

Э.Т. МУРЗАБЕКОВА

(Институт Химии и химической технологии НАН КР, Бишкек, Кыргызстан)

**ФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМЕРА ЧАСТИЦ  
ДЛЯ НАНОСТРУКТУР КАДМИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ  
НА МЕЖФАЗНОЙ ПОВЕРХНОСТИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ  
ЭНЕРГИИ ИМПУЛЬСНОЙ ПЛАЗМЫ В ЖИДКОСТИ**

**Аннотация**

В микроэмульсии (вода-толуол), на межфазной поверхности с использованием энергии импульсной плазмы получены наноструктуры кадмия. Наноструктуры кадмия получены в среде чистого толуола и в дистиллированной воде. Для полученных образцов проведен рентгенофазовый анализ и рассчитан размер частиц по полуширине дифракционных линий.

**Ключевые слова:** наночастицы и наноструктуры, микроэмульсия, рентгенофазовый анализ.

**Тірек сөздер:** нанобөлшектер және нанокұрылымдар, микроэмульсия, рентгендіфазалық талдау.

**Keywords:** nanoparticles and nanostructures, microemulsion, X-ray analysis.

**Введение**

В последнее время в направлении нанотехнологий большой практический интерес представляют стабилизация изолированных наночастиц и самоорганизация их в более сложные наноструктуры. Известно немало данных, посвященных синтезу и исследованию органических и неорганических нанослоев, нанопроводов, нанодисков и т.д.

Области применения таких материалов огромны: твердые смазки, химические сенсоры, транспортировка лекарств, катализаторы и т.д.

Наноматериалы, полученные на основе металлического кадмия, малоизучены, в основном работы посвящены получению и исследованию наностержней, нанотрубок халькогенидов кадмия. В работе [1] были синтезированы нанослои кадмия с гексагональной сингонией, термическим разложением порошка CdS.

По литературным данным, различные одномерные наноструктуры CdO как нанопроволоки, наноиглы, наноленты и наностержни были синтезированы твердотельной трансформацией металл - органических рамках, паро-фазовым транспортом с помощью темплатного метода и методом термического расщепления [1].

Нанопроводы гидроксида кадмия как темплатные соединения были трансформированы в полупроводниковые наноматериалы [2] оксида кадмия прокаливанием при 350С на воздухе в течение 3ч.

Все известные технологии получения наноструктур кадмия наряду со своими достоинствами имеют и ряд определенных недостатков, в связи с этим поиск перспективных методов получения является актуальным.

В последнее время очень интересным являются закономерности формирования наноразмерных объектов на границе двух фаз, которые открывают возможности создания принципиально нового поколения наноустройств, многоуровневая архитектура которых базируется именно на присущем наночастицам уникальном свойстве самопроизвольно объединяться в упорядоченные ансамбли как в объеме дисперсии, так и на межфазных поверхностях [3].

Для получения наночастиц металлов и их соединений используют мицеллы, эмульсии и дендримеры, которые можно рассматривать как своеобразные нанореакторы, позволяющие синтезировать частицы определенных размеров.

Микроэмульсии типа «вода в масле» (или обратные мицеллы) в последнее время привлекают все большее внимание как микрореакторы для получения наночастиц. Высокодисперсные капли воды представляют собой идеальные микрореакторы для получения микрочастиц, а размер капель является естественным ограничителем размеров выращиваемых наночастиц [4].

Свойства микроэмульсий во многом определяются размером и формой частиц дисперсной фазы, а также реологическими свойствами межфазных

адсорбционных слоёв, образованных поверхностно-активными веществами. Поскольку микроэмульсии обладают большой подвижностью и большой поверхностью раздела между фазами, они могут служить универсальной средой для проведения многих химических синтезов, в том числе и для получения твёрдых наночастиц.

### **Экспериментальная часть**

Для получения наноструктур нами предложена импульсная плазма в жидкости (ИПЖ) и микроэмульсия, которая создается с помощью высокоскоростной магнитной мешалки (Рис. 1). Наночастицы формируются из пара или расплава, возникающих в результате воздействия единичного импульса при давлениях 3-10 кбар и температурах)  $-10^4$ - $10^5$  К. Далее протекает самосборка наночастиц на межфазной поверхности между двумя несмешивающимися жидкостями за счет энергии поверхностного натяжения. Получение самоорганизованных наноструктур с использованием импульсной плазмы [5] имеет свои преимущества: возможность регулирования энергии единичного импульса позволяет увеличить долю

частиц с наноразмерами, а применение в качестве реакционной среды - диэлектриков способствует стабилизации формирующихся наночастиц компонентами среды.

