

УДК 661.65; 661.7

Е.А.Кайдаш (асп., каф. ИСиСМ), В.Р.Гутьяр, стажер, О.В.Толочко, д.т.н., проф.

## ПОЛУЧЕНИЕ НАНОЧАСТИЦ ДИСУЛЬФИДА ВОЛЬФРАМА МЕТОДОМ ГАЗОФАЗНОГО СИНТЕЗА

В настоящее время тяжелые условия работы узлов машин (высокая запыленность и температура, агрессивные среды и вакуум) заставляют искать все новые пути совершенствования качества и необходимых свойств смазочного материала. Последние исследования в области нанотрибологии продемонстрировали уникальные свойства наночастиц твердо-смазочных материалов на основе дисульфидов вольфрама и молибдена, внедренных в нанопористую матрицу из износостойких материалов (керамических или твердосплавных). В данной работе установлены основные закономерности формирования структуры наночастиц дисульфида вольфрама при их газофазном синтезе. Полученные наночастицы были исследованы методами рентгенофазового анализа, просвечивающей и растровой электронной микроскопии.

Первым этапом работы было изучение возможности получения наночастиц металлического вольфрама методом газофазного синтеза. В качестве исходного вещества был использован октакарбонил вольфрама ( $W(CO)_6$ ), который испарялся при температуре  $110^\circ\text{C}$ , в потоке инертного газа – носителя. Образование частиц происходило при конденсации паров вольфрама, образующихся при пиролизе карбонила при более высоких температурах. Было установлено, что минимальная температура реактора при которой происходит образование наночастиц –  $470^\circ\text{C}$ . Был получен ряд образцов при разных температурах реактора (от  $500^\circ\text{C}$  до  $1100^\circ\text{C}$ ) кристаллические наночастицы вольфрама получались при температурах выше  $700^\circ\text{C}$ , а при более низких температурах частицы были рентгеноаморфными или получался оксикарид вольфрама. Размер полученных частиц вольфрама зависит от температуры реактора и находится в интервале от 11 до 20 нм.

Для получения частиц дисульфида вольфрама пиролиз карбонила вольфрама проводился в присутствии паров серы в газовой фазе. Скорость испарения серы была изучена при различных температурах в интервале от  $200^\circ\text{C}$  до  $400^\circ\text{C}$ . Проведены расчеты возможности протекания реакции  $W + S_2 \rightarrow WS_2$ . Полученное отрицательное значение энергии Гиббса, при температурной зависимости изобарно-изотермического потенциала, свидетельствует о том, что реакция протекает в прямом направлении. Т.к. в газовой фазе всегда присутствует какое-то количество кислорода, были рассчитаны области существования фаз в системе  $W-S_2-O_2$  при различных температурах. Установлено, что для получения дисульфида вольфрама в этих условиях парциальное давление кислорода должно быть не выше  $10^{-12}$ , а минимальное давление  $P_{S_2}$  –  $10^{-8}$  атм. или выше в зависимости от температуры. С ростом температуры, области существования дисульфида вольфрама увеличиваются. Таким образом, было определено, что для получения порошка, состоящего полностью из дисульфида вольфрама, необходимо, чтобы в газовой фазе всегда существовал избыток серы. Поэтому был обеспечен как минимум 3-х кратный избыток серы, а её остаточное парциальное давление составляло не ниже  $10^{-4}$  атм.

Рентгенофазовый анализ показал, что в зависимости от параметров процесса состав полученного порошка изменялся от чистого вольфрама до дисульфида вольфрама с избытком серы (порошок серо-зеленого цвета). Для удаления избытка серы была проведена дополнительная термическая обработка полученного порошка в печи с градиентом температур, в результате которой был получен стехиометрический дисульфид вольфрама. В настоящее время проводятся исследования антифрикционных свойств образцов износостойких покрытий.

