

TỔNG HỢP NANO BẠC BẰNG PHƯƠNG PHÁP NỔ

Đào Ngọc Nhiệm¹, Sangsun Yang²

¹*Viện Khoa học Vật liệu – Viện Khoa học và Công nghệ Việt Nam*

²*Viện Khoa học Vật liệu – Hàn Quốc*

Đến Tòa soạn 16-9-2008

Abstract

The technology of wire explosion has been used to produce nanopowders [1, 4, 5, 8, 9]. A new concept was proposed to produce nanosized powder, which is wire explosion in liquid media. We have exploded the Ag wires with 0.1 to 0.3 mm diameter, in the de-ionized water. Electrical energy of 1.1 kJ was stored in a 10- μ F capacitor and released to the wires through a triggered spark gap switch. As a consequence, there were no micrometer size particles in the powder, which is attributed to the complete vaporization of the wire. It is considered that the wire explosion in liquid medium meets three conditions to form smaller particles, namely, higher energy deposition in the wire, sufficient expansion volume, and quick cooling of the particles.

1. MỞ ĐẦU

WEE là một phương pháp mới để tổng hợp các vật liệu có kích thước nanomet [1 - 4], thời gian tổng hợp rất nhanh và ít gây ô nhiễm môi trường sản phẩm thu được đồng nhất, các quá trình hóa lý xảy ra đều có thể khống chế, quan sát thấy nhờ camera tự ghi, thiết bị đi kèm nhưng thiết bị đắt tiền. Trong quá trình tổng hợp cần phải biết khi nào thì phản ứng nổ xảy ra, xảy ra trong bao lâu, đường kính dây như thế nào, môi trường phản ứng ra sao.... Trong bài báo này chúng tôi muốn khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình tổng hợp nano Ag bằng phương pháp WEE.

2. THỰC NGHIỆM

Dây Ag có đường kính từ 0,1mm đến 0,3 mm (Hàn Quốc).

Máy hút chân không, máy siêu âm (Nhật Bản).

Thiết bị PNC (Plasma Nano Colloid) để điều chế nano Ag (Hàn Quốc).

Bình phản ứng 5 lít, nước cất và một số dụng cụ thí nghiệm khác.

Xác định kích thước, sự phân bố hạt bằng máy Fpar-1000 particles analyzer của Hãng Orsuka Electronic Co. Ltd. (Nhật Bản).

Giản đồ nhiễu xạ Ronghen được thực hiện trên máy Siemens D-5005 (CHLB Đức) với bức xạ CuK_α bước sóng $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$.

Chụp ảnh vi cấu trúc, kích thước hạt và hình thái học của mẫu bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM), (Nhật Bản).

3. KẾT QUẢ THỰC NGHIỆM

Mẫu được điều chế theo qui trình sau: Dây bạc được điều chỉnh tự động từ trên xuống theo một ống hình trụ như hình 1, chất lỏng là nước cất, nguồn năng lượng cao và thời gian số lần xảy ra phản ứng nổ hoàn toàn cài đặt tự động và sản phẩm được sấy hút chân không cuối cùng thu được là bột nano Ag tinh khiết (theo hình 1).

3.1. Ảnh hưởng của hiệu điện thế đến đường kính dây bạc

Các thí nghiệm được tổng hợp ở điều kiện đường kính dây Ag từ 0,1 mm đến 0,3 mm, hiệu điện thế thay đổi từ 500 V đến 3000 V, trong dung dịch nước cất. Chúng tôi muốn khảo sát xem ở hiệu điện thế bằng bao nhiêu thì xảy ra phản ứng nổ đối với các đường kính dây Ag. Kết quả thực nghiệm được đưa ra ở bảng 1.

