

Улсын бүртгэлийн
дугаар

Нууцын зэрэглэл:
Б

Аравтын бүтэн
ангиллын код

**Монгол улсын их сургуулийн Шинжлэх ухааны
сургууль, Физикийн тэнхим**

**Ниргэлгийн явцад үүсэх материалын
судалгаа**

Суурь судалгааны төслийн эцсийн тайлан

2019-2021

I боть (1)

Төслийн удирдагч:

Ж.Ванчинхүү (PhD, Проф.)

МУИС, ШУС, Физикийн тэнхим

Захиалагч байгууллага:

Боловсрол, Соёл, Шинжлэх ухаан, Спортын
Яам

Гүйцэтгэгчдийн хаяг, утасны
дугаар

Монгол улс, Улаанбаатар хот, Их сургуулийн
гудамж 1

Утас: 91136789

Улаанбаатар

2021

Улсын бүртгэлийн
дугаар

Нууцын зэрэглэл:
Б

Аравтын бүтэн
ангиллын код

Төсөл гүйцэтгэх гэрээний дугаар
№ ШуСс-2019/18

Монгол улсын их сургуулийн Шинжлэх ухааны сургууль, Физикийн тэнхим

Ниргэлгийн явцад үүсэх материалын судалгаа

Суурь судалгааны төслийн эцсийн тайлан
2019-2021
I боть (1)

Төслийн хавсрان гүйцэтгэгч
байгууллага:
Төслийн удирдагч:

Санхүүжүүлэгч байгууллага:
Захиалагч байгууллага:

Тайланг өмчлөгч:

Гүйцэтгэгчдийн хаяг, утасны
дугаар

Монгол улсын их сургууль
Ж.Ванчинхүү (PhD, Проф.)
(МУИС, ШУС, Физикийн тэнхим)
Шинжлэх ухаан, технологийн сан
Боловсрол, Соёл, Шинжлэх ухаан,
Спортын Яам
МУИС, Мэдээллийн технологийн
үндэсний парк
Монгол улс, Улаанбаатар хот, Их
сургуулийн гудамж 1
Утас: 91136789

Улаанбаатар
2021

РЕФЕРАТ¹

Энэ суурь судалгааны сэдэвт ажлаар шингэн болон хийн орчинд явагдаж байгаа ниргэлгийн үед үүсэх материалыг гарган авч тэдгээрийн физик болон механик шинж чанарыг судлав. Энэ сэдэвт ажлын хүрээнд ниргэлгийн явцад электрод дээр хуrimтлагдаж үүссэн материал (катодын депозит), ниргэлгийн бүсээс гарч орчин луу орсон бүтээгдэхүүнүүд болон ниргэлгийн бүсэд явагдах шаталтын улмаас үүссэн бүтээгдэхүүнүүдийн шинж чанарыг SEM, SEM EDS, Рентген дифракцын арга, инфра улаан туяаны спектроскоп, Раманы спектр судлал, сүвэрхэг чанарын судалгааны Porosimeter ASAP 2020 V3.01 Н зэрэг багаж техник ашиглан судлав. Төслийн хэрэгжилтийн явц болон судалгааны үр дүнгээр энэ тайланг бэлтгэв. Энэ судалгааны ажлын тайлан (i) Төслийн явц, хэрэгжилт, үйл ажиллагаа, (ii) Судалгааны ажлын тайлан гэсэн үндсэн хоёр бүлгээс тогтох бөгөөд ажлын үр дүнг тодорхой, ойлгомжтой болгох үүднээс судалгааны ажлын реферат, нэр томъёоны тайлбар, дүгнэлт, ашигласан материал зэргийг туслах бүлэг хэлбэрээр энэ тайландаа багтаан оруулав.

Судалгааны ажлын зорилго

Энэ суурь судалгааны сэдэвт ажлаар нам температурын плазмыг төрөл бүрийн орчин дотор ниргэлгийн процессоор үүсгэж энэ процессын үед үүсэж байгаа бүтээгдэхүүнүүдийг судлах зорилготой. Төрөл бүрийн орчин дотор янз бүрийн материалаар хийсэн электродуудын хооронд ниргэлэг явуулахад энд сул иончлогдсон плазм төлөв бий болох ба янз бүрийн дисперстэй материал үүсдэг. Тухайлбал, фуллерен, нанохоолой,nano утас молекуляр кластер, файбер зэргийг үүнд хамруулж болно. Ийм замаар бий болгосон материал нь байгаль дээр шууд оршдоггүй эсвэл техник, технологийн хувьд өндөр ач холбогдол бүхий онцгой шинж чанартай байдаг учраас судлаачдын сонирхолыг ихээр татаж байдаг судалгааны объект юм. Ийм учраас төрөл бүрийн орчин дотор янз бүрийн материалуудаар хийсэн электродын хооронд явагдах ниргэлгийг судалж тогтвортой байдлыг хангах, ниргэлгийн явцад үүсэн бий болж байгаа бүтээгдэхүүнийг гарган авах боломжит арга замуудын талаарх судалгааг эхний шатанд явуулна. Дараа нь бид өндөр даралттай хийн ($p \sim 1\text{ atm}$ даралттай агаар) болон шингэн орчинд янз бүрийн материалуудын хооронд ниргэлэг явуулж ниргэлгийн явцад үүсэж байгаа материалуудыг гарган авч шинж чанарт судалгаа хийхээс гадна тухайн материалуудын үүсэх горимыг тогтоох судалгааг явуулна.

¹ Энэ төслийн тайлангийн рефератыг “Монгол Улсын Стандарт: ЭРДЭМ ШИНЖИЛГЭЭНИЙ ТАЙЛАНГИЙН РЕФЕРАТ MNS 5371: 2004”-ын дагуу бэлтгэв.

Судалгааны бааз, судалгааны арга

Энэ суурь судалгааны ажлыг хэрэгжүүлэх, төслийн хүрээнд судлагдсан материалыг гарган авах зэрэг ажлууд үндсэндээ МУИС-ийн “Плазм ба дисперслэгдсэн орчны судалгааны лаборатори”-т явагдсан. Харин гарган авсан материалыг судлахдаа бид энэ лабораторийн багажуудаас гадна БНХАУ-ын ӨМӨЗО-ы БИС-ийн Функциональ материалын хими физикийн судалгааны түлхүүр лабораторитай хамтран ажиллаж тэдний судалгааны багажууд болон ФТХ-ийн зарим багажууд дээр материалын физик шинж чанарын зарим судалгааг гүйцэтгэсэн болно. Энэ судалгааг гүйцэтгэхдээ тухайн даалгаварт ямар зорилго дэвшүүлсэнтэй уялдуулан төрөл бүрийн арга ашиглав. Дээжийг гарган авахдаа голчлон нуман ниргэлгийг ашиглав. Тухайн нэг тодорхой шинж чанартай материалыг бий болгох зохистой нөхцөлийг тогтоохдоо материалыг эхлээд ниргэлгийн гүйдэл, хүчдэл, даралт, температур зэрэг янз бүрийн параметруудийн утганд гаргаж аваад дараа нь тэдгээрийн шинж чанарыг судалж харьцуулах аргыг ашиглав. Материалд бүтцийн болон элементийн анализ хийхдээ Рентген цацрагийн дифрактометр, Инфра улаан туяаны спектрометр, Раман спектрометр, SEM EDS зэрэг багажуудыг ашиглав. Дээжийн сүвэрхэг чанарыг судлахдаа BET анализ, SEM зураг авч боловсруулалт хийх арга зэргийг ашиглав. Туршилт, хэмжилтийн үр дүнг тухайн судалгаанд тохирсон Fullprof, Essential FTIR програм хангамжаар боловсруулж гаргаснаас гадна график байгуулах, тооцоолол хийхдээ Mathematica програм, зурагтай ажиллахдаа ImageJ (FIGI) Java domain программыг ашиглалаа.

