

A. A. МАТКАСЫМОВА¹, X. И. ГАФФОРОВА²

¹Институт Химии и химической технологии НАН КР, Бишкек, Кыргызстан;

²Медицинский колледж Ошского государственного университета, Ош, Кыргызстан)

СФЕРИЧЕСКИЕ Sb/Sb₂O₃ КОМПОЗИТНЫЕ НАНОЧАСТИЦЫ, СИНТЕЗИРОВАННЫЕ В МНОГОАТОМНЫХ СПИРТАХ

Аннотация. Сферические Sb/Sb₂O₃ композитные наночастицы с размерами от 10 до 100 нм были синтезированы с использованием импульсной плазмы при энергии единичного импульса 0,05 Дж в двух- (этилен-гликоль) и трех-(глицерин) атомных спиртах.

Ключевые слова: композитные наночастицы, сурьма, импульсная плазма.

Түрек сөздөр: композит нанобөлшектер, сүрме, импульсты плазма.

Key words: spherical nanoparticles, antimony, pulsed plasma.

Одной из интенсивно развивающихся областей современной технологии являются композиционные материалы на основе нанотехнологий. Рассматривая композитные наноматериалы следует различать собственно композиционные наноматериалы (нанокомпозиты и наноструктурированные композиты) и высокодисперсные материалы (порошки), частицы которых имеют структуру композита – композитные наночастицы, состоящие из наноразмерных структурных блоков [1].

В работе [2] с помощью генерации искрового разряда (SDG) были получены Sb/O нанокомпозитные порошки с размером 10–20 нм для литий-ионных анодных аккумуляторов.

Авторы [3, 4] инновационным методом гибридной индукции и лазерного нагрева (HILH) синтезировали сферические Sb/Sb₂O₃ композитные наночастицы. Для этого чистый слиток Sb (99,5%), введенный в графитовый тигель, помещали в камеру, в которую под давлением ~10 Па при помощи роторного насоса закачивали газ Ar, смешанный с O₂ при давлении ~1,0x10⁴. Путем регулирования потока O₂ установили постоянное парциальное давление кислорода 500 Па, которое и явилось основополагающим фактором для синтеза сферических наночастиц.

Электронно-микроскопические исследования показали (рисунок 1, а), что наночастицы состоят из сферических частиц со средним диаметром ~ 80 нм. На дифрактограмме (рисунок 1, б) видно, что наночастицы состоят из двух фаз: металлической сурьмы с ромбоэдрической структурой и оксида сурьмы Sb₂O₃ с кубической сингонией. Интенсивность металлической сурьмы гораздо слабее, чем у оксида сурьмы.

Термическая стабильность Sb/Sb₂O₃ наночастиц, синтезированных при 500 Па, изучалась при отжиге наночастиц на воздухе в течение 1 ч при различных температурах (200, 400, 500 и 600 °C).

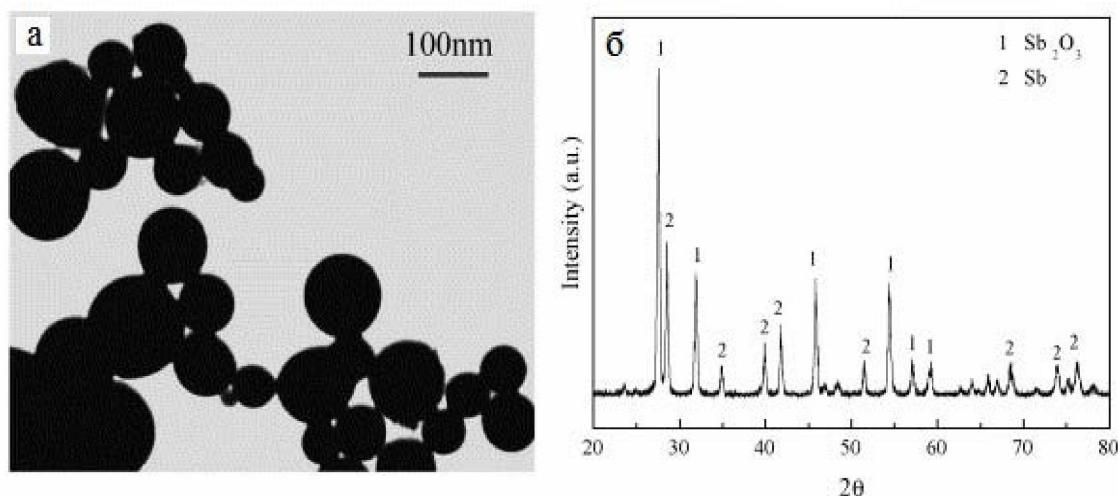


Рисунок 1 – Электронно-микроскопический снимок (а) и дифрактограмма (б) композитных наночастиц, полученных авторами [3]