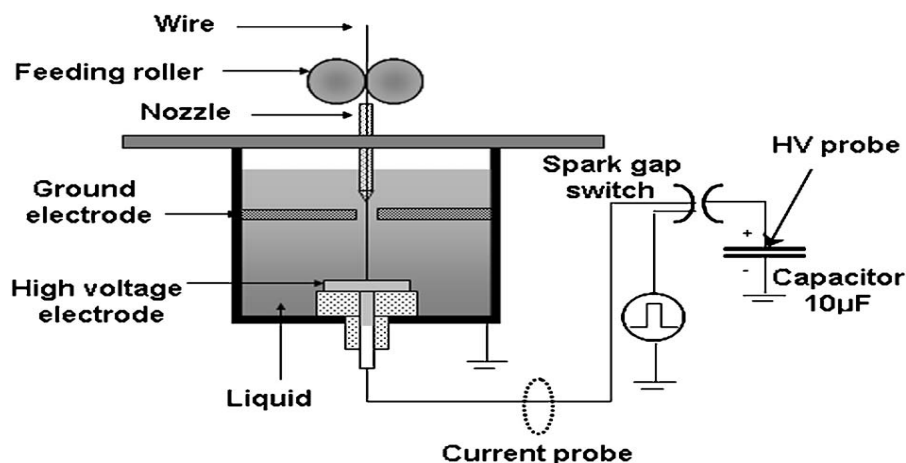
Qua bảng 1, phản ứng nổ bắt đầu xảy ra đối với đường kính dây Ag 0,1 mm; 0,2 mm và 0,3 mm tương ứng với nguồn hiệu điện thế lần lượt là

1000 V; 1500 V; 2000 V. Tức là hiệu điện thế tỷ lệ thuận với đường kính dây Ag (khi đường kính dây tăng thì hiệu điện thế cũng tăng).

3.2. Ảnh hưởng của số lần phản ứng nổ đến sự phân bố kích thước hạt

Các thí nghiệm được tiến hành với đường kính dây Ag thay đổi từ 0,1 mm đến 0,3 mm, hiệu điện thế 2000 V, trong dung dịch nước cất. Số lần phản

ứng nổ xảy ra được đặt tự động thay đổi từ 5 đến 30 lần. Kết quả được đưa ra ở bảng 2.



Hình 1: Sơ đồ hệ thống điều chế nano Ag bằng phương pháp WEE

Bảng 1: Ảnh hưởng của hiệu điện thế đến đường kính dây bạc

Đường kính dây Ag, mm	0,1					
Hiệu điện thế, V	500	1000	1500	2000	2500	3000
Môi trường nước	Không	có	có	có	có	có
Đường kính dây Ag, mm	0,2					
Hiệu điện thế, V	500	1000	1500	2000	2500	3000
Môi trường nước	Không	Không	có	có	có	có
Đường kính dây Ag, mm	0,3					
Hiệu điện thế, V	500	1000	1500	2000	2500	3000
Môi trường nước	Không	Không	Không	có	có	có

Bảng 2: Ảnh hưởng của số lần phản ứng nổ đến kích thước hạt

Đường kính dây Ag, mm	0,1					
Hiệu điện thế, V	2000					
Số lần phản ứng nổ	5	10	15	20	25	30
Sự phân bố kích thước hạt trung bình, µm	Không xác định được	Không xác định được	Không xác định được	0,1939	0,1877	0,1940
Đường kính dây Ag, mm	0,2					
Hiệu điện thế, V	2000					
Số lần phản ứng nổ	5	10	15	20	25	30
Sự phân bố kích thước hạt trung bình, µm	Không xác định được	Không xác định được	0,2061	0,2037	0,2095	0,2076
Đường kính dây Ag, mm	0,3					
Hiệu điện thế, V	2000					
Số lần phản ứng nổ	5	10	15	20	25	30
Sự phân bố kích thước hạt trung bình, µm	Không xác định được	0,2236	0,2239	0,2236	0,2252	0,2176

Qua bảng 2, kích thước hạt bắt đầu xác định được (do khối lượng nano Ag tạo ra chưa đủ để đo) đối với đường kính dây Ag 0,1 mm là ≥ 20 lần; đối với đường kính dây Ag 0,2 mm là ≥ 15 lần; đối với đường kính dây Ag 0,3 mm là ≥ 10 lần. Trong cùng điều kiện thí nghiệm kết quả phân tích sự phân bố kích thước hạt trung bình thu được không phụ thuộc vào số lần xảy ra phản ứng nổ (tức là nano Ag thu được là đồng nhất). Khi đường kính dây Ag tăng thì sự phân bố hạt cũng tăng theo.

3.3. Ảnh hưởng của hiệu điện thế đến sự phân bố kích thước hạt

Mẫu được điều chế trong điều kiện đường kính dây Ag 0,3 mm, số lần xảy ra phản ứng nổ là 10,

trong môi trường nước, hiệu điện thế thay đổi từ 2000 V đến 4000 V. Các mẫu được phân tích sự phân bố hạt trung bình. Kết quả được đưa ra ở bảng 3.

