

А.А. Аладинский, Н.Р. Меметов, М.С. Попов

**СРАВНИТЕЛЬНОЕ ИЗУЧЕНИЕ ВАРИАНТОВ
КОНСТРУКТИВНОГО ОФОРМЛЕНИЯ ПРОЦЕССА
ПОСТАДИЙНОЙ ОЧИСТКИ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК***

Углеродные наноматериалы (УНМ) – нановолокна (УНВ) и нанотрубки (УНТ) – привлекают к себе пристальное внимание уже более десяти лет благодаря своим уникальным физико-химическим свойствам. Современные исследования в области синтеза и применения УНМ способствуют их переходу в категорию реально используемых в промышленности, медицине, радиоэлектронике и десятках других сфер.

В настоящее время разработаны различные способы производства углеродных нанотрубок, такие, как электродуговой, лазерное испарение, пиролиз углеводородов и др. Получаемые при этом материалы содержат помимо УНТ примеси аморфного углерода, наночастицы графита и металла катализатора. Поэтому очень важной научной и практической задачей представляется разработка способов очистки УНТ от примесей для получения максимально возможной степени чистоты.

В данной работе представлены результаты сравнительного изучения двух вариантов конструктивного оформления процесса очистки УНТ, который осуществлялся по схеме, представленной на рис. 1. В первом случае процесс термоокисления материала проводили в реакторе с виброоживленным слоем материала, а во втором – в реакторе с неподвижным слоем.

Очистка УНТ включала в себя чередование стадий кислотной обработки и термоокисления на воздухе. Необходимую для отжига температуру окисления аморфного углерода и окисления углеродных слоев на поверхности металлических частиц подбирали экспериментально. Необходимость поэтапного окисления воздухом и обработки кислотой связана с тем, что металлические наночастицы обычно покрыты углеродными слоями, которые первичной обработкой кислотами не удаляются.

При нагревании в потоке воздуха вначале окислялись углеродные слои на металлических частицах, что делало их доступными для травления кислотой.



Рис. 1. Схема очистки УНТ от катализатора и аморфного углерода

На следующем этапе окисления температура была более высокой, что позволяло удалить более устойчивые углеродные слои на оставшихся частицах металла. Многократное повторение такой процедуры, тем не менее, сохраняет большую часть УНТ.

Стадию кислотной обработки проводили в водяной бане при температуре 90 °С в течение 90 минут, после чего азотная кислота разбавлялась до нейтрального рН путем многократного доливания дистиллированной воды в колбу и последующих перемешивания, отстаивания и слива жидкости. Далее влажный материал помещался в сушильный шкаф и выдерживался до полного высушивания. При этом температура выбиралась таким образом, чтобы не допустить неконтролируемое окисление материала (не более 200 °С).

По результатам эксперимента был построен график изменения массы материала по стадиям процесса очистки (рис. 2).

Методы очистки приводят к частичной потере веса исходного материала: 19 % – в реакторе с виброоживленным слоем материала и 17 % – с неподвижным слоем материала.

Образцы исходного и очищенного материала были изучены с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) (рис. 3).

Несмотря на то что по результатам СЭМ нельзя судить о количественном содержании примесей, визуально наблюдается снижение примесей в виде неструктурированного углерода. Сопоставление же результатов гравиметрических исследований и СЭМ позволяет сделать

* Работа выполнена под руководством проф. А.Г. Ткачева.

Изменение массы материала по стадиям



Рис. 2. График изменения материала по стадиям

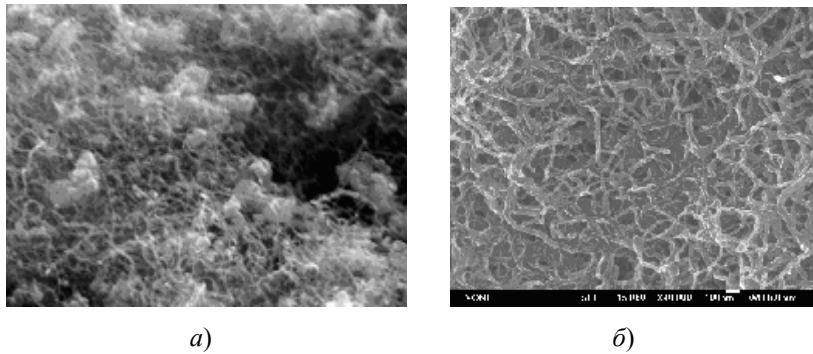


Рис. 3. Микрофотографии образцов УНТ исходного материала (а) и очищенного (б)

вывод об эффективности использования предложенной схемы очистки как при реализации процесса в реакторе с виброоживленным, так и с неподвижным слоем. Однако, использование виброоживленного слоя все-таки более эффективно с точки зрения использования внутреннего пространства реактора, хотя накладывает дополнительные трудности, связанные с необходимостью предотвращения уноса материала. Учитывая пока еще высокую стоимость УНТ, данная проблема требует более тщательного решения.

Кафедра «Техника и технологии машиностроительных производств»