

**ПОЛУЧЕНИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ МАГНИТНЫХ ПОРОШКОВ
СОНОЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

Шут В.Н., Мозжаров С.Е.

*Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси,
г. Витебск, Беларусь*

*Витебский государственный технологический университет,
г. Витебск, Беларусь, E-mail: shut@vitebsk.by*

Введение

В области интенсивно развивающихся направлений современных исследований большое внимание уделяется созданию новых материалов на основе ультрадисперсных и наноразмерных металлических порошков, в том числе магнитных. Изучение физических свойств ультрадисперсных магнитных частиц мотивировано потенциальной возможностью их применения для магнитной записи, в качестве катализаторов или для медицинской диагностики и лечения. В качестве магнитных частиц обычно используются редкоземельные элементы. Применяются также магнитные коллоидные жидкости, содержащие железо, кобальт и никель [1].

На сегодняшний день существует большое количество методов, позволяющих получить ультрадисперсные порошки: химические, физические, механические [2, 3]. К сожалению, стоимость обычного производства наноразмерных и ультрадисперсных материалов достаточно высока, что ограничивает их использование. Поэтому поиск простых, экономичных и экологически безопасных способов синтеза ультрадисперсных материалов остается актуальным.

Использование ультразвука при электрохимическом осаждении порошков металлов, может служить одним из возможных подходов к решению данной задачи. Аппаратно это можно реализовать, используя излучатель ультразвука в качестве катода, на который осаждается металл при электролизе. В процессе получения порошка сначала подается импульс тока на катод – в это время идет электролитическое осаждение порошка, затем следует импульс ультразвука – в это время происходит удаление порошка с катода. Метод получил название – соноэлектрохимический и широко используется для получения ультрадисперсных порошков чистых металлов и сплавов [4].

На характеристики получаемого материала оказывают влияние как режимы, присущие методу получения порошков электролизом (плотность тока, кислотность, температура и природа электролита, концентрация ионов металлов разряжающихся на катоде и т.д.), так и параметры, присущие только соноэлектрохимическому процессу (длительность импульсов тока и ультразвука, интенсивность ультразвукового импульса). Т.е. метод является очень «гибким» в плане управления свойствами материалов.

Результаты и их обсуждение. Эффективность соноэлектрохимического процесса (скорость наработки порошков) определяется, в основном, плотностью тока и концентрацией электролита. При этом чрезмерное увеличение плотности катодного тока приводит к выделению на катоде побочных элементов, и, как следствие, к снижению выхода по току. Кроме того, повышение катодной плотности вызывает повышение анодной плотности тока с возникновением «анодного эффекта», который резко снижает эффективность процесса электролиза. Поэтому плотность тока должна быть оптимальной и не превышать некоторую предельную величину [5].

При получении порошка никеля (одного из магнитных материалов) электролитическим методом рекомендуемая катодная плотность тока составляет от 100 до 300 мА/см². Получение порошков никеля соноэлектрохимическим методом, как правило, проводится в диапазоне плотности тока до 200 мА/см² [6].

Применение ультразвука оказывает сильное влияние на протекание электрохимических процессов. В частности, позволяет существенно повысить используемые плотности тока (например, при формировании металлических покрытий в 10–20 раз) [7]. Поэтому представляет интерес исследовать возможности получения и закономерности формирования мелкодисперсных магнитных порошков и при более

высоких плотностях тока ($\sim 1 \text{ A/cm}^2$), обеспечивающих повышенную эффективность процесса.

Из большого разнообразия магнитных материалов для экспериментов мы выбрали никель, для электрохимического осаждения которого разработано большое количество электролитов различного состава. Использовались два электролита – сульфатный, основным компонентом которого является $\text{NiSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$, и электролит Аотани (Aotani) [8], также содержащий серноокислый никель. Содержание никеля в обоих электролитах одинаковое.

Рентгеноструктурный анализ полученных порошков показал, что они состоят из чистого никеля, а дифрактограммы характеризуются интенсивной линией (111) и усилением линии (311), что, при получении покрытий из никеля, приписывается ориентации кристаллитов [211].

Для порошков никеля, полученных из серноокислого электролита, данные гранулометрического анализа, приведенные на рисунке 1, показывают увеличение размеров частиц с ростом плотности катодного тока. Так при плотности катодного тока 0.8 A/cm^2 среднеарифметический размер частиц равен 8.94 мкм, а при плотности тока 0.6 A/cm^2 – 6.68 мкм.

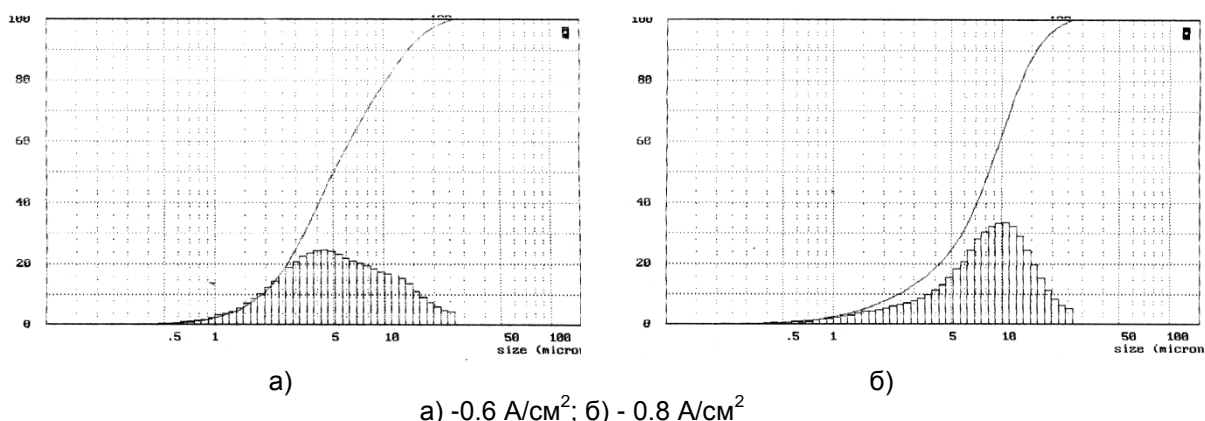


Рисунок 1 – Графики Fritsch-анализа порошков никеля, полученных из серноокислого электролита, при различных плотностях тока

