

METHOD FOR PREPARATION OF HIGHLY DISPERSED POWDERS

Dubovoy* A.G.

Institute for Problems of Materials Science of NAS of Ukraine, lab. # 67,
3, Krzhizhanovsky str., Kiev, 03142 Ukraine

In 70th we took part in investigations into the structure of ordering alloys of K23 type (Fe_3Al , CuMnAl etc.). Academy of Sciences performed the investigations [1,2]. Thermotreatment of powders of the materials above at 900 °C and investigations into their structure on DRON-2 diffractometer revealed that the lattice constants changed. The considerable angle change of diffraction X-ray lines evidenced it (Fig.1). Different suppositions about reasons for that change were proposed. However, the convincing answer was not received.

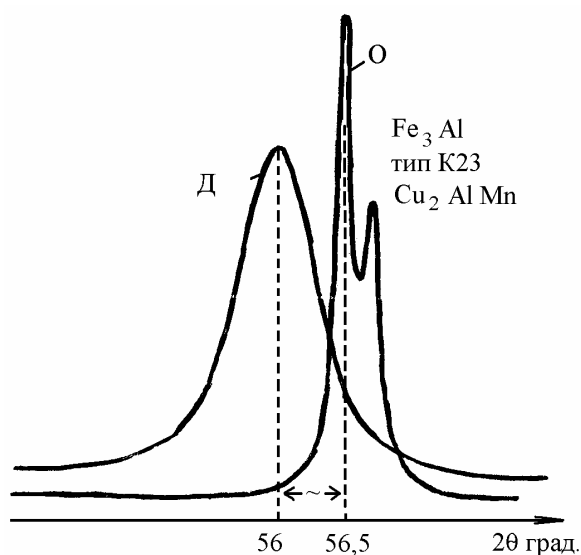


Fig. 1.

I decided to prepare powders of those materials mechanically in different liquid media (water, alcohol, dodecane, toluene, benzene etc.). The powders prepared proved to be greatly different by size (low dispersed powders were prepared in water, highly dispersed - in vacuum oil). Thermotreatment of powders at 900 °C revealed an interesting feature. The more dispersed powder was, the quicker the lattice constant changed. Physical and chemical analysis showed that the change of lattice constants was caused by sublimation of Al and Mn atoms (from the initial alloy). It was found that the more dispersed powder was, the quicker Al and Mn sublimation occurred and, consequently, the quicker the lattice parameter changed.

That hypothesis required verification. Therefore, there appeared necessity in ultradispersed powders. They were synthesized by electroerosion dispersion or electrical break-down of high voltage in the same liquid media (Fig.2).

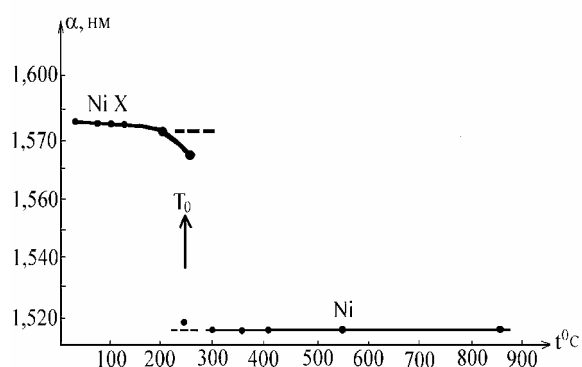


Fig.2. Lattice parameter vs. annealing temperature of ultradispersed Ni

Physical and chemical analysis of the product prepared also supported the change of the lattice constant on annealing (Fig.2). This evidenced correctness of our conclusions. There appeared possibility to apply the electroerosion method for production of new class materials which were little-studied in regard to their modification by products resulted from decomposition or dissociation of liquid phase.

Electroerosion dispersion of material consists in the following. Metal heated at the rate of 10^9 - 10^{11} degree/c changes in the plasma state and inversely in the metal state when cooled at the rate of 10^0 - 10^{14} degree/c.

Parallel with the process occurring in the metal bulk, chemical transformations occur on the surface of the glowing particle adjacent to the liquid phase. Destruction of organic molecules, ionization of their elements, their dissociation, formation of a number of active complexes, radicals etc. may occur.

Depending on the nature of liquid phase, the composition of particles formed in this phase changes what results in the change of the chemical

* Fax:38(044)424-03-81; E-mail:shurzag@materials.kiev.ua

composition of metal particles produced and surface layers and, consequently, properties of the products formed. In the metal particle bulk electronegative elements (O,N,C), resulted from decomposition of hydrocarbon and other liquid media, may form solid solutions: nitrides, carbides, oxides and their combinations. Moreover, they can arrange at the grain boundaries, defects and imperfections in the particle structure resulted from quenching at the rate of 10^{10} - 10^{14} degree/c.

In this case supersaturated solutions and other concentration and structural anomalies may form. These anomalies do not exist and do not form in equilibrium conditions. Only simultaneous condensation of metal and gas components may allow preparation of the material with such unique properties (Fig.2). After-annealing results in ordering structure, desorption of gas components and destruction of surface layers [5].

