

УДК 538.975, 66.017

**СТРУКТУРА И МОРФОЛОГИЯ УНТ ПОЛУЧЕННЫХ НА НАНОПОРОШКАХ Fe
В РЕЖИМЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ХОГФ****^{1,2}Г. Партизан, ¹Б.З. Мансуров, ^{1,2}Б.С. Медянова, ^{1,2}А.Б. Кошанова,
²М.Е. Мансурова, ²Б.А. Алиев, ³Xin Jiang**¹Институт проблем горения, 050012, ул. Богенбай батыра, 172, Алматы, Казахстан²Казахский Национальный Университет им. аль-Фараби, 050040, пр. аль-Фараби, 71, Алматы, Казахстан³Institute of Materials Engineering, University of Siegen, Paul-Bonatz-Straße 9-11, 57076, Siegen, Germany
E-mail: gulmira.partizan@gmail.com**Аннотация**

В статье представлены результаты экспериментов по синтезу углеродных наноструктур методом термического химического осаждения из газовой фазы с использованием нанопорошков железа, полученных методом электрического взрыва проводников в качестве катализаторов. В ходе проведённых экспериментов были определены технологические параметры, оптимальные для низкотемпературного роста углеродных нанотрубок. Результаты спектроскопии комбинационного рассеяния света и рентгеноструктурного анализа показали, что наиболее высокой кристалличностью обладают образцы, выращенные при температурах значительно ниже обычно применяемых. СЭМ-исследования в режиме съёмки SE2 и результаты просвечивающей электронной микроскопии указывают на то, что синтезированные структуры являются многостенными углеродными нанотрубками с кластерами металла внутри канала трубки. Впервые были найдены экспериментальные режимы низкотемпературного ХОГФ углеродных нанотрубок с использованием в качестве катализатора нанопорошков железа.

Ключевые слова: термическое химическое осаждение, углеродные наноструктуры, нанопорошок железа, низкотемпературный синтез, углеродные нанотрубки

Введение

Исторически одним из первых способов производства углеродных нанотрубок (УНТ) был метод электродугового разряда [1]. Однако о существовании углеродных нанотрубок сообщали ранее советские ученые Л.В. Радужкевич и В.М. Лукьянович в 1952 г. [2]. Эти работы не привлекли широкого внимания научного сообщества, в связи с их публикацией только на русском языке.

На сегодняшний день для производства углеродных нанотрубок (УНТ) успешно применяются и другие методики, такие как лазерная абляция, синтез в пламенах углеводородов и химическое осаждение из газовой фазы (ХОГФ) [3-5]. Однако электродуговой разряд и различные виды ХОГФ (в ВЧ и СВЧ разряде, плазме на постоянном токе, а также метод горячей нити) являются наиболее перспективными и уже применяемыми методами в крупномасштабном производстве углеродных нанотрубок и нановолокон [6].

В настоящее время метод каталитического ХОГФ рассматривается как единственная экономически выгодная технология для крупномасштабного производства УНТ и их интеграции с целью применения в различных устройствах [7]. Известно, что при низкотемпературных режимах ХОГФ (600-900°C) синтезируются многостенные УНТ, в то время как при более высоких температурах (900-1200°C) преобладает рост одностенных УНТ [8]. Как правило, при проведении ХОГФ в качестве катализаторов используются частицы металлов Ni, Co, Fe и Cu размером несколько нанометров.

Несмотря на то, что эти методы достигли высокого уровня качества, они всё ещё далеки до полного контроля над важными структурными свойствами, такими как длина нанотрубок, их диаметр и хиральность [9].

На сегодняшний день применяются несколько методик подготовки металлических нанокластеров для синтеза УНТ. Одним из перспективных методов получения нанопорошков (НП) является электрический взрыв проводников (ЭВП) – неравновесный процесс, при котором под действием импульсного электрического тока проводник диспергируется, и продукты взрыва перемешиваются с окружающей средой. Электровзрывные НП обла-

дают рядом преимуществ в сравнении с НП, полученными другими способами: устойчивы к окислению и спеканию при комнатной температуре, при нагревании характеризуются высокой химической и диффузионной активностью [10].

В методике термического ХОГФ при использовании железных катализаторов, как правило, эксперименты проводятся при высоких температурах (700-1200°C) и давлениях ниже атмосферного. При этом применяются различные углеводородные прекурсоры (метан, ацетилен, бензол и др.), чаще всего в сочетании с инертными газами, а также водородом, азотом и др. [11, 12].

Целью проведения наших исследований являлись – определение нижней температурной границы роста углеродных наноструктур (УНС) на ЭВП НП Fe, поиск оптимальных условий низкотемпературного (энергетически выгодного) синтеза с использованием наиболее доступных углеводородов и без добавок дорогостоящих инертных и других газов.