Үр дүн, шинэлэг давуу талууд

Энэ судалгааны ажлаар дараах үр дүнг гарган авав. Үүнд:

1. Ниргэлгийн электродын гадаргуу дээр хуримтлагдан үүсэж байгаа материал нь төрөл бүрийн морфологи бүхий нано хэмжээст, ширхэгт бүтэцтэй (нанохоолой, нанород, нано утаснаас гадна нано ба микро эрэмбийн хэмжээтэй жижиг хэсгүүд) байдгийг тогтоов.
2. Усан доторхи нуман ниргэлгийн гүйдлийн 75-100А интервалд нано утас, нанохоолой зэрэг онцгой чанартай бүтээгдэхүүнүүд хамгийн ихээр үүсдэг болохыг тогтоов.
3. Ердийн агаар дотор явагдах нуман ниргэлгээр нүүрстөрөгчийн нанохоолой, нано утас үүсгэх боломжтой төдийгүй дангаар нь ялган авч болохыг тогтоож гарган авсан бүтээгдэхүүний шинж чанарыг судалж тогтоов.
4. Ниргэлгийн явцад үүссэн тортог ба үнс эмх замbaraагүй байрласан графены үеүдээс тогтох кристалл фазаас гадна аморф фаз агуулдаг. Тортгийн аморф фазын хэмжээ ниргэлгийн температураас хамаарч нэмэгддэгийг тогтоов. Тортгийн инфра улаан туяаны спектрт нүүрст устэрөгчийн радикалууд давамгайлдаг ба органик нэгдлүүд, функциональ

бүлгүүдийн С-Н холбоо ажиглагддаг бол энэ нь үнсэнд багасч, органик бус нэгдлүүд нь нэмэгддэгийг тогтоов.

5. Ниргэлгээс үүссэн тортог, үнсэнд ВЕТ шинжилгээг хийж сувэрхэг чанарыг тогтоож судалгааны үр дүнг SEM шинжилгээгээр баталгаажуулав. Ниргэлгийн явцад үүссэн эдгээр бүтээгдэхүүнүүдийн бүтэц, найрлага, морфологийн шинж чанарыг тухайлбал бөөмцрийн хэмжээ, сүвийн хэмжээ ба гадаргуун талбай, сүвийн хувийн эзлэхүүн, тэдгээрийн түгэлт зэрэг шинж чанарыг тогтоов.

6. Агаар дотор нүүрстөрөгч агуулсан электродын хооронд явагдах ниргэлгийн явцад үүсэж байгаа бүтээгдэхүүн фракцаараа ялгаран үүсдэгийг тогтоов. Энэ нь янз бүрийн бүтээгдэхүүнийг заавал гарган аваад дараа нь ялгах бус харин бий болгох явцдаа ялгаруулан үүсгэх боломжийг бий болгож байгаа юм.

7. Усан дотор металл электродуудын хооронд нуман ниргэлэг явуулах замаар яг тодорхой төрлийн морфологи (бөмбөлөг хэлбэртэй) бүхий нэг төрлийн микроны эрэмбийн жижиг хэсгүүдийг гарган авав. Ийм бөмбөлгүүдийг янз бүрийн байдлаар судалгаа, сургалтанд хэрэглэх боломжтой.

8. Ниргэлгийн явцад үүсэж байгаа нано хэмжээтэй хэсгүүд (i) нүүрстөрөгч агуулсан материалын ууршилтаар, (ii) тодорхой нөхцөл биелсэн тохиолдолд атомчлагдсан хий тухайн мужид очиж суун ургах замаар, (iii) нүүрстөрөгчийн хавтгайнууд хуйлагдах замаар үүсдэг ба эдгээр нь катодын хуримтлал дотор сул хүчээр хоорондоо холбогдсон байдаг гэсэн үр дүнг гарган авав.

9. Ниргэлгийн бүсээс гарч байгаа дисперст хэсгүүдийн нэг ширхгийн цэнэг, цэнэгтэй хэсгүүдийн концентрацыг хэмжих арга, аргачлал, системийг боловсруулж шинэ бүтээлийн патент авсан.

Энэ сэдэвт ажлын хүрээнд хийгдсэн судалгаа нь тодорхой шинж чанартай дисперслэгдсэн материал гарган авах чиглэлээр хийгдэж байсан судалгаануудаас хэд хэдэн давуу талтай бөгөөд түүний шинэлэг болон дэвшилтгэй талуудыг дараах байдлаар илэрхийлж болох юм. Үүнд:

1. Нанохоолой, нано утас зэрэг бүтээгдэхүүнүүдийг катализатор ашиглан хими физикийн хосолмол аргаар гарган авдаг бол бид үүнийг шууд нуман ниргэлгийг ашиглан гарган авч байгаа нь цаг хугацаа, материал хэмнэх давуу талтай юм.

2. Энэ чиглэлээр өмнө хийгдсэн ихэнх судалгааны ажилд хийн ниргэлгийг нэмэлт хөргөлтийн систем бүхий вакуумын төхөөрөмжийг инертийн хийгээр дүүргэн явуулж байсан. Тэгвэл энэхүү судалгаанд энгийн хийцтэй төхөөрөмжийг нэрмэл ус эсвэл төрөл бүрийн уусмал, хямд өртөгтэй хийгээр дүүргэн ниргэлгийг явуулдаг. Энэ нь бидэнд

туршилтын төхөөрөмжийг хямд зардлаар угсрах, инертийн хийг орлох олдоц сайтай, хямдхан бодис ашиглах, хугацаа хэмнэх боломж олгосон.

3. Ниргэлгийн явцад нүүрстөрөгчийн олон төрлийн бүтээцтэй бүтээгдэхүүнүүд үүсдэг. Эдгээр бүтээгдэхүүний ихэнх хэсэг катодын гадаргуу дээр үүсдэг ба түүний доторх жижиг хэсгүүд фракцаараа ялгаран үүссэн байдаг. Мөн зарим бүтээгдэхүүн шингэний мандалд хөвөх буюу ёроолд тунадаг. Энэ чанар нь бидэнд зарим төрлийн бүтээгдэхүүнийг хялбархан ялгах боломжийг олгоно.

Түлхүүр үгс

Нуман ниргэлэг, тогтмол гүйдлийн ниргэлэг, усан дахь нуман ниргэлэг, графит, катодын депозит буюу катодын хуримтлал, нүүрстөрөгчийн бүтээгдэхүүнүүд, ширхгийн хэмжээ, кристалл фаз, аморф фаз, 2H гексагональ өрөлт, 3R ромбоэдр өрөлт, рентген цацрагийн дифракц, Шигийн загвар, санамсаргүй шилжилт ба өрөлтийн сэв, морфологи, нүх сувийн хэмжээ, нано хоолой, наноутас, наносаваа, хоолойн хөндий, жижиг бөөмцөр, нүүрстөрөгчийн хоёр хэмжээст үе, үеийн хуйлалт, нүүрстөрөгчийн нимгэн ширхгүүд, нанохоолойн ургалт, хэмжээгээрээ түгэх түгэлт.

ГҮЙЦЭТГЭГЧДИЙН НЭРСИЙН ЖАГСААЛТ

1. Ж.Ванчинхүү (МУИС, ШУС, Физикийн тэнхим, проф. док.) удирдагч
2. Б.Баянжаргал (ШУА, ФТХ, эрдэм шинжилгээний ажилтан) үндсэн гүйцэтгэгч
3. Ц.Эрдэнэбат (МУИС, ХШУС, Хими, биологийн тэнхим, док.) үндсэн гүйцэтгэгч
4. М.Отгонбаатар (МУИС, ШУС, Физикийн тэнхим, докторант) үндсэн гүйцэтгэгч
5. Ж.Дөлгөөн (МУИС, ШУС, Физикийн тэнхим, докторант) гэрээгээр
6. М.Ананд (МУИС, ШУС, Физикийн тэнхим, магистрант) гэрээгээр

