

ФИЗИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ДИСПЕРГИРОВАНИЯ УГЛЕРОДА В ТЕРМОВАКУУМНОЙ УСТАНОВКЕ

В.А. Кутовой, Д.Г. Малыхин, А.С. Кальченко, Р.Л. Василенко

*Национальный научный центр "Харьковский физико-технический институт".
ул. Академическая, 1, Харьков, 61108, Украина.
Tel.: +38 057 349 10 82. e-mail: kutovoy@kipt.kharkov.ua*

На основании объединения процесса вакуумирования и скоростного термического нагревания осуществлена научно-техническая разработка экологически чистого, высокопроизводительного термовакуумного метода непрерывного производства нанодисперсного углерода. Проведен анализ физических процессов, которые в термовакуумной установке воздействуют на углеродный материал – крупнодисперсный порошок графита марки С1. При исследовании структурного состава графита в исходном состоянии и обработанного в термовакуумной установке использован рентгено-структурный анализ и электронная микроскопия.

Результаты рентгеноструктурного анализа показали, что исходный графит марки С1 имеет две известные структурные модификации: гексагональную с периодами решётки $a = 0.2461 \pm 0.0002$, $c = 0.6705 \pm 0.0007$ нм и ромбоэдрическую с содержанием порядка 30% – с периодами $a = 0.2461 \pm 0.0001$ и $c = 1.003 \pm 0.0002$ нм (полуторный период основной структуры графита). В графите, обработанном в термовакуумной установке, дополнительно обнаружена сверхструктурная ромбоэдрическая фаза – порядка процентов либо долей процента – с периодами $a = 0.492 \pm 0.0001$ и $c = 1.003 \pm 0.0002$ нм. Примерно в таком же количестве обнаружена также фаза с моноклинной структурой и с параметрами $a = 0.6075 \pm 0.0001$; $b = 0.4477 \pm 0.0002$; $c = 0.4913 \pm 0.0003$ нм; $\beta = 99.6 \pm 0.1^\circ$. Результаты анализа и расчётов в целом согласуются с ПЭМ-снимками обратной решётки обработанного графита. В итоге показано, что на углерод в термовакуумной установке комплексно воздействуют тепловые, деформационные, ионизационные эффекты, что позволяет значительно ускорить процесс получения нанодисперсного углеродного материала с новыми физико-химическими и механическими свойствами. Полученные результаты могут найти широкое применение для промышленного производства нанодисперсных материалов.

Введение

Интенсификация производственных процессов, а также решение проблем энерго- и ресурсосбережения при получении нанодисперсных материалов в последнее время приобретает все более важное значение. Для совершенствования производственного цикла диспергирования используют, в частности, совмещение нескольких технологических процессов в одной установке, что приводит к интенсификации производственного процесса и к снижению капитальных затрат. Существуют установки, в которых применяют одновременно механический процесс измельчения и сушку. [1]. При этом в качестве сушильного агента используют предварительно подогретый воздух, что значительно повышает энергозатраты технологического процесса. Из анализа способов тонкого помола материалов, установлено, что наиболее рациональным способом помола является комбинация ударных нагрузок и стирания. [2, 3]. Ударные нагрузки

способствуют разрушению структуры материалов, а стирающие нагрузки, которые действуют в поле интенсивных турбулентных потоков, приводят к деструкции материала.

В настоящее во всем мире большое внимание уделяется методам получения углеродных наноструктур, изучению их свойств и использованию в промышленном производстве. [4 – 7].

Целью представленной работы является исследование состояния графита, обработанного в термовакуумной установке, созданной для диспергирования материалов, а также проведение анализа сопутствующих физических процессов, позволяющих эффективным способом производить диспергирование и получать нанодисперсный углерод за короткий промежуток времени.

Термовакуумная установка для диспергирования углеродного материала

На основании проведенных теоретических и экспериментальных исследований разработан термовакуумный энергоэффективный метод непрерывного диспергирования углеродного материала. Предлагаемый метод основан на принципе объединения быстрого процесса вакуумирования и теплового нагрева при непосредственном контакте поверхностного слоя углерода с нагретой внутренней поверхностью спирального полового нагревателя, что обеспечивает мгновенное нагревание частиц поверхностного слоя материала в вакууме до заданной температуры. Соприкосновение углерода с нагретой стенкой нагревателя вызывает теплопередачу от стенки нагревателя к поверхностному слою материала, а пониженное давление внутри нагревательного элемента позволяет измельчать материал слой за слоем при температуре существенно ниже температуры чем при атмосферном давлении.

Термовакуумная установка (ТУ) непрерывного диспергирования приведена на рис. 1. [8].