Детали эксперимента

НП были приобретены в Томском политехническом университете с целью использования их в качестве катализаторов при синтезе углеродных наноструктур. Процедура получения НП, детали экспериментов, а также результаты исследования их морфологии и структуры подробно описаны в работах [13-15].

В Отделе поверхности и технологий новых материалов Института Материаловедения Университета г. Зиген (Германия) (Institute of Materials Engineering, University of Siegen, Siegen, Germany) были проведены совместные исследования структуры и морфологии ЭВП НП, их каталитической активности и возможности синтеза на них УНС методом термического ХОГФ [15, 16].

Синтез УНС

Рост УНС проводился в объеме кварцевого реактора с внутренним диаметром 90 мм помещенным внутри горизонтальной трехзонной трубчатой печи (Carbolite Limited) длиной 1150 мм. Катализатор загружался в керамическую лодочку и после установки образца в реактор, производилась откачка объема механическим форвакуумным насосом в течение 30 минут (до давления 10^{-2} бар). Далее реактор

нагревался до необходимой температуры с контролируемой скоростью (скорость нагрева варьировалась от 5 до 10 °C/мин.). После достижения заданной температуры в реактор подавался рабочий газ – ацетилен до необходимого значения давления. По окончании проведения синтеза (время экспериментов от 1 до 3 часов), производилась откачка остаточных газов и охлаждение реактора до комнатной температуры, также с заданной скоростью. Технологическое оборудование и порядок проведения экспериментов были подробно описаны в работах [15, 16].

Методики и аппаратура для изучения морфологии и структуры УНС

Для изучения морфологии образцов использовался автоэмиссионный сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) сверхвысокого разрешения фирмы Zeiss модели Gemini Ultra 55 вместе с устройством для рентгеноспектрального микроанализа исследуемого образца в микроскопе от фирмы – «Thermo Scientific». Для исследований были выбраны два основных режима съёмки – InLens и SE2. InLens-метод позволяет получить СЭМ-изображения морфологии поверхности сканируемого образца или его торцевого среза с наилучшим разрешением. Режим съёмки SE2 является наиболее предпочтительным для получения точных характеристик о рельефе поверхности сканируемого образца. Исследования были выполнены в Институте Материаловедения Университета г. Зиген (Германия).

Изучение структуры УНС проводилось методом рентгеноструктурного анализа с помощью дифрактометров Philips X'Pert PRO MRD (Институт Материаловедения Университета г. Зиген, Германия) и Rigaku D/max/2400 XRD (Шеньянская Национальная лаборатория материаловедения, Китайской Академии Наук). Рентгенограммы образцов были получены с применением медного излучения ($\lambda = 1.5406$ Å) в цифровом виде. Обработка рентгенограмм для определения углового положения и интенсивностей рефлексов проводилась программой OriginPro 8.1. При проведении фазового анализа использовалась программа PCPDFWIN с базой дифрактометрических данных PDF-2.

В Национальной нанотехнологической лаборатории открытого типа (г. Алматы, Казахстан) образцы были исследованы методом спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) с помощью спектрометра NT-

MDT NTegra Spectra (длина волны лазерного излучения $\lambda = 473$ нм).

Анализ образцов методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) был проведен в Институте Ядерной Физики (г. Алматы, Казахстан) с помощью микроскопа JEOL JEM-2100F.