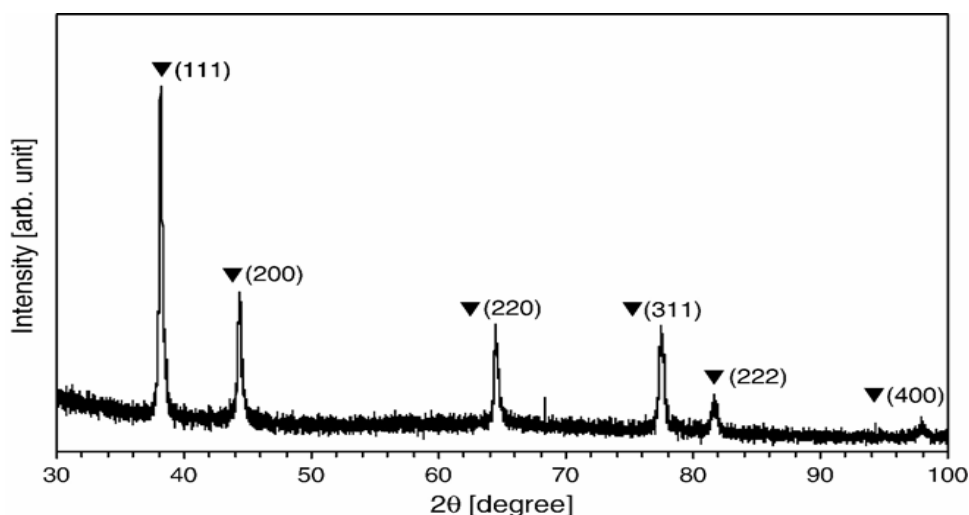
Từ bảng 3, khi tăng hiệu điện thế trong cùng một điều kiện thí nghiệm thì sự phân bố kích thước hạt trung bình giảm dần. Vì khi hiệu điện thế cao thì quá trình xảy ra phản ứng nổ nhanh hơn và mãnh liệt hơn làm cho quá trình phân tách các hạt bé hơn.

3.4. Xác định tính chất của nano Ag

Theo khảo sát ở trên chọn mẫu điều chế với đường kính dây Ag là 0,1 mm, hiệu điện thế 2000 V, số lần phản ứng nổ xảy ra là 20 lần rồi để xác định cấu trúc, hình thái học và sự phân bố kích thước hạt trung bình của mẫu. Kết quả đưa ra ở hình 2, 3 và 4.

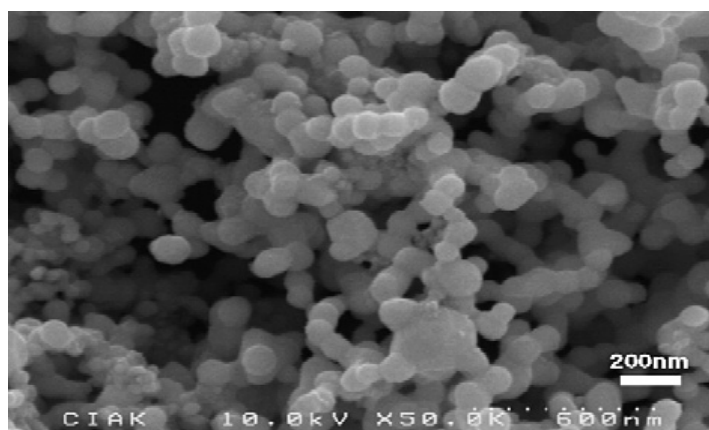
Bảng 3: Ảnh hưởng của hiệu điện thế đến sự phân bố kích thước hạt.

Hiệu điện thế, V	2000	2500	3000	3500	4000
Sự phân bố kích thước hạt trung bình, μm	0,2236	0,2040	0,1880	0,1547	0,1353



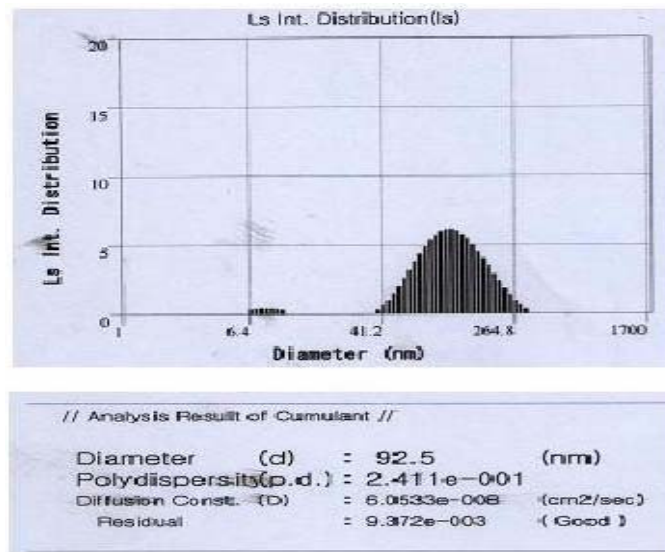
Hình 2: Phổ X-Ray của Ag nano được điều chế bằng phương pháp WEE

Qua phổ X-Ray của mẫu chế tạo bằng phương pháp WEE, nano Ag thu được là đơn pha.



Hình 3: Ảnh SEM của Ag nano được điều chế bằng phương pháp WEE

Qua ảnh SEM của mẫu bột nano Ag được điều chế bằng phương pháp WEE thu được là đồng nhất và có nhiều hạt kích thước < 50 nm.



Hình 4: Sự phân bố kích thước hạt trung bình của nano Ag được điều chế bằng phương pháp WEE

Qua hình 4, sự phân bố kích thước hạt trung bình nano Ag điều chế bằng phương pháp WEE là đồng nhất với kích thước hạt trung bình là 92,5 nm, điều này hoàn toàn phù hợp với kết quả phân tích SEM.

4. KẾT LUẬN

Đã khảo sát một số điều kiện để điều chế nano Ag < 50 nm bằng phương pháp WEE.

Phản ứng nổ bắt đầu xảy ra với nguồn hiệu điện thế ≥ 1000 V đối với đường kính dây Ag 0,1 mm; ≥ 1500 V đối với đường kính dây Ag 0,2 mm; ≥ 2000 V đối với đường kính dây Ag 0,3 mm.

Kích thước hạt bắt đầu xác định được đối với đường kính dây Ag 0,1 mm là ≥ 20 lần; đối với đường kính dây Ag 0,2 mm là ≥ 15 lần; đối với đường kính dây Ag 0,3 mm là ≥ 10 lần.

Trong cùng điều kiện thí nghiệm kết quả phân tích kích thước hạt trung bình thu được không phụ thuộc vào số lần xảy ra phản ứng nổ và khi tăng hiệu điện thế trong cùng một điều kiện thí nghiệm thì sự phân bố kích thước hạt trung bình giảm dần.

Liên hệ: Đào Ngọc Nhiệm

Viện Khoa học Vật liệu- Viện Khoa học và Công nghệ Việt Nam
18 Hoàng Quốc Việt, Cầu Giấy, Hà Nội.
Email: nhiemdn@ims.vast.ac.vn

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. C. Cho, Y. Kinemuchi, H. Suematsu, W. Jiang, K. Yatsui. Jpn. J. Appl. Phys., 42, 1763 (2003).
2. C. Cho, K. Murai, T. Suzuki, H. Suematsu, W. Jiang, K. Yatsui, IEEE. Trans. Plasma Sci. 32. 2062 (2004).
3. Chuhyun Cho, Young-wook Choi, Weihua Jiang, J. Korean Phys. Soc., 47, 987 (2005).
4. Yu. A. Kotov, E. I. Azarkevich, I. V. Bektov, T. M. Demina, A. M. Murzakaev, and O. M. Samatov. Key Eng. Mater., 132 - 136, 173 (1997).
5. C. Cho, Y. Kinemuchi, H. Suematsu, W. Jiang, and K. Yatsui. Jpn. J. Appl. Phys., Part 1, 42, 1763 (2003).
6. C. Cho, K. Murai, T. Suzuki, H. Suematsu, W. Jiang, and K. Yatsui. Trans. Mater. Res. Soc. Jpn. 28, 1187 (2003).
7. C. Cho, Y. Choi, and W. Jiang. J. Korean Phys. Soc, 47, 987 (2005).
8. C. Cho, S. Park, Y. Choi, and B. Kim, Surf. Coat. Technol., 201, 4847 (2007).
9. S. A. Pikuz, T. A. Shelkovenko, D. B. Sinars, J. B. Greenly, Y. S. Dimant, and D. A. Hammer. Phys. Rev. Lett., 83, 4313 (1999).
10. G. S. Sarkisov, B. S. Bauer, and J. S. De Groot. JETP Lett., 73, 69 (2001).