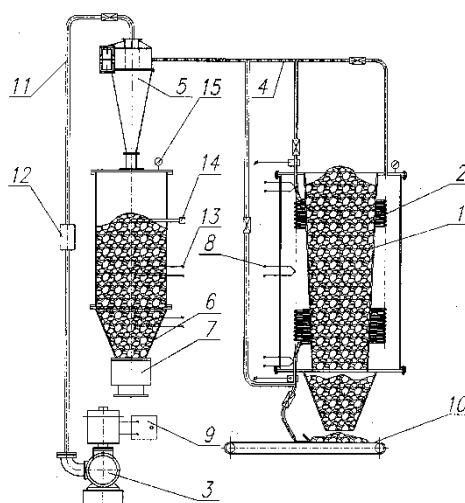


Рис. 1. Схема термовакуумной установки

Установка состоит из питательного бункера (1), полового нагревателя, (2), вакуумного насоса (3), трубопроводов (4, 11), циклона (5), приемника высушенного сырья (6), шлюзового затвора (7). Имеет термодатчики (8, 13), пульт управления (9), транспортер (10), фильтр (12), датчик уровня высушенного сырья (14), вакуумметр (15).

Такая конструкция установки обеспечивает высокопроизводительную непрерывное диспергирование материала в пространстве термоизолированном от внешней среды.

Анализ закономерностей тепло-массо-обменных процессов в термовакуумной установке

Исследуемый материал вместе с воздухом поступает в нижнюю часть полого нагревательного элемента (2) (рис. 1), который имеет форму спирали и находится в нем 14...20 секунд. Среднее давление в полости нагревательного спирального элемента составляет 430 мм рт. ст. На дисперсный материал, движущегося в полости нагревательного элемента по спиральному каналу (рис.1), действует центробежная сила F

$$F = \frac{m \cdot v^2}{R}, \quad (1)$$

где m – масса частички дисперсного материала, кг; v – скорость движения частички дисперсного материала в полости спирального нагревательного элемента, м/с; R – радиус спирали нагревательного элемента, м.

Центробежная сила прижимает частички дисперсного материала к стенке нагревательного элемента. Между поверхностной плоскостью частиц материала и стенкой нагревателя образуется контакт, что позволяет максимально использовать тепло нагревательного элемента. Происходит мгновенный процесс передачи тепловой энергии от стенки нагревателя к поверхностному слою дисперсного материала. [9]. Элемент поверхности dS (м^2) дисперсного материала получает мощный поток тепловой энергии dQ (Дж) с температурой T (К) за короткий промежуток времени $\Delta\tau$ (с) при коэффициенте теплопередачи α , ($\text{Вт}/\text{м}^2 \cdot \text{К}$).

$$dQ = \alpha \cdot T \cdot \Delta\tau \cdot dS \quad (2)$$

Тепловое сопротивление R_c поверхностного слоя определяет толщину проникновения тепловой энергии внутрь дисперсного материала.

$$l = R_c \cdot dS \cdot \lambda, \quad (3)$$

где l - толщина проникновения тепловой энергии внутрь поверхностного слоя тела, м; R_c – тепловое сопротивление поверхностного слоя, К/Вт; λ – коэффициент теплопроводности материала, $\text{Вт}/\text{м} \cdot \text{К}$;

Подставив значение dS из выражения (2) в выражение (3), получим толщину проникновения тепловой энергии dQ внутрь поверхностного слоя дисперсного материала, которая способствует увеличению температуры T за определенный промежуток времени $\Delta\tau$.

$$l = \frac{R_c \cdot \lambda \cdot dQ}{\alpha \cdot T \cdot \Delta\tau}. \quad (4)$$

Температура (T) внутри поверхностного слоя дисперсного материала в момент соприкосновения к стенке нагревателя становится выше температуры (T_1) испарения влаги, которая находится в дисперсном материале. ($T \gg T_1$). Происходит мгновенный нагрев поверхностного слоя частички дисперсного материала. Так как в дисперсном материале присутствует влага, то начинается процесс интенсивного паровыделения в поверхностном слое при давлении (P_1) окружающей среды. Давление (P_1) в полости нагревательного элемента создает вакуумный насос 3 (рис.1). В результате интенсивного парообразования давление насыщенного пара (P_2) внутри поверхностного слоя становится значительно выше, чем на поверхности ($P_2 \gg P_1$). Таким образом, в момент

прикосновения частички дисперсного материала к горячей стенке нагревательного элемента возникает концентрация тепловой энергии в поверхностном слое, что приводит в ограниченном пространстве к образованию локального импульсного парового взрыва [10] с появлением ударной волны, внутри которой возрастает температура и давление. [11]. Происходит послойное разрушение материала.

Эффект ударной волны в диспергировании материала

При движении дисперсного материала в полости нагревательного элемента в поверхностном слое возникает источник парового взрыва, образуется локальный импульс ударной волны с мелкими частичками, которые оторвались от основной массы материала. Фронт ударной волны характеризуется чрезвычайно высокими значениями избыточного давления (P_3), высокой температурой в несколько тысяч градусов. При этом скорость волны в импульсе может достигать 2000...8000 м/с. [12]. Продолжительность ударной волны составляет 2...10 мс. [13]. Вследствие этого, отколовшиеся частички, которые находятся в непосредственной близости от ударной волны, принимают на себя мощный силовой удар, что приводит к дальнейшему их дроблению, с образованием многочисленных осколков различной формы и массы с увеличением суммарной поверхности частиц. В это же время происходит электризация частиц, причем крупные и мелкие частицы приобретают заряды противоположных знаков. [14]. Ибо напряжение статической электризации может достигать значения достаточного для отрыва электронов от атомов в результате чего происходит ионизация. Это способствует образованию новой кристаллической модификация вещества. При этом остальная масса вещества, которая расположена вне ударной волны, находится в метастабильном состоянии.