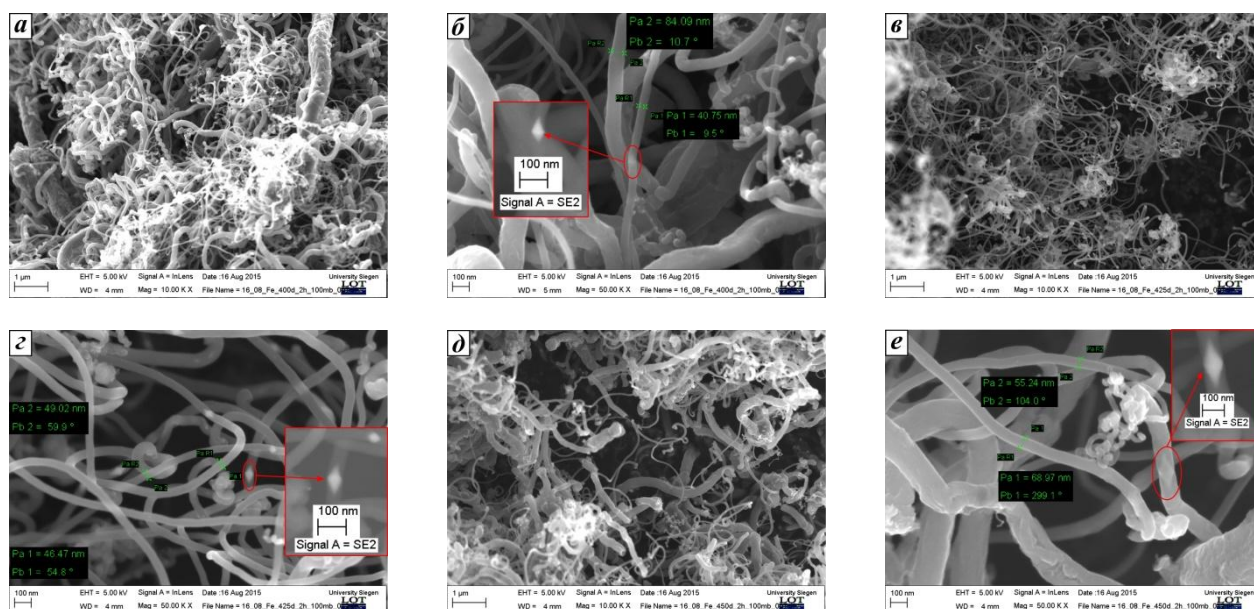
Результаты и обсуждение

СЭМ-исследования

Для определения оптимальных условий низкотемпературного синтеза УНС были проведены эксперименты при различных температурах (200–700°C) и давлениях (100–400 мбар). Исследования показали, что нижней темпера-

турной границей для НП Fe является 400°C. Очевидно, что при более низких температурах не происходит каталитического разложения ацетилена. Таким образом результаты экспериментов позволили выделить оптимальный диапазон для низкотемпературного синтеза: температура – 400–450°C, давление – 100–300 мбар [17–19].

Дальнейшие, более детальные исследования проводились в этих экспериментальных диапазонах. На рисунках 1–3 представлены СЭМ-изображения (снятых в разных режимах съёмки – InLens и SE2) УНС, полученных при температурах 400–450°C и давлениях 100–300 мбар.



а, б – 400°C; в, г – 425°C; д, е – 450°C

Рис. 1 – СЭМ-изображения УНС (давление 100 мбар)

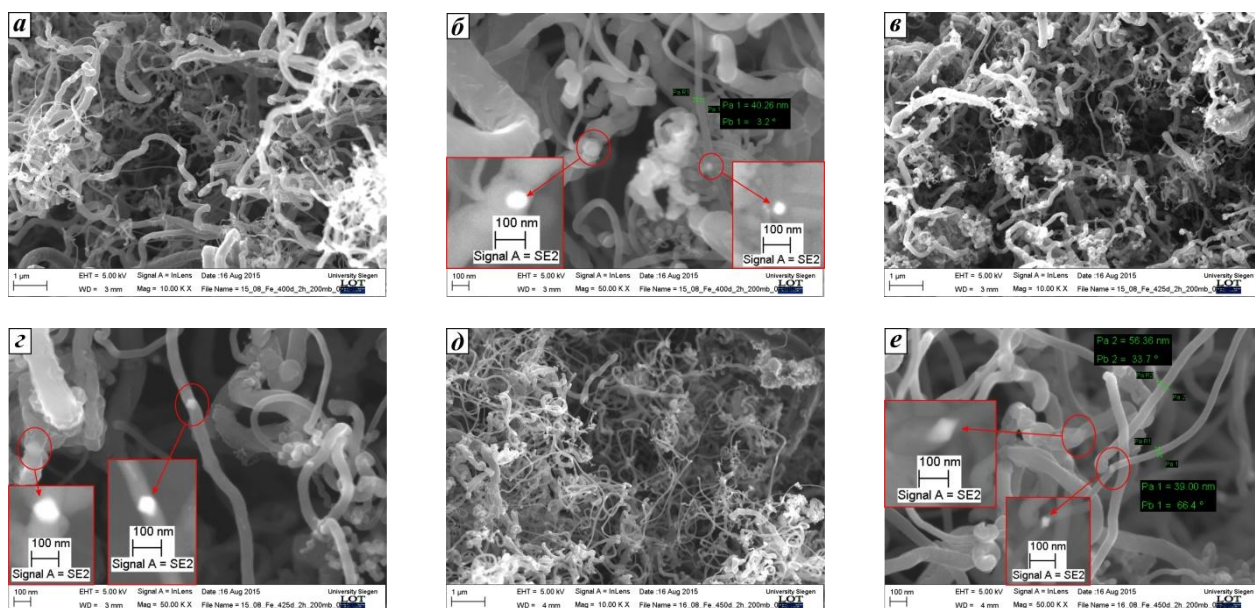
Как видно на СЭМ-изображениях массовый рост УНС начинается с 400°C во всем исследуемом интервале давлений. В определённом в ходе экспериментов температурном диапазоне 400–450°C наблюдался стабильный рост УНС, с достаточно большим разбросом диаметра от 40 до 100 нм и разной морфологией (от спиралевидных до прямых). Режим съёмки SE2 позволил определить, что кластеры железа находятся внутри УНС.