СЭДЭВТ АЖЛЫН ХҮРЭНД ХЭВЛЭГДСЭН БҮТЭЭЛИЙН ЖАГСААЛТ

1. Vanchinkhuu, Jigmeddorj, Baasandorj Bat-Erdene, Erdene Bayanjargal, and Orgilsaikhan Gerelmaa. "Structural Features of Products Formed during DC Arc Discharge in Water." Solid State Phenomena 288 (March 2019): 71–78. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/ssp.288.71>.
2. Ванчинхуу Ж., Баянжаргал Э., Эрдэнэбат Ц., Гэрэлмаа О., Результаты морфологического анализа по продуктам горения угля, VIII Международная конференция «Наноматериалы и технологии»), pp. 142-147, 2019. (Vanchinkhuu J., Bayanjargal E., Erdenebat Ts., Gerelmaa O. Results of morphological analysis on products from coal combustion, Proceedings of the VIII International Conference «Nanomaterials and Technologies» pp. 142-147, 2019)
3. J. Vanchinkhuu, E. Bayanjargal, M. Tamara, J. Dulguun, Results of analysis on soot and ash from coal combustion, Proceedings of the VIII International Conference «Nanomaterials and Technologies», pp. 379-383, 2019. (Ванчинхуу Ж., Баянжаргал Э., Тамара М., Дулгуун, Ж. Результаты анализа сажи и золы от сжигания угля, VIII Международная конференция «Наноматериалы и технологии», pp. 379-383, 2019.)
4. Bayanjargal E., Vanchinkhuu J., Otgonbaatar M. XRD quantitative analysis of carbon product emerged by underwater dc arc-discharge method, Proceedings of the VIII International Conference «Nanomaterials and Technologies» (VIII Международная конференция «Наноматериалы и технологии»), pp. 148-151, 2019.
5. Tserenjav E., Jigmeddorj V., Lygdenov B. D., Magvan U., Shavrai P., Omoontsoo G. A Study on physical properties of dispersed silica, Proceedings of the VIII International Conference «Nanomaterials and Technologies» (VIII Международная конференция «Наноматериалы и технологии»), pp. 136-141, 2019.
6. E Tserenjav, V Jigmeddorj, B D Lygdenov, U Bayraa and D Tsevelmaa, Study on physical properties of dispersed silica, 2019 IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 684 012011, (doi:10.1088/1757-899X/684/1/012011)
7. Erdene Bayanjargal, Jigmeddorj Vanchinkhuu, Tserenjav Erdenebat, Myagmar Otgonbaatar, "XRD Quantitative Analysis of Cathode Deposition Formed by DC Arc Discharge in Water", Solid State Phenomena, Vol. 310 (September 2020), pp 118-123, 2020. (<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.310.118>)
8. J. Vanchinkhuu, B. Duurenbuyan, B. Anand, E. Bayanjargal, Research results of discharge

- products, Mongolian Journal of Physics supplement 2, pp 93 (2020) (“ICMS 2020” 9th International Conference on Materials Science, 2020.09.12)
- 9. J. Vanchinkhuu, J. Erdenetogtokh, B. Duurenbuyan, B. Anand, Dielectrophoretic force application in separating powder materials, Mongolian Journal of Physics supplement 2, pp 94 (2020) (“ICMS 2020” 9th International Conference on Materials Science, 2020.09.10)
 - 10. E. Tserenjav, V. Jigmeddorj, B. D. Lygdenov, U. Bayaraa, U. Magvan, Advanced Aspects of Engineering Research Vol. 13, 2021. <https://doi.org/10.9734/bpi/aaer/v13/8437D>
 - 11. Монгол улс, Шинэ бүтээлийн патент, Улсын бүртгэлийн дугаар 10-0005014, Нэр: Утааны бөөмцрийн цэнэг ба концентрацийг тодорхойлох төхөөрөмж ба арга, 2021.
 - 12. Vanchinkhuu J, Duurenbuyan B, Erdenetogtokh J, Song Zhi Qiang, Bayanjargal E “Research Results of Discharge Products”, Solid State Phenomena, Vol. 323, pp 113-118, 2021. (*doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.323.113*)

АГУУЛГА

РЕФЕРАТ	2
Судалгааны ажлын зорилго	2
Судалгааны бааз, судалгааны арга	3
Үр дүн, шинэлэг давуу талууд.....	3
Түлхүүр үгс	5
ГҮЙЦЭТГЭГЧДИЙН НЭРСИЙН ЖАГСААЛТ	6
СЭДЭВТ АЖЛЫН ХҮРЭЭНД ХЭВЛЭГДСЭН БҮТЭЭЛИЙН ЖАГСААЛТ	7
АГУУЛГА	9
НЭР ТОМЬЁО, ТОВЧИЛСОН ҮГИЙН ТАЙЛБАР	11
I. ТӨСЛИЙН ЯВЦ, ХЭРЭГЖИЛТ, ҮЙЛ АЖИЛЛАГАА.....	13
Суурь судалгааны төслийн удирдлага гэрээ, хамтын ажиллагаа.....	13
Төслийн гэрээ	13
Төслийн тайлагнал.....	13
Хамтын ажиллагаа	13
Төслийн явц, цаг үеийн давагдашгүй хүчин зүйл	14
Төслийн явц, хэрэгжүүлэлт.....	14
Төслийн явцад хийсэн туршилтын бэлтгэл ажил	14
Төсөл үргэлжлэх хугацаанд хийгдсэн ажлууд.....	16
2019 онд хийсэн ажлууд, гарсан үр дүн.....	16
2021 онд хийсэн ажлууд, гарсан үр дүн.....	17
Төслийн үр дүнгийн даалгавар, түүний биелэлт	19
СУДАЛГААНЫ АЖЛЫН ТАЙЛАН.....	26
Удиртгал	26
Материал бэлтгэх төхөөрөмж, туршилт	27
Ниргэлгийн явцад үүсэх материалын ерөнхий шинж чанар	28
Ялгарсан бүтээгдэхүүний онцлогууд.....	28
Катод дээр хуримтлагдсан хэсгийн бүтэц.....	31
Ниргэлгийн бүтээгдэхүүнүүдийн дотоод бүтцийн судалгаа.....	37
Усан дахь ниргэлгээс үүссэн бүтээгдэхүүний Рентген бүтцийн судалгаа.....	37
Ниргэлгийн явцад ялгарсан тортолг, үнсэнд хийсэн спектрийн анализ	42
Рентген цацрагийн спектрийн судалгааны дун.....	42
Инфра улаан туяаны спектрийн судалгааны дүн.....	43
Раман спектрийн судалгаа	45
Морфологи, сүвэрхэг чанарын судалгаа	45
Агаар дотор явагдах ниргэлгийн бүтээгдэхүүний судалгаа	47
Хуримтлал доторхи дисперслэгдсэн бүтэц үүсэх, ургах, холбогдох механизм	49

Дисперсжсэн цахиурын физик шинж чанарын судалгаа	50
ДҮГНЭЛТ.....	52
АШИГЛАСАН МАТЕРИАЛ	55
ХАВСРАЛТ “НИРГЭЛГИЙН ЯВЦАД ҮҮСЭХ МАТЕРИАЛЫН СУДАЛГАА” СЭДЭВТ СУУРЬ СУДАЛГААНЫ АЖЛЫН ХҮРЭЭНД ХЭВЛЭГДСЭН, ИЛТГЭГДСЭН АЖЛУУД.....	57

НЭР ТОМЬЁО, ТОВЧИЛСОН ҮГИЙН ТАЙЛБАР

Нэр томъёо	Англи нэр	Тайлбар
0	1	2
катодын хуримтлал	chatode deposition	Тогтмол гүйдлийн нуман ниргэлгийн үед анод ууршин богиносож харин катод нь урган томорч байдаг. Катод дээр урган томорч байгаа энэ хэсгийг катодын депозит буюу катодын хуримтлал гэдэг.
нүүрстөрөгчийн бүтээгдэхүүнүүд	carbon products	Байгальд хамгийн өргөн тархсан нүүрстөрөгчийн атомууд ниргэлгийн явцад хоорондоо ковалент холбоосоор холбогдож фуллерен, нанохоолой, графен зэрэг тогтвортой, онцгой чанартай бүтцүүдийг үүсгэдэг бөгөөд эдгээрийг нийтэд нь нүүрстөрөгчийн бүтээгдэхүүнүүд гэдэг.
графен	graphene	Дан нүүрстөрөгчийн атомууд нэг хавтгайн дагуу гексогональ хэлбэр үүсгэн байрлаж хоорондоо хүчтэй ковалент холбоосоор холбогдсоны дунд бий болох хоёр хэмжээст бүтцийг графен гэдэг бөгөөд энэ нь нүүрстөрөгчийн нэг аллотроп (бүрэлдэж орших хэлбэр) юм.
золь	дусал	Плазм ба хийн төлөvt орших систем дотор хөвж байдаг хатуу болон шингэн төлөvt орших ширхэглэг хэсгүүдийг золь гэдэг. Эдгээрийг бөөмцрүүд гэж болох ба гол онцлог нь суултын хурд багатай байдаг.
нүүрстөрөгчийн үе	carbon sheet	Графены хавтгайнууд давхарлагдан хэд хэдэн давхар үе үүсгэдэг. Үүнийг нүүрстөрөгчийн үе буюу үет хуудас гэж хэлж болно.
нүүрстөрөгчийн нимгэн ширхгүүд	carbon flakes	Ердийн графит хоорондоо эмх замбараагүй байрлах нүүрстөрөгчийн үеүдээс тогтдог бөгөөд халалтын явцад эдгээр үеүд бие биенээсээ салж янз бүрийн хэмжээтэй ширхэглэг хэсгүүдийг бий болгодог. Үүнийг нүүрстөрөгчийн нимгэн ширхгүүд гэдэг.
нүүрстөрөгчийн нанохоолой	carbon nanotube	Графены нэг хавтгай хуйлагдан, хуйларч буй хавтгайн хоёр захын атомууд хоорондоо графены доторхи атомуудтай адил холбоосоор холбогдон хоолой хэлбэрийн бүтэц үүсгэхийг нэг ханат нанохоолой гэдэг. Энэ хоолой нэгэнт үүссэн бол яг аль атомууд нь сүүлд холбогдсоныг хэлэх боломжгүй өөрөөр хэлбэл гагнагдсан шугамгүй байдаг. Графены давхарласан үе хуйлагдвал олон давхар ханат нанохоолойг үүсгэнэ.
нүүрстөрөгчийн нано саваа	carbon rod	Уртын хувьд 100nm хүртэл хэмжээтэй, талуудын харьцаа нь 3-5 утгатай байх сунаж уртассан нэг төрлийн морфологи бүхий нанохэмжээст бүтээгдэхүүнүүдийг нүүрстөрөгчийн нано саваа гэдэг.

