

## **РЕГУЛИРОВАНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ НАНОПОРОШКОВ Fe, Co, Ni ПРИМЕНЕНИЕМ В ХОДЕ ИХ СИНТЕЗА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ**

В настоящее время нанопорошки (НП) Fe, Co, Ni благодаря своим особым свойствам широко применяются в различных областях техники и промышленности. Например, НП Fe, Co, Ni используются для создания магнитных материалов нового поколения, электропроводящих покрытий, катализаторов, адсорбционных материалов, применяются в промышленности и т.д. [1-4]. Свойства НП Fe, Co, Ni главным образом зависят от их дисперсности. Применение поверхностно-активных веществ (ПАВ) в процессе получения НП металлов является эффективным способом для регулирования их дисперсности.

НП Fe, Co, Ni получали химико-металлургическим методом, заключающим в осаждении их гидроксидных соединений с последующим водородным восстановлением. В качестве прекурсоров для получения гидроксидов металлов использовали 10 % водные растворы нитратов. Осаждение проводили 10 % раствором щелочи NaOH в присутствии ПАВ, добавленных с целью регулирования дисперсности образцов. В качестве ПАВ были выбраны додецилсульфат натрия  $C_{12}H_{25}NaO_4S$  (ДСН) 0,1 % и динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты  $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2$  (ЭДТА) 0,3 %. Полученные осадки отмывали на центрифуге, сушили и восстанавливали водородом в течение 3 часов при температурах 400, 285, 280 °С для получения НП Fe, Co, Ni, соответственно.

Изучение свойства полученных образцов проведено методами рентгенофазового анализа (РФА), низкотемпературной адсорбции азота БЭТ и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ).

Результат РФА полученных образцов НП Fe, Co, Ni показывает, что все они содержат чистую металлическую фазу. На основе данных РФА было построено распределение кристаллитов НП металлов по размерам ОКР (область когерентного рассеяния) и рассчитаны их значения при различных условиях (рис. 1) [5]. Наименьшими размерами ОКР характеризуются образцы, полученные с использованием ДСН 0,1 % (30 нм для Co и 41 нм для Ni).

Кристаллиты НП Со и Ni, полученные при добавлении ЭДТА 0,3 % обладают наибольшим средним размером ОКР (36 нм для Со и 73 нм для Ni), при этом они имеют более узкое распределение.

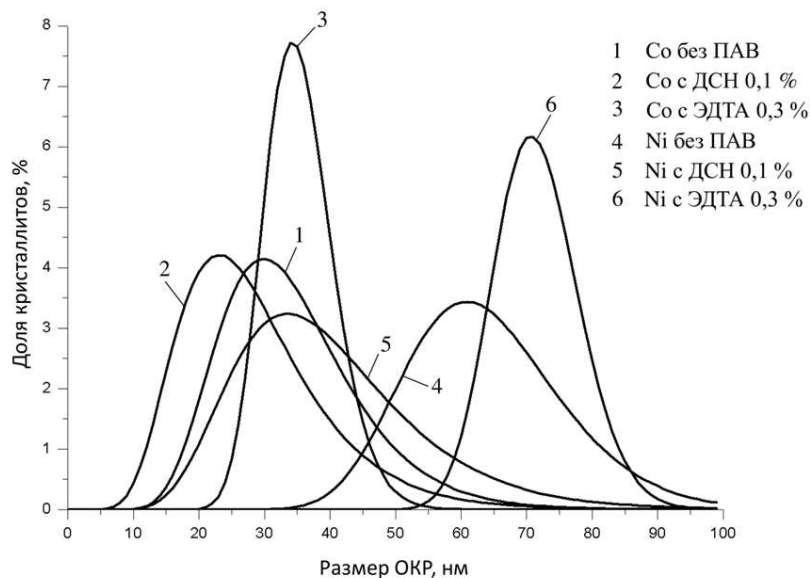


Рис. 1. Распределение кристаллитов НП Со и Ni по размерам ОКР при различных условиях

Результат измерения удельной поверхности ( $S_{уд}$ ) образцов (таблица 1) показал, что для всех НП металлов, добавление ДСН 0,1 % приводит к уменьшению среднего размера полученных частиц, а в присутствии ЭДТА 0,3 % образуются более крупные наночастицы металлов.