Рентгеноструктурный анализ УНС

На рисунке 4 представлены рентгенограммы УНС, полученных при разных значениях температуры (400–450°C) и давлений

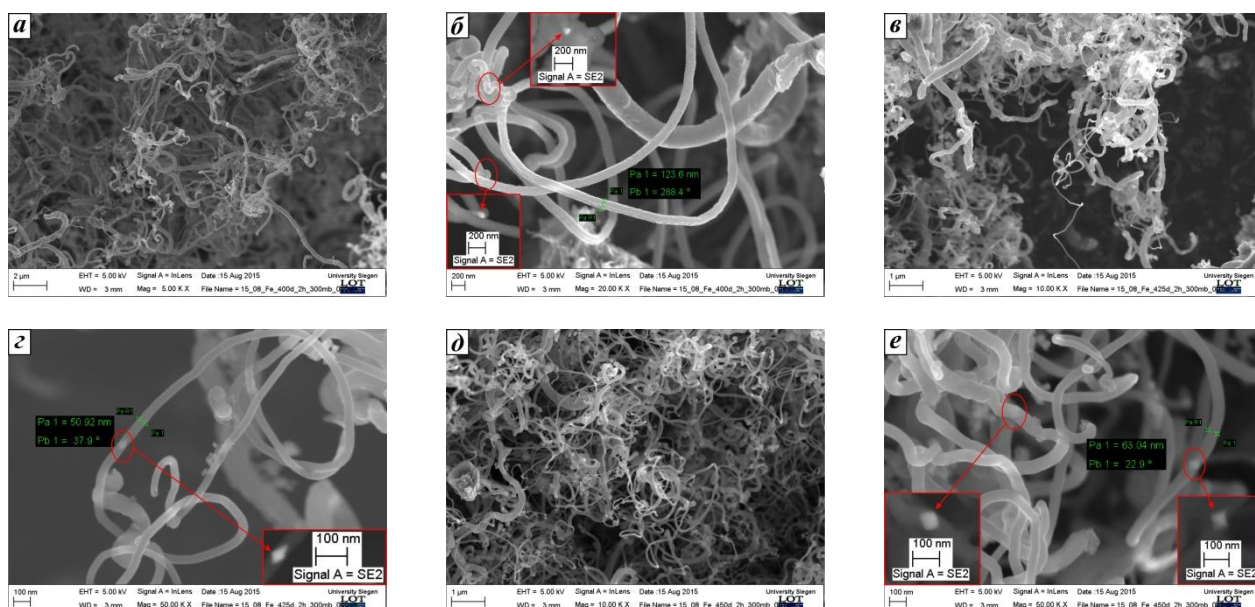
(100–300 мбар).

На дифрактограммах всех образцов присутствует наиболее характерное для графита отражение от плоскости (002) ($2\theta \approx 26.38^\circ$, PDF # 41-1487). Необходимо подчеркнуть, что с уменьшением температуры интенсивность графитового пика увеличивается. Также рентгеноструктурный качественный анализ фазового состава образца свидетельствует о том, что в составе образца содержатся α -Fe, Fe_3C и C. Присутствие в значительном количестве отражений Fe_3C говорит о том, что рост УНС происходит по механизму пар-жидкость-кристалл с каталитическим разложением ацетилена по карбидному циклу [20, 21].



a, б – 400°C; *в, з* – 425°C; *д, е* – 450°C

Рис. 2 – СЭМ-изображения УНС (200 мбар)



a, б – 400°C; *в, з* – 425°C; *д, е* – 450°C

Рис. 3 – СЭМ-изображения УНС (давление 300 мбар)

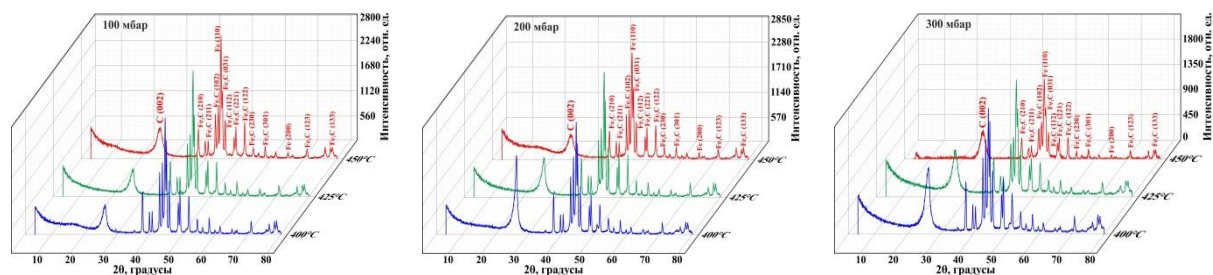


Рис. 4 – Рентгенограммы УНС, полученных при разных значениях температуры и давлений

