

Следует отметить, что содержание нитрида в плазме очень мало, что, по-видимому, связано с более низкой его термической устойчивостью. Нитрид алюминия сублимирует, без плавления, при температуре, равной 2723 К.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Как показывают полученные нами экспериментальные результаты по активированию процесса получения из газовой фазы нанодисперсных порошков Al_2O_3 с углеродом в электрической дуге постоянного тока, целесообразно использовать низкотемпературную плазму, создаваемую с помощью электрического разряда в реакционной газовой среде. Исследования влияния силы тока дуги на плазменно-дуговой синтез алюминий-углеродного материала, прекурсора для получения полых наночастиц Al_2O_3 показало, что с увеличением силы тока от 4 до 14 А количество продукта увеличивается почти на порядок, несмотря на конкурирующие процессы диссоциации АЮ при увеличении температуры от 5000 до 5500 К.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ССЫЛКИ

1. Ильин, А.П. К вопросу о механизме высокотемпературного химического связывания азота воздуха / А.П. Ильин, Л.О. Рот. // Вестник науки Сибири. Серия 3. Химия – 2011. - №1 (1). - С.91–96.
2. Разработка и применение спектральных приборов с многоканальными фотоприемными устройствами / Я.И. Дидковский [и др.] // Вестник БГУ. Сер. 1. - 2013. - №3: – С. 20–24.
3. Особенности радиального распределения параметров плазмы начального участка сверхзвуковой струи, фор-мируемой импульсным капиллярным разрядом / А.С. Пашина [и др.] // Прикладная физика, - 2016. - № 2. - С. 29–35.
4. $\gamma-Al_2O_3$ nanoparticles synthesized by pulsed laser ablation in liquids: A plasma analysis / J. Lam [et al.] //Phys. Chem. Chem. Phys. – 2014. – V. 16. – P. 963–967.

МИКРО- И НАНОЧАСТИЦЫ ВОССТАНОВЛЕННЫХ МЕТАЛЛОВ, ЛОКАЛИЗОВАННЫЕ В ПОРОШКОВЫХ СИЛИКАТНЫХ МАТРИЦАХ

М. Ф. С. Х. Аль-Камали, А. А. Алексеенко, О. А. Титенков

*Гомельский государственный технический университет им. П.О.Сухого, пр-т Октября, 48,
246746, г. Гомель, Беларусь, e-mail: alexeenko@gstu.by, marwan.ye2@gmail.com*

Проведены исследования особенностей структурообразования композиционных неорганических материалов, формируемых на основе диоксида кремния, а именно – пирогенного кремнезёма марки А-300 (техническое название – аэросил). Отдельно рассмотрена возможность получения металлокерамических материалов состава $SiO_2:Cu^0$. Основной целью проводимых исследований являлось изучение возможности улучшения однородности распределения вводимых веществ-допантов по поверхности SiO_2 -глобул, образующих каркас ксерогеля. Указанная цель достигалась за счёт однородности распределения легирующих солей (на примере нитрата меди) ещё на стадии формирования золя, который переводился в состояние ксерогеля в результате последовательной термообработки в контролируемой газовой среде (на воздухе или осушенном водороде). Конечная форма образцов представляла собой или микропорошки, или таблетированные заготовки, полученные на их основе – диаметром порядка 12,5 мм и фазового состава $SiO_2:CuO$ и $SiO_2:Cu$.

Ключевые слова: ксерогель; микропорошки; термообработка; газовая среда; восстановление, морфология поверхности.

MICRO - AND NANO-PARTICLES OF RECOVERED METALS LOCALIZED IN THE POWDER OF SILICATE MATRICES

M. F. S. H. Al-Kamali, A. A. Alexeenko, O. A. Titenkov

*Sukhoi State Technical University of Gomel, October av., 48, 246746, Gomel, Belarus,
Corresponding author: M. F. S. H. Al-Kamali (marwan.ye2@gmail.com)*