0	1	2
Дисперстэй орчин, систем	dispersed medium, system	Бие даасан өөр өөр физик төлөвт (хий, шингэн, хатуу) орших бодисуудыг агуулж байгаа олон фазтай системийг дисперстэй орчин гэнэ. Жишээ нь ниргэлгийн сувгийн эргэн тойрон дахь орчин, утаа, булингартай ус, манан бүгд дисперстэй орчин юм. Ниргэлгийн бүс орчмын орчин нь бүхэлдээ иончлоглсон хийн төлөвт, харин доторхи дисперслэгдсэн хэсгүүд нь ихэвчлэн шингэн төлөвт оршдог.
Моно ба полидисперст систем	Mono- and poly dispersed system	Системийг бүрдүүлж байгаа бөөмцүүд ижил хэмжээтэй байвал ийм системийг монодисперстэй систем гэдэг. Дисперст орчныг бүрдүүлэгч бөөмцрийн хэмжээ нь өөр байвал уг системийг полидисперст систем гэнэ.
Бөөмцөр	Particulate	Хийн төлөвт байгаа системийн дотор бодис, биет материалын микроны эрэмбийн хэмжээтэй жижиг хэсгүүд агуулагдаж байж болдог. Эдгээр жижиг хэсгүүдийг бөөмцөр гэж ерөнхийлөн нэрлэдэг. Ийм системийн дотор байгаа бөөмцрийн шугаман хэмжээ нь хэдхэн нанометрээс хэдэн зуун микрометр хүртэлх нэлээд өргөн мужийг хамардаг.

Товчилсон үгийн жагсаалт

БСШУСЯ-Боловсрол, соёл, шинжлэх ухаан, спортын яам

ШУТГ- Шинжлэх ухаан технологийн газар

ШУТС-Шинжлэх ухаан технологийн сан

МУИС-Монгол улсын их сургууль

ШУС-Шинжлэх ухааны сургууль

ХШУИС-Хэрэглээний шинжлэх ухааны сургууль

ФТХ-Физик, технологийн хүрээлэн

SEM-Scanning electron microscope

EDS- Energy Dispersive X-ray spectroscopy

BET-Brunauer-Emmett-Teller

I. ТӨСЛИЙН ЯВЦ, ХЭРЭГЖИЛТ, ҮЙЛ АЖИЛЛАГАА

Төслийг хэрэгжүүлсэн гэрээ, менежмент, төслийн судалгааны ажлын явц, тайлагнал, календарчилсан төлөвлөгөөний хэрэгжилт, төслийн үр дүнгийн даалгаврын биелэлтийг энд авч үзэх болно.

Суурь судалгааны төслийн удирдлага гэрээ, хамтын ажиллагаа

Төслийн гэрээ

“Ниргэлгийн явцад үүсэх материалын судалгаа” сэдэвт суурь судалгааны төслийг 2018 онд дэвшүүлж холбогдох байгууллагуудаар хэлэлцүүлэн БСШУЯ-ны ШУТГ-т хүргүүлсэн бөгөөд тэнд хэлэлцэгдэн БСШУЯ-ны сайдын 2019 оны 02 сарын 25-ны өдрийн А/86 тоот тушаалаар 2019 оноос эхлэн тус яамны ШУТГ-ын захиалгаар хэрэгжих төслийн жагсаалтад орж батлагдсан. Улмаар 2019 оны 03 сарын 26-ны өдөр төслийг хэрэгжүүлэгч тал болох МУИС-ийн Эрдэм шинжилгээ, инноваци эрхэлсэн дэд захирал болон төслийн удирдагч Ж.Ванчинхүү нар төслийг хоёр жилийн хугацаанд хэрэгжүүлэхээр ШУТГ болон ШУТС-тай № ШуС-2019/18 тоот “Суурь судалгааны төсөл хэрэгжүүлэх, санхүүжүүлэх гэрээ”-г байгуулан санхүүжилт хийгдэн хэрэгжиж эхэлсэн. Энэ гэрээнээс гадна төслийн хэрэгжилтийн явцад төслийн удирдагч хэрэгжүүлэгч байгууллагатай менежерийн үр дүнгийн гэрээ байгуулж ажиллав.

Төслийн тайлагнал

Төслийн хэрэгжилтийн явцад дээр дурдагдсан гэрээний дагуу төслийг хэрэгжүүлэгч баг төслийн судалгааны явцын тайлан, мониторингийн тайлан, судалгааны ажлын завсрлын үр дүнгийн тайланг ШУТС болон МУИС-ийн эрдэм шинжилгээ инновацийн хэлтэст хагас болон бүтэн жилээр тайлагнаж байсан болно. Эдгээрээс гадна төслийг хэрэгжүүлэх явцад санхүүжилтийн хөрөнгийг хэрхэн зарцуулсан талаар мөнгөн урдчилгааны тайланг дээрх байгууллагуудад хагас жил бүрээр гарган өгч ажиллалаа.

Хамтын ажиллагаа

Энэ судалгааг МУИС-ийн Плазм ба дисперслэгдсэн орчны судалгааны лабораторийн баазад түшиглэн явуулав. Харин материалыг гарган авах, судлахдаа бид өөрийн лабораторийн багаж техникеэс гадна БНХАУ-ын ӨМӨЗО-ы БИС-ийн Функциональ материалын хими физикийн судалгааны түлхүүр лабораторитай хамтран ажиллаж тэдний судалгааны багажууд болон ФТХ-ийн зарим багажууд дээр материалын физик шинж чанарын зарим судалгааг гүйцэтгэсэн. Үүнээс гадна энэ төслийг хэрэгжүүлэх

явцад ХШУИС-ийн судлаачидтай цахиурын нано болон микро хэмжээст дисперслэгдсэн хэсгүүдийг химиин аргаар гарган авах талаар хамтран ажиллав.

Төслийн явц, цаг үеийн давагдашгүй хүчин зүйл

Энэ төслийг анх 2019-2020 онд хоёр жилийн хугацаанд хэрэгжүүлэхээр гэрээлж явуулсан боловч дэлхийг хамарсан пандемийн нөлөөгөөр 2020 оны санхүүжилт тасалдан зарим судалгаа хойшилсон. Үүнтэй холбоотойгоор бүх төслийн хэрэгжих хугацааг сунгасан шийдвэрийн хүрээнд манай төслийн судалгаа мөн хойшлогдож 2021 онд санхүүжилт нь нөхөн хийгдсэнээр төслийн судалгааны ажлууд бүрэн хийгдэж, амжилттай хэрэгжив.