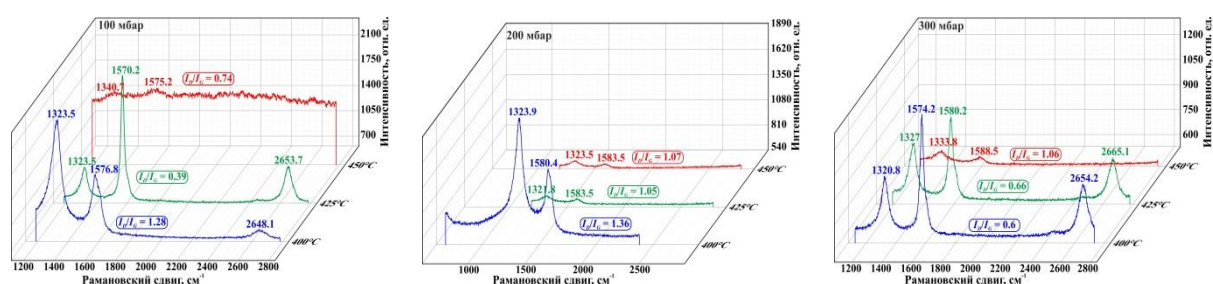


Рис. 5 – Спектры КРС УНТ

Исследования УНТ методом КРС

На рисунке 5 представлены спектры КРС УНТ, синтезированных в исследуемых диапазонах температуры и давлений.

Все спектры КРС УНТ выращенных при давлении 100 мбар преимущественно показывают две группы первого порядка *D* и *G*. Для образцов, полученных при температуре 400°C эти группы расположились в области 1330 см⁻¹ и 1576 см⁻¹, их ширина на полувысоте (FWHM – full width at half maximum) 66 см⁻¹ и 77 см⁻¹ соответственно. Но интенсивность *D* пика по сравнению с *G* пиком очень высока, что является признаком довольно высокой степени неупорядоченности образца. Группа *G* появляется за счет внутрислоистых колебаний C–C связей. Также наблюдается гармоника второго порядка *2D* в области 2648 см⁻¹, которая является обертоном *D* группы [22]. Эта группа является индикатором наличия дальнего порядка в образце и появляется из-за двухфононного вторичного рассеяния, что приводит к образованию неупругих фононов [23]. Она может ассоциироваться с уровнем кристалличности углеродных нанотрубок [24]. Интенсивность этих пиков сильно зависит от металлических свойств нанотрубки [25].

Нанотрубки, выращенные при температуре 425°C показали наилучшее соотношение интенсивностей $I_D/I_G = 0.39$. *D* пик наблюдается в области 1323 см⁻¹, а *G* пик 1570 см⁻¹. Судя по ширине и интенсивности пиков и наличии гармоники второго порядка *2D* в области 2653 см⁻¹, можно говорить о высокой кристалличности образца. Кроме того, можно заметить, что интенсивность *D* пика довольно мала, что также свидетельствует о хорошей упорядоченности образцов. FWHM образцов 77 и 34.6 см⁻¹ соответственно. Образец синтезированный при температуре 450°C показывает размытый спектр, что говорит о более дефектной структуре. Также наблюдается смещение группы *D*, которая наблюдается в пределах 1318 см⁻¹, а

группа *G* в пределах 1587 см⁻¹. FWHM группы *D* намного больше, чем у двух первых образцов, что говорит о наличии большого количества дефектов и низкой кристалличности [26].

Исходя из результатов спектроскопии КРС можно сказать, что при давлении 100 мбар многостенные нанотрубки хорошего качества были получены при температуре 425°C.

В спектрах УНТ полученных при давлении 200 мбар можно заметить, что интенсивность *D* пика выше, чем у *G* пика. Это говорит о том, что нанотрубки имеют дефектную структуру. Группа *G* в первых двух образцах (400 и 425°C) находится в области 1578.5 и 1577 см⁻¹, но в образце синтезированном при 450°C смещен в высокочастотную область к 1592 см⁻¹, что указывает на заметную графитизацию образца [23]. Также об этом может свидетельствовать отсутствие пика *2D*, когда как для первых двух образцов он наблюдается в пределах 2650 и 2662 см⁻¹, соответственно.

