

ẢNH HƯỞNG CỦA MỘT SỐ YẾU TỐ ĐẾN KÍCH THƯỚC HẠT NANO SẮT ĐƯỢC TỔNG HỢP BẰNG PHƯƠNG PHÁP NỔ

Đào Ngọc Nhiệm¹, Dương Thị Lịm²

¹*Viện Khoa học Vật liệu, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam*

²*Viện Địa lý, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam*

Đến Tòa soạn 25-2-2014

Abstract

The technology of wire explosion (WEE) has been used to produce nanopowder. A new concept was proposed to produce nanopowder, which is wire explosion in liquid media. Effects of the particles size of iron nanopowder by the WEE such as iron wire diameter, voltage and reaction times were investigated and discussed. The results showed that the distribution of average particle of iron nanopowder decreased when the voltage increased. The same experimental conditions while Fe wire diameter increased from 0.1 mm to 0.3 mm, then the distribution of the average particle size of iron increased from 0.1989 μm to 0.2241 μm .

Keywords: Iron nanopowder, technology of wire explosion, liquid medium.

1. MỞ ĐẦU

Sắt là kim loại màu xám, mềm, trọng lượng riêng 7,86 g/cm³, trong không khí dễ bị oxi hóa thành sắt oxit [1]. Sắt được sử dụng nhiều nhất chiếm 95% tổng khối lượng kim loại trên toàn thế giới. Một số đặc tính ưu việt của Fe về khả năng chịu lực, độ cứng nên chúng được ứng dụng trong nhiều lĩnh vực như: Công nghệ sản xuất ô tô, thân tàu thủy, công trình xây dựng, xúc tác,... [2, 3]. Trong vài thập niên trở lại đây, Công nghệ nano đã được nghiên cứu phát triển một cách mạnh mẽ bởi các nhà khoa học. Fe được điều chế bằng nhiều cách khác nhau như: khử các oxit sắt bằng khí H₂ hoặc CO, điện phân từ dung dịch muối sunfat, ... [1, 3] Trong bài báo này, chúng tôi trình bày kết quả khảo sát một số yếu tố ảnh hưởng đến quá trình tổng hợp nano Fe bằng phương pháp WEE. WEE là một phương pháp mới để tổng hợp các vật liệu có kích thước nanomet [4-10], 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.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Hóa chất, dụng cụ và thiết bị

- Dây Fe 99,9 % có đường kính từ 0,1 mm đến

0,3 mm (Hàn Quốc).

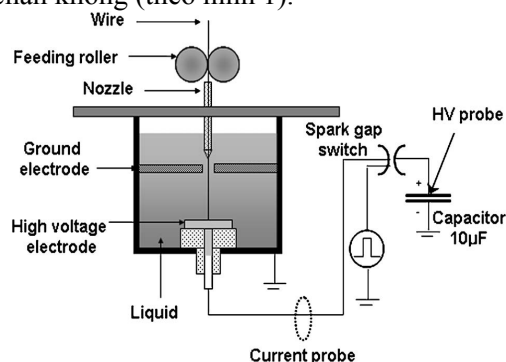
- Máy hút chân không, máy rung siêu âm (Nhật Bản).

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

- Bình phản ứng dung tích 5 lít, nước khử ion và một số dụng cụ thí nghiệm khác.

2.2. Quy trình chế tạo

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



Hình 1: Sơ đồ hệ thống tổng hợp nano Fe bằng phương pháp WEE

2.3. Phương pháp nghiên cứu

- Xác định sự phân bố kích thước hạt trung bình trên máy Fpar - 1000 particles analyzer của Hãng Orsuka electronic Co. LTD (Nhật Bản).

- Giảm đồ nhiễu xạ Ronghen được thực hiện trên máy Siemens D-5000 (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 truyền qua (TEM) (Nhật Bản).