Импульсный ступок отколовшихся частичек направлен в сторону стенки нагревательного элемента. В момент достижения стенки нагревательного элемента в сфере локального импульса падающей ударной волны еще больше возрастают давление и температура. В этом случае увеличивается концентрация энергии внутри малого объема, что приводит к ударному сжатию отколовшихся частичек. Под действием ударной волны материал еще больше измельчается. В тот момент, когда падающая ударная волна начинает отражаться от стенки нагревательного элемента, между этой стенкой и отраженной волной образуется область разрежения с давлением P_4 . [15]. Воздействие мгновенного перепада давления, в нескольких МПа и высокая температура локального нагрева приводят к дальнейшему интенсивному измельчению мелкодисперсных частичек.

Из результатов исследования установлено, что изменение размера (l_B) дисперсного материала за время его прохождения внутри спирального нагревательного элемента термовакуумной установки прямо пропорционально зависит от коэффициента гидродинамических условий на его поверхности (κ); времени воздействия ударной волны (τ); давления в окружающем пространстве (P_1); температуры нагревания поверхностного слоя дисперсного материала (T); обратно пропорционально – парциальному давлению ($P_2+P_3+P_4$); плотности материала (ρ).

$$l_B = \kappa \cdot \tau \frac{P_1}{(P_2 + P_3 + P_4) \rho} T \quad (5)$$

В тот момент, когда парциальное давление (P_2+P_3) = max, $P_4 = 0$. В это время происходит интенсивное диспергирование материала. Когда $P_1 \approx (P_2+P_3)$, материал измельчается за счет трения о стенки нагревательного элемента и от соударения частиц между собой. Если парциальное давление в ударной волне (P_2+P_3)

→ min, образуется область разрежения $P_4 \rightarrow \max$. Скорость диспергирования в свою очередь зависит от температуры нагревания поверхностного слоя частиц в момент прикосновения их к нагретой поверхности – и от внутреннего состояния материала.

Результативность диспергирования в термовакуумной установке зависит от физико-химических свойств дисперсного материала: эффективности подвода тепла; давления в окружающей среде; структуры материала; теплового сопротивления поверхностного слоя материала, определяющего толщину проникновения теплового потока внутрь частиц за короткий промежуток времени, - от ударной ионизации.

На мелкодисперсные части тела углеродного материала, которые двигаются в полости нагревательного элемента термовакуумной установки, также воздействует поток теплового излучения (H), ограниченного поверхностью фронта ударной волны и от температуры стенки нагревательного элемента (T_c).

$$H = \sigma (T_{\phi}^4 + T_c^4), \quad (6)$$

где σ - постоянная Стефана - Больцмана, Вт/м²·К⁴; T_{ϕ} – температура фронта ударной волны, К; T_c - температура стенки нагревательного элемента, К.

Если мелкодисперсные частицы углерода находятся вне фронта ударной волны на них воздействует только поток теплового излучения T_c , который исходит от стенки нагревательного элемента.

Результаты исследования

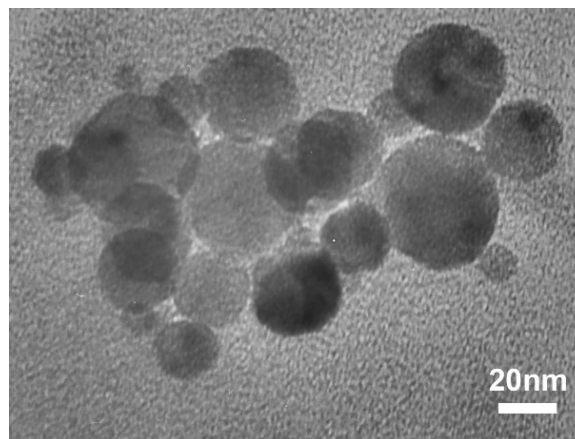
Для обработки и исследований избран графит марки С1 с размером частиц порядка 1...2 мм (рис. 2 а).

Для определения структурного состава углеродного материала, обработанного в термовакуумной установке, была использована сканирующая (СЭМ) и просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ).

При термовакуумной обработке был получен нанодисперсный материал размером (10...40) нм (рис. 2 б).



а



б

Рис. 2. Графит С1 в исходном состоянии (а) и после термовакуумной обработки (б; СЭМ-снимок).

На рис. 3 приведены ПЭМ-снимки обратной решётки термообработанного графита. Рис. 3а представляет обратную решётку частицы графита, обладающего обычной гексагональной либо ромбоэдрической решёткой с отображением её в базисной кристаллографической плоскости. Согласно рисунку, эта частица включает также

когерентную фазу с удвоенным периодом a , о чём свидетельствуют мелкие точки шестиугольного расположения в непосредственной близости к центру электронограммы. На основе графита С1 обнаружена также моноклинная модификация обратной решётки с углом $99,5^\circ$ (рис. 3 б).

