

УДК 621. 762

Е.С.Васильева (6 курс, каф. ПОМ), О.В.Толочко, д.т.н., проф., В.Н.Цеменко, д.т.н., проф.

ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ ЧАСТИЦ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА МЕТОДОМ АЭРОЗОЛЬНОГО СИНТЕЗА

В последние годы все больший интерес вызывают исследования, посвященные методам получения наноразмерных материалов и изучению их свойств. Благодаря их специфическим особенностям, таким как существенный вклад свойств поверхности, высокие внутренние напряжения, особые магнитные характеристики, возникающие благодаря однодоменности структуры, размерный фактор, определяющий высокий уровень избыточной свободной энергии, высокие каталитические свойства, наночастицы находят все большее число потенциальных применений в металлургии, электронике, биологической, химической и фармацевтической промышленности.

Основными, определяющими свойствами, характеристиками частиц при одинаковом химическом составе являются: размер, форма и состояние поверхности, факторы, сильно зависящие от технологии их получения.

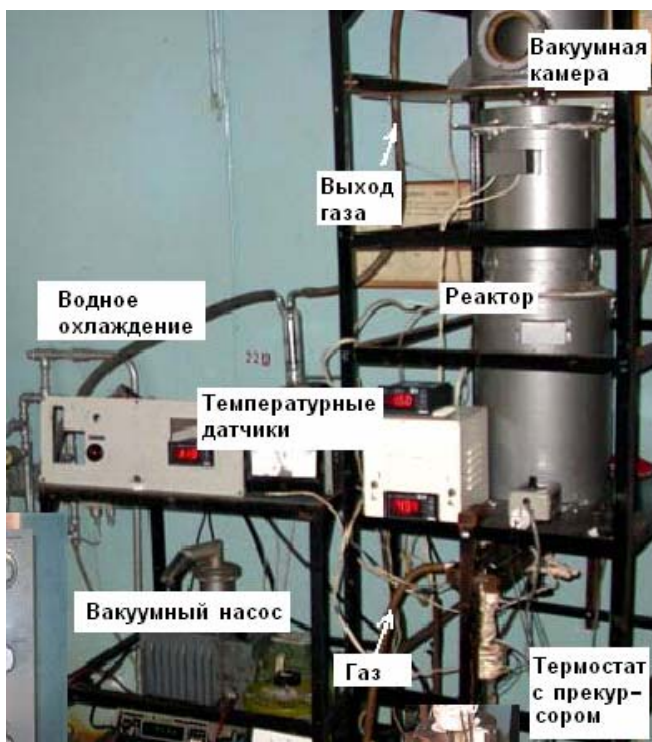


Рис. 1. Фотография экспериментальной установки.

В настоящее время аэрозольный метод синтеза наночастиц является наиболее многообещающим методом их получения, т.к. позволяет получать частицы практически любого химического состава в широком диапазоне варьирования размеров и концентрации легирующих элементов, являясь при этом экологически чистым и безотходным.

В рамках данного исследования были получены наноразмерные металлические однокомпонентные частицы на основе железа методом аэрозольного синтеза (CVC) из металлоорганического прекурсора. Исследования структуры и свойств полученного нанопорошка проводилось методами электронной просвечивающей микроскопии, рентгеновского анализа, Мессбауэровской спектроскопии, термогравиметрического анализа и магнитометрии.

Фотография лабораторной установки для CVC представлена на рис. 1. Эксперимент заключался в том, что

инертный газ (Ar или Ne) с регулируемым расходом подавался в термостат, внутри которого находился жидкий $\text{Fe}(\text{CO})_5$, находящийся при температуре испарения. Пары прекурсора, захватываемые потоком газа попадали в реактор, нагретый до более высокой температуры, где в результате пиролиза карбонила образовывался пересыщенный пар железа и монооксид углерода (CO), который в дальнейшем конденсировался в охлаждаемой камере с образованием металлического порошка. Температура в реакторе устанавливалась в пределах

400-1200⁰С. Ввиду пирофорности свежеполученных частиц их подвергали медленному окислению в атмосфере инертного газа, содержащего 10⁻⁴ об.% кислорода, при этом образовывалась оксидная оболочка толщиной не более 2-3 нм, состоящая, по данным Мессбауэровской спектроскопии, в основном из магнетита.

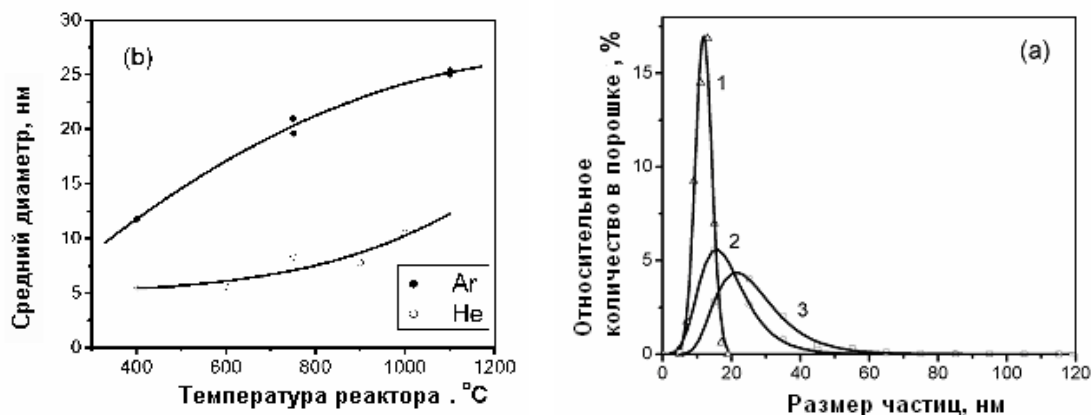


Рис. 2. Зависимость размера частиц от температуры реактора и типа несущего газа (а) и функция распределение частиц по размерам (б). Кривая (1) соответствует распределению при температуре реактора равной 400⁰С, (2) – 750⁰С; (3) 1000⁰С.

В результате были получены ферро и суперпарамагнитные частицы сферической формы среднего размера 8-30 нм, в зависимости от параметров процесса. Основными варьируемыми параметрами, влияющими на размер частиц, являлись расход и тип несущего газа, температура реактора в котором осуществлялось разложение карбонила, скорость испарения прекурсора.

В случае низких температур реактора распределение частиц по размерам было нормальным (Гауссовским) и логнормальным при повышении температуры. Размер частиц увеличивался при повышении температуры реактора, при уменьшении расхода несущего газа и давления в реакторе, при увеличении температуры испарения прекурсора.

При использовании аргона в качестве несущего газа размер частиц был существенно большим, по сравнению с использованием гелия. При уменьшении размера частиц параметр кристаллической решетки сердечника увеличивается, что может быть объяснено взаимодействием между сердечником и оксидной оболочкой при её эпитаксиальном росте.

Полученные частицы могут быть использованы в качестве носителей информации при магнитной записи, для магнитных жидкостей, в качестве исходных материалов для порошковой металлургии.