



**А.П. Ильин, А.В. Коршунов,  
Д.О. Перевезенцева, Л.О. Роот**

**ДИАГНОСТИКА  
НАНОПОРОШКОВ  
И НАНОМАТЕРИАЛОВ**

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

---

**А.П. Ильин, А.В. Коршунов,  
Д.О. Перевезенцева, Л.О. Роот**

## **ДИАГНОСТИКА НАНОПОРОШКОВ И НАНОМАТЕРИАЛОВ**

*Рекомендовано в качестве учебного пособия  
Редакционно-издательским советом  
Томского политехнического университета*

2-е издание

Издательство  
Томского политехнического университета  
2013

УДК 621.762(075.8)+620.22.(075.8)

ББК 34.39я73

И46

**Ильин А.П.**

И46      **Диагностика нанопорошков и наноматериалов: учебное пособие / А.П. Ильин, А.В. Коршунов, Д.О. Перевезенцева, Л.О. Роот; Томский политехнический университет. – 2-е изд. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2013. – 249 с.**

Пособие посвящено методам физико-химического анализа нанопорошков и наноматериалов. На основе экспериментальных данных впервые показаны особенности диагностики нанопорошков с помощью традиционных методов. Пособие содержит ряд оригинальных методик, разработанных в НИИ высоких напряжений и в Томском политехническом университете.

Предназначено для студентов старших курсов, магистрантов, аспирантов и специалистов в области диагностики нанопорошков и наноматериалов, а также для специалистов в области физики конденсированного состояния вещества.

УДК 621.762(075.8)+620.22.(075.8)

ББК 34.39я73

#### *Рецензенты*

Доктор физико-математических наук, профессор  
заведующий кафедрой динамики полета ТГУ

*В.И. Биматов*

Доктор химических наук, профессор  
кафедры химии и методики обучения химии ТГУ

*С.В. Ковалева*

© Томский политехнический университет,  
2008

© Ильин А.П., Коршунов А.В.,  
Перевезенцева Д.О., Роот Л.О., 2008

© Оформление. Издательство Томского  
политехнического университета, 2013

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ .....	7
СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ .....	8
ОСНОВНЫЕ ТЕРМИНЫ .....	9
ВВЕДЕНИЕ .....	11
Глава 1. ОСОБЕННОСТИ НАНОСТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ .....	13
1.1. Методы получения нанопорошков и наноматериалов .....	13
1.2. Структурные и субструктурные особенности, рентгеновская плотность электровзрывных нанопорошков .....	18
1.3. Структурно-энергетическое состояние нанопорошка алюминия .....	28
1.4. Структурный и размерный факторы в физико-химии малых частиц .....	31
1.4.1. Структурное состояние частиц, полученных с помощью электрического взрыва проводников ....	32
1.4.2. Избыточная энергия малых частиц и порошков .....	33
Вопросы и задания к главе 1 .....	34
Список литературы к главе 1 .....	35
Глава 2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НАНОПОРОШКОВ И НАНОМАТЕРИАЛОВ .....	39
2.1. Пикнометрические методы определения плотности .....	39
2.2. Определение насыпной плотности .....	44
2.3. Определение плотности утряски .....	46
2.4. Методы измерения текучести .....	48
2.5. Методы определения формы и среднего размера .....	50
2.5.1. Распределение частиц по условному диаметру .....	52
2.5.2. Рентгеновские методы исследования .....	53
2.6. Методы определения полной удельной поверхности ультрадисперсных сред .....	54
2.7. Определение угла естественного откоса .....	57
2.8. Измерение угла обрушения .....	59
2.9. Определение коэффициентов внутреннего и внешнего трения .....	61
2.10. Испытание микротвердости частиц .....	65
2.11. Испытание порошков на слипаемость .....	71
2.12. Методы оценки прессуемости .....	77
2.13. Испытания на спекаемость .....	81