Таблица 1. Величины удельной поверхности ( $S_{уд}$ ) НП Fe, Co, Ni и среднего размера ( $D_{ср}$ ) их наночастиц, рассчитанного по данным  $S_{уд}$

Условия осаждения гидроксидов	$T_{во}$ сст, °C	Ме таллы	$S_{уд}$ , м <sup>2</sup> /г	$D_{ср}$ , нм (по $S_{уд}$ )
без ПАВ	40	Fe	7,3	105
с ДСН 0,1%			7,7	99
с ЭДТА 0,3%			5,8	131
без ПАВ	28	Co	6,0	112
с ДСН 0,1%			7,5	90
с ЭДТА 0,3%			4,7	143
без ПАВ	28	Ni	7,0	96
с ДСН 0,1%			8,4	80
с ЭДТА 0,3%			2,3	293

Сравнивая результаты, можно сделать вывод, что наиболее эффективно на величину  $S_{уд}$  НП металлов влияет ДСН. Использование ДСН 0,1 % приводит к увеличению  $S_{уд}$ , по сравнению с образцами без ПАВ, соответственно, средний размер полученных наночастиц при наличии ДСН уменьшается. При использовании ЭДТА 0,3 % наблюдается увеличение  $S_{уд}$  по сравнению с образцами без ПАВ, т.е. средний размер полученных наночастиц при этом увеличивается.

Из СЭМ-микрофотографий образцов (рис. 2) показано, что добавление ПАВ в исходную среду синтеза гидроксидных соединений заметно влияет на дисперсность полученных НП.