Судя по интенсивности пика *2D* образцы полученные при давлении 300 мбар и температурах 400 и 425°C показывают высокую кристалличность. По интенсивности *D* пика можно предположить, что они довольно упорядоченные. Он расположен в пределах 1329 и 1327 см⁻¹, соответственно. Группа *G* наблюдается при 1575 и 1580 см⁻¹. Третий образец показывает не такой гладкий спектр как у предыдущих. Интенсивность *D* пика здесь выше, чем у *G* пика, кроме того, последний смещен в область 1590 см⁻¹. В этом образце отсутствует дальний порядок, так как не наблюдается пик *2D*. Самое низкое значение отношения интенсивностей групп *D* и *G* соответствует нанотрубкам, полученным при условиях $P = 100$ мбар и $T = 425^\circ\text{C}$. Это наиболее кристаллические УНТ. Также хорошие результаты были получены для нанотрубок, выращенных при $P = 300$ мбар и температурах 425, 450°C. Можно заметить, что для 200 мбар с увеличением температуры синтезируются более упорядо-

ченные нанотрубки, тогда как при 300 мбар их качество ухудшается. На основании анализа спектров КРС, можно заключить что наиболее оптимальными условиями для низкотемпературного синтеза УНТ являются $P = 100$ мбар и $T = 425^\circ\text{C}$.

Исследования УНС методом ПЭМ

На основании анализа СЭМ-изображений, спектров КРС и дифрактограмм образцы, синтезированные при давлении 100 мбар и температуре 425°C были дополнительно изучены методом ПЭМ. На рисунке 6 показаны ПЭМ-изображения этих образцов.

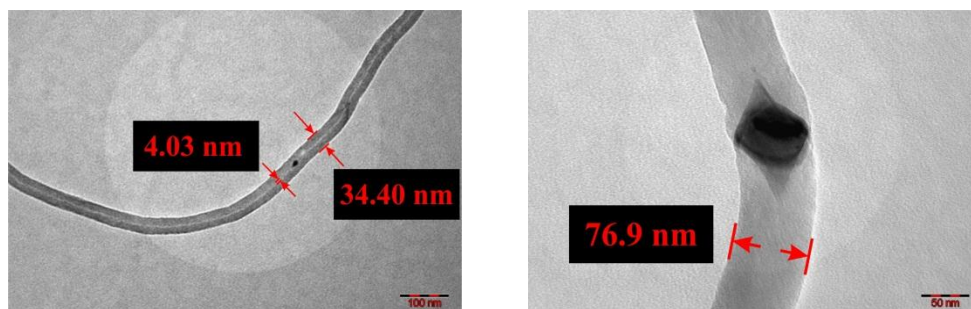


Рис. 6 – ПЭМ-изображения УНС

Как видно, образующиеся УНС являются многостенными УНТ. Это хорошо согласуется с результатами рентгеноструктурного анализа и спектроскопии КРС. Кластеры металла расположены внутри канала трубки, что коррелирует с СЭМ-изображениями снятыми в режиме SE2.

Заключение

В результате проведенных экспериментов была показана возможность использования НП Fe, полученных методом ЭВП в качестве катализаторов при выращивании УНТ. Стабильный рост УНТ осуществлялся при температурах, значительно ниже обычно используемых при термическом ХОГФ на железных катализаторах. Эксперименты показали, что нижней температурной границей синтеза является 400°C . При этой же температуре происходит массовый рост УНС во всем исследуемом интервале давлений. СЭМ-исследования в режиме съёмки SE2 и результаты ПЭМ позволили определить, что кластеры железа находятся внутри УНТ.

Спектроскопия КРС показала, что по отношению интенсивностей групп D и G, наиболее высокую кристалличность имеют наноструктуры, выращенные при 425°C и 100 мбар. Эти выводы согласуются с результатами рентгеноструктурного анализа. Результаты ПЭМ подтвердили, что образующиеся УНС являются многостенными нанотрубками с кластерами металла внутри канала. Таким образом, впервые были найдены экспериментальные режи-

мы низкотемпературного синтеза углеродных нанотрубок.

Полученные в ходе проведения исследований результаты обладают высоким потенциалом для разработки эффективной, энергетически выгодной, недорогой технологии получения УНТ и УНВ, без использования дорогостоящих газов и возможностью регулирования структурой и свойствами УНС макроскопическими параметрами. Синтезированные УНТ не обладают высокими кристаллографическими свойствами (степень кристалличности, геометрическая направленность и др.). Однако в областях промышленности, где не требуется структурное совершенство (таких как: армирующий компонент в бетоне, полимерах, пластиках, керамике и др. материалах; основы для активных сорбентов; в композиционных материалах при изготовлении медицинских протезов) применение таких УНС является перспективным.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта Комитета Науки МОН РК №3823/ГФ4.

Литература

1. Iijima S., & Ichihashi T. Single-shell carbon nanotubes of 1-nm diameter // Nature. – 1993. – Vol. 363. – P.603-605.
2. Л.В. Радужкевич, В.М. Лукьянович. О структуре углерода, образующегося при термическом разложении окиси углерода на же-

лезном контакте. Журнал физической химии. 1952;26:88-95.

3. Krueger A. Carbon Materials and Nanotechnology. – 2010. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 475 p.

4. Merchan-Merchan W., Saveliev A. V., Kennedy L., Jimenez W. C. Combustion synthesis of carbon nanotubes and related nanostructures // Progress in Energy and Combustion Science. – 2010. – Vol. 36. – P. 696-727.

