

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ НАНОЧАСТИЦ ПРИ ИНТЕНСИВНОМ ИСПАРЕНИИ МИКРОКАПЕЛЬ РАСТВОРА

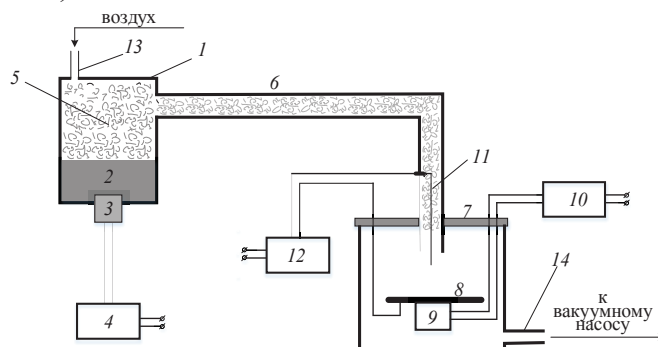
Получение микро- и наночастиц методом распылительного пиролиза микронных капель растворов солей при пониженном давлении осуществляется уже более 20 лет. Практическая направленность этого метода обусловлена его сравнительной простотой и малой энергоемкостью. Образование наночастиц происходит в процессе быстрого испарения микрокапель исходного раствора.

В большинстве случаев создается достаточно высокая температура, выше 1000 К. Однако, как уже известно, даже в высокотемпературной среде, порядка 1600 К, среда в которой происходит формирование наночастиц, непосредственно в объеме капель, слабо изменяет свою начальную температуру [1]. Вследствие испарительного охлаждения, интенсивно протекающего в среде с повышенной температурой, температура самой жидкости мало зависит от температуры окружающей газовой среды и не превышает температуру кипения. Кроме температуры, на скорость испарения значительно влияет давление в системе. Вакуумируя систему, можно также добиться быстрого испарения [2]. Это дает возможность значительного упрощения аппаратного оформления и избегать побочных процессов, таких как окисление продукта.

Испарительный пиролиз – сложный физико-химический процесс. Состав образующихся при этом продуктов плохо подчиняется привычной логике. В процессе быстрого испарения растворителя из объема микрокапель растет концентрация раствора, что приводит к образованию пересыщенного раствора. В пересыщенном растворе в процессе нуклеации образуются отдельные наноразмерные частицы вещества. Свежеобразованные наночастицы, обладая очень высокой химической активностью, взаимодействуют с компонентами внешней среды [3].

Указывалось, что возникающие наночастицы взаимодействуют с молекулами воды, находящимися в растворе, однако состав образующихся продуктов значительно сложнее, чем в случаях гидролиза. Например, присутствие наночастиц металла указывает на протекание активных окислительно-восстановительных превращений.

Для исследования процесса низкотемпературного синтеза при испарении микрокапель раствора была создана лабораторная установка (рис. 1).



1 – корпус генератора; 2 – исследуемый раствор; 3 – небулайзер; 4, 10, 12 – источник тока; 5 – аэрозоль; 6 – газоотводная трубка; 7 – приемное отделение; 8 – подложка; 9 – нагреватель; 11 – электрод; 13 – устройство для подачи воздуха; 15 – место подключения вакуумного насоса.

Рис. 1. Схема лабораторной установки низкотемпературного синтеза

В объем генератора 1 помещался раствор исследуемого вещества. Для распыления раствора использован ультразвуковой небулайзер 3. Образующийся аэрозоль 5 по газоотводной трубке 6 поступает в приемное отделение 7. В приемном отделении находится подложка 8 для улавливания частиц, образующихся в результате синтеза. Подложка подогревается с помощью электронагревателя 9. Приемное отделение представляет собой ловушку, в которой для увеличения эффективности осаждения подается на подложку высокое напряжение (1–5 кВ). Электростатическое напряжение, возникающее между подложкой и электродом 11, в значительной мере способствует увеличению выхода продукта синтеза.

Для обеспечения прокачки через систему в корпусе генератора аэрозоля установлено устройство для регулируемой подачи воздуха 13. Откачка производится с помощью вакуумного насоса. Поток воздуха из внешней среды, с одной стороны, обеспечивает миграцию аэрозоля по системе, с другой стороны, снижает давление в системе. Естественно, возник интерес проследить влияние степени разрежения среды на протекание процесса синтеза.

В качестве исходного вещества был выбран хлорид меди II. Данный выбор определяется тем, что соединения меди окрашены и образующийся продукт легко можно различить по внешнему виду, что дает возможность визуально оценить характер происходящих превращений.

На первом этапе синтез осуществлен при давлении порядка 60 торр. Температура подложки, на которую оседали частицы

составляла 60–70 °С. Такие условия синтеза обеспечивают полное высыхание микрокапель и получение неувлажненного продукта. В процессе синтеза образуется бесцветный тонкодисперсный порошок.

С ростом давления в системе образующийся продукт приобретает оранжево-бурый оттенок, характерный для оксида меди I. Далее, при повышении давления цвет продукта значительно темнеет, что указывает на возможность присутствия в системе свободной меди и оксида меди II.

Исследования полученного продукта показали, что в системе присутствуют наночастицы вещества размером 10–30 нм, агрегированные в более крупные частицы размером 1–1,5 мкм (рис. 2).

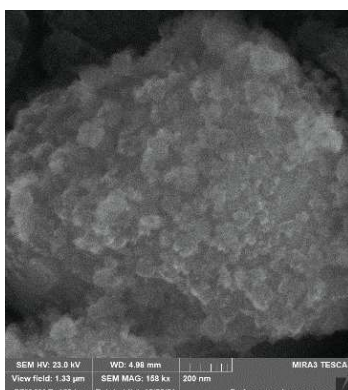


Рис. 2. Электронное изображение продукта синтеза

Анализ состава вещества подтвердил наличие в продукте синтеза оксидов и свободной меди.

ЛИТЕРАТУРА

1. Яхно, Т. А. Основы структурной эволюции высыхающих капель биологических жидкостей / Т. А. Яхно, В. Г. Яхно / ЖТФ. – 2009. – Т. 79, № 8. – С. 133–140.
2. Делендик, К. И. Пиролиз фемтолитровой капли в низкотемпературном аэрозольном реакторе при пониженном давлении / К. И. Делендик, В. И. Саверченко, С. П. Фисенко // Изв. НАН Беларуси. – 2012. – № 4. – С. 29–33.
3. Lenggoro, I. W. Control of size and morphology in NiO particles prepared by a low-pressure spray pyrolysis // I. W. Lenggoro [et al.] // Materials Research. Bull. – 2003. – V. 38. – P. 1819–1827.