Төслийн явцад хийгдсэн судалгааг давтах тохиолдолд анхаарах зүйл, аюулгүй байдлыг хангах тухай

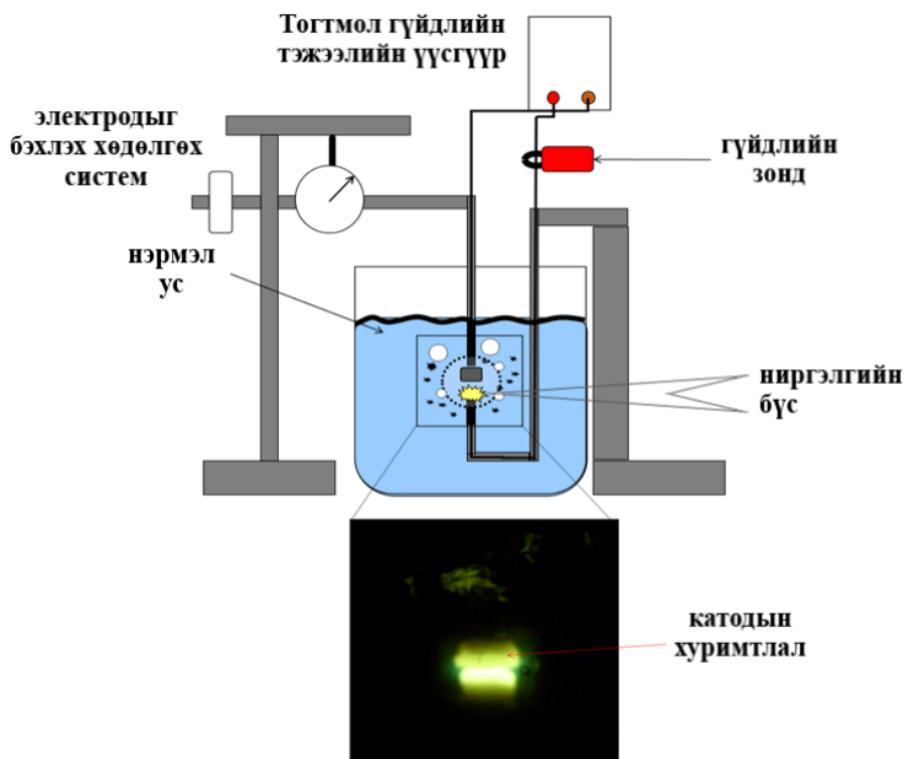
Энэ судалгааг гүйцэтгэх явцад судлаачид их гүйдэл, өндөр температуртай орчинтой тулж ажилладаг учраас түлэгдэхээс сэргийлж өндөр гүйдэл, гал түймрийн хувьд аюулгүй байдал бүрэн хангагдсан орчинг юуны өмнө бүрдүүлэх зайлшгүй шаардлагатай байдаг. Ниргэлгийн үед үүсэх халуун ус, уур хүчтэй түлэгдэл бий болох эрсдлийг байнга үүсгэж байдаг. Үүний зэрэгцээ энэ судалгааг шатах дэлбэрэх материалыаас хол зайд явуулах шаардлагатай. Янз бүрийн материалын хооронд ниргэлэг явуулах үед ниргэлгийн явцад үүсэх ууршилтын процесийн дунд электродын материалын бүтцээс шалтгаалан янз бүрийн хортой хий, нэгдлүүд ялгарч болдог. Ялангуяа бал чулуу мэтийн агуулагдах материал нь бүрэн тодорхой болоогүй байгалийн материалтай ажиллах үед хорт нэгдэл, хий үүсэж болзошгүй бөгөөд энэ нь судлаачийн эрүүл мэндэд ноцтой хохирол учруулж болно. Иймээс ниргэлгийн явцад үүсэх материалыг гарган авахаасаа өмнө электрод болгон авч байгаа материалдаа элементийн болон химиин анализ хийж агуулгыг тогтоож болзошгүй эрсдэлээс сэргийлэх шаардлагатай. Ер нь энэ судалгааг заавал татах шүүгээ, хоолой бүхий аюулгүй байдал нь бүрэн хангагдсан орчинд явуулах хэрэгтэй гэдгийг энд онцлон тэмдэглэж байна.

Төслийн явц, хэрэгжүүлэлт

Төслийн явцад хийсэн туршилтын бэлтгэл ажил

Төслийг хэрэгжүүлэх явцад хамгийн эхэнд хийгдэх шаардлагатай ажлын нэг нь ниргэлгийг үүсгэх, тогтвортой асаах, төрөл бүрийн орчин дотор явуулж тогтвожилтыг хангах, тодорхой материалын хооронд ниргэлэг явуулах байгууламжийг бий болгох зэрэг туршилтын бэлтгэл ажил юм. Энэ байгууламжид бид 20-350А хооронд өндөр гүйдэл үүсгэж чадах үүсгүүрийг ниргэлгийн тэжээлийн үүсгүүр болгон ашиглав. Ниргэлгийн электрод ниргэлгийн явцад халсан усанд унах тохиолдоос сэргийлэх зорилгоор электрод

баригчийг шурган бэхлэгчтэй хийв. Харин электродыг ниргэлгийн тэнхлэгийн дагуу шилжүүлэх механизмыг бид тусгай хөдөлгөгч механизм ашиглан гүйцэтгэв. Энэ механизм катодын хуримтлалыг том хэмжээтэйгээр гарган авахад мөн хэрэглэгддэг. Ниргэлгийн бүтээгдэхүүнийг гарган авах төхөөрөмжийн ерөнхий байдлыг Зураг 1-д дүрслэн үзүүлэв.



Зураг 1. Ниргэлэг явуулах төхөөрөмжийн бүтэц ба үүссэн материалын гадаад байдал

Ниргэлгийг шингэн орчинд явуулахын тулд дулаанд тэсвэртэй шилэн савын ёроолыг цоолж электрод бэхлэгч байрлуулав. Харин азотыг савнаас нь нарийн хоолойгоор дамжуулан ууршуулж ниргэлгийн бүс рүү оруулсан болно.

Бид энэ шатанд дээрх төхөөрөмжийг ашиглан (1) цэвэр нүүрстөрөгчөөс тогтох хоёр графит электрод, (2) бал чулуун хоёр электрод, (3) цэвэр нүүрстөрөгчөөс тогтох графит ба бал чулуу, (4) төмөр электродууд, (5) зэс ба графит, (6) хөнгөн цагаан электродуудын хооронд ус, уусмал, азот, атмосферийн агаарын орчинд явагдах ниргэлгээр янз бүрийн бүтээгдэхүүн гарган авах туршилтыг гүйцэтгэв. Энэ судалгааг нэрмэл ус, агаар, азотын орчинд явуулахаар төлөвлөсөн бөгөөд нэрмэл ус, азотыг МУИС-ийн лабораториудаас авч ашиглав. Азотын орчинд явуулсан ниргэлэг агаарт явагдсан ниргэлэгтэй бараг адил үр дүн өгч байсан учраас материал бэлтгэхдээ азотын оронд дан агаар дотор ниргэлэг явуулав. Нэрмэл уснаас гадна ердийн крантны ус, уусмал дотор графит электродын хооронд ниргэлэг явуулж туршилтыг давтан хийхэд гарч байгаа бүтээгдэхүүн нь нэрмэл усан

орчинд үүссэн бүтээгдэхүүнээс зөвхөн бохирдоороо ялгаатай байсан ба соронзон чанар бүхий агууламжтай байдаг. Мөн төмөр электродууд, графит төмөр, бал чулуун электродын хооронд явагдсан ниргэлгийн бүтээгдэхүүнүүд соронзон чанартай байдаг. Эдгээр төрлийн бүтээгдэхүүнүүдийг бидний гол судалгааны арга болох SEM ашиглан судлах боломжгүй учраас эдгээрийн бүтцийн судалгааг орхив. Ер нь соронзон чанартай бүтээгдэхүүний судалгаа манай төслийн судалгаанд анхнаасаа байгаагүй болно.

Төсөл үргэлжлэх хугацаанд хийгдсэн ажлууд

Суурь судалгааны төслийг хэрэгжүүлэх явцад хийгдсэн ажлууд, хүрсэн үр дүн, санхүүжүүлэх гэрээнд тусгагдсан үр дүнгийн даалгавруудыг гүйцэтгэх календарчилсан төлөвлөгөөний биелэлтийг энд авч үзлээ.

2019 онд хийсэн ажлууд, гарсан үр дүн

Энэ онд хийгдсэн ажлууд, тэдгээрээс гарсан үр дүнг дараах байдлаар товчлон илэрхийлж болно. Үүнд:

1. Ниргэлгийн үед үүсэх бүтээгдэхүүнийг гарган авах төхөөрөмжийг төлөвлөн угсарч турших ажлыг гүйцэтгэв,
2. Ниргэлгийг нэрсэн ус, ердийн крантны ус, давсны уусмал, азот, агаарт явуулах туршилт хийв,
3. Усан дотор явагдах ниргэлгийн үед үүсэж байгаа бүтээгдэхүүнийг (ниргэлгийн бүсээс ялгарч ус руу орсон болон катод дээр ургасан) гарган авч гадаад шинж чанар, бүтцийг судлан тогтоох ажил гүйцэтгэлээ,
4. Ниргэлгийн үед катодын хуримтлал хэлбэрээр үүсэж байгаа материал нь төрөл бүрийн морфологи бүхий ширхэгт бүтээцтэй болохыг тогтоож бүрдүүлэгч хэсгүүдийн морфологийн шинж чанарыг тогтоох ажлыг гүйцэтгэв,
5. Нууц ниргэлгийн явцад үүсэх материалд элементийн болон бүтцийн анализ хийж зарим шинж чанарыг тогтоож үр дүнг олон улсын эрдэм шинжилгээний хуралд хэлэлцүүлж илтгэл өгүүллийг хэвлүүлэв,
6. Ниргэлгээс ялгарсан тортол ба үнсэнд Раман спектр, ИК спектр шинжилгээ хийж холбоосын төрлийг тогтоох судалгааг хийснээс гадна бүтээгдэхүүнд ВЕТ шинжилгээг хийж сувэрхэг чанарыг тогтоов. Энэ үр дүнг SEM шинжилгээгээр баталгаажуулав,
7. Ниргэлгийн бүтээгдэхүүний гарцыг ниргэлгийн горимтой уялдуулан судалж усан доторхи ниргэлгийн 75-100А гүйдлийн интервал хамгийн тохиромжтой болохыг тогтоосон,