5. Сабитов С., Кошанова А., Медянова Б.С., Партизан Г., Мансуров Б.З., Алиев Б.А. Синтез углеродных наноструктур на никелевых пленках методом кислородно-ацетиленовой горелки // Горение и плазмохимия. – 2015. – Т.13, №1. С. 47-52.

6. Andrea Szabó, Caterina Perri, Anita Csató, Girolamo Giordano, Danilo Vuono and János B. Nagy. Synthesis Methods of Carbon Nanotubes and Related Materials. Materials 2010, 3, 3092-3140.

7. Seo, J.W.; Magrez, A.; Milas, M.; Lee, K.; Lukovac, V.; Forro, L. Catalytically grown carbon nanotubes: From synthesis to toxicity. J. Phys. D: Appl. Phys. 2007, 40, 10-120.

8. Rajesh Purohit et al. // Procedia Materials Science 6 (2014), 716- 728.

9. Буранова Ю.С. Физика, электроника, нанотехнологии // Труды МФТИ. – 2011. – Том 3. – № 3. – С. 30-41.

10. Лернер М.И., Сваровская Н.В., Псахье С.Г., Бакина О.В. Технология получения, характеристики и некоторые области применения электровзрывных нанопорошков металлов // Российские нанотехнологии. – 2009. – Том 4. – №11-12. С. 56-68.

11. U. Pakdee, S. Srabua, A. Phongphala, C. Pawong, "Effects of Catalyst on Carbon Nanotubes Synthesized by Thermal Chemical Vapor Deposition Method", Applied Mechanics and Materials, Vol. 804, pp. 47-50, 2015.

12. Haroon Ur Rashid, Kaichao Yu, Muhammad Naveed Umar, Muhammad Naveed Anjum, Khalid Khan, Nasir Ahmad and Muhammad Tariq Jan. Catalyst role in chemical vapor deposition (cvd) process: a review. Rev.Adv.Mater.Sci. 40 (2015) 235-248.

13. Лернер М.И. Электровзрывные нанопорошки неорганических материалов: технология производства, характеристики, области применения: дис. ...док.тех.наук: 01.04.07. – Томск: 2007. – 325с.

14. Ильин А.П. Развитие электровзрывной технологии получения нанопорошков в

НИИ высоких напряжений при Томском политехническом университете // Известия ТПУ. – 2003. –Т. 306, №1. –С. 133–139.

15. Г. Партизан, Б.З. Мансуров, Б.С. Медянова, А.Б. Кошанова, Б.А. Алиев. Исследование электровзрывных нанопорошков никеля // Горение и плазмохимия. – 2016. – Т.14, №1. В печати.

16. Partizan G, Mansurov B Z, Medyanova B S, Aliev B A, Jiang Xin 2015 Journal of Engineering Physics and Thermophysics 88, 1151-1158.

17. Partizan G., Yao Ma, Mansurov B.Z., Medyanova B.S., Xin Jiang, Aliyev B.A. SEM studies of carbon nanotubes synthesized on metal nanopowders // Proceedings of the Annual International World Conference on Carbon (Carbon 2014), Jeju island, Korea, June 29 - July 4, –2014. –POT2-01.

18. Партизан Г., Мансуров Б.З., Алиев Б.А., Xin Jiang, Низкотемпературный синтез углеродных наноструктур методом термического CVD на частицах нанопорошков железа. VIII Международный симпозиум “Физика и химия углеродных материалов / наноинженерия, Алматы, Казахстан, 17-19 сентября, – 2014, –С.303-307.

19. Partizan G., Mansurov B.Z., Aliyev B.A., Medyanova B.S., Xin Jiang, Mansurov Z.A. Low temperature growth of carbon nanostructures by thermal CVD on the particles of iron nanopowders // Proceedings of the Annual International World Conference on Carbon (Carbon 2015), Dresden, Germany, 12-17 July, –2015. –С.232.

20. Р.А. Буянов, В.В. Чесноков. О процессах, происходящих в металлических частицах при каталитическом разложении на них глыводородов по механизму карбидного цикла. Химия в интересах устойчивого развития 13 (2005) 37–40.

21. Buyanov R.A., Chesnokov V.V. Regularities of Catalytic Formation of Carbon Composites for Various Purposes via Decomposition of Hydrocarbons on Iron Subgroup Metals. Eurasian ChemTech Journal, 2000, V. 2, No 3-4, p.223-230.

22. Vajtai R. Single-Walled Carbon Nanotubes, Part A/4. – Berlin: Springer, 2013. –P.118-119.

23. Bokobza L., Zhang J. Raman spectroscopic characterization of multiwall carbon nanotubes and of composites // Express Polymer Letters. – 2012. – Vol.6, No.7. – P. 601–608.