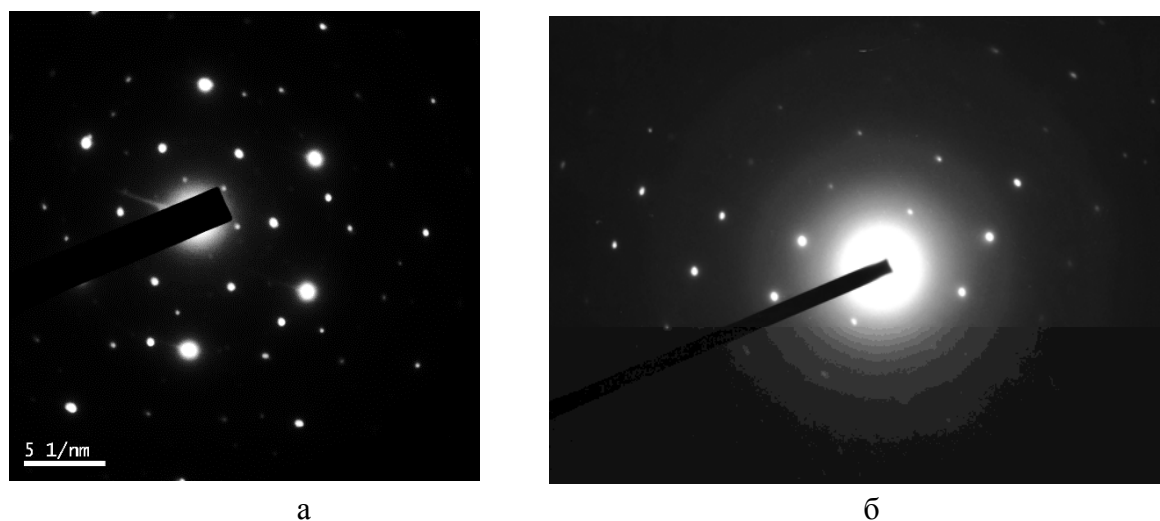


Рис. 3. Электронограммы гексагональной (*а*) и моноклинной (*б*) обратной решётки в графите С1 после термовакуумной обработки.

Из этих результатов следует, что некоторая часть обработанного графита приобрела новую модификацию.

Согласно рис. 4, в результате термовакуумной обработки графита С1 были получены нанотрубки и фуллерены диаметром порядка $1...2 \text{ нм}$.

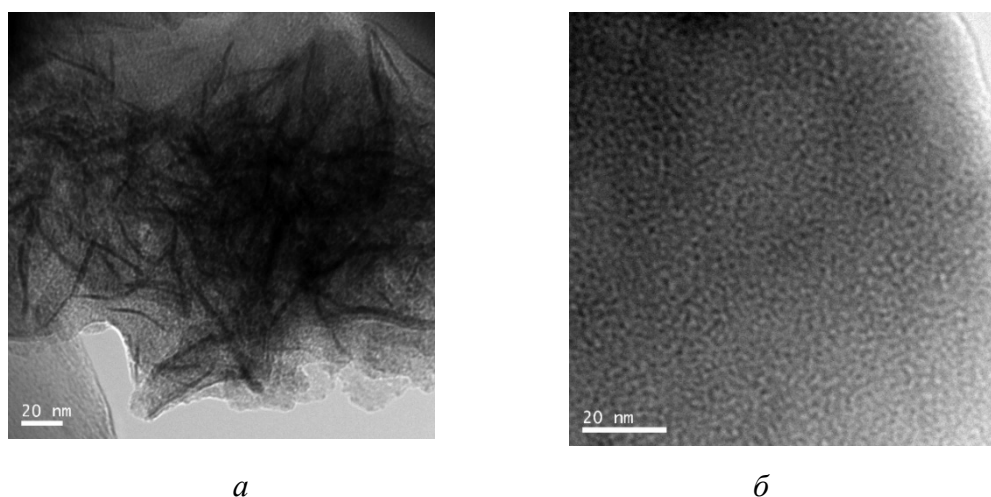
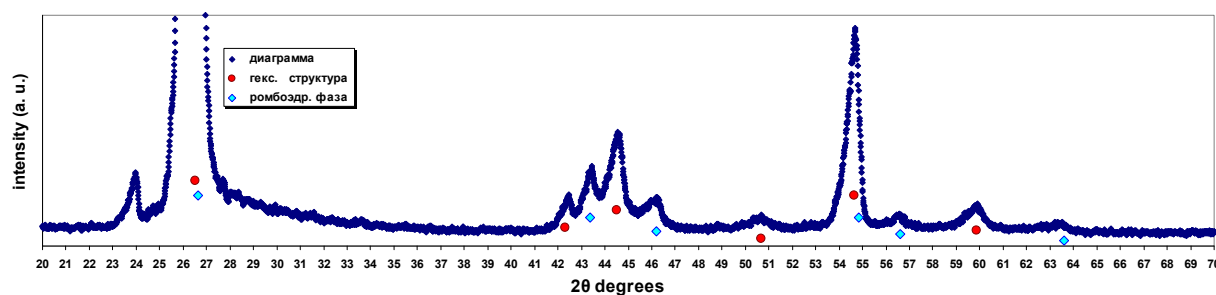


Рис. 4. ПЭМ-иллюстрация многослойных нанотрубок (*а*) и фуллеренов (*б*) в графите С1, обработанном в ТУ.