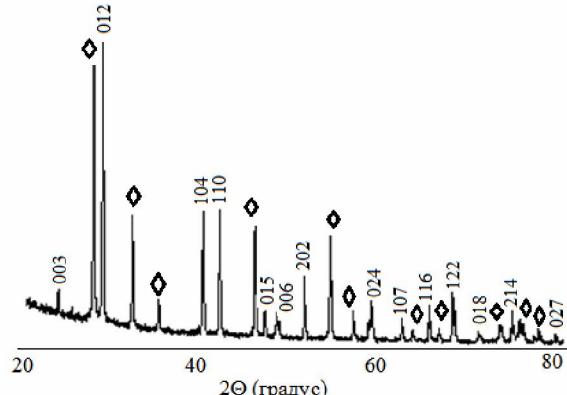
Когда Sb/Sb₂O₃ наночастицы отжигали при 200 °C на воздухе в течение 1 ч, их размер и форма не изменились, что указывает на термическую стабильность при низкой температуре. Однако их размер и форма менялись с увеличением температуры отжига (400–600 °C). Установлено, что чем выше температура отжига, тем больше размер частиц. Форма, размер, состав и свойства наночастиц, синтезированных при сочетании гибридной индукции и лазерного нагрева, имеют сильную зависимость от парциального давления кислорода [3].

В данной работе приведены исследования продукта диспергирования сурьмы в многоатомных спиртах (этиленгликоле и глицерине) при комнатной температуре с использованием энергии импульсной плазмы [5].

В ранних исследованиях [6] сообщалось, что при диспергировании сурьмы с использованием импульсной плазмы в этиловом спирте (C₂H₅OH) образуются металлические нанотрубки сурьмы с ромбоэдрической структурой. Наличие нанотрубок сурьмы подтверждено просвечивающей электронной микроскопией (ПЭМ) высокого разрешения. На снимках видны скопления прямых нанотрубок, скрученных нанотрубок, а также одиночной скрученной нанотрубки сурьмы с диаметром 3–20 нм и длиной до 100 нм.

На дифрактограмме (рисунок 2) продукта диспергирования сурьмы в этиленгликоле (двух атомный спирт – C₂H₄(OH)₂) обнаружено образование двух фаз: металлической сурьмы ромбоэдрической сингонии (PDF картотека № 85-1323, $a = 4,301\text{\AA}$ и $c = 11,232\text{\AA}$) с параметрами кристаллической решетки: $a = 4,310 \text{ \AA}$ и $c = 11,28 \text{ \AA}$ и оксида сурьмы Sb₂O₃ кубической сингонии (PDF № 71-0365, $a = 11,15\text{\AA}$) с параметром кристаллической решетки $a = 11,55 \text{ \AA}$.

Рисунок 2 – Дифрактограмма продукта диспергирования сурьмы в этиленгликоле



Электронно-микроскопические снимки, выполненные на растровом электронном микроскопе (РЭМ) с энергодисперсионным анализатором JEOLJXA-8230, показали (рисунок 3, а) образование агломерированных наночастиц и (рисунок 3, б) приведен микроанализ образца.

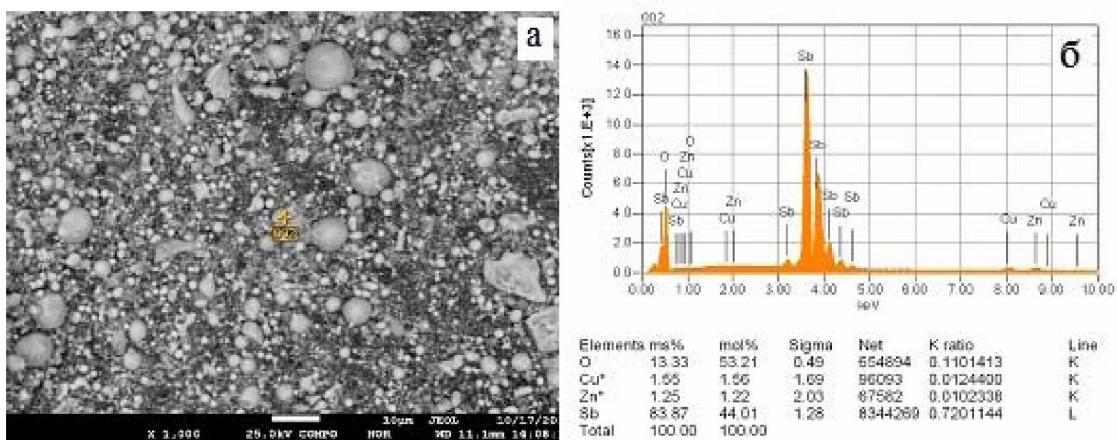


Рисунок 3 – Микроснимок (а) и энергодисперсионный анализ (б) продукта диспергирования сурьмы в этиленгликоле

