

Способ Получения Ультрадисперсных Частиц Углеродной Фазы в Процессе Ультразвуковой Кавитации

Ольга В. Стеблева, Геннадий В. Леонов, Александр Л. Верещагин
Бийский технологический институт (филиал)

ГОУ ВПО «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова»

Аннотация - Статья посвящена исследованию возможности получения нанодисперсной углеродной фазы в акустических кавитационных полях. Приведены микроскопический и термический анализы полученных образцов.

Ключевые слова – наноалмазы, ультразвук, кавитация, сонолюминесценция, звукохимия, октакарбон, наноуглеродные частицы, наночастицы.

I. ВВЕДЕНИЕ

В НАСТОЯЩЕЕ ВРЕМЯ МЕТОДЫ получения и исследование свойств ультрадисперсных материалов различного строения находятся в центре внимания широкого круга исследователей. Одним из перспективных наноматериалов является наноалмаз (НА), что связано с его уникальными физико-механическими и физико-химическими свойствами.

Существует достаточно большой спектр технологических методов производства наноалмазов (НА), и все они требуют создания высоких давлений. Так, НА формируются при детонации углеродсодержащих взрывчатых веществ [1], а также в процессе гидродинамической кавитации [2]. Недостатком этих технологий является необходимость создания специальных детонационных камер для подрыва взрывчатых веществ, использование агрессивных технологических сред на стадии выделения готового продукта из образовавшейся постдетонационной массы.

В работе рассматривается возможность получения нанодисперсной углеродной фазы, в том числе НА, в акустических кавитационных полях.

При излучении в жидкость интенсивной ультразвуковой волны в жидкой среде возникает явление кавитации – явление разрыва капельной жидкости под действием растягивающих напряжений в полупериод разрежения, т.е. образование полостей заполненных газом, паром или их смесью. При схлопывании кавитационных полостей в полупериод сжатия в жидкой среде раз-

вивается ударная волна, развивающая давления порядка нескольких атмосфер [3].

Акустическая кавитация является основным инициатором физико-химических процессов, возникающих в обрабатываемой среде под действием ультразвука: излучение ударных волн, локальная электризация пузырьков, возбуждение сонолюминесценции, образование свободных радикалов, ускорение химических реакции.

II. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В качестве объектов исследования были взяты гексан C_6H_{14} (образец 1) и этанол C_2H_5OH (образец 2) квалификации «хч». Выбор данных углеродсодержащих жидкостей обусловлен тем, что энергия акустической кавитации сопоставима с энергией разрыва связи между атомами С и Н, а водород обладает достаточной скоростью диффузии из среды схлопывания кавитационного пузырька для образования наноалмаза [2].

В качестве эталона был использован образец детонационных наноалмазов, полученных при детонации сплава тротил-гексоген.

Акустическая кавитация осуществлялась в открытом сосуде из нержавеющей стали Х1810Т объемом 50 мл. Источником ультразвукового излучения был аппарат «Надежда 2», конструкции Бийского Технологического института (см. Рис.1), мощностью 200 Вт.

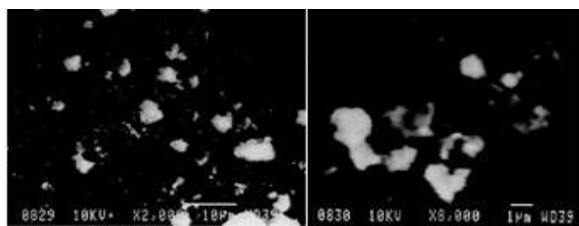


Рис. 1. Вид экспериментальной установки

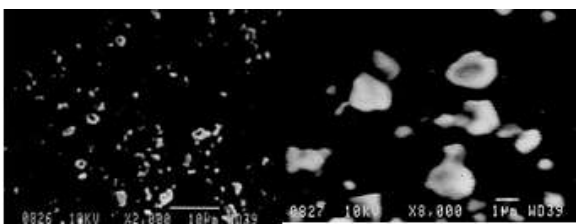
Длительность воздействия составляла 60 минут при мощности ультразвукового облучения 68 Вт с частотой колебаний 22 кГц. Для предотвращения вскипания и испарения жидкостей емкость постоянно охлаждалась. Объем облучаемого образца составлял 25 мл. Кратность опытов - 50. После обработки образцы жидкости высушивали до постоянной массы при 105°C, а полученный сухой остаток темного цвета анализировался методами электронной микроскопии и термического анализа.