Для наноструктурирования на межфазных областях в качестве электродов был взят металлический кадмий 98,90 % чистоты. Наноструктурирование кадмия проводилось в водно-толуольной микроэмульсии с использованием высокоскоростной магнитной мешалки, в результате чего были получены две фракции - тяжелая (осадок) и легкая (всплывшая на поверхность эмульсии). В полученных образцах легкая фракция аккуратно отделялась от поверхности эмульсии, а осадок отфильтровывали и хорошо просушивали.

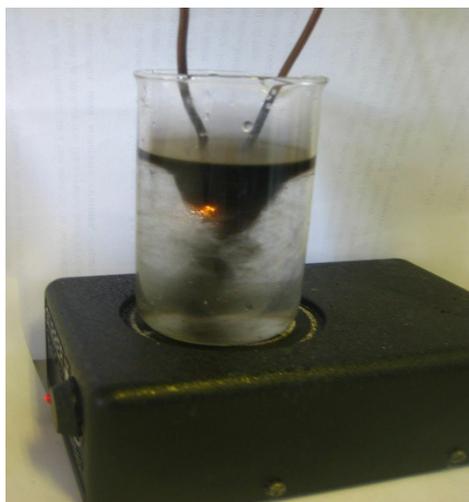


Рисунок 1 – Процесс диспергирования металла в микроэмульсии с использованием энергии ИПЖ

Полученные в микроэмульсии дисперсные порошки подвергали анализу на рентгеновском аппарате Rigaku Geigerflex X-Ray Diffraktometer с  $\text{Cu K}_\alpha$  - излучением. Дифрактограмма осадка, продукта диспергирования кадмия содержала рефлексы (002), (100), (101), (102), (103) и (112) (рис.2), относящиеся к металлическому кадмию. Кристаллическая решетка кадмия гексагональная, с параметрами  $a_{\text{лит.}}=2,9793?$ ,  $c_{\text{лит.}}=5,6181?$ . Экспериментальные параметры кристаллической решетки частиц кадмия, выпавших в осадок эмульсии (вода-толуол):  $a_{\text{эксп}}=3,176757?$ ,  $c_{\text{эксп}}=5,46586?$ . Были также обнаружены дифракционные линии оксида кадмия  $\text{CdO}$  с рефлексами (220) (311) кубической кристаллической решеткой с параметром  $a_{\text{эксп}}=4,73477?$ , ( $a_{\text{лит.}}=5,273?$ ). Определены дифракционные линии  $\text{CdCO}_3$  с рефлексами (012), (104), (202), (024), (115), (102) имеющую тригональную кристаллическую решетку с параметрами  $a_{\text{эксп}}=4,76469?$  и  $c_{\text{эксп}}=13,84346?$ , ( $a_{\text{лит.}}=4,930?$ ,  $c_{\text{лит.}}=16,27?$ ), а кристаллическая решетка  $\text{Cd(OH)}_2$  гексагональная с рефлексами (001), (100), (102), и (110), где  $a_{\text{эксп}}=3,51904?$ ,  $c_{\text{эксп}}=5,18070?$  ( $a_{\text{лит.}}=3,496?$ ,  $c_{\text{лит.}}=4,702?$ ). По полуширине выявленных рефлексов, с использованием формулы Шеррера, для каждой фазы рассчитаны размеры частиц:

$$D(\text{Cd})=15.7\text{нм}; D(\text{CdO})=17\text{нм}; D(\text{CdCO}_3)=17,64\text{нм}; D(\text{Cd(OH)}_2)=16\text{нм}.$$