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Nghiên cứu ảnh hưởng của đường kính dây sắt và hiệu điện thế đến sự phân bố kích thước hạt trung bình

Các thí nghiệm được tổng hợp theo sơ đồ hình 1 với đường kính dây Fe thay đổi từ 0,1 mm đến 0,3 mm và hiệu điện thế thay đổi từ 500 V đến 3000 V trong dung dịch nước khử ion. Các mẫu thí nghiệm (sau 20 lần nổ) được đem phân tích sự phân bố kích

thước hạt trung bình trên máy Fpar - 1000 particles analyzer. Kết quả phân tích được ghi lại ở bảng 1.

Từ kết quả bảng 1 cho thấy phản ứng nổ bắt đầu xảy ra đối với đường kính dây Fe 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. Trong cùng điều kiện thí nghiệm khi đường kính dây Fe tăng từ 0,1 mm đến 0,3 mm thì sự phân bố kích thước hạt trung bình cũng tăng từ 0,1989 μm đến 0,2241 μm điều này tương tự như khi nghiên cứu tổng hợp nano bạc bằng phương pháp nổ [4].

Khi hiệu điện thế tăng thì sự phân bố kích thước hạt trung bình giảm: Đối với dây Fe có đường kính 0,1mm khi hiệu điện thế tăng từ 1000 V đến 3000 V thì sự phân bố kích thước hạt trung bình giảm dần từ 0,2115 μm đến 0,1651 μm ; đối với dây Fe có đường kính 0,2 mm khi hiệu điện thế tăng từ 1500 V đến 3000 V thì sự phân bố kích thước hạt trung bình giảm dần từ 0,2192 μm đến 0,875 μm và đối với dây Fe có đường kính 0,3 mm khi hiệu điện thế tăng từ 2000 V đến 3000 V thì sự phân bố kích thước hạt trung bình giảm dần từ 0,2241 μm đến 0,1962 μm .

Bảng 1 : Ảnh hưởng của đường kính dây sắt và hiệu điện thế đến sự phân bố kích thước hạt

Hiệu điện thế (V)	500	1000	1500	2000	2500	3000
Đường kính dây Fe (Φ_{Fe}), (mm)	0,1					
Phản ứng nổ	-	+	+	+	+	+
Sự phân bố kích thước hạt trung bình (D_{tb}) (μm)	-	0,2115	0,2067	0,1989	0,1753	0,1651
Φ_{Fe} (mm)	0,2					
Phản ứng nổ	-	-	+	+	+	+
D_{tb} (μm)	-	-	0,2192	0,2047	0,1988	0,1875
Φ_{Fe} (mm)	0,3					
Phản ứng nổ	-	-	-	+	+	+
D_{tb} (μm)	-	-	-	0,2241	0,2045	0,1962

+ : có phản ứng xảy ra ; - : không có phản ứng xảy ra.

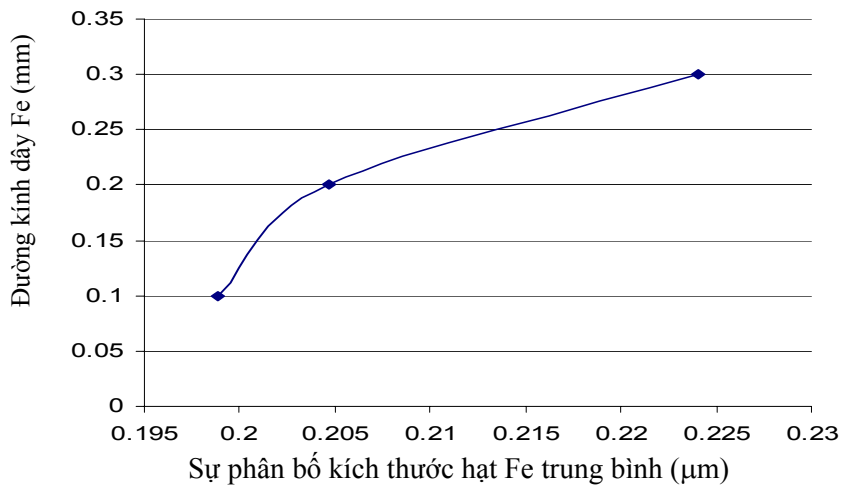
3.2. Nghiên cứu ảnh hưởng của số lần phản ứng nổ đến sự phân bố kích thước hạt trung bình