Studies of the structure formation features of composite inorganic materials formed on the basis of silicon dioxide, namely, pyrogenic silica of the A-300 brand (technical name - aerosil). The possibility of obtaining metal-ceramic materials of $\text{SiO}_2:\text{Cu}^\circ$ composition is considered separately. The main purpose of the research was to study the possibility of improving the uniformity of the distribution of injected dopants on the surface of SiO_2 globules forming the xerogel framework. This goal was achieved due to the uniformity of the distribution of alloying salts (for example, copper nitrate) at the stage of sol formation, which was converted to the state of xerogel as a result of sequential heat treatment in a controlled gas environment (air or dried hydrogen). The final shape of the samples was either micro-powders or tablet-shaped blanks obtained on their basis - with a diameter of about 12.5 mm and a phase composition of $\text{SiO}_2:\text{CuO}$ и $\text{SiO}_2:\text{Cu}^\circ$.

Key words: xerogel; micro-powders; heat treatment; gas medium; restoration, surface morphology.

ВВЕДЕНИЕ

Основной целью проведенных научных исследований являлось изучение технологического процесса получения пористых SiO_2 -матриц, сформированных золь-гель методом на основе водной дисперсии аэросила марки А-300. В результате исследований было проведено изучение структурных и фазовых превращений для композиционных материалов разработанного состава, протекающих под действием термообработки в контролируемых газовых средах. Исследования в указанном направлении проводились на том основании, что пирогенный кремнезём является химически нейтральным материалом и может быть достаточно успешно применён при получении инертных матриц-носителей ряда веществ (в нашем случае в качестве исходного вещества-допанта выступал нитрат меди). Последующая термическая обработка таких материалов (ксерогелей, содержащих нитрат меди Cu(II)) в контролируемой газовой среде позволяла проводить реакции химической трансформации соли меди в её оксид или восстановленное до металла состояние без реакции взаимодействия с SiO_2 -матрицей. Подобные методы прямого восстановления в водороде солей металлов до состояния наночастиц описаны в работе [1]. Фактически, в структуре системы открытых и закрытых пор ксерогеля, как в нанореакторах, осуществлялись реакции по получению оксида или металлической меди с последующей локализацией формирующейся фазы в виде агломератов микро- и наночастиц соответствующих соединений металла. В частности, в работе [2] достаточно эффективно на основе мезопористого материала типа кремнезём SBA-15, обладающего гексагонально-упорядоченным массивом цилиндрических пор диаметром $d = 6-27$ нм, по модифицированной золь-гель технологии был реализован синтез наночастиц железа (в порах

SBA-15) путём трансформации хлорида железа (III) в его оксид и восстановление до металла в токе водорода при 600 °С.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

На первом этапе технологического процесса синтеза конечных функциональных материалов проводилось формирование золя, потом геля на его основе и, соответственно, ксерогеля. Вещества-допанты вводились в жидкий золь в виде водорастворимых солей заданной концентрации (в нашем случае использовался нитрат меди). Гелирование золя (чистого и содержащего медь) осуществлялось в открытых пластиковых формах на воздухе. Сушка сформированных гелей проводилась в вентилируемом термощкафу при $T = 50$ °С. Для гомогенизации распределения веществ-допантов по объёму конечных изделий было предложено проводить размалывание ксерогельных заготовок до порошков микронного и субмикронного размеров. Предполагалось, что, в общем случае, на их основе возможно получить композиционные заготовки различного геометрического профиля – путём компактирования с применением метода одноосного прессования. В процессе проведения синтеза соединений меди заданного стехиометрического состава, сформированные ксерогели подвергали поэтапной термообработке на воздухе, а затем в среде осушенного водорода (степень чистоты газа соответствовала марке «осч»). Таким образом, в итоге осуществлялся синтез композиционных материалов состава $\text{SiO}_2:\text{Cu}^0$, которые получались в виде ксерогельных заготовок, переводимых в дальнейшем путем размола в состояние высокодисперсных микропорошков. При компактировании материалов методом одноосного прессования в качестве связки применялся водный раствор поливинилового спирта концентрацией 3–6 масс. % (концентрация зависела от типа конечного изделия и режима прессования). Диаметр таблеток соответствовал 12,5 мм, а толщина – 5 мм (варьирование толщины составляло от 3 мм до 10 мм). Таблетки предназначались для изучения микробиологических свойств синтезированных материалов. Предполагалось, что для микропорошков разработанного состава локализация агломератов наночастиц Cu^0 в структуре ксерогеля (в т.ч. и системе закрытых пор) может эффективно повлиять на стабилизацию их антибактериальных свойств – в результате уменьшения механизмов их естественного окисления. Подобные исследования по зависимости биомедицинских свойств наночастиц металлов от условий их стабилизации в различных матрицах-носителях (в т.ч. цеолитах, ксерогелях и силикагелях), проводились в работе [3]. Было показано, что изменение топологии связи атомов на поверхности приводит к изменению их химических потенциалов и, как следствие, общей химической реакционной способности и каталитических свойств синтезируемых композиционных материалов [3].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Методом рентгенофазового анализа изучались фазовые превращения, протекающие в материалах разработанного состава, а методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) – изменение морфологии поверхности внутри синтезированных ксерогельных заготовок. Установлено, что восстановленная медь, фактически, модифицирует внутреннюю структуру ксерогеля, образуя т.н. «покрытие» по всей поверхности SiO_2 -глобул. Наблюдаемый эффект, вероятно, связан с высокой концентрацией нитрата меди, вводимого в исходный SiO_2 -золь (соотношение атомов

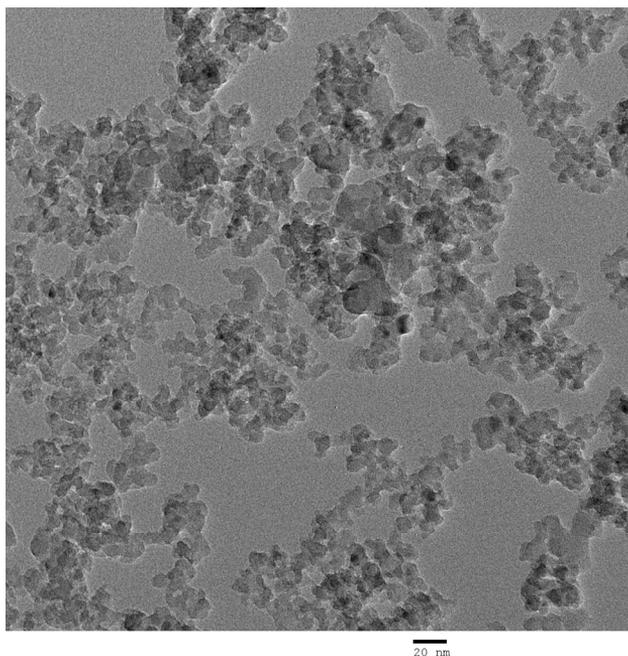


Рисунок – ПЭМ-изображение для микропорошка ксерогеля состава $\text{SiO}_2\text{:CuO}$, сформированного на основе золя из водной дисперсии аэросила марки А-300, содержащего нитрат меди концентрацией: 1 г нитрата меди на 70 мл золя. Ксерогель был обработан на воздухе при $T = 800^\circ\text{C}$ в течение 1 ч

ключать, что это покрытие может иметь структуру, сформировавшуюся из агломератов частиц металла нанометрового размера, что будет являться целью наших последующих исследований. Гипотезу о формировании системы «ядро-оболочка» подтверждают данные просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), полученные для композиционных материалов состава $\text{SiO}_2\text{:CuO}$ (см. рисунок). Также интересны конечные функциональные (сенсорные) свойства подобных материалов, проявляемые, например, для пористых стёкол, содержащих наночастицы серебра [5].

Видно (см. рисунок), что оксид Cu(II) частично встраивается в структуру кремний-кислородного каркаса ксерогеля (частицы с затемнёнными областями), формируя локальные системы типа «ядро-оболочка» (ядро представлено в виде SiO_2 -глобулы).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Показано, что в общем случае, наночастицы металлов в матрице ксерогеля представляют собой наноструктурированные объекты, обладающие высокой химической и «проникающей» активностью относительно протекания термически стимулированных поверхностных реакций. Относительно термодинамики таких процессов наибольшую сложность представляет проблема установления границы протекания фазовых превращений для веществ-допантов, связанная с валентным состоянием поверхностных и приповерхностных атомов, находящихся в химически инертной матрице-носителе.