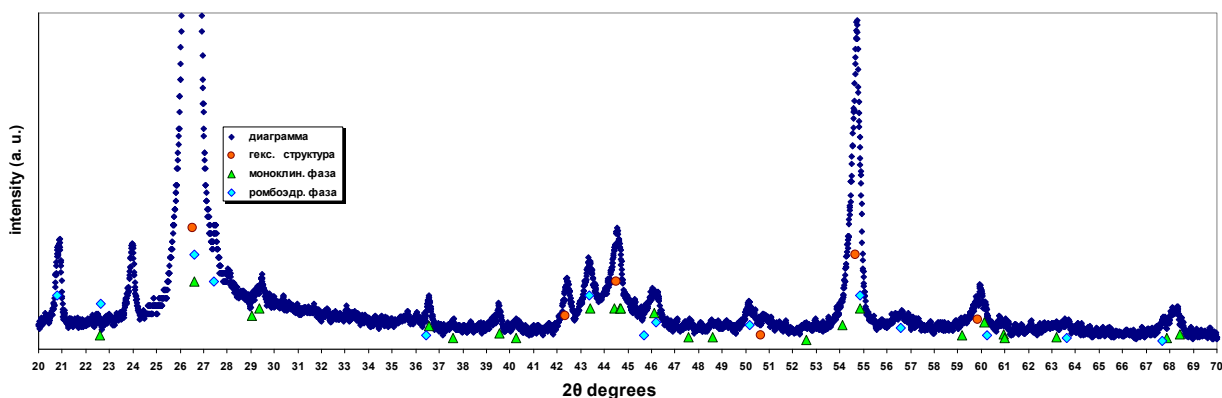
Проведены рентгеновские исследования кристаллической структуры фракций графита С1 в исходном состоянии и после термовакуумной обработки. Съёмки проведены на дифрактометре ДРОН4-07 по рентгенооптической схеме Брэгга-Брентано с пропорциональным счётчиком. В схеме съёмки использовалась пара щелей Соллера. При первичной обработке данных проводилась коррекция углов отражения путём исключения эффекта глубины отражения излучения, которая для плотного графита даёт смещение

рентгеновских линий на величины порядка долей градуса, и этот эффект усиливается при съёмках порошков с пониженной плотностью.

На рис. 5 приведены фрагменты 2θ -угловых $\text{CuK}\alpha$ -диаграмм интенсивности рентгеновских отражений графита С1 в исходном состоянии и после термовакуумной обработки. Результаты съёмок и расчётов структурных моделей продемонстрировали наличие в материале основных и дополнительных модификаций графита. Результаты расчётов отображены на рисунке значками.



а



б

Рис. 5. Фрагменты диаграмм интенсивности отражения от графита С1 в исходном (а) и обработанном состоянии (б). Значками отмечены расчётные положения линий отражения от исходных и модифицированных его фаз.

Из результатов съёмок и расчётов следует, что исходный графит состоит из двух известных компонент – фазы с гексагональной структурой с периодами $a = 0.2461 \pm 0.0002$, $c = 0.6705 \pm 0.0007$ нм, ромбоэдрической модификации с периодами $a = 0.2461 \pm 0.0001$ и $c = 1.003 \pm 0.0002$ нм (полуторный период основной структуры графита) с содержанием порядка 30%.

Таковую основу, включая процентное соотношение, имеет термообработанный графит. Дополнительно в нём обнаружена модифицированная (сверхструктурная) ромбоэдрическая фаза – порядка процентов либо долей процента – с удвоенным периодом a : $a = 0.492 \pm 0.0001$ и $c = 1.003 \pm 0.0002$ нм. Согласно рис. 3 а, эта фаза когерентна с основной модификацией графита.

Примерно в таком же количестве в термообработанном графите обнаружена фаза с моноклинной структурой – с периодами $a = 0.6075 \pm 0.0001$, $b = 0.4477 \pm 0.0002$,

$c = 0.4913 \pm 0.0003$ нм; $\beta = 99.6 \pm 0.1^\circ$. Это согласуется с ПЭМ-снимками обратной решётки, полученными на обработанном графите (рис. 3).

Результаты расчётов структур приведены в таблице. Таблица включает межплоскостные расстояния (d) и индексы отражений (по порядку): исходного графита с гексагональной и ромбоэдрической (РЭ) структурой, а также образованных в результате обработки дополнительных фаз со сверхструктурной ромбоэдрической (РЭ') и моноклинной решёткой.