Discovery of new materials resulted from electric arc graphite sputtering - fullerenes and other nanostructural carbon forms made us look differently at the methods (refined 20 years ago) for electroerosion production of materials.

Similarity in plasma processes and possibility to prepare carbon-containing particles allow application of the electroerosion method for production of materials analogous to those produced by fullerene synthesis in gas medium.

The structure, physical and chemical properties of the particles prepared are determined by the nature of liquid phase and parameters of electric discharge.

For the last two years the scientific group of laboratory 67 in Institute for Problems of Material Science of National Academy of Sciences of Ukraine has been intensively studying physical

and chemical features of synthesis by the electroerosion technique. Properties, structure and morphology of the surface of the material synthesized are being studied. The complex of original equipment has been designed (Fig.3).

Conclusions

The first experiments have given encouraging results. In my opinion, further investigations will provide the leading position in nanotechnologies for this method for production of nanostructural carbon and composites based on it.

References

1. Dubovoy A.G., Zalutskiy E.G., Makarov D.I., Chumachenko V.K., Buriy B.S. V kn.: Elektronnie svoystva metallov i splavov. – Kiev. – 1966.- P.65-711 (*in Russian*).
2. Dubovoy A.G., Perekos A.E., Chuistov V.K. Metallofizika, 1986, V. 6, № 5 (*in Russian*).
3. Dubovoy A.G., Ignat'eva I.Yu., Nosenko V.K., Paderno Yu.D., Perekos A.E., Chuistov K.V. Metallofizika, 1986, V. 8, № 4 (*in Russian*).
4. Dubovoy A.G., Berezina A.L., Efimova T.V., Ignat'eva I.Yu., Perekos A.E., Polotnuk V.V., Chuistov K.V. Metallofizika, 1990, V. 12, № 3 (*in Russian*).
5. Golovko E.M., Dubovoy A.G. et al. Derivatograficheskie issledovaniya termicheskogo razlogeniya dispersnikh chastits metallouglerodnikh kompozitsiy. Trudy ICHMS'2003, Kiev-2003 (zdes' zhe) (*in Russian*).



Fig. 3

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ

Дубовой А.Г.*

Институт проблем материаловедения НАН Украины, лаборатория № 67,
ул. Кржижановского, 3, Киев, Украина

В 70-е годы мы участвовали в исследованиях структуры упорядочивающихся сплавов типа K23 (Fe_3Al , CuMnAl и др.), которые проводила Академия Наук [1, 2]. Термообработывая порошки этих материалов при 900°C и исследуя их структуру на дифрактометре ДРОН-2, нами было установлено изменение параметров решетки, о чем свидетельствовало значительное угловое изменение дифракционных рентгеновских линий (рис. 1). Высказывались различные предположения о причинах, вызывающих это изменение. Однако убедительного ответа получено не было.

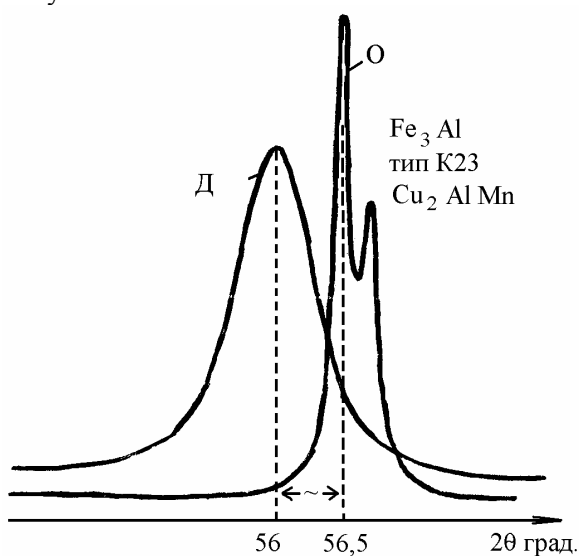


Рис. 1.

Я решил получить порошки этих соединений механохимическим способом в различных жидких средах (воде, спирте, додекане, толуоле, бензоле и др.). Оказалось, что полученные порошки сильно отличались крупностью (низкодисперсные порошки получались в воде, высокодисперсные – в вакуумном масле). При термообработке порошков при температуре 900°C была замечена особенность. Чем выше дисперсность порошка, тем быстрее изменялись параметры решетки. Физико-химические анализы показали, что изменение параметров решетки вызвано сублимацией атомов Al и Mn (из

исходного сплава). Было установлено, чем выше дисперсность порошка, тем быстрее происходит сублимация Al и Mn, и, следовательно, быстрее меняется параметр кристаллической решетки.

Эту гипотезу необходимо было проверить. И поэтому появилась потребность в более высокодисперсных порошках. Они были синтезированы электроэрозионным диспергированием или электрическим пробоем высокого напряжения в тех же жидких средах (рис. 2).

