

РЕНТГЕНОВСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОКОМПОЗИТОВ Fe-NiCr, ПОЛУЧЕННЫХ В ПОДВОДНОЙ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМЕ

М.Н. Шипко¹⁾, А.В. Агафонов²⁾, М.А. Степович³⁾, З.Х. Калажоков⁴⁾, Х.Х. Калажоков⁴⁾, А.В. Хлюстова^{2*)}, Н.А. Сироткин²⁾, А.А. Вирюс⁵⁾

^{1)Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина, Иваново, Россия}

^{2)Институт химии растворов им. Г.А. Крестова РАН, Иваново, Россия}

^{3)Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, Калуга, Россия}

^{4)Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова, Нальчик, Россия}

^{5)Институт экспериментальной минералогии им. Академика Д.С. Коржинского РАН, Черноголовка, Россия}

^{*) e-mail: avlada5577@gmail.com}

Растровая электронная микроскопия (РЭМ), рентгеновская дифрактометрия и рентгеноспектральный микроанализ использованы для изучения состава наночастиц Fe-NiCr, полученных в импульсной подводной низкотемпературной плазме.

Исследования низкотемпературной плазмы в контакте с жидкостью представляют большой интерес из-за возможностей применения образующихся материалов в биомедицине, очистке воды от органических и неорганических загрязнений, синтезе наноструктур. Ранее [1] нами были проведены исследования динамики развития и результаты действия электрического разряда в водной среде при синтезе композитов Fe-NiCr. Целью настоящей работы является изучение влияния параметров импульсного подводного разряда на распределение элементов в формируемых оксидах и гидроксидах при распылении нихромовых электродов.

Композиты синтезировались при воздействии подводной плазмы, возбуждаемой между двумя металлическими электродами Fe и NiCr в объеме дистиллированной воды. Проводилось 4 серии экспериментов с разными значениями тока разряда и разной полярности материалов электродов.

Рентгенофазовый анализ проводился с использованием порошкового дифрактометра D2 PHASER (Bruker, CuK_α излучение, λ=1.5406 Å). Морфологию поверхности и элементный состав получаемых образцов анализировали при помощи растрового электронного микроскопа Quattro S (Thermo Fisher Scientific, Czech Republic), оборудованного системой энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDS Thermo Fisher Scientific, Czech Republic).

Рентгенограммы полученных образцов приведены на рис. 1. Номера экспериментов указанные на рентгенограммах, соответствуют данным табл. 1.

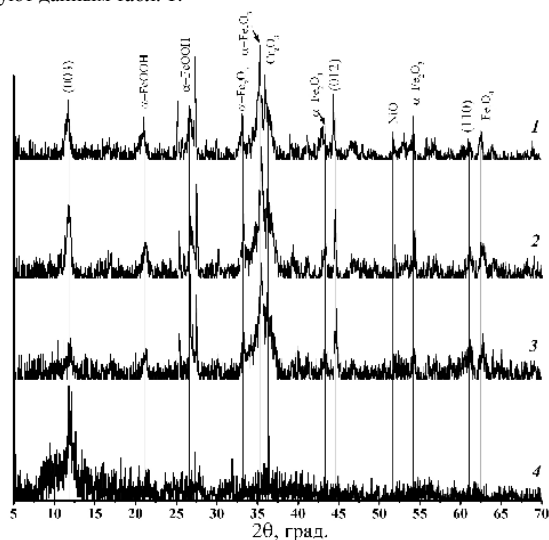


Рис. 1.

Для всех образцов присутствовали рефлексы, относящиеся к слоистой структуре. Для образцов с первого по третий присутствовали пики, относящиеся к α-Fe(OH), α-Fe₂O₃, Fe₃O₄, Cr₂O₃, NiO. В экспериментах с Fe анодом и NiCr катодом (образцы 1 и 2) ток разряда не оказывал влияние на фазовый состав. Смена полярности материала электрода при токе 0,25 А (образец 3) также не влияла на состав получаемого порошка. Заметные различия регистрировались в экспериментах с NiCr анодом и Fe катодом (образец 4): увеличение тока разряда до 0,8 А приводило к исчезновению рефлексов, относящихся к оксидам железа. Отсутствие пиков, относящихся к соединениям никеля, объясняется встраиванием Ni в слоистые структуры NiFeCr.

Микрофотографии порошков, полученные в растровом электронном микроскопе, представлены на рис. 2. На рисунках видна слоистая структура синтезированных материалов. Толщина трубок из РЭМ-измерений указана в табл. 1.

Табл. 1.

Номер образца	Сила тока разряда	Материал		Толщина трубки, нм
		анода	катода	
1	0,25А	Fe	NiCr	95-125
2	0,8 А	Fe	NiCr	70-90
3	0,25 А	NiCr	Fe	90-105
4	0,8 А	NiCr	Fe	130-145

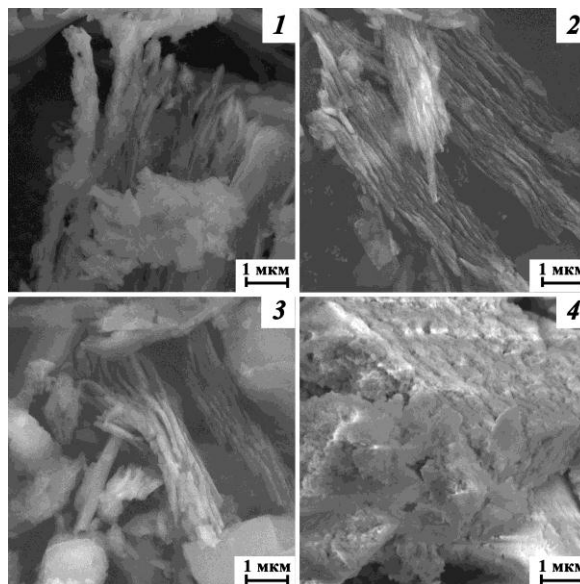


Рис. 2.

Результаты элементного состава участков поверхности исследованных образцов присутствие хрома в экспериментах 2 и 3 не обнаружили. В то же время поверхность всех исследованных образцов содержала большое количество кислорода, что объясняется присутствием оксидных и оксигидроксидных структур.

Выводы

Установлено, что в условиях подводной плазмы можно провести синтез слоистых структур типа мейкнерита. Определён элементный состав и параметры кристаллической решетки полученных слоистых структур в зависимости от условий проведения эксперимента: межплоскостное расстояние d₀₀₃ и d₁₁₀, параметры решётки a и c, размеры кристаллитов. Поверхность всех исследованных образцов содержала большее количество кислорода, что связывается с условиями получения наночастиц. В то же время для всех экспериментов характерным являлось низкое содержание хрома.

1. Хлюстова А.В., Сироткин Н.А., Агафонов А.В., Степович М.А., Шипко М.Н. О динамике развития и результатах действия электрического разряда в водной среде // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2023. – № 2 – С. 57-62.