Таблица. Межплоскостные расстояния (d) по результатам съёмки обработанного графита С1 и их индцирование в индексах ($hk.l$) обнаруженных фаз: гексагональной, ромбоэдрической (РЭ), модифицированной ромбоэдрической (РЭ') и моноклинной фазы.

d (нм)	Структура; ($hk.l$)				d (нм)	Структура; ($hk.l$)			
	Гекс.	РЭ	РЭ'	Моно.		Гекс.	РЭ	РЭ'	Моно.
0,4265			(10.0)		0,1537				(013)
0,3932				(1-10)	0,1535			(21.2)	
0,3925			(10.1)		0,1535				(2-22)
0,3355	(00.2)				0,1519				(400)
0,3345		(00.3)	(00.3)	(110)	0,1518				(4-10)
0,3249			(10.2)		0,1470				(113)
0,3069				(1-11)	0,1461		(20.5)		
0,3037				(200)	0,1383		(11.6)		
0,2462			(11.0)		0,1382				(222)
0,2455				(002)	0,1380				(2-31)
0,2390				(2-11)	0,1370				(410)
0,2276				(102)	0,1367				(3-22)
0,2237				(020)	0,1319	(10.4)			
0,2133	(10.0)				0,1285				(1-32)
0,2084		(10.1)	(20.1)		0,1266				(3-31)
0,2083				(1-12)	0,1260				(3-13)
0,2036				(021)	0,1258				(230)
0,2033	(10.1)				0,1257		(21.5)		
0,2026				(1-21)	0,1232	(11.0)			
0,2025				(300)	0,1231		(22.0)	(11.0)	

<i>d</i> (нм)	Структура; (<i>hk.l</i>)				<i>d</i> (нм)	Структура; (<i>hk.l</i>)			
	Гекс.	РЭ	РЭ'	Моно.		Гекс.	РЭ	РЭ'	Моно.
0,1994				(120)	0,1196				(412)
0,1983			(11.3)		0,1190		(20.7)	(10.7)	
0,1973				(3-10)	0,1189				(5-11)
0,1979				(112)	0,1179				(501)
0,1966				(2-20)	0,1160				(3-23)
0,1963		(10.2)	(20.2)		0,1156	(11.2)			(3-32)
0,1909				(202)	0,1155		(22.3)	(11.3)	
0,1872				(301)	0,1152				(5-20)
0,1816			(10.5)		0,1152				(114)
0,1800	(10.2)				0,1138				(204)
0,1739				(310)	0,1137				(421)
0,1693				(212)	0,1136	(10.5)			
0,1678	(00.4)				0,1120				(2-14)
0,1672		(00.6)	(00.6)	(220)	0,1118	(00.6)			
0,1645				(3-20)	0,1115				(330)
0,1625		(10.4)	(20.4)		0,1083		(30.6)		
0,1560				(3-21)	0,1081		(20.8)	(10.8)	
0,1544	(10.3)				0,1067	(20.0)			
0,1538				(3-12)	0,1059				(323)

Таким образом, движение углеродного материала в полости спирального нагревательного элемента термовакуумной установки приводит к его диспергированию, превращая исходный материал в нанодисперсный порошок в течение 15 с (со скоростью 8...9 гр/с) (с размерами частиц порядка 2...40 нм) с модифицированием структуры части материала.

Общая продолжительность получения нанодисперсного углерода в термовакуумной установке измеряется секундами, благодаря быстрому нагреванию и пониженному давлению окружающей среды. Для эффективного поступления углерода в термовакуумную установку необходим такой поток воздуха, который обеспечит его непрерывное продвижение внутри спирального нагревательного элемента.

Выводы

1. Установлено, что на поверхностный слой углеродного материала в термовакуумной установке сукцессионно воздействуют тепловые, деформационные, ионизационные эффекты, что значительно позволяет ускорить процесс получения нанодисперсного материала с новыми физико-химическими и механическими свойствами за короткий промежуток времени. Каждый физический процесс в термовакуумной установке имеет свой пространственно-временной цикл и необходимо учитывать только те параметры, которые соответствуют конкретному взаимодействию.

2. Если в существующих методиках для построения новой кристаллической решётки нужны сложные перестановки атомов, большие затраты энергии и продолжительное время с преодолением огромных активационных барьеров от нескольких эВ до десятков эВ, то в термовакуумной установке путём термодиффузии и за счет импульсной ударной волны в течение нескольких миллисекунд с минимальной затратой энергии возникают кристаллические модификации материалов с новыми свойствами.

3. Термовакуумный метод является прогрессивным средством получения нанодисперсных материалов.

Анализ механизмов воздействия термовакуумной обработки на исследуемый объект позволяет разработать высокоэффективный технологический процесс диспергирования материалов в промышленных масштабах. Для этого необходимо проводить научно-технические исследования и выявлять взаимосвязь между динамикой диспергирования исследуемых материалов и техническими возможностями термотехнологического оборудования.