Các thí nghiệm được tiến hành tương tự như phần trên với đường kính dây Fe thay đổi từ 0,1 mm đến 0,3 mm, hiệu điện thế 2000 V, trong dung dịch nước khử ion. Số lần phản ứng nổ xảy ra được đặt tự động thay đổi từ 5 đến 30 lần. Kết quả phân tích kích thước hạt trung bình của các mẫu thí nghiệm được ghi lại ở bảng 2 và hình 2.

Qua bảng 2 cho thấy kích thước hạt bắt đầu xác định được (có thể do khối lượng Fe nano tạo ra chưa đủ để phân tích) đối với đường kính dây Fe 0,1 mm ≥ 20 lần; đối với đường kính dây Fe 0,2 mm ≥ 15 lần; đối với đường kính dây Fe 0,3 mm ≥ 10 lần. Trong cùng điều kiện thí nghiệm kết quả phân tích sự phân bố kích thước hạt trung bình thu ít phụ thuộc vào số lần xảy ra phản ứng nổ (tức là Fe nano thu được gần như đồng nhất). Khi đường kính dây Fe tăng từ 0,1 mm đến 0,3 mm thì sự phân bố hạt cũng tăng dần từ 0,1989 μm đến 0,2241 μm .

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

Số lần phản ứng	5	10	15	20	25	30
Φ_{Fe} (mm)	0,1					
D_{tb} (μm)	-	-	-	0,1989	0,2015	0,2036
Φ_{Fe} (mm)	0,2					
D_{tb} (μm)	-	-	0,2029	0,2047	0,2059	0,2073
Φ_{Fe} (mm)	0,3					
D_{tb} (μm)	-	0,2061	0,2235	0,2241	0,2255	0,2287



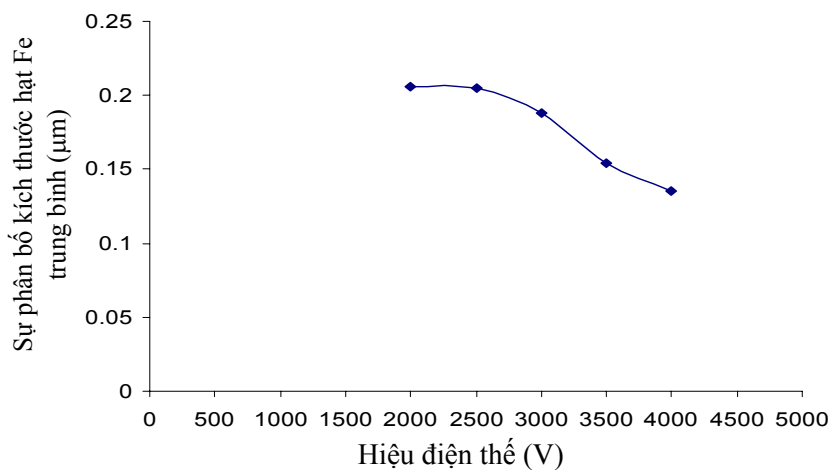
Hình 2: Ảnh hưởng của đường kính dây đến sự phân bố kích thước hạt trung bình

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

Fe 0,3 mm với số lần xảy ra phản ứng nổ là 10, hiệu điện thế thay đổi từ 2000 V đến 4000 V.

Mẫu được tổng hợp ở điều kiện đường kính dây

Các mẫu được đem phân tích sự phân bố hạt trung bình. Kết quả được biểu diễn ở hình 3.



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

Từ hình 3 cho thấy, trong cùng một điều kiện thí nghiệm khi tăng hiệu điện thế từ 2000 V đến 4000 V thì sự phân bố kích thước hạt trung bình giảm dần từ 0,2061 μm đến 0,1355 μm . Điều này có thể khi hiệu điện thế cao thì quá trình xảy ra phản ứng nổ xảy ra nhanh hơn và mãnh liệt hơn làm cho quá trình phân

tách các hạt tốt hơn.

