

УДК 539.2

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОДУКТОВ ПИРОЛИТИЧЕСКОГО СИНТЕЗА УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

© Х.Х. Саламех, В.П. Шелохвостов, Д.В. Образцов, М.В. Макаrchук

Ключевые слова: пиролиз; углеродные продукты синтеза; катализатор; термогравиметрия; очистка; отжиг; электронные микроструктуры.

Пиролитический метод синтеза углеродных наноматериала является самым распространенным и технологически развитым. Однако основной сложностью в получении стабильных углеродных наноматериалов является много вариантов данного процесса. В связи с этим основным направлением в дальнейшем развитии данного технологического процесса синтеза является создание и развитие методов контроля промежуточных продуктов синтеза и выявление влияющих факторов на конечную структуру углеродных наноматериалов с целью оптимизации данного процесса.

Основным процессом массового получения углеродных нанотрубок является пиролиз углеводородов на металлических катализаторах (Ni, Fe, Co и др.). Для большинства областей применения полученный наноматериал не пригоден, т. к. содержание в нем примесей аморфного углерода и карбидов металлов слишком велико. В связи с вышесказанным актуальной задачей является нахождение путей эффективной очистки от примесей синтезируемых углеродных наноматериалов.

Проводились термогравиметрические исследования продуктов синтеза с использованием дериватографа Q1500-D. Нагрев проводили до температуры 1000 °С со скоростью 10 °С в минуту. В диапазоне от 100 до 1000 °С были выбраны 6 температурных точек быстрого изменения веса (проведено округление до десятков в большую сторону 250, 350, 450, 530, 620 и 690 °С) [1].

Далее исследовалось влияние отжига на воздухе полученных синтезом углеродных наноматериалов. Отжиг проводили в окислительной атмосфере при температурах, определенных при дериватографических исследованиях. Методика включала отбор и взвешивание шести проб с последующим отжигом на керамической подложке в течение 20 мин. при температурах 250, 350, 450, 530, 620 и 690 °С, данные взвешивания до и после отжига приведены в табл. 1.

Таблица 1

Параметры отжига углеродного наноматериала

t , °С	Начальный вес, мг (m_1)	Вес после отжига, мг (m_2)	Разница веса, мг ($m_1 - m_2$)	Изменение веса, %
250	103,1	99,0	4,1	4
350	107,8	104,1	3,7	3,4
450	105,2	95,9	9,3	8,8
530	114,9	83,2	31,7	27,5
620	146,1	57,5	88,6	61
690	121,5	23,3	98,2	80

Анализ полученных данных показывает, что при температуре 530 °С происходит значительное уменьшение веса, равное 27,5 %, а при температурах 620, 690 °С – 61 и 80 % соответственно.

Продукты синтеза после отжига очищали от катализатора и других примесей путем отмывки в кислотах, с дальнейшим центрифугированием, отстаиванием осадка, разбавлением раствора дистиллированной водой, повторением данной процедуры до нейтрализации кислоты и выпариванием [2].

Продукты синтеза после отжига и очистки исследовались электронной микроскопией (электронный микроскоп ЭМ 100А, объекты на угольной пленке). Для синтезированного продукта показано наличие крупных конгломератов (рис. 1а, б), доступных для исследования только по внешнему контуру. Вид наноматериала при температурах после отжига 250 и 350 °С практически не различается, центральные части конгломератов не просвечиваются. Из этого можно сделать вывод, что при данных температурах не происходит интенсивного окисления и удаления аморфного углерода. Отжиг при температуре 450 °С практически не дает значимых результатов, как видно из фотографии (рис. 2а), аморфный углерод покрывает большую часть нанотрубок.

Для более высоких температур отжига отмечено интенсивное окисление аморфного углерода и структурные изменения. На фотографии (рис. 2б) видно, что отдельные нанотрубки освободились от аморфного углерода, а центральная часть конгломерата просвечивается. Отжиг при температуре 620 °С позволяет удалить большую часть аморфного углерода (рис. 2в). На рис. 2г видно, что нанотрубки практически полностью очистились от аморфного углерода. При дальнейшем нагреве на воздухе происходит окисление и разрушение нанотрубок.

Проведенные исследования показали, что оптимальные температуры отжига для очистки наноматериала от аморфного углерода находятся в диапазоне 530–690 °С.

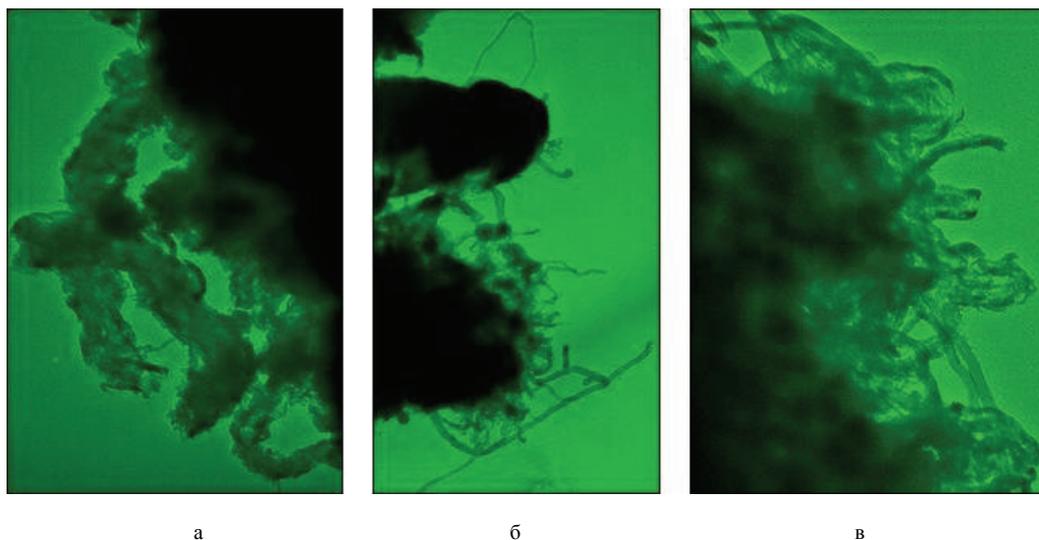


Рис. 1. Фотографии углеродного наноматериала: а, б – исходный наноматериал; в – после отжига при 250 и 350 °С

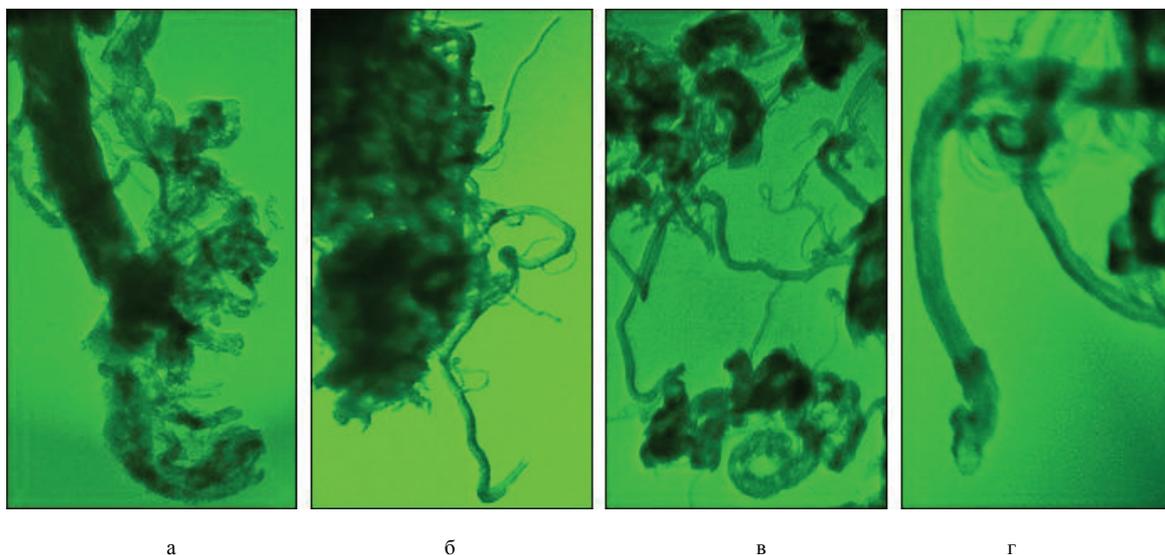


Рис. 2. Фотографии углеродного наноматериала после отжига: а – 450 °С; б – 530 °С; в – 620 °С; г – 690 °С

ЛИТЕРАТУРА

1. *Образцов Д.В., Саламех Х.Х.* Исследование на дериватографе процесса отжига углеродного наноматериала // *Современные наукоемкие технологии: заоч. электрон. конф.* 2007. № 10.
2. *Образцов Д.В., Шелохвостов В.П.* Исследование влияния температуры на выход синтезируемых углеродных наноматериалов // *Современные наукоемкие технологии: заоч. электрон. конф.* 2007. № 8.

Поступила в редакцию 20 ноября 2009 г.

Salameh H.H., Shelohvostov V. P., Obratsov D.V., Makarchuk M.V. Research of the products of pyrolytic synthesis of carbon materials.

The pyrolytic method of synthesis of carbon nano-material is the most widespread and technologically developed. However the basic complexity in reception of stable carbon nano-materials is multi-alternativeness of the given process. In this connection the basic direction in the further development of the given technological process of synthesis is creation and development of a quality monitoring of intermediate products of synthesis and revealing of influencing factors on final structure of carbon nano-materials for the purpose of optimization of the given process.

Key words: pyrolysis; carbon products of synthesis; catalyst; thermogravimetry; clearing; anneal; electronic microstructures.