8. Ниргэлгийн бүсээс ялгаран гадаад орчин орсон бүтээгдэхүүнүүдийн бүтэц, найрлага, морфологийн шинж чанарыг (хэмжээ, гадаргуун талбай, сүвийн хэмжээ, хувийн эзлэхүүн зэрэг) тогтоох судалгааг явуулав,
9. Химийн аргаар цахиурын нано хэмжээтэй бөөмцрүүдийг гарган авах, шинж чанарыг судлах ажлыг гүйцэтгэв,
10. Янз бүрийн материалуудын хооронд явагдах ниргэлгээс үүсэх материалуудын судалгааг эхлүүлж зарим ажлыг гүйцэтгэв.

Эдгээр үр дүнг нэгтгэн ОХУ-д болсон International Conference on Material Sciences: Nanomaterials and Technology-VIII хуралд З илтгэл хэлэлцүүлж Solid state phenomena, IOP Conference Series: Materials Sciences and Engineering сэтгүүлүүдэд тус бүр нэг өгүүлэл, нийт 2 өгүүллийг импакт фактортай сэтгүүлүүдэд хэвлүүлсэн.

2021 онд хийсэн ажлууд, гарсан үр дүн

2020-2021 онд дараах ажлуудыг гүйцэтгэв. Үүнд:

1. Усан орчин дотор металл электродуудын хооронд явагдах ниргэлгийн явцад ууршилтаар үүсэж орчин луу салан орж байгаа хэсгүүдийн морфологийн шинж чанарыг судалж хэмжээ нь багасах тусам хэлбэр нь бараг төгс бөмбөрцөгт ойртдогийг тогтоов.
2. Ердийн агаар дотор явагдаж байгаа тогтмол гүйдлийн ниргэлгээс үүсэж байгаа катодын хуримтлал дотор аварга хэмжээтэй хэсгүүд бараг үүсдэггүй, харин нано утас, хоолой, нанород голлон үүсдэгийг тогтоов.
3. Агаар дотор явагдах ниргэлгээсnanoхоолой, наноутас зэрэг бүтээгдэхүүн их хэмжээтэй үүсдэгийг тогтоосон бөгөөд эдгээрийн гол онцлог нь хэмжээний хувьд урт, талуудын харьцаа их байдгийг тогтоолоо.
4. Металл ба графит электродын хооронд ялангуяа зэс ба графитийн хооронд ниргэлэг явуулахад катод дээр хуримтлагдан үүсэж байгаа материалын өгч байгаа SEM дүрс илүү тод, гэрэлтэй ялгарал сайтай болдог нь металлын уурын улмаас цахилгаан дамжуулал нь эрс сайжирдагтай холбоотой болохыг дүгнэв,
5. Агаарт явагдаж байгаа ниргэлгийн анод дээр илрэх нано бүтээгдэхүүнүүд өөр бүтээгдэхүүнтэй холбогдолгүй цэвэр дангаараа үүсдэг онцлогтойг тогтоов. Энэ нь туслах электродын тусламжтайгаар дан нэг төрлийн бүтээгдэхүүнийг ялган авах боломжтойг харуулж байгаа юм. Том хэмжээтэй графеныг дангаар нь ниргэлгийн аргаар гарган авах боломжтойг тогтоов. Ер нь графены шугаман хэмжээ хэдэн арван микрометр болоход түүнийг хүрэлцэх аргаар судлах боломжтой юм.

6. Электродын хуримтлал болон үүсэж байгаа материалын доторхи нано материалын ширхгүүдийн хооронд болон электродын гадаргуутай Ван дер Ваальс төрлийн сул харилцан үйлчлэлээр холбогддог гэсэн дүгнэлтэд хүрэв,
7. Ниргэлгийн явцад үүсэж байгаа нанохоолой, наноутас зэрэг бүтээгдэхүүнүүд үүсэх механизмыг судлан графены хуйлалт ба ургалт гэсэн хоёр үндсэн механизмаар бий болдог гэсэн дүгнэлт гаргав,
8. Ердийн агаар дотор нүүрстөрөгч агуулсан электродын хооронд явагдах ниргэлгийн явцад үүсэж байгаа бүтээгдэхүүн фракцаараа ялгаран үүсдэгийг тогтоов.

Гэрээнд тусгагдсан үр дүнгийн даалгаврууд, тэдгээрийн биелэлтийг “**Төслийн үр дүнгийн даалгавар, түүний биелэлт**” гэсэн хүснэгтэд үзүүлэв. Эдгээрийг нэгтгэн дүгнэж төслийг гүйцэтгэгч тал “Ниргэлгийн явцад үүсэх материалын судалгаа” сэдэвт суурь судалгааны төслийг хэрэгжүүлэх, санхүүжүүлэх гэрээнд тусгагдсан үр дүнгийн даалгавруудыг календарчилсан төлөвлөгөөнд заагдсаны дагуу бүрэн биелүүлсэн гэж дүгнэж болно.