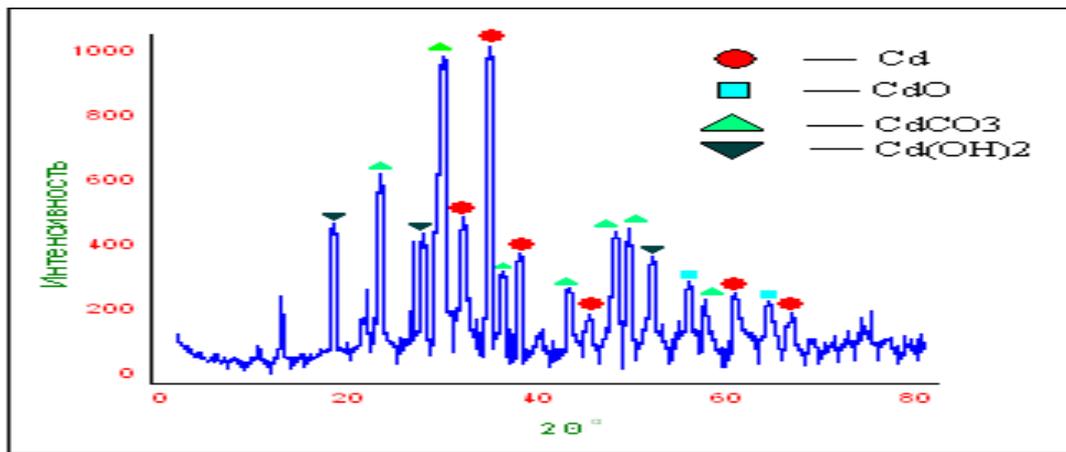


Рис.2. Дифрактограмма наночастиц кадмия, выпавших в осадок, в системе (вода-толуол)

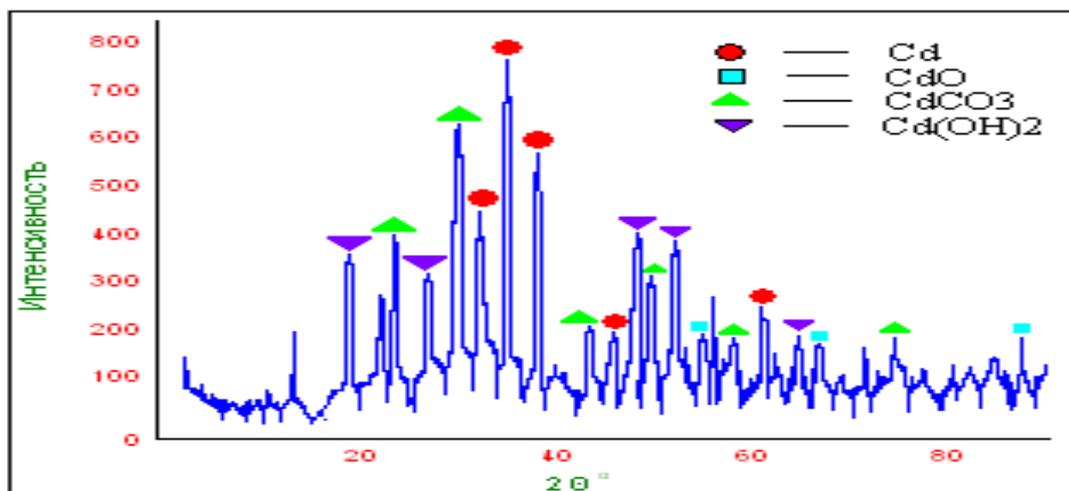


Рисунок 3 – Дифрактограмма наночастиц кадмия, всплывшего на поверхность эмульсии (вода-толуол)

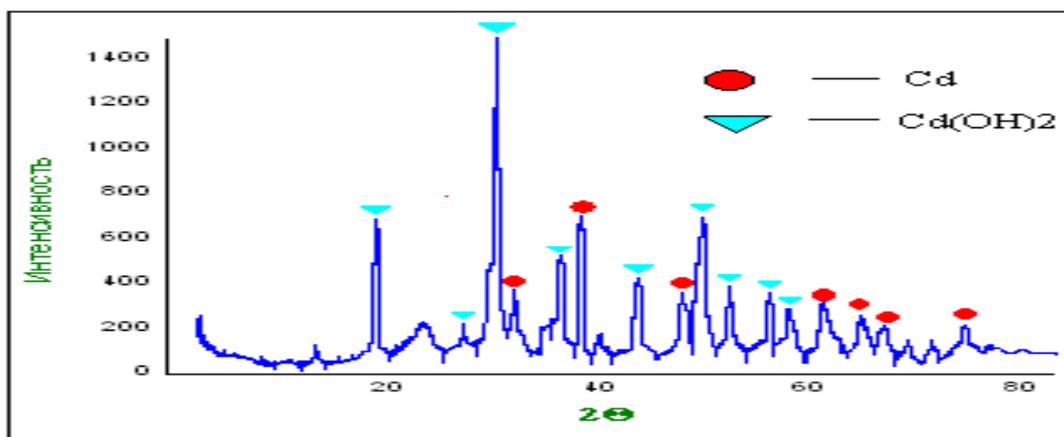


Рисунок 4 – Дифрактограмма наночастиц кадмия, полученного в воде

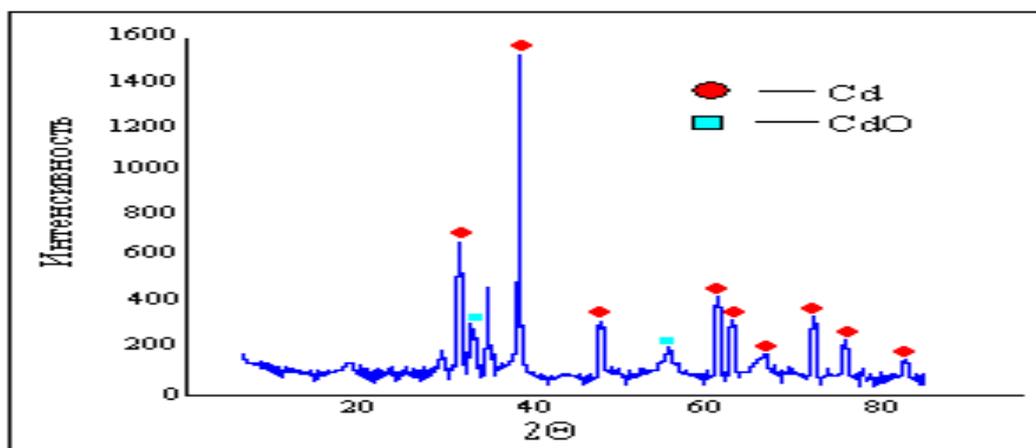


Рисунок 5 – Дифрактограмма образца наночастиц кадмия, полученных в чистом толуоле

Для легкой фракции образца кадмия выявлены такие же рефлексы, что и для тяжелой фракции, но здесь дифракционные линии менее выражены.

Параметры кристаллической решетки легкой фракции, для металлического кадмия равна  $a_{\text{эксп}}=2,89963?$ ,  $c_{\text{эксп}}=5,65593?$ . Кристаллическая решетка CdO кубическая с параметром  $a_{\text{эксп}}=4,5786?$ . Карбонат кадмия  $\text{CdCO}_3$  имеет тригональную кристаллическую решетку с параметрами  $a_{\text{эксп}}=4,08286?$ ,  $c_{\text{эксп}}=16,7953?$ . Параметры кристаллической решетки  $\text{Cd(OH)}_2$   $a_{\text{эксп}}=3,74282?$ ,  $c_{\text{эксп}}=4,71737?$  ( $a_{\text{лит.}}=3,496?$ ,  $c_{\text{лит.}}=4,702?$ ) с гексагональной структурой. Размер

частиц составил:  $D(\text{Cd})=19,64\text{нм}$ ;  $D(\text{CdO})=22,3\text{нм}$ ;  $D(\text{CdCO}_3)=21,5\text{нм}$ ;  $D(\text{Cd}(\text{OH})_2)=16,3\text{нм}$ .

Обработка дифрактограмм наночастиц кадмия синтезированных в воде показывают, что частицы кадмия имеют гексагональную кристаллическую решетку с параметрами кристаллических решеток:  $a_{\text{эксп}}=3,01199?$ ,  $c_{\text{эксп}}=5,73735?$ . Кристаллическая решетка наноструктур  $\text{Cd}(\text{OH})_2$  моноклинная с параметрами  $a_{\text{эксп}}=5,93525?$ ,  $b_{\text{эксп}}=10,38348?$ ,  $c_{\text{эксп}}=3,51046?$ , а литературные данные  $\gamma\text{Cd}(\text{OH})_2$   $a_{\text{лит.}}=5,63?$ ,  $b_{\text{лит.}}=10,18?$ ,  $c_{\text{лит.}}=3,40?$ . Размер частиц которых составил:  $D(\text{Cd})=15,14\text{нм}$ ;  $D(\text{Cd}(\text{OH})_2)=18,25\text{нм}$ .

Обработка дифрактограмм наночастиц кадмия синтезированных в чистом толуоле показывают, что частицы кадмия имеют гексагональную кристаллическую решетку с параметрами  $a_{\text{эксп}}=2,9927?$ ,  $c_{\text{эксп}}=1,6352?$ , где литературные данные  $a_{\text{лит.}}=2,9793?$ ,  $c_{\text{лит.}}=5,6181?$ . Кристаллическая решетка  $\text{CdO}$  кубическая, параметр  $a_{\text{эксп}}=4,7273?$ . Размер частиц составляет:  $D(\text{Cd})=20,8\text{нм}$ ;  $D(\text{CdO})=12\text{нм}$ .