3.4. Xác định cấu trúc pha và kích thước hạt của Fe nano tổng hợp bằng phương pháp WEE

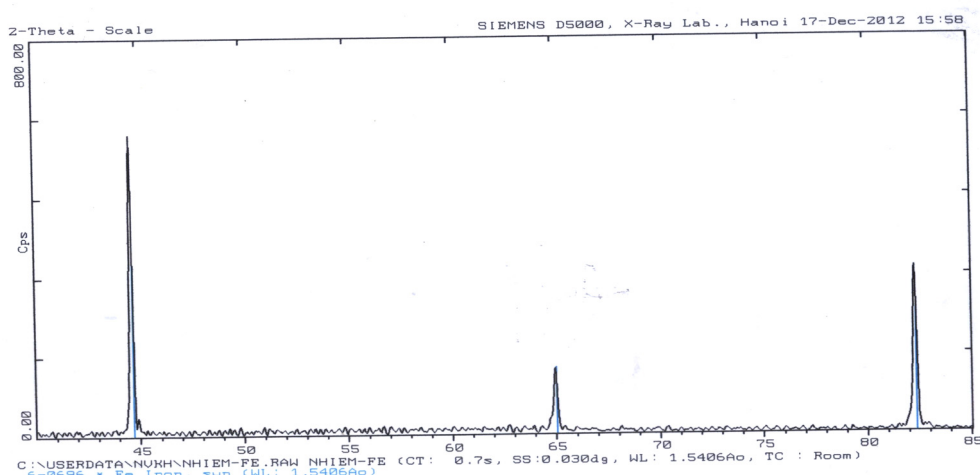
Theo khảo sát ở trên mẫu điều chế với đường

kính dây Fe là 0,3 mm, hiệu điện thế 2000 V với số lần phản ứng là 10. Mẫu được đem xác định cấu trúc, hình thái học và sự phân bố kích thước hạt trung bình. Kết quả phân tích thành phần cấu trúc pha, kích thước hạt được biểu diễn ở hình 4, 5 và 6.

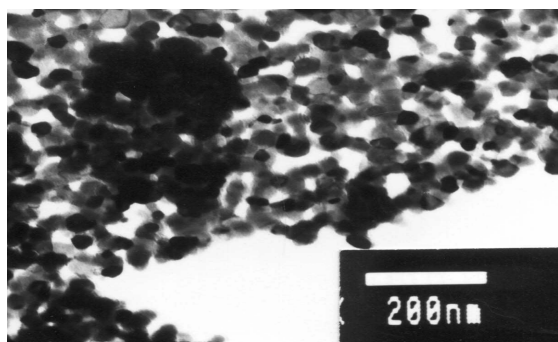
Qua giản đồ nhiễu xạ tia X (hình 4) cho thấy, mẫu tổng hợp bằng phương pháp WEE thu được là đơn pha Fe với kích thước hạt đồng nhất có kích thước hạt < 50 nm (hình 5).

Mẫu Fe nano tổng hợp bằng phương pháp WEE được đem phân tích, xác định sự phân bố kích thước

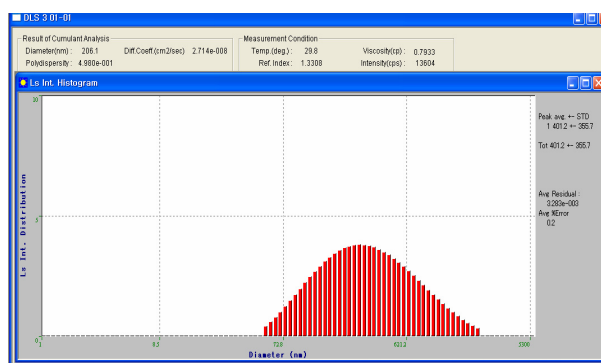
hạt trung bình trên máy Fpar - 1000 particles analyzer có $D_{tb} = 0,2061 \mu\text{m}$ (hình 6). Kết quả này rất khác biệt với kết quả phân tích kích thước hạt bằng TEM (< 50 nm). Điều này có thể là do các hạt Fe nano có tính chất từ cho nên các hạt Fe nano khi được hình thành rất dễ co cụm tạo thành đám hạt (hình 5). Tức là môi trường phân tán các hạt Fe nano được tổng hợp bằng phương pháp WEE chưa tốt do đó trong các nghiên cứu tiếp theo chúng tôi sẽ khảo sát chi tiết dung môi để phân tán tốt các hạt Fe nano.