Литература

1. *Шишков Н.И., Опарин С.А., Сорока П.И., Зражевский В.И.* Исследование совмещенных процессов измельчения и сушки в мельнице ударноотражательного действия // Матеріали V Міжнародної науково-практичної конференції “Наука і освіта – 2002”. — Том 19. — Дніпропетровськ - Донецьк. — 2002. — С. 49-50.
2. *Опарин С.А., Сорока П.Г.* Совмещенный процесс тонкого измельчения и сушки растительных отходов // Наківі проці Одеської нац. академії харчових технологій. — 2014. - Вип. 45. - Т.3 – С. 4-9.
3. *Опарин С.А., Леценко Е.В., Сорока П.И.* Расчет технологических параметров процесса измельчения в мельнице ударно-отражательного действия // Наукові праці ОНАХТ. — 2010. - №37. — С. 118-122.
4. *Михайленко А.В., Смык С.Ю., Куницкий Ю.А.* Углеродные наноструктуры: топология, получение, свойства. // Поверхность. — 2011.- Вып. 3(18). — С. 50–102.
5. *Бричка С.Я.* Природные алюмосиликатные нанотрубки: структура и свойства. // Наноструктурное материаловедение. — 2009, №2. — С. 40 - 53.
6. *Zhang. Q, Yoon S.F., Ahn J and others.* Carbon films with high density nanotubes produced using microwave plasma assisted CVD // Journal of Physics and Chemistry of Solids. — 2000, vol.61, N7. — P. 1179 - 1183.
7. *Woo Y.S., Lee N.S., Han D.Y and others.* In situ diagnosis of chemical species for the growth of carbon nanjtubes in microwawe plasmaenchanced chemical vapor deposition. // Diamond and Related Materials. — 2002, vol.11. — P. 59 - 66.
8. Пат. 81138 Україна. МПК F26B9/06. Пристрій для термовакуумного сушіння / *Кутувий В.О.* - №а200507488; заявл. 27.07.2005; опубл. 10.12.07. Бюл. №20. — 5 с.

9. Исаченко В.И., Осипова В.А., Сукомел А.С. Теплопередача. М: Энергоиздат. 1981. – 417с.
10. Буланов Н. В. Взрывное вскипание диспергированных жидкостей. Екатеринбург. 2011. – 232 с.
11. Ландау Л.Д., Лифшиц Е.Д. Гидродинамика /. — М: Физматлит. 2001. – 736 с.
12. Сысоев Н.Н., Шугаев Ф.В. Ударные волны в газах и конденсированных средах. М: Университет. 1987. – 133 с.
13. Зельдович Я.Б., Райзнер Ю.П. Физика ударных волн и высокотемпературных гидродинамических явлений. М: Наука. 1966. – 686 с.
14. Лукьянов А. Б. Физическая и коллоидная химия. М: Химия. 1988. – 288с.
15. Науменко И. А., Петровский И. Г. Ударная волна атомного взрыва. М: Воениздат. 1956. – 160 с.

References

1. Shishkov N.I., Oparin S.A., Soroka P.I., Zrazhevskij V.I. Issledovanie sovmeshhennykh processov izmelcheniya i sushki v melnice udarnootrazhatelnogo dejstviya. *Nauka i osvita*. 2002: 49. [in Russian].
2. Oparin S.A., Soroka P.G. Sovmeshhennyj process tonkogo izmelcheniya i sushki rastitelnykh otkhodov. *Nakovi proci odeskoї nac. akademii xarchovix texnologij*. 2014. **45**(3): 4. [in Russian].
3. Oparin S.A., Leshhenko E.V., Soroka P.I. Raschet texnologicheskix parametrov processa izmelcheniya v melnice udarno-otrazhatelnogo dejstviya. *Naukovi praci onaxt*. 2010. **37**: 118. [in Russian].
4. Mixajlenko A.V., Smyk S.Yu., Kunickij Yu.A.. Uglerodnye nanostruktury: topologiya, poluchenie, svojstva. *Poverxnost*. 2011. **3**(18): 50. [in Russian].
5. Brichka S.Ya. Prirodnye alyumosilikatnye nanotrubki: struktura i svojstva. *Nanostrukturnoe materialovedenie*. 2009. **2**: 40. [in Russian].
6. Zhang. Q, Yoon S.F., Ahn J and others. Carbon films with high density nanotubes produced using microwave plasma assisted CVD. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 2000. **61**(7): 1179.
7. Woo Y.S., Lee N.S., Han D.Y and others. In situ diagnosis of chemical species for the growth of carbon nanjtubes in microwawe plasmaenched chemical vapor deposition. *Diamond and Related Materials*. 2002. **11**: 59.
8. Pat. 81138 Ukraїna. mpk f26b9/06. Pristriij dlya termovakuumnogo sushinnya / Kutovij v.o. - №a200507488; zayavl. 27.07.2005; opubl. 10.12.07. **20**: 5. [in Ukrainain].
9. Isachenko V.I., Osipova V.A., Sukomel A.S. Teploperedacha. М: Energoizdat. 1981: 417. [in Russian].
10. Bulanov. N.V. Vzryvnoe vskipanie dispergirovannyx zhidkosteij. *Ekaterinburg*. 2011: 232. [in Russian].
11. Landau L.D., Lifshic E.D. Hidrodinamika. М: Fizmatlit. 2001: 736. [in Russian].
12. Sysoev N.N., Shugaev F.V. Udarnye volny v gazax i kondensirovannyx sredax. М: Universitet. 1987: 133. [in Russian].
13. Zeldovich Ya.B., Rajzner Yu.P. Fizika udarnyx voln i vysokotemperaturnyx gidrodinamicheskix yavlenij. М: Nauka. 1966; 686. [in Russian].
14. Lukyanov A. B. Fizicheskaya i kolloidnaya Chimiya. М: Chimiya. 1988: 288. [in Russian].
15. Naumenko I.A., Petrovskij I.G. Udarnaya volna atomnogo vzryva. М: Voemizdat. 1956: 160. [in Russian].