24. Lehman J. H., Terrones M., Mansfield E., Hurst K. E., Meunier V. Evaluating the characteristics of multiwall carbon nanotubes // Carbon. – 2011. – Vol. 49. – P. 2581 – 2602.

25. Syazwan A. M. Z., Suriani A. B., Saifollah A., Zulkarnain Z., Siti H. S. and Mohamad R. Raman Spectroscopic Study of Carbon Nanotubes Prepared Using Fe/ZnO-Palm

Olein-Chemical Vapour Deposition // Journal of Nanomaterials. – 2012. – Vol. 2012. – P. 1-6.

26. Kim K.K., Park J.S., Kim S.J., Geng H.Z., An K.H., Yang C-M, et al. Dependence of Raman spectra G' band intensity on metallicity of single-wall carbon nanotubes //Phys Rev B. – 2007. – Vol. 76, No. 20. – P. 1–8.

ТӨМЕН ТЕМПЕРАТУРАЛЫ ГФХТ ӘДІСІМЕН Fe НАНОҰНТАҚТАРЫНДА АЛЫНҒАН КНТ ҚҰРЫЛЫМЫ МЕН МОРФОЛОГИЯСЫ

^{1,2}Г. Партизан, ¹Б.З. Мансуров, ^{1,2}Б.С. Медянова, ^{1,2}А.Б. Кошанова,
²М.Е. Мансурова, ²Б.А. Алиев, ³Xin Jiang

¹Жану проблемалары институты, 050012, Бөгенбай батыр к., 172, Алматы, Қазақстан

²әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық Университеті, Физика-техникалық факультет,
050040, әл-Фараби даңғылы, 71, Алматы, Қазақстан

³Institute of Materials Engineering, University of Siegen, Paul-Bonatz-Straße 9-11, 57076, Siegen, Germany
E-mail: gulmira.partizan@gmail.com

Аннотация

Мақалада өткізгіштердің электрлік жарылысы әдісімен алынған темір наноұнтақтарын қолданып газ фазасынан термиялық химиялық тұндыру әдісімен көміртекті наноқұрылымдарды синтездеу бойынша тәжірибелер нәтижелері келтірілген. Жүргізілген тәжірибелер барысында көміртекті нанотүтікшелердің төмен температурада өсуі үшін оптималды технологиялық параметрлері анықталды. Жарықтың комбинациялық шашырау спектроскопиясы мен рентгенқұрылымдық талдау нәтижелері қолданылып жүрген температуралардан төмен температурада алынған үлгілер ең жоғары реттілікке ие екенін көрсетті. SE2 түсіру режиміндегі СЭМ-зерттеулер және айқындаушы электрондық микроскопия нәтижелері синтезделген құрылымдар түтік каналы ішінде металл кластерлері бар көпқабатты көміртекті нанотүтікшелер екенін көрсетті. Көміртекті нанотүтікшелерді темір наноұнтақтарын катализатор ретінде қолданып ГФХТ әдісімен синтездеудің тәжірибелік режимдері бірінші рет анықталды.

Кілт сөздер: термиялық химиялық тұндыру, көміртекті наноқұрылымдар, темір наноұнтағы, төментемпературалы синтез, көміртекті нанотүтікшелер

THE STRUCTURE AND MORPHOLOGY OF CNTS OBTAINED ON Fe NANOPOWDERS BY LOW-TEMPERATURE CVD

^{1,2}G. Partizan, ¹B.Z. Mansurov, ^{1,2}B.S. Medyanova, ^{1,2}A.B. Koshanova,
²M.E. Mansurova, ²B.A. Aliyev, ³Xin Jiang

¹The Institute of Combustion Problems, 050012, Bogenbay batyr str., 172, Almaty, Kazakhstan

²Al-Farabi Kazakh National University, 050040, al-Farabi ave., 71, Almaty, Kazakhstan

³Institute of Materials Engineering, University of Siegen, Paul-Bonatz-Straße 9-11, 57076, Siegen, Germany
E-mail: gulmira.partizan@gmail.com

Abstract

The article presents the results of experiments on the synthesis of carbon nanotubes by thermal chemical vapor deposition using iron nanopowders obtained by electric explosion of wire as catalysts. The process parameters that are optimal for low-temperature growth of carbon nanotubes have been identified during the performed experiments. Results of Raman spectroscopy and X-ray analysis showed that samples grown at temperatures below the normally used have the highest crystallinity. Studies by scanning electron microscopy using SE2 mode and results of transmission electron microscopy indicate that the synthesized structures are multi-walled carbon nanotubes with the metal clusters inside the channel of the tube. The experimental modes of synthesis of carbon nanotubes by low-temperature CVD using iron nanopowders as catalysts were found for the first time.

Keywords: thermal chemical vapor deposition, carbon nanostructures, iron nanopowders, low-temperature synthesis of carbon nanotubes