Төслийн үр дүнгийн даалгавар, түүний биелэлт

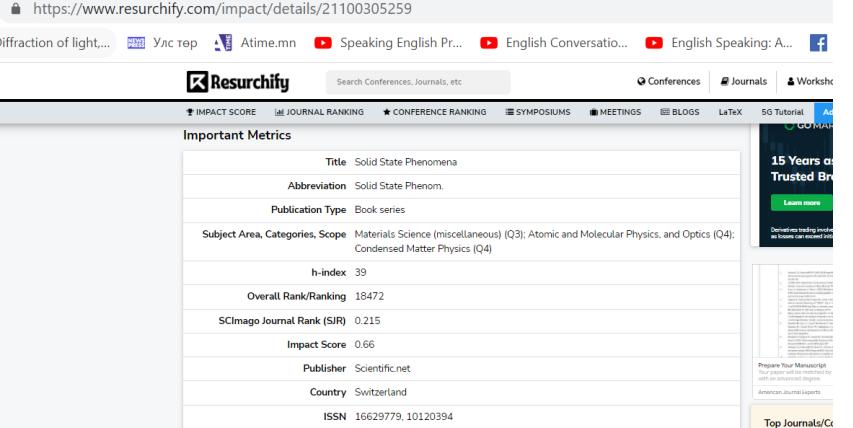
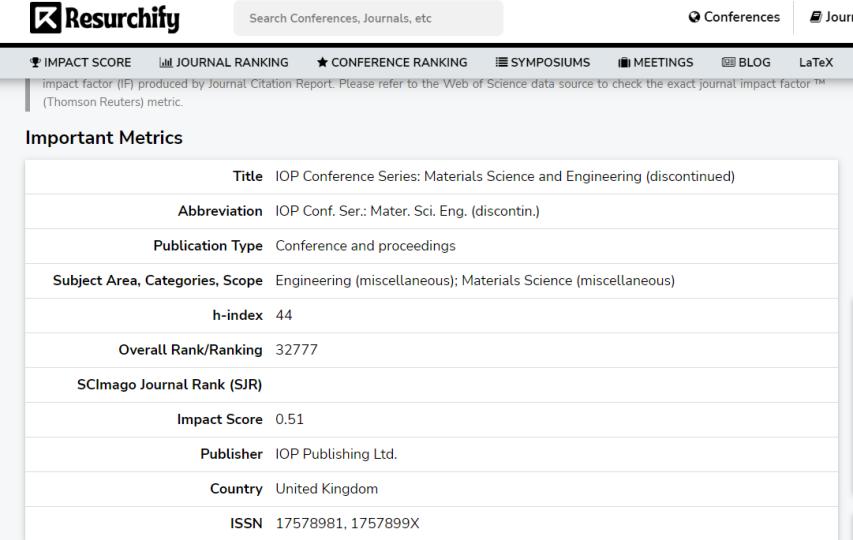
д/ д	Төслөөр бий болох үр дүнгийн даалгавар	Гэрээнд заагдсан ажлын үр дүнгийн товч танилцуулга	Үр дүнгийн баталгаажуулалт
1	Харьцангуй нягт орчин дотор явагдах ниргэлгийн үед үүсэх, ялгарах бүтээгдэхүүнүүдийг гарган авах туршилтын судалгааны үр дүн, бүтээгдэхүүний гарц, тодорхой шинж чанартай бүтээгдэхүүнийг голчлон үүсгэх горимыг тогтоох	<p>1. Ниргэлгийн явцад үүсэх бүтээгдэхүүнийг гарган авах төхөөрөмжийг угсарч бэлтгэн анхны туршилтуудыг гүйцэтгэв. Өндөр даралттай ($p \geq 1$ атм), нягт ($\rho \geq 10^3$ кг/м³) цахилгаан үл дамжуулагч орчин (нэрмэл ус) дотор (i) цэвэр бал чулуу, (ii) зэс, (iii) хөнгөн цагаан, (iv) байгалийн бал чулуу материалыар бэлтгэсэн электродын хооронд тогтмол гүйдлийн нум асаах замаар катод дээр хуримтлагдсан бүтээгдээгдхүүн болон ниргэлгийн явцад ууршин гарч орчин луу орсон бүтээгдэхүүнийг яланг авч бүтцийг судлав. Энэ судалгааг 2021 онд ердийн агаар дотор мөн гүйцэтгэв. Энэ судалгааны үр дүнд ердийн агаар дотор ч төрөл бүрийн материалыар бэлтгэсэн электродын хооронд явагдах ниргэлгийн явцад онцлог бүтээгдэхүүнүүд бий болдог шинэ үр дүнг гарган авлаа. Энд агаар дотор явагдах ниргэлгээр нүүрстөрөгчийн нанохоолой, нано утсыг үүсгэх боломжтойг тогтоолоо.</p> <p>2. Нуман ниргэлгийн гүйдлийг ихэсгэхэд бүтээгдэхүүний үүсэх хурд хэмжээ нэмэгддэг боловч ниргэлгийн явцад ялгарах дулаан ихсэж ниргэлгийн орчны төлөв, шинж чанар</p>	<p>1. Vanchinkhuu, Jigmeddorj, Baasandorj Bat-Erdene, Erdene Bayanjargal, and Orgilsaikhan Gerelmaa. “Structural Features of Products Formed during DC Arc Discharge in Water” Solid State Phenomena 288 (March 2019): 71–78. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/ssp.288.71.</p> <p>2. Tserenjav E., Jigmeddorj V., Lygdenov B. D., Magvan U., Shavrai P., Omoontsoo G. A Study on physical properties of dispersed silica, Proceedings of the VIII International Conference «Nanomaterials and Technologies» (VIII Международная конференция «Наноматериалы и технологии»), pp. 136-141, 2019.</p> <p>3. E Tserenjav, V Jigmeddorj, B D Lygdenov, U Bayraa and D Tsevelmaa, Study on physical properties of dispersed silica, 2019 IOP Conf.</p>

		<p>богино хугацаанд өөрчлөгддөг. Иймд бүтээгдэхүүн үүсэх тогтвортой, үр ашигтай горимыг тогтоох зайлшгүй шаардлага урган гардаг. Үүнийг тогтоохын тулд бид 25-160А гүйдлийн интервалд бүтээгдэхүүний гарцыг судалж 75-100А гүйдлийн интервалд хамгийн хамгийн их хэмжээгээр үүсдэг болохыг тогтоов.</p> <p>3. Төслийн оролцогчид цахиурын нано бөөм бүхий дисперст системийг химиин аргаар гарган авч, шинж чанарыг судлан үр дүнг нэгтгэн материал судлалын олон улсын VIII хуралд илтгэж өгүүллийг “IOP Conference Series: Materials Science and Engineering”-д хэвлүүлэв.</p>	Ser.: Mater. Sci. Eng. 684 012011, (doi:10.1088/1757-899X/684/1/012011)
2	Ниргэлгийн явцад үүсэж, ялгарч байгаа бүтээгдэхүүнүүдэд хийсэн бүтцийн болон элементийн анализын үр дүн, бүтээгдэхүүний зарим физик, хими, механик ба морфологийн шинж чанарыг судалж тогтоох	<p>1. Ниргэлгийн явцад үүссэн бүтээгдэхүүнүүдийн бүтэц, найрлага, морфологийн шинж чанарыг тогтоох судалгааг явуулж (бөөмцрийн хэмжээ, гадаргуун талбай, сүвийн хэмжээ, эзлэхүүн, түгэлт зэрэг) судалгааны үр дүнг Энэ үр дүнг SEM шинжилгээгээр баталгаажуулав. Үр дүнг нэгтгэн ОХУ-д болсон ICMS-8 хуралд хэлэлцүүлж илтгэл өгүүллийг хэвлүүлсэн.</p> <p>2. Ниргэлгээс ялгарсан тортог, үнс зэрэг бүтээгдэхүүний Рентген спектр, Раман спектр, инфра улаан туяаны спектрт шинжилгээ хийж үр дүнг нэгтгэн ОХУ-д болсон ICMS-8 хуралд хэлэлцүүлж илтгэл өгүүллийг хэвлүүлсэн.</p>	<p>1. Vanchinkhuu J., Bayanjargal E., Erdenebat Ts., Gerelmaa O. Results of morphological analysis on products from combustion, Proceedings of the VIII International Conference «Nanomaterials and Technologies» pp. 142-147, 2019)</p> <p>2. J.Vanchinkhuu, E.Bayanjargal, M.Tamara, J.Dulguun, Results of analysis on soot and ash from coal combustion, Proceedings of the VIII International Conference «Nanomaterials and Technologies», pp. 379-383, 2019.</p>

		<p>3. Нуман ниргэлгийн явцад үүсэх материалд элементийн болон бүтцийн анализ хийж зарим шинж чанарыг тогтоож үр дүнг олон улсын эрдэм шинжилгээний хуралд илтгэл хэлэлцүүлж илтгэл өгүүллийг хэвлүүлэв.</p>	<p>3. Bayanjargal E., Vanchinkhuu J., Otgonbaatar M. XRD quantitative analysis of carbon product emerged by underwater dc arc-discharge method, Proceedings of the VIII International Conference «Nanomaterials and Technologies» (VIII Международная конференция «Наноматериалы и технологии»), pp. 148-151, 2019.</p>
3	<p>Ниргэлгийн явцад үүссэн болон ялгарсан бүтээгдэхүүнийг ялган авах, цэвэрлэх талаар судалж, аргачлал боловсруулах</p>	<p>1. Бид (1) цэвэр нүүрстөрөгчөөс тогтох хоёр электрод, (2) бал чулуун хоёр электрод, (3) цэвэр нүүрстөрөгч ба бал чулуу, (4) төмөр электродууд, (5) зэс, (6) хөнгөн цагаан, электродуудын хооронд усан ба агаарын орчинд явагдах ниргэлгээр янз бүрийн бүтээгдэхүүн гарган авч судлав. Энэ судалгаагаар ердийн агаар дотор нүүрстөрөгч агуулсан электродын хооронд явагдах ниргэлгийн явцад үүсэж байгаа бүтээгдэхүүн фракцаараа ялгаран үүсдэг тогтоож үр дүнг материал судлалын олон улсын IX хуралд илтгэв.</p> <p>2. Катодын хуримтлалын дотор ниргэлгийн бүтээгдэхүүнүүд хэлбэрээрээ ялгардаг нь ниргэлгийн бүс дэх орны нэгэн төрөл биш чанартай холбоотой гэж үзсэн бөгөөд нэгэн төрлийн биш орон дотор диэлектрофоретик хүчний үйлчлэлээр хоорондоо бараг ижил хэмжээтэй буюу монодисперстэй хэсгүүд дээжийн</p>	<p>1. J.Vanchinkhuu, B.Duurenbuyan, B. Anand, E.Bayanjargal, Research results of discharge products, Mongolian Journal of Physics supplement 2, pp 93 (2020) (“ICMS 2020” 9th International Conference on Materials Science, 2020.09.12)</p> <p>2. Vanchinkhuu J, Duurenbuyan B, Erdenetogtokh J, Song Zhi Qiang, Bayanjargal E “Research Results of Discharge Products”, Solid State Phenomena, Vol. 323, pp 113-118, 2021. (doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.323.113)</p>