ФІЗИЧНІ АСПЕКТИ ДИСПЕРГУВАННЯ ВУГЛЕЦЮ В ТЕРМОВАКУУМНІЙ УСТАНОВЦІ

В.О. Кутовий , Д.Г. Малихін , О.С. Кальчеко , Р.Л. Василенко

*Національний науковий центр "Харківський фізико-технічний інститут",
вул. Академічна, 1, Харків, 61108, Україна
Tel.: +38 057 349 10 82. e-mail: kutovoy@kipt.kharkov.ua*

На підставі об'єднання процесу вакуумування і швидкісного термічного нагрівання здійснена науково-технічна розробка екологічно чистого, високопродуктивного термовакуумного методу безперервного виробництва нанодисперсного вуглецю. Проведено аналіз фізичних процесів, які в термовакуумній установці впливають на вуглецевий матеріал - крупнодисперсний порошок графіту марки С1. При дослідженні структурного складу графіту в початковому стані і обробленого в термовакуумній установці використаний рентгеноструктурний аналіз та електронна мікроскопія.

Результати рентгеноструктурного аналізу показали, що вихідний графіт марки С1 має дві відомі структурні модифікації: гексагональну з періодами решітки $a = 0.2461 \pm 0.0002$, $c = 0.6705 \pm 0.0007$ нм і ромбоєдричну з вмістом близько 30% - з періодами: $a = 0.2461 \pm 0.0001$ і $c = 1.003 \pm 0.0002$ нм (полуторний період основної структури графіту). У графіті, обробленому в термовакуумній установці, додатково виявлено зверхструктурну ромбоєдричну фазу - близько відсотка або часток відсотка - з періодами: $a = 0.492 \pm 0.0001$ і $c = 1.003 \pm 0.0002$ нм. Приблизно в такій же кількості виявлена також фаза з моноклінною структурою з параметрами: $a = 0.6075 \pm 0.0001$, $b = 0.4477 \pm 0.0002$, $c = 0.4913 \pm 0.0003$ нм; $\beta = 99.6 \pm 0.1^\circ$. Результати аналізу і розрахунків у цілому узгоджуються з ПЕМ-знімками оберненої решітки обробленого графіту. В результаті показано, що на вуглець у термовакуумній установці комплексно впливають теплові, деформаційні, іонізаційні ефекти, що дозволяє значно пришвидчити процес отримання нанодисперсного вуглецевого матеріалу з новими фізико-хімічними і механічними властивостями. Отримані результати можуть знайти широке застосування для промислового виробництва нанодисперсних матеріалів.

PHYSICAL ASPECTS OF CARBON DISPERSION IN A THERMO-VACUUM INSTALLATION

V.A. Kutovyi, D.G. Malykhin, A.S. Kalchenko, R.L. Vasilenko

*National Science Center "Kharkov Institute of Physics and Technology"
1, Akademicheskaya Str., Kharkov, 61108, Ukraine, e-mail: kutovoy@kipt.kharkov.ua*

Based on the combination of the vacuuming and high-speed thermal heating, the scientific and technical development of the high-performance thermo-vacuum method, which is an environmentally friendly process, was carried out with the continuous production of nanodispersed carbon. An analysis of the physical processes that affect a carbon material – a coarse-grained powder of graphite grade C1 – in a thermo-vacuum installation has been carried

out. In the study of the structural composition of the graphite in initial state and processed in a thermo-vacuum installation, X-ray diffraction analysis and electron microscopy were used.

The results of X-ray analysis showed that the original C1 grade graphite has two known modifications: hexagonal structure with lattice periods $a = 0.2461 \pm 0.0002$, $c = 0.6705 \pm 0.0007$ nm, and about 30% of rhombohedral structure with periods $a = 0.2461 \pm 0.0001$ and $c = 1.003 \pm 0.0002$ nm (one and a half period of the main structure of graphite). In graphite treated in a thermo-vacuum installation, a superstructural rhombohedral phase – of the order of percent or fractions of a percent – with periods $a = 0.492 \pm 0.0001$ and $c = 1.003 \pm 0.0002$ nm was additionally detected. A phase with a monoclinic structure and with parameters $a = 0.6075 \pm 0.0001$, $b = 0.4477 \pm 0.0002$, $c = 0.4913 \pm 0.0003$ nm, and $\beta = 99.6 \pm 0.1^\circ$ is also detected approximately with the same amount.

The results of analysis and calculations are generally consistent with TEM images of the reciprocal lattice of processed graphite. As a result, it was shown that in a thermal vacuum installation, carbon undergoes a complex effect of heating, deformation, and ionization, which can significantly accelerate the process of obtaining nanodispersed carbon material with new physicochemical and mechanical properties. The results can be widely used for the industrial production of nanostructural materials.