Hình 4: Giản đồ nhiễu xạ tia X của Fe nano được tổng hợp bằng phương pháp WEE



Hình 5: Ảnh TEM của Fe nano được tổng hợp bằng phương pháp WEE



Hình 6: Sự phân bố kích thước hạt trung bình của Fe nano được tổng hợp bằng phương pháp WEE

4. KẾT LUẬN

- Đã khảo sát một số điều kiện để tổng hợp nano Fe < 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 Fe 0,1 mm; ≥ 1500 V đối với đường kính dây Fe 0,2 mm; ≥ 2000 V đối với đường kính dây Fe 0,3 mm.

- Kích thước hạt bắt đầu xác định được đối với đường kính dây Fe 0,1 mm ≥ 20 lần; đối với đường

kính dây Fe 0,2 mm ≥ 15 lần; đối với đường kính dây Fe 0,3 mm ≥ 10 lần.

- Trong cùng điều kiện thí nghiệm, kết quả phân tích kích thước hạt trung bình thu được ít phụ thuộc vào số lần xảy ra phản ứng nổ. Khi tăng hiệu điện thế trong cùng một điều kiện thí nghiệm thì sự phân bố kích thước hạt trung bình giảm dần và khi tăng đường kính dây Fe thì sự phân bố kích thước hạt trung bình cũng tăng theo.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Iu.V. Kariakin và I. I. Angelôv. *Hóa chất tinh khiết* (Lê Chí Kiên và cộng sự dịch), Nxb. Khoa học và Kỹ thuật, Hà Nội, 734-736 (1976).
2. M. J. Pitkethly, *Nanotoday*, **7(20)** (2004).
3. D. L. Leslie-Pelecky, et al. *Nanobiomagnetics, in Advanced Magnetic Nanostructures*, Editors (2005).
4. Đào Ngọc Nhiệm, Sangsun Yang. *Tổng hợp nano bạc bằng phương pháp nổ*, Tạp chí Hóa học, **49(3)**, 265-268 (2011).
5. C. Cho, Y. Kinemuchi, H. Suematsu, W. Jiang, K. Yatsui, *Jpn. J. Appl.Phys.*, **42**, 1763 (2003).
6. C. Cho, K. Murai, T. Suzuki, H. Suematsu, W. Jiang, K. Yatsui. *IEEE. Trans. Plasma Sci.*, **32**, 2062 (2004).
7. Chuhyun Cho, Young-wook Choi, Weihua Jiang. *J. Korean Phys. Soc.*, **47**, 987 (2005).
8. Yu. A. Kotov, E. I. Azarkevich, I. V. Beketov, T. M. Demina, A. M. Murzakaev, and O. M. Samatov. *Key Eng. Mater.*, **173**, 132-136 (1997).
9. C. Cho, Y. Kinemuchi, H. Suematsu, W. Jiang, and K. Yatsui. *Jpn. J. Appl.Phys., Part 1*, **42**, 1763 (2003).
10. C. Cho, K. Murai, T. Suzuki, H. Suematsu, W. Jiang, and K. Yatsui. *Trans. Mater. Res. Soc. Jpn.*, **28**, 1187 (2003).

Liên hệ: Đào Ngọc Nhiệm

Viện Khoa học vật liệu,
Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam
18 Hoàng Quốc Việt, Cầu Giấy, Hà Nội
Email: nhieumni@ims.vast.vn; Điện thoại: 0466747816.