Для более точного анализа продукта диспергирования сурьмы в этиленгликоле были получены (рисунок 4) ПЭМ снимки (JEOL-200FX). Получены Sb/Sb₂O₃ композитные однородные наночастицы с размерами 10–50 нм.

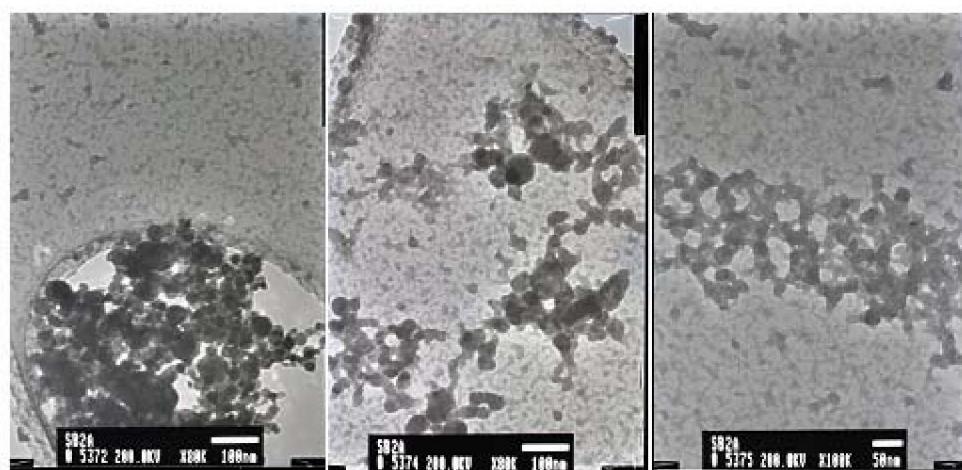


Рисунок 4 – ПЭМ снимок Sb/Sb₂O₃ композитных наночастиц сурьмы в этиленгликоле

Дифрактограмма продукта диспергирования сурьмы (рисунок 5) в глицерине (трех атомный спирт – C₃H₅(OH)₃) показывает образование двух фаз: металлической сурьмы (86,17%) ромбоэдрической сингонии с параметрами кристаллической решетки: $a = 4,311 \text{ \AA}$ и $c = 11,29 \text{ \AA}$ и оксида сурьмы (9,17 %) Sb₂O₃ кубической сингонии с параметром кристаллической решетки: $a = 11,12 \text{ \AA}$. Интенсивность металлической сурьмы намного слабее, чем оксида сурьмы, а при диспергировании сурьмы в этиленгликоле – наоборот.

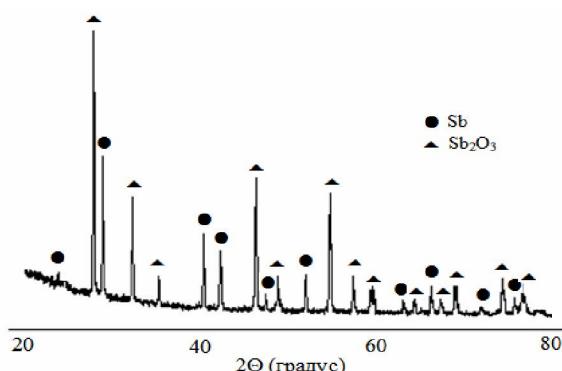


Рисунок 5 – Дифрактограмма продукта диспергирования сурьмы в глицерине

РЭМ снимок продукта диспергирования сурьмы в глицерине (рисунок 6, а) показал наличие более мелких агломерированных композитных наночастиц, чем при диспергировании сурьмы в этиленгликоле. На рисунке 6, б представлен микроанализ образца, выполненный на РЭМ.

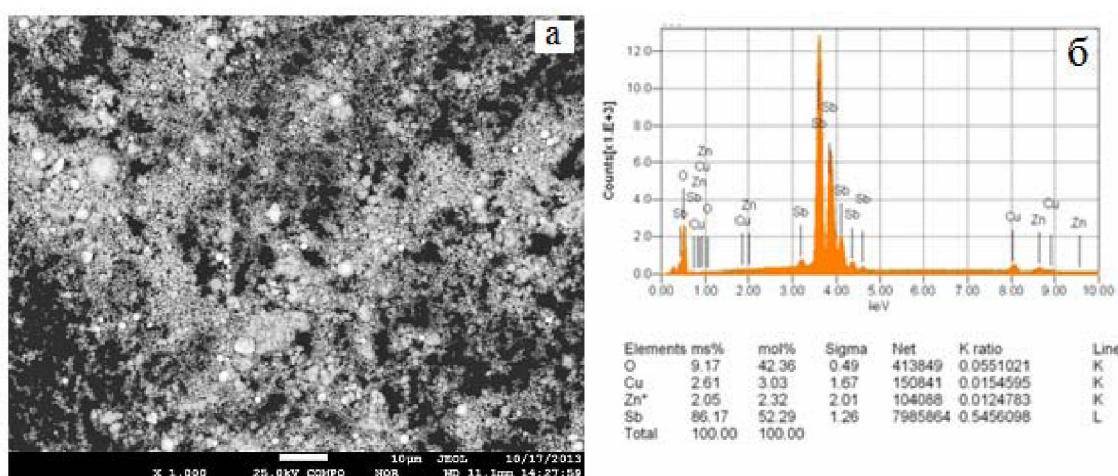


Рисунок 6 – Дифрактограмма (б) и микроснимок (а) продукта диспергирования сурьмы в глицерине

Sb/Sb₂O₃ композитные сферические наночастицы с размерами от 10 до 100 нм были видны (рисунок 7) на ПЭМ снимке для продукта диспергирования сурьмы в глицерине.

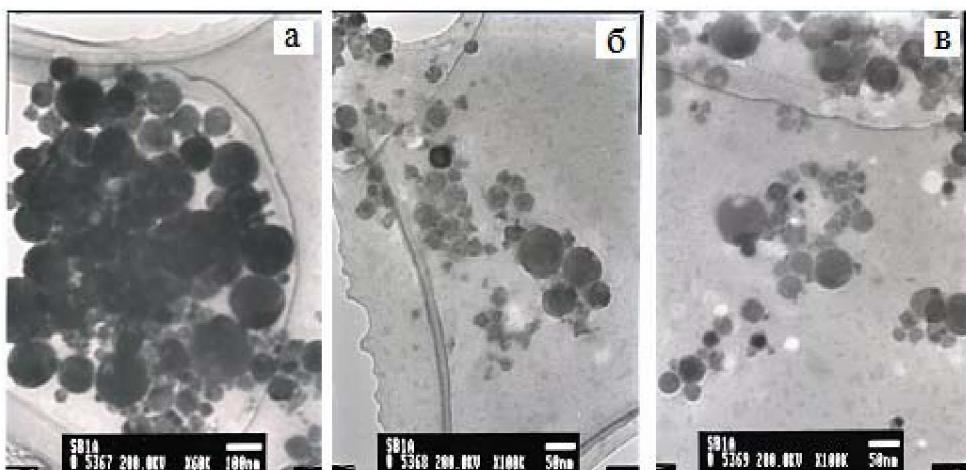


Рисунок 7 – ПЭМ снимок сферических композитных наночастиц сурьмы в глицерине

При диспергировании сурьмы в этиловом спирте образуются металлическая сурьма (ромбоэдрическая) в виде нанотрубок, а в изопропиловом спирте так же металлическая сурьма ромбоэдрической сингонии, но в виде наночастиц сферической формы [7].

Таким образом, при диспергировании сурьмы в двух- (этиленгликоль) и трех-(глицерин) атомных спиртах образуются две фазы: металлическая (ромбоэдрическая) сурьма и оксид сурьмы кубической сингонии – Sb/Sb₂O₃ композитные сферические наночастицы с размерами от 10 до 100 нм, что подтверждается исследованиями авторов [3], которые синтезировали аналогичные сферические Sb/Sb₂O₃ композитные наночастицы ~ 80 нм в диаметре инновационным методом сочетания гибридной индукции и лазерного нагрева (HILH).

Однако предлагаемый нами метод синтеза композитных наночастиц сурьмы с использованием энергии импульсной плазмы, создаваемой в различных жидкостях, прост, одностадиен, эффективен и энергетически экономичен.

ЛИТЕРАТУРА

- 1 http://www.nanometer.ru/2008/10/18/quantum_dots_54302.html#
- 2 Simonin L., Lafont U., Tabrizi N. et al. Sb/O nano-composites produced via Spark Discharge Generation for Li-ion battery anodes // Journal of Power Sources. – 2007. – Vol. 174. – P. 805-809.
- 3 Zeng D.W., Chen X., Jiang R. et al. Thermal stability of Sb/Sb₂O₃ composite nanoparticles // Materials Chemistry and Physics. – 2006. – Vol. 96, N 2/3. – P. 454-458.
- 4 Zeng D.W., Zhu B.L., Xie C.S. et al. Oxygen partial pressure effect on synthesis and characteristics of Sb₂O₃ nanoparticles // Materials Science and Engineering: A. – 2004. – Vol. 366, N 2. – P. 332-337.
- 5 Сулайманкулова С.К., Асанов У.А. Энергонасыщенные среды в плазме искрового разряда. – Б.: Кыргызпатент, 2002. – 264 с.
- 6 Маткасымова А.А. Наноструктуры на основе висмута и сурьмы из импульсной плазмы: Дис. ... канд. хим. наук: 02.00.01. – Бишкек, 2012. – 105 с.
- 7 Маткасымова А.А., Сатиев М.О., Сулайманкулова С.К. Наноструктуры висмута и сурьмы, полученные в одноатомных спиртах // European Applied Sciences. – Штутгарт, Германия. – 2013. – № 1-2. – С. 87-89.

REFERENCES

- 1 http://www.nanometer.ru/2008/10/18/quantum_dots_54302.html#
- 2 Simonin L., Lafont U., Tabrizi N. et al. Sb/O nano-composites produced via Spark Discharge Generation for Li-ion battery anodes. Journal of Power Sources. 2007. Vol. 174. P. 805-809.
- 3 Zeng D.W., Chen X., Jiang R. et al. Thermal stability of Sb/Sb₂O₃ composite nanoparticles, Materials Chemistry and Physics. 2006. Vol. 96, N 2/3. P. 454-458.
- 4 Zeng D.W., Zhu B.L., Xie C.S. et al. Oxygen partial pressure effect on synthesis and characteristics of Sb₂O₃ nanoparticles. Materials Science and Engineering: A., 2004. Vol. 366, N 2. – P. 332-337.
- 5 Sulaymankulova S.K., Asanov U.A. Powersaturated environment spark plasma of the spark category. Bishkek: Kyrgyzpatent, 2002. 264 p. (in Russ.).

6 Matkasymova A.A. Nanostructures based on bismuth and antimony from pulsed plasma: Dis. ... cand. chem. sciences: 02.00.01. Bishkek, 2012. 105 p. (in Russ.).

7 Matkasymova A.A., Satiev M.O., Sulaymankulova S.K. Nanostructures of bismuth and antimony obtained in monohydric alkanolic. European Applied Sciences. Stuttgart, Germany. 2013. N 1-2. S. 87-89. (in Russ.).

Резюме

A. A. Matkasymova¹, X. I. Gafforova²

(¹КР ҮФА Химия және химиялық технологиялар институты, Бішкек, Қырғызстан;
²Ош мемлекеттік университетінің медициналық колледжі, Ош, Қырғызстан)

КӨПАТОМДЫ СПИРТТЕ СИНТЕЗДЕЛГЕН СФЕРАЛЫҚ Sb/Sb₂O₃ КОМПОЗИТ НАНОБӨЛШЕКТЕР

10-нан 100 нм-ге дейінгі өлшемдегі сфералық Sb/Sb₂O₃ композит нанобөлшектер импульстік плазманы пайдалана отырып жеке импульс энергиясы 0,05 Дж екі- (этиленгликоль) және уш-(глицерин) атом спирттерінде синтезделді.

Тірек сөздер: композит нанобөлшектер, сұрме, импульстык плазма.

Summary

A. A. Matkasymova¹, H. I. Gafforova²

(¹Institute of Chemistry and chemical technology, Bishkek, Kyrgyzstan,
²Medicine college in Osh state university, Osh, Kyrgyzstan)

SPHERICAL Sb/Sb₂O₃ COMPOSITE NANOPARTICLES SYNTHESIZED IN THE COMPLEX ALCOHOLS

Spherical Sb/Sb₂O₃ composite nanoparticles with sizes ranging from 10 to 100 nm in diameter were synthesized using the plasma pulsed at energy of 0.05 J single pulses in the two- (ethylene glycol) and three- (glycerol) polyhydric alcohols.

Keywords: spherical nanoparticles, antimony, pulsed plasma.