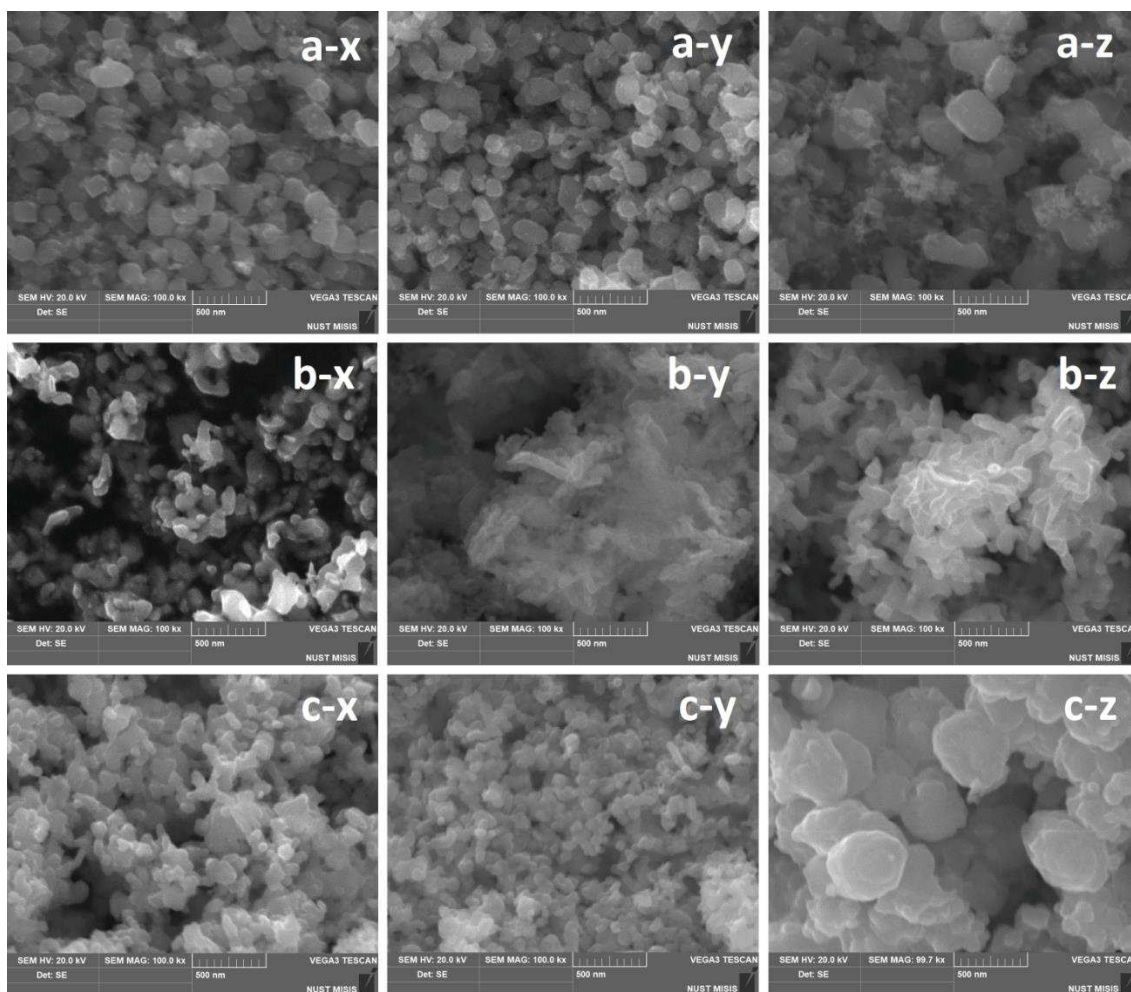


Рис. 2. СЭМ-микрофотографии НП: Fe (a), Co (b), Ni (c) при различных условиях: без ПАВ (x), с 0,1 % ДСН (y), с 0,3 % ЭДТА (z)

Для всех НП Fe, Co, Ni, полученных при добавлении 0,1 % ДСН наблюдается уменьшение среднего размера частиц, а при использовании 0,3 % ЭДТА наблюдается обратное влияние, рост среднего размера частиц по сравнению с образцами без ПАВ. Эти

результаты согласуются с данными по измерению удельной поверхности полученных образцов.

Выводы:

- Показано, что использование ПАВ в исходную реакционную среду при осаждении гидроксидных прекурсоров позволяет регулировать дисперсность полученных частиц НП Fe, Co, Ni.

- Установлено, что добавление ДСН 0,1 % в исходные растворы осаждения приводит к уменьшению среднего размера частиц НП Fe, Co, Ni. Добавление ЭДТА 0,3 % приводит к значительному увеличению их среднего размера.

- Использование ЭДТА 0,3 % при осаждении гидроксидов металлов позволяет получить металлические НП с наиболее узким распределением кристаллитов по размерам.

#### ЛИТЕРАТУРА

1 Chao'en Li, Lisa Wong, Lianguang Tang, Nicola Scarlett, Ken Chiang, Jim Patel, Nicholas Burke, Valérie Sage. Kinetic modelling of temperature-programmed reduction of cobalt oxide by hydrogen. *Applied Catalysis A: General*. 2017. V. 537. P. 1-11.

2 Левина В.В. Получение одно- и двухкомпонентных наноматериалов на основе железа, никеля, меди, кобальта методом химического диспергирования. Диссертация докт. техн. наук. М.: МИСиС. 2005. 329 с.

3 Zhu W., Dong X., Huang H., Qi M. Iron nanoparticles-based magnetorheological fluids: A balance between MR effect and sedimentation stability. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2019. V. 491. P. 165556-165561.

4 Jyoti Chaudhary, Giriraj Tailor, B L Yadav, Oshon Michael. Synthesis and biological function of Nickel and Copper nanoparticles. *Heliyon*. 2019. V. 5. I. 6. P. 1878-1882.

5 Дзидзигури Э.Л., Сидорова Е.Н. Ультрадисперсные среды. Метод рентгеновской дифрактометрии для исследования материалов. Учебное пособие. М.: МИСиС. 2007. 60 с.