2.1.4. Окисление нанопорошков алюминия параами воды .....	82
Вопросы и задания к главе 2 .....	87
Список литературы к главе 2 .....	88
<b>Глава 3 ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА СТРУКТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК НАНОПОРОШКОВ И НАНОМАТЕРИАЛОВ .....</b>	<b>89</b>
3.1. Дифракционные методы .....	90
3.1.1. Рентгенография .....	90
3.1.2. Дифракция нейтронов .....	91
3.1.3. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ .....	92
3.1.4. Расширенное поглощение рентгеновских лучей .....	94
3.2. Фотоэлектронная спектроскопия .....	94
3.3. Электронная микроскопия .....	94
3.3.1. Просвечивающая электронная микроскопия .....	95
3.3.2. Растровая электронная микроскопия .....	95
3.4. Туннельная микроскопия .....	96
3.5. Электронный парамагнитный резонанс .....	100
3.6. Рентгенофлуоресцентная спектроскопия .....	101
3.7. Сравнение спектральных методов анализа элементов .....	102
Вопросы и задания к главе 3 .....	104
Список литературы к главе 3 .....	105
<b>Глава 4 МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА НАНОПОРОШКОВ И НАНОМАТЕРИАЛОВ .....</b>	<b>106</b>
4.1. Спектры поглощения и спектры отражения, виды оптической спектроскопии .....	107
4.2. Инфракрасная спектроскопия .....	112
4.3. Атомно-эмиссионная спектроскопия .....	115
4.4. Нейтронно-активационный анализ .....	118
4.5. Масс-спектрометрия .....	121
4.6. Термический анализ .....	123
4.6.1. Дифференциально-термический анализ .....	123
4.6.2. Термогравиметрия .....	123
4.7. Калориметрия .....	124
4.8. Вольтамперометрия и полярография .....	126
4.9. Потенциометрия .....	131
Вопросы и задания к главе 4 .....	134
Список литературы к главе 4 .....	135
<b>Глава 5 ОРИГИНАЛЬНЫЕ МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОПОРОШКОВ И НАНОМАТЕРИАЛОВ .....</b>	<b>137</b>
5.1. Термоактивационная спектроскопия нанопорошков $Al_2O_3(Al)$ и $AlN(Al)$ .....	137
5.2. Параметры активности .....	141

5.3. Экспрессная методика определения металлического алюминия в нитридсодержащих керамических материалах и исходных порошках .....	144
5.4. Химический анализ содержания связанного азота (метод Кьельдаля) .....	146
5.5. Электрохимические свойства электровзрывных, энергонасыщенных порошков .....	147
5.6. Физико-химические характеристики промышленных порошков металлов (Al, Ti, Zr) – исходных реагентов синтеза нитридов сжиганием в воздухе .....	150
5.7. Масс-спектрометрия остаточного взаимодействия нанопорошков алюминия с остаточной атмосферой 0,1–1 Па .....	160
5.8. Синтез нитридсодержащих керамических материалов сжиганием смесей нанопорошка алюминия с порошком хрома в воздухе .....	162
5.8.1. Характеристики исходных порошков .....	162
5.8.1.1. Электровзрывной нанопорошок алюминия .....	162
5.8.1.2. Порошок хрома .....	167
5.8.2. Параметры химической активности смесей нанопорошка алюминия с порошком хрома .....	168
5.8.3. Продукты синтеза сжиганием смесей нанопорошка алюминия с порошком хрома .....	170
5.8.3.1. Характеристики спеков .....	170
5.8.3.2. Характеристики дезагрегированных продуктов .....	172
5.8.3.3. Дисперсный состав дезагрегированных продуктов горения смесей нанопорошка алюминия с порошком хрома .....	175
5.8.3.4. Фазовый состав промежуточных продуктов горения смесей нанопорошка алюминия с порошком хрома .....	176
5.8.4. Обработка продуктов горения водой .....	177
5.8.4.1. Фазовый состав продуктов взаимодействия с водой .....	177
5.8.4.2. Фазовый состав продуктов после обработки щелочью .....	179
5.8.5. Получение спеченных образцов и их характеристики .....	179
5.8.5.1. Характеристики спеченных образцов .....	180
5.8.5.2. Структура поверхности спеченных образцов .....	180
5.9. Синтез нитридсодержащих керамических материалов сжиганием смесей нанопорошков алюминия и молибдена в воздухе .....	183
5.9.1. Характеристики исходного нанопорошка молибдена .....	183
5.9.2. Параметры химической активности смесей нанопорошков алюминия и молибдена .....	185
5.9.3. Продукты синтеза сжиганием смесей нанопорошков алюминия и молибдена .....	187
5.9.3.1. Характеристики спеков .....	187
5.9.3.2. Характеристики дезагрегированных продуктов .....	188

5.9.3.3. Дисперсный состав дезагрегированных продуктов горения смесей нанопорошков алюминия и молибдена .....	191
5.9.3.4. Фазовый состав промежуточных продуктов горения смесей нанопорошков алюминия и молибдена .....	193
5.9.4. Обработка продуктов горения водой .....	194
5.9.4.1. Фазовый состав продуктов взаимодействия с водой .....	194
5.9.4.2. Фазовый состав продуктов после обработки щелочью .....	195
5.9.5. Получение спеченных образцов и их характеристики .....	196
5.9.5.1. Характеристики спеченных образцов .....	197
5.9.5.2. Структура поверхности спеченных образцов .....	198
5.9.5.3. Рельеф поверхности и распределение фрагментов его структуры по размерам .....	199
Вопросы и задания к главе 5 .....	202
Список литературы к главе 5 .....	203
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ</b> .....	206
Список литературы .....	210
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ</b> .....	211