1. Электронная микроскопия

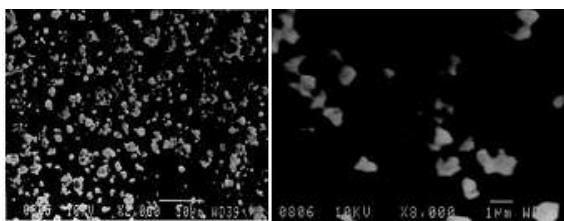
Методом сканирующей электронной микроскопии на микроскопе JSM-840 была изучена морфология образцов, полученных после ультразвуковой обработки гексана и этанола. На рисунке 2 приведены фотографии частиц детонационных наноалмазов (ДНА), полученными в ФГУП «Алтай» и углеродных частиц, полученных из гексана и этанола.



(а)



(б)



(в)

Рис. 2. Фотографии, полученные на электронном микроскопе при 2000- и 8000-кратном увеличении: ДНА (а); кавитационных наночастиц углерода из этанола (б) и гексана (в)

В центральной части частиц, изображенных на фотографиях, видны бурые включения, которые следует рассматривать как аморфную угле-

родную массу. Выход частиц аморфного углерода составил менее 1% от массы исходной органической жидкости.

2. Термический анализ

Методами дифференциального термического анализа и термогравиметрии определялась реакционная способность образцов по началу их окисления на воздухе и разбросу показателей параметров эффекта окисления ДНА.

Условия проведения опытов:

- атмосфера – воздух;
- температурный интервал нагрева - от 50 до 1000°C;
- температурный интервал расчета кинетических параметров от 450 до 700°C.

Результаты термогравиметрического исследования окисления образцов представлены в таблицах 1, 2 и на рисунке 3.

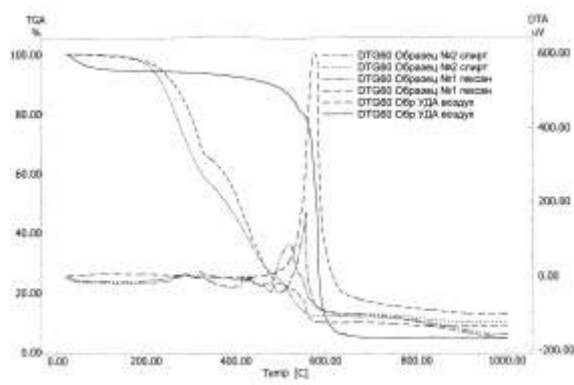


Рис. 3. Результаты термического анализа

Как видно из полученных данных, температуры окисления образцов гексана и ДНА находятся в одном диапазоне, а окисление образца 2 начинается на 50°C раньше.

ТАБЛИЦА 1
ОКИСЛЕНИЕ ПОЛУЧЕННЫХ ОБРАЗЦОВ

Образец	Температура начала окисления, °С	Температура окончания окисления, °С	Тепловой эффект окисления, кДж/г
Образец 1 гексан	533,0,	557,89	3,64
Образец 2 спирт	483,54	549,83	5,94
ДНА	535,20	585,53	28,38

Тепловой эффект окисления ДНА почти в 5 раз больше чем у образцов, что дает основание предположить о наличии углерода с более высокой степенью окисления в образцах наноуглерода (большого количества связей C=O). Поскольку в состав гексана атомы кислорода не входят, то можно предположить их образование в результате реакции окисления с участием атмосферного кислорода.

[3] Маргулис М.А. Звукохимические реакции и сонолюминесценция/ М.: Химия, 1986. - 288 с.

ТАБЛИЦА 2
ПОТЕРЯ МАССЫ ОБРАЗЦОВ

Образец	Масса, мг	Потеря массы на участке 50-1000 °С	Потеря массы на стадии окисления, %
Образец 1 гексан	9,653	91,4	44
Образец 2 спирт	7,016	90,3	32,1
ДНА	6,635	95,7	89,8

Потеря массы образцов наноуглерода на стадии окисления близка к таковой у ДНА, что свидетельствует о примерно одинаковом содержании неорганических примесей во всех образцах.

Из представленных данных можно предположить, что в процессе схлопывания кавитационной полости выделяется количество энергии, достаточное для разрыва химических связей между С и Н в жидкости, что приводит к образованию углеродной фазы вещества. Развиваемое при этом давление достаточное для преобразования неалмазного углерода в другую, более плотную модификацию.

III. ВЫВОДЫ И ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Полученные частицы представляют собой агрегаты нанокристаллических структур. По крайней мере, в части подобных агрегатов с большой вероятностью идентифицируется углерод более плотной модификации.

Таким образом, экспериментально доказана возможность синтеза наноуглерода в процессе акустической кавитации в углеродсодержащих жидкостях.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Ставер А.М., Губарева Н.В., Петров Е.А и др. Ультрадисперсные алмазные порошки, полученные с использованием энергии взрыва // Физика горения взрыва, 1984. Т.20. № 5. С. 100-104.
- [2] Галимов Э.М., Кудин А.М., Сокробогатский и др. Экспериментальное подтверждение синтеза алмаза в процессе кавитации // Доклады Академии наук, 2004. Т. 395. № 2. С. 187-191.