Известно, что изменение плотности тока может влиять на размер частиц в двух противоположных направлениях [4]. Как правило, повышение плотности тока способствует выделению на катоде более дисперсных осадков. При большей плотности тока на единице площади катода разряжается больше ионов. В связи с этим, при фиксированной концентрации катионов в электролите скорость роста каждого из них уменьшается, и получаются более мелкие (дисперсные) осадки. В то же время, при более низких токах возможно уменьшение размера за счет уменьшения общего количества материала, выделившегося на катоде. В нашем случае, по-видимому, второй фактор играет определяющую роль.

Для порошков никеля, полученных из электролита Аотани, данные гранулометрического анализа показали, что изменение плотности катодного тока существенно не повлияло на размер получаемого порошка (рис. 2).

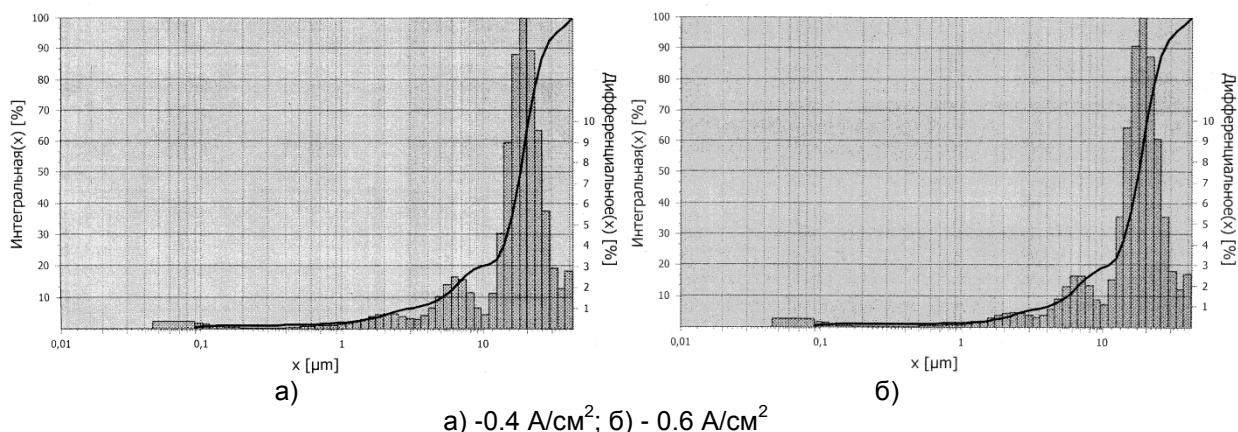


Рисунок 2 – Графики Fritsch-анализа порошков никеля, полученных из электролита Аотани, при различных плотностях тока

Этот факт потребует дальнейшего изучения, поскольку электролит Аотани интересен тем, что он может использоваться как для получения порошков чистых металлов, так и для получения порошков сплавов (Ni-Co, Fe-Co).

Заключение

С использованием электросонохимического метода получены мелкодисперсные порошки никеля. Показано, что на дисперсность порошков оказывает влияние состав электролита и плотность катодного тока. При снижении плотности тока средний размер частиц уменьшается при использовании сернокислого электролита. Для порошков никеля, полученных из электролита Аотани, изменение плотности катодного тока практически не влияет на размер получаемого порошка.

Список литературы:

1. Kharissova O.V., Kharisov B.I. Synthetic techniques and applications of activated nanostructured metals: highlights up to 2008//Recent Patents on Nanotechnology. - 2008. - Vol. 2, No. 2. -P.1-17.
2. Нанопорошки и методы их получения [Электронный ресурс]. Режимдоступа: <http://www.portalnano.ru/read/prop/pro/materials/functional/4cosmos/nanoporoshki> – Датадоступа: 15.06.2016.
3. Клубович В.В., Шут В.Н., Мозжаров С.Е., Трубловский В.Л. ПТКС–керамика, полученная из порошков титана бария, активированных ультразвуком// Неорганические материалы. -2013. -Т. 49, № 11. -С. 1252–1256.
4. Sáez V., Mason T.J. Sonoelectrochemical Synthesis of Nanoparticles// Molecules. - 2009. -14. -P. 4284–4299.
5. Либенсон Г.А., Лопатин Б.Ю., Комаршицкий Г.В. Процессы порошковой металлургии. Т.1. Производствометаллическихпорошков / Москва, МИСИС, 2001.-308 С.
6. Delplancke J.-L., Dille J., Reisse J., Long G. J., Mohan A., Grandjean F. Magnetic nanopowders: ultrasound–assisted electrochemical preparation and properties// Chem. Mater. -2000. -№ 12. -P . 946-955
7. Гинберг А.М., Федотова Н.Я. Ультразвук в гальванотехнике / Металлургия, 1969. -208 С.
8. Manciera V., Delplancke J.-L., Delwiche J., Hubin-Franskin M.-J., Piquer C. J.-L., Rebbouhd L., Grandjean F. Morphologic, magnetic, and Mossbauer spectral properties of Fe₇₅Co₂₅ nanoparticles prepared by ultrasound-assisted electrochemistry// Journal of Magnetism and Magnetic Materials, №281, 2004 P. 27–35