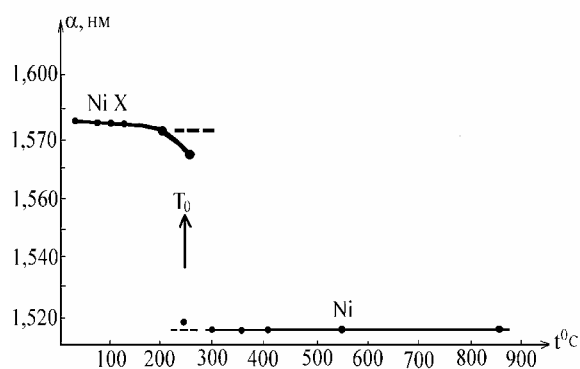


Рис. 2. Зависимость параметра решетки ультрадисперсного Ni от температуры отжига.

Физико-химический анализ получаемого продукта также подтвердил изменение параметра кристаллической решетки при отжиге (рис.2). Это свидетельствовало о правильности сделанных выводов. Открылась возможность использования электроэрозионного метода как способа получения нового класса материалов, мало изученных с точки зрения их модифицирования продуктами распада или диссоциации жидкой фазы.

Процесс электроэрозионного диспергирования материала заключается в следующем. Металл со скоростью нагрева 10^9 - 10^{11} град/сек переходит в плазменное состояние и обратно в металлическое состояние со скоростью охлаждения 10^{10} - 10^{14} град/сек.

Параллельно с процессами в объеме металла протекают химические превращения на поверхности раскаленной частицы, граничащей с жидкой фазой. Могут протекать

* Fax: 38(044) 424-0381; E-mail: shurzag@materials.kiev.ua

процессы деструкции органических молекул, ионизации элементов их составляющих, их диссоциация, образование ряда активных комплексов, радикалов и т.д.

В зависимости от природы жидкой фазы состав частиц, образующихся в ней, меняется, что влечет за собой изменение химического состава получаемых металлических частиц и поверхностных пленок, а следовательно свойств образующихся продуктов. В объеме металлических частиц электроотрицательные элементы (O, N, C), образующиеся при распаде углеводородов и других жидких сред, могут образовывать твердые растворы: нитриды, карбиды, оксиды и их комбинации. Кроме этого они могут располагаться на границах зерен и на дефектах и несовершенствах структуры частиц, образующихся при закалке со скоростью 10^{10} - 10^{14} град/сек.

В этом случае могут получаться пересыщенные растворы и другие концентрационные и структурные аномалии, которые не существуют и не образуются в равновесных условиях. Только одновременная конденсация металлической и газовой составляющих может позволить получить материалы с такими уникальными свойствами (рис. 2). Последующий отжиг приводит к упорядочению структуры, десорбции газовых составляющих и разрушению поверхностных пленок [5].

Открытие новых материалов, образующихся при электродуговом распылении графита – фуллеренов и других наноструктурных форм углерода, заставили по иному взглянуть на методы электроэрозионного получения материалов, отработавшиеся двадцать лет тому назад.

Подобие плазменных процессов и возможность получения углеродосодержащих частиц делает возможным использовать электроэрозионный метод в качестве способа

получения аналогов продуктов, получаемых в газовой среде при синтезе фуллеренов.

Структура, физические и химические свойства полученных таким образом частиц определяются природой жидкой среды и параметрами электрического разряда.

Последние два года в лаборатории №67 ИПМ НАН Украины проводятся интенсивные исследования физико-химических особенностей процессов синтеза материалов электроэрозионным способом. Изучаются свойства, структура и морфология поверхности синтезируемых материалов. Создан комплекс оригинального оборудования (рис. 3).

Выводы

Первые эксперименты дали обнадеживающие результаты и дальнейшие исследования, по моему мнению, выведут этот метод получения наноструктурного углерода и композитов на его основе на лидирующие позиции в области нанотехнологий.

Литература

1. Дубовой А.Г., Залуцкий Е.Г., Макаров Д.И., Чумаченко В.К., Бурый Б.С. В кн.: Электронные свойства металлов и сплавов. – Киев. – 1966.- с.65-711.
2. Дубовой А.Г., Перекос А.Е., Чуистов В.К. Металлофизика, 1986, Т. 6, № 5.
3. Дубовой А.Г., Игнатъева И.Ю., Носенко В.К., Падерно Ю.Д., Перекос А.Е., Чуистов К.В. Металлофизика, 1986, Т. 8, № 4.
4. Дубовой А.Г., Березина А.Л., Ефимова Т.В., Игнатъева И.Ю., Перекос А.Е., Полотнюк В.В., Чуистов К.В. Металлофизика, 1990, Т. 12, № 3.
5. Головкин Э.М., Дубовой А.Г. и др. Дериwатографические исследования термического разложения дисперсных частиц металлоуглеродных композиций. Труды ICHMS'2003, Киев-2003 (здесь же).



Рис. 3