$\text{Si:Cu}=1:1, 2:1, 3:1, 4:1$ и т.д.), а также высокой сорбционной способностью самой ксерогельной матрицы [1–3].

В общем случае, как для оксида меди, так и для его восстановленной до металла формы, наблюдалась достаточно однородная картина распределения веществ-допантов по внутренней структуре SiO_2 -каркаса ксерогеля. Необходимо отметить, что отдельного образования микро- и наночастиц при указанном разрешении исследования морфологии поверхности ксерогелей методом СЭМ не обнаружено, однако восстановленная медь, вероятно, формирует 2D-покрытие по всей внутренней поверхности ксерогеля. Так, авторами работы [4] продемонстрирована возможность управления химическими связями на поверхности наночастиц благородного металла (для Ag°). Нельзя ис-

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ССЫЛКИ

1. Порозова, С.Е. Получение наночастиц и наноматериалов: учеб. пособие / С.Е. Порозова, В.Б. Кульметьева. – Пермь: Изд-во Перм. гос. техн. ун-та, 2010. – 135 с.
2. Арбенин, А.Ю. Синтез наночастиц железа в порах мезопростого кремнезема SBA-15 и анализ химического состава / А.Ю. Арбенин, Е. Г. Земцова, В.М. Смирнов. – Вестник СПбГУ. – 2012. – Сер. 4., вып. 4. – С. 136–138.
3. Андрусишина, И.Н. Наночастицы металлов: способы получения, физико-химические свойства, методы исследования токсикологичности / И.Н.Андрусишина // Современные проблемы токсикологии. - 2011. - №3. – С.5–14.
4. Оленин, А.Ю. Химическое модифицирование поверхности наночастиц серебра. Получение частиц-янусов / А.Ю. Оленин // Рос. нанотехнол. – 2014. – Т.9, № 9-10. – С. 19–24.
5. Porous glasses with silver nanoparticles as the sensitive material for sensors to measure the index of refraction of analytes / A.S. Pshenova [et al.] // Journal of Optical technology. - 2016. - V. 83, № 7. - P. 438–440.

СПЕКТРАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ ОБРАЗОВАНИЯ НАНОПОРОШКОВ Al_2O_3 И AlN ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ НА АЛЮМИНИЙ СЕРИЯМИ СДВОЕННЫХ ЛАЗЕРНЫХ ИМПУЛЬСОВ В АТМОСФЕРЕ ВОЗДУХА

Х. Баззал¹, Н. А. Алексеенко², Е. С. Воропай¹,
М. Н. Коваленко¹, М. П. Патапович¹, А. П. Зажогин¹

¹⁾ Белорусский государственный университет, пр-т Независимости, 4, 220030,
Минск, Беларусь, e-mail: zajogin_an@mail.ru

²⁾ Государственное научное учреждение «Институт порошковой металлургии
имени академика О. В. Романа» ул. Платонова, 41, 220005, Минск, Беларусь
e-mail: alekseenkon@rambler.ru

Изучено влияние количества сдвоенных лазерных импульсов на целенаправленное формирование компонентного и зарядового состава лазерной плазмы методом лазерной искровой спектроскопии (спектрометр LSS-1). При проведении экспериментальных исследований установлено, что наибольшая интенсивность полос субоксида AlO молекул AlN наблюдается при 40–50 последовательных сдвоенных импульсов в серии. С использованием интервала 10 мкс проведено исследование процесса образования нанопорошков Al_2O_3 и AlN от количества импульсов. Для получения продуктов, образующихся при взаимодействии ионов алюминия с кислородом и азотом воздуха, использовался закрытый стеклянный бокс, куда помещалась мишень из алюминия. Размер первичных частиц, оцененный с помощью электронной микроскопии высокого разрешения преимущественно составил 30–40 нм, частицы собраны в агломераты. Методами КР показана возможность получения активных форм оксидов алюминия и продуктов взаимодействия с кислородом и азотом воздуха в лазерной плазме, осаждаемых на стеклянную поверхность.

Ключевые слова: оксидированные нанопорошки Al , Al_2O_3 ; субоксиды AlO ; импульсное лазерное распыление; лазерная плазма; лазерная искровая спектроскопия; многозарядные ионы; сдвоенные лазерные импульсы.