## **Заключение**

Впервые были проведены работы по диспергированию металлического кадмия с использованием энергии ИПЖ в среде толуола, в воде и в микроэмульсии (вода-толуол), где использована суммарная энергия ИПЖ и энергия поверхностных натяжений на межфазной поверхности. Изучен фазовый состав полученных соединений и определен их размер. Из выше приведенных экспериментальных данных наблюдается изменения в параметрах кристаллических решеток синтезированных соединений. Для продуктов, полученных в микроэмульсии размер частиц металлического кадмия, оксида кадмия, карбоната кадмия и гидроксида кадмия намного меньше по сравнению с размерами частиц, полученных в чистом толуоле, с использованием энергии ИПЖ. Таким образом, при диспергировании кадмия в микроэмульсии под воздействием суммарной энергии импульсной плазмы и энергии поверхностных натяжений происходит существенное уменьшение размера частиц.

## **ЛИТЕРАТУРА**

- 1 J.Zhao, Ch.Ye et.al \Synthesis of single crystalline cadmium nanosheets by a thermal decomposition method // Journal of Crystal Growth 277 (2005) 445-449.
- 2 Mingfu Ye, Haizeng Zhong et al. [//Ultralong](#) Cadmium hydroxide nanowires: Synthesis, characterization, and transformation into CdO Nanostrands // Langmuir, 2007, 23 (17), pp 9064-9068.
- 3 Ролдугин В. И. Самоорганизация наночастиц на межфазных поверхностях. // Успехи химии 72 (2) 2004. –С. 129.
- 4 *Сергеев Г.Б.* Нанохимия / Учебное пособие.- М.: Книжный дом, 2009. С.28-34
- 5 *Сулайманкулова С.К., Асанов У.А.* Энергонасыщенные среды в плазме искрового разряда. Кыргызпатент. Бишкек, 2002. 264с.

## REFERENCES

- 1 J.Zhao, Ch.Ye et.al \Synthesis of single crystalline cadmium nanosheets by a thermal decomposition method // Journal of Crystal Growth 277 (2005) 445-449.
- 2 Mingfu Ye, Haizeng Zhong et al. [//Ultralong](#) Cadmium hydroxide nanowires: Synthesis, characterization, and transformation into CdO Nanostrands // Langmuir, 2007, 23 (17), pp 9064-9068.
- 3 Roldugin V.I. Self-organization of nanoparticles at interfaces / Russian Chemical Reviews 72 (2) 2004. –p. 129. (in Russ.)
- 4 Sergeyev G.B. Nanochemistry / Textbook. –М.: Knizhnyy dom, 2009, p. 28-34. (in Russ.)
- 5 Sulaimankulova S.K., Asanov U.A. Power-intensive environments in the plasma spark. Kyrgyzpatent. Bishkek, 2002. 264 p. (in Russ.)

*Мурзабекова Э.Т.*

(Қырғыз Республикасы Ұлттық ғылым академиясынын,

Химия және Химиялық технологиялар институты, Бішкек, Қырғызстан)

СҰЙЫҚТЫҚТАҒЫ ИМПУЛЬСТЫ ПЛАЗМА ЭНЕРГИЯСЫН  
ПАЙДАЛАНУ АРҚЫЛЫ

ФАЗААРАЛЫҚ БЕТТІКТЕН АЛЫНҒАН КАДМИЙ НАНОҚҰРЫЛЫМЫНА  
АРНАЛҒАН

# ФАЗАЛЫҚ ТАЛДАУ ЖӘНЕ БӨЛШЕКТЕР ӨЛШЕМІН АНЫҚТАУ

## Резюме

Микроэмульсияда (су-толуол) импульстік плазма энергиясын пайдалана отырып фазааралық беттіктен кадмий нанокұрылымдары алынды. Кадмий нанокұрылымдары таза толуол және тазартылған су ортасынан алынды. Үлгілерді алу үшін дифракциялық сызықтың жартылай көлденең бөлшегінің өлшемі есептеп шығарылды.

**Тірек сөздер:** нанобөлшектер және нанокұрылымдар, микроэмульсия, рентгендіфазалық талдау.

*Murzabekova E.T.*

(Institute of Chemistry and Chemical Technology, National Academy of Sciences,  
Bishkek, Kyrgyzstan)

## PHASE ANALYSIS AND DETERMINING SIZE OF PARTICLES FOR THE NANOSTRUCTURES OF CADMIUM, GOT ON AT THE INTERFACE, WITH THE USE OF ENERGY OF IMPULSIVE PLASMA IN A LIQUID

### Summary

In a microemulsion(water-toluene), on a interface, with the use of energy of impulsive plasma the nanostructures of cadmium are got. The Nanostructures of cadmium are got in the environment of clean toluene and in the distilled water. For the got standards a X-ray analysis is conducted and the size of particles is expected on the semiwidth of diffraction lines.

**Keywords:** nanoparticles and nanostructures, microemulsion, X-ray analysis.

*Поступила 07.10.2013 г.*