		нэг хэсэгт цугларан ялгардаг байна. Энэ судалгааны үр дүнг ICMS-9, МФН-ийн хуралд хэлэлцүүлэв.	
4	Плазм ба орчны харилцан үйлчлэлийн дүнд нано болон микро эрэмбийн хэмжээтэй дисперслэгдсэн бүтэц үүсэх, механизмын гаргах	<p>1. Бидний хийсэн цуврал туршилтын үр дүнд (i) электродын гадаргуу дээр хуримтлагдан үүсэж байгаа материал нь төрөл бүрийн морфологи бүхий ширхэгт бүтээцтэй байдаг бөгөөд (ii) ниргэлгийн явцад үүсэж байгаа эдгээр материал нь электродын гадаргуутай болон өөр хоорондоо харьцангуй сул холбогдсон байдаг нь тогтоогдов. Ургалтын чиглэлд хөндлөн чиглэлээр амархан хагарч салдаг нь материалын ширхгүүд, түүнчлэн гадаргуу ба материалын ширхгүүдийн хооронд Ван дер Ваальс төрлийн сул харилцан үйлчлэл байдгийг үзүүлдэг. Харин ургалтын чиглэлд хөндлөнгөөр нь салган авсан нимгэн үеүд дотор нано хэмжээст шугаман бүтээгдэхүүнүүд ихэвчлэн үеийн хавтгайн дагуу хэвтээ байрласан байдаг ба үүгээр түүний хөндлөн чиглэл дэх харьцангуй бат бэх чанартай байдгийг тайлбарлаж болно.</p> <p>2. Ниргэлгийн явцад (i) ниргэлгийн гүйдлийн нөлөөгөөр бий болсон Жоулийн дулааны үр дүнд электрод халж ууршин нүүрстөрөгч атомчлагдах ба электродын материал дээрх анхдагч эх үүсвэр дээр атомууд очиж суун наноматериалуудын ургалт явагдах, (ii) графитын нимгэн</p>	<p>1. Vanchinkhuu J, Duurenbuyan B, Erdenetogtokh J, Song Zhi Qiang, Bayanjargal E “Research Results of Discharge Products”, Solid State Phenomena, Vol. 323, pp 113-118, 2021. (doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.323.113)</p> <p>2. J.Vanchinkhuu, J.Erdenetogtokh, B. Duurenbuyan, B.Anand, Dielectrophoretic force application in separating powder materials, Mongolian Journal of Physics supplement 2, pp 94 (2020) (“ICMS 2020” 9th International Conference on Materials Science, 2020.09.10)</p> <p>3. Erdene Bayanjargal, Jigmeddorj Vanchinkhuu, Tserenjav Erdenebat, Myagmar Otgonbaatar, “XRD Quantitative Analysis of Cathode Deposition Formed by DC Arc Discharge in Water”, Solid State Phenomena, Vol. 310 (September 2020), pp 118-123, 2020. (https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.310.118)</p>

		<p>үеүд эх материалаас салах явцдаа хуйларч эргэн нанохоолой болон нано утас болдогийг тогтоов.</p> <p>3. Ниргэлгийн явцад үүсэж байгаа нанохэмжээст бүтээгдэхүүнүүдийн SEM зурагт шинжилгээ хийх замаар бүтээгдэхүүнүүд катод дээр хуримтлагдах процесийг судалж дүгнэлт гаргав. Ниргэлгийн явцад электродын гадаргуугаас салж ниргэлгийн бүсэд орсон бүтээгдэхүүнүүд цэнэглэгдэж, туйлшрсаны дунд орны болон диэлектрофоретик хүчний үйлчлэлээр катод дээр цугларан хуримтлагдаж нь хоорондоо Van der Waals төрлийн сул холбоосoor холбогддог. Үүнтэй зэрэгцэн ууршилтаас үүссэн атомууд жижиг болон аварга хэсэг дээр суун ургаж нанород болон жижиг ба аварга хэсгүүд дээр ургаж байгаа богино хэмжээтэй нанохоолойг үүсгэдэг.</p> <p>Эдгээр үр дүнг 2019, 2020, 2021 онуудад олон улсын хуралд илтгэж олон улсын сэтгүүлд өгүүлэл хэвлүүлэв.</p>	
5	Судалгааны үр дүнг импакт фактортай сэтгүүлд хэвлүүлэх	<p>Бид энэ судалгааны үр дүнг олон улсын импакт фактор бүхий “Solide state phenomena” сэтгүүлд 3, “IOP Conference Series: Materials Science and Engineering”-д 1 өгүүлэл болгон хэвлүүлэв. Эдгээр сэтгүүлийн ранг, импакт факторыг харгалзах сайтаас авч доорхи зурагт үзүүлэв.</p>	<p>Судалгааны ажлын үр дүнд импакт фактортай сэтгүүлд дараах 4 өгүүлэл хэвлэгдэв.</p> <p>Vanchinkhuu, Jigmeddorj, Baasandorj Bat-Erdene, Erdene Bayanjargal, and Orgilsaikhan Gerelmaa. “Structural Features of Products Formed during DC Arc Discharge in Water.” Solid State Phenomena 288 (March 2019): 71–</p>

	 <p>https://www.resurchify.com/impact/details/21100305259</p> <p>Diffraction of light... Улс төр Atime.mn Speaking English Pr... English Conversatio... English Speaking: A... f</p> <p>Resurchify Search Conferences, Journals, etc Conferences Journals Workshops</p> <p>Important Metrics</p> <table border="1"> <tbody> <tr><td>Title</td><td>Solid State Phenomena</td></tr> <tr><td>Abbreviation</td><td>Solid State Phenom.</td></tr> <tr><td>Publication Type</td><td>Book series</td></tr> <tr><td>Subject Area, Categories, Scope</td><td>Materials Science (miscellaneous) (Q3); Atomic and Molecular Physics, and Optics (Q4); Condensed Matter Physics (Q4)</td></tr> <tr><td>h-index</td><td>39</td></tr> <tr><td>Overall Rank/Ranking</td><td>18472</td></tr> <tr><td>SCImago Journal Rank (SJR)</td><td>0.215</td></tr> <tr><td>Impact Score</td><td>0.66</td></tr> <tr><td>Publisher</td><td>Scientific.net</td></tr> <tr><td>Country</td><td>Switzerland</td></tr> <tr><td>ISSN</td><td>16629779, 10120394</td></tr> </tbody> </table>  <p>Search Conferences, Journals, etc Conferences Journals</p> <p>IMPACT SCORE JOURNAL RANKING CONFERENCE RANKING SYMPOSIA MEETINGS BLOG LaTeX</p> <p>impact factor (IF) produced by Journal Citation Report. Please refer to the Web of Science data source to check the exact journal impact factor™ (Thomson Reuters) metric.</p> <p>Important Metrics</p> <table border="1"> <tbody> <tr><td>Title</td><td>IOP Conference Series: Materials Science and Engineering (discontinued)</td></tr> <tr><td>Abbreviation</td><td>IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. (discontin.)</td></tr> <tr><td>Publication Type</td><td>Conference and proceedings</td></tr> <tr><td>Subject Area, Categories, Scope</td><td>Engineering (miscellaneous); Materials Science (miscellaneous)</td></tr> <tr><td>h-index</td><td>44</td></tr> <tr><td>Overall Rank/Ranking</td><td>32777</td></tr> <tr><td>SCImago Journal Rank (SJR)</td><td></td></tr> <tr><td>Impact Score</td><td>0.51</td></tr> <tr><td>Publisher</td><td>IOP Publishing Ltd.</td></tr> <tr><td>Country</td><td>United Kingdom</td></tr> <tr><td>ISSN</td><td>17578981, 1757899X</td></tr> </tbody> </table>	Title	Solid State Phenomena	Abbreviation	Solid State Phenom.	Publication Type	Book series	Subject Area, Categories, Scope	Materials Science (miscellaneous) (Q3); Atomic and Molecular Physics, and Optics (Q4); Condensed Matter Physics (Q4)	h-index	39	Overall Rank/Ranking	18472	SCImago Journal Rank (SJR)	0.215	Impact Score	0.66	Publisher	Scientific.net	Country	Switzerland	ISSN	16629779, 10120394	Title	IOP Conference Series: Materials Science and Engineering (discontinued)	Abbreviation	IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. (discontin.)	Publication Type	Conference and proceedings	Subject Area, Categories, Scope	Engineering (miscellaneous); Materials Science (miscellaneous)	h-index	44	Overall Rank/Ranking	32777	SCImago Journal Rank (SJR)		Impact Score	0.51	Publisher	IOP Publishing Ltd.	Country	United Kingdom	ISSN	17578981, 1757899X	<p>78.</p> <p>https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/ssp.288.71.</p> <p>E Tserenjav V Jigmeddorj, B D Lygdenov, U Bayraa and D Tsevelmaa, Study on physