mechanism of thermal oxidation of nanographite.

**Key words:** oxidation, nanographite, electrospark dispersion, X-ray phase analysis, electron microscopy, differential thermal analysis.

В последние годы проводятся интенсивные исследования по синтезу и изучению свойств наноструктурных углеродных материалов, в том числе нанографита, т.к. они обладают необычными физико-химическими свойствами и являются перспективными материалами для нанотехнологий [1]. Широкое применение нанодисперсных углеродных материалов зависит от разработки перспективных методов их синтеза. Одним из перспективных методов синтеза нанодисперсных материалов является метод электроискрового диспергирования [2]. В этом методе синтез наноматериалов осуществляется под действием концентрированной энергии искрового разряда и, который сопровождается выделением высокой температуры до 10000°C, достаточной для расплавления и даже закипания диспергируемого материала. Возникающий в условиях искрового разряда высокое давление способствует распространению расплавленного материала в виде мелких частиц в окружающую жидкую среду с температурой 30-50°C. В результате происходит высокоскоростное охлаждение частиц и их закалка. А это создает условия для сохранения неустойчивых нанодисперсных систем. Поэтому целью настоящей работы является изучение термического окисления кислородом воздуха

нанографита, синтезированного методом электроискрового диспергирования, с использованием метода дифференциально-термического анализа.

Для получения нанографита электроискровому диспергированию подвергались электроды из графитового стержня в среде этилового спирта (95%) и дистиллированной воде. Энергия искрового разряда составляла 0,05 Дж.

Для установления природы и дисперсности образовавшихся продуктов использованы методы рентгенофазового анализа и электронной микроскопии. Рентгенограммы и микрофотографии синтезированных продуктов снимались соответственно на дифрактометре RINT-2500 HV, и на просвечивающем электронном микроскопе JEOL-2000FX.

Дериватограмма синтезированного нанографита записывалась на дериватографе Q-1000/D в воздушной среде, а образцы нагревались до 1000 °C со скоростью 10 град/мин относительно оксида алюминия. Масса анализируемого образца составила 50 мг при чувствительности весов 50 мг.

Дифрактограммы нанографита, синтезированного методом электроискрового диспергирования в воде и спирте представлены на рисунке 1.

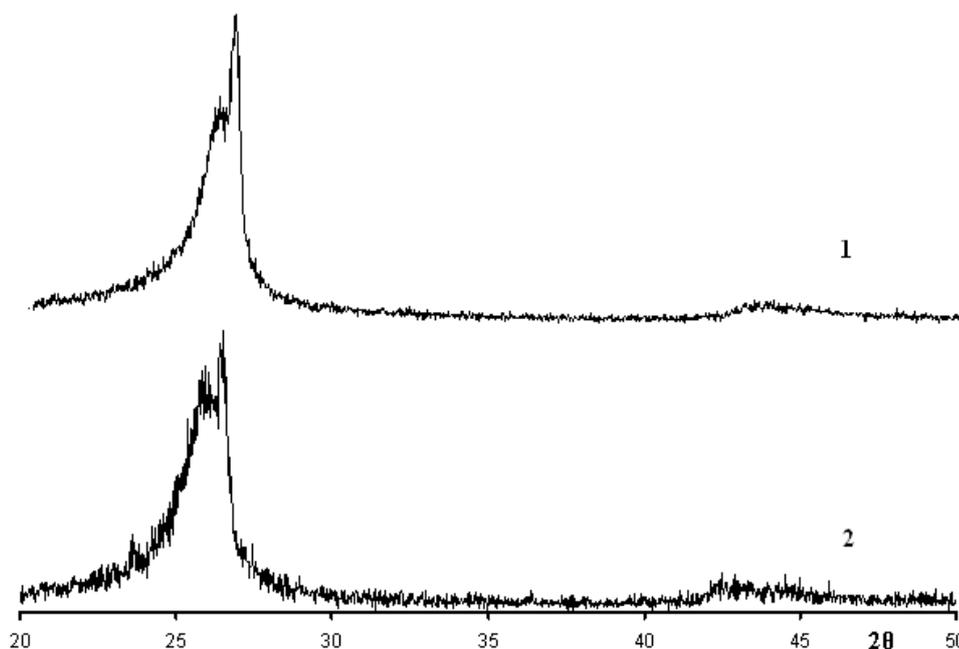


Рис. 1. Дифрактограммы нанографита, синтезированного методом электроискрового диспергирования в воде (1) и спирте (2).

Из рисунка 1 видно, что дифрактограммы обоих продуктов, полученных при электроискровом диспергировании графита в воде и спирте, идентичны. На дифрактограммах имеются сигналы с максимумом при  $2\theta=26,5^\circ$ , которые относятся к графиту. Таким образом, метод рентгенофазового анализа подтверждает образование порошков графита при электроискровом диспергировании графита в жидкой среде.

Для установления дисперсности частиц порошков графита был рассчитан их размер области

когерентного рассеяния (ОКР) ( $d_{\text{ОКР}}$ ) на основе уширения сигнала на дериватограмме с использованием уравнения Шеррера [3]. Размер частиц порошков графита, независимо от природы жидкой среды, составляет  $d_{\text{ОКР}} = 7,5 \pm 1$  нм.

Снятые на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) микрофотографии частиц порошков графита, полученных методом электроискрового диспергирования представлены на рисунке 2.

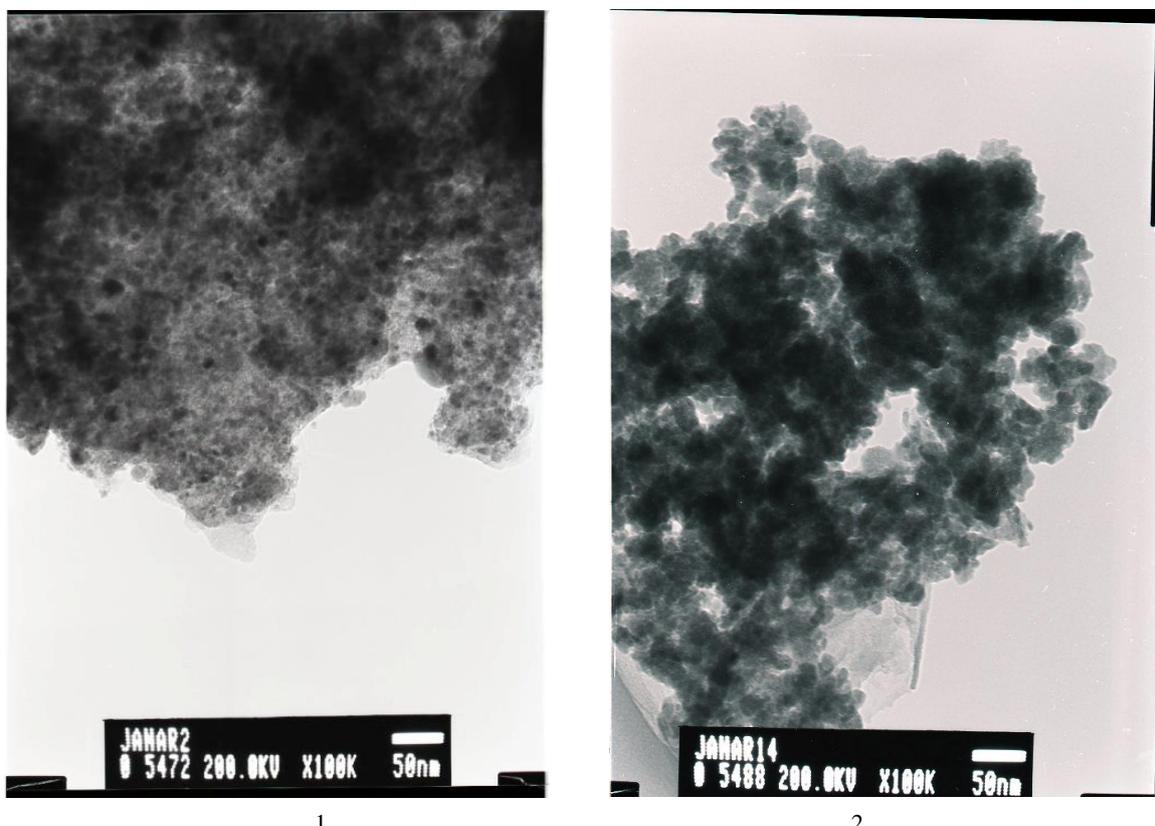


Рис. 2. ПЭМ-микрофотографии порошков графита, полученных в спирте (1) и воде (2).

Для определения среднего размера частиц синтезированных порошков графита их микрофотографии обрабатывались с использованием программы ImageJ. Средний размер частиц определяли измерением диаметра 100 частиц.

Размеры ОКР кристаллитов составляет 7,5 нм, а средние размеры частиц порошков графита 8-9 нм. Средние размеры частиц практически совпадает с размером ОКР. Что позволяет сделать вывод об образо-

вании нанографита при электроискровом диспергировании графита в жидкой среде.

Дериватограммы нанографитов, синтезированных в спирте и воде, представлены на рисунках 3, 4.

Анализ дериватограмм синтезированных нанографитов показывает, что окисление высокодисперсных порошков графита с кислородом характеризуется интенсивным широким экзотермическим эффектом (рис. 3, 4).

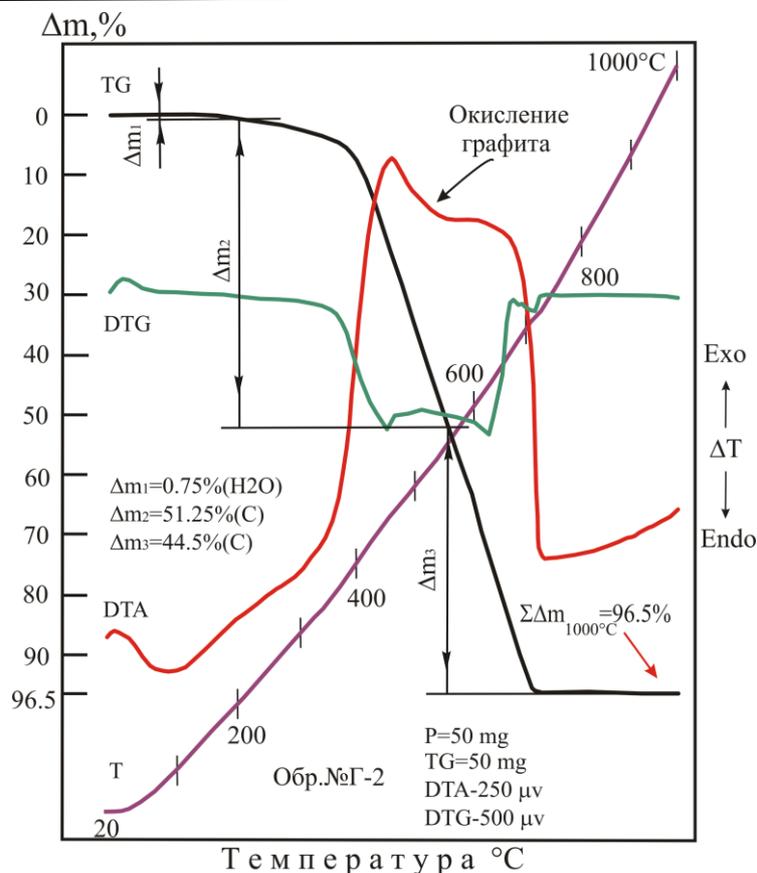


Рис. 3. Дериватограмма наногрфита, синтезированного в спирте.

Экзотермический пик наногрфита, синтезированного в спирте, охватывает температурный интервал от 400°C до 700°C и что сопровождается уменьшением массы образца с большой скоростью. При окислении порошков графита образуется диоксид углерода  $\text{CO}_2$  и в результате масса образца уменьшается на 96,5%.

Ход кривых TG и DTA дериватограммы наногрфита, синтезированного в воде, отличается хода кривых TG и DTA дериватограммы наногрфита, полученного в спирте. До 200°C происходит удаление влаги, находящейся в адсорбированном состоянии в

составе продуктов электроискрового диспергирования графита в воде. Окисление наногрфита происходит в две стадии. Первая стадия сопровождается экзотермическим пиком при 340°C и изменением массы образца на 14,25%. Данная стадия протекает в интервале температур 200-380°C. На второй стадии окисления масса образца уменьшается на 74,5% и она характеризуется интенсивным экзотермическим эффектом при 404°C. В целом при нагревании наногрфита, полученного при электроискровом диспергировании графита в воде, до 1000°C в атмосфере воздуха масса образца уменьшается на 98,5%.

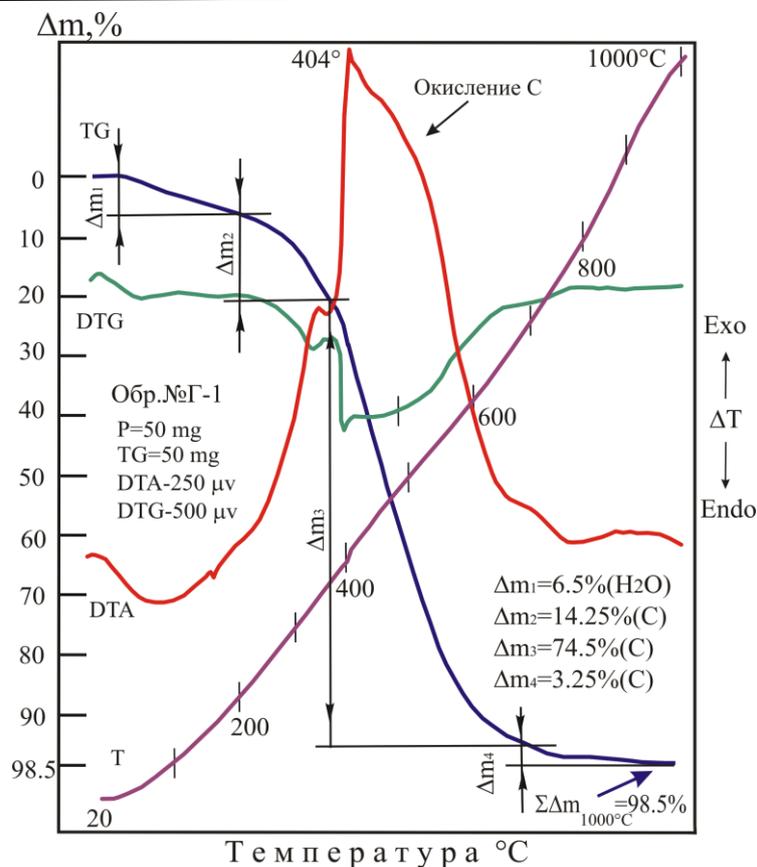


Рис. 4. Дериватограмма наногрфита, синтезированного в воде.

Таким образом, результаты дифференциально-термического анализа показывают, что на механизм термического окисления наногрфита определенное влияние оказывает природа жидкой среды.

#### Литература:

1. Беликов А.В., Скрипник А.В., Зулина Н.А. Лазерный синтез наноразмерных углеродных структур и их свойства. // Известия вузов. Приборостроение, 2013. - Т. 56. - №9. - С. 50-56.
2. Лопатко К.Г., Олишевский В.В., Маринин А.И., Афтандиянц Е.Г. Образование наноразмерной фракции металлов при электроискровой обработке гранул. // Электронная обработка материалов, 2013, 49(6). - С.80-85.
3. Авчинникова Е.А., Воробьева С.А. Синтез и свойства наночастиц меди, стабилизированных полиэтиленгликолем. // Вестник БГУ, 2013. - Серия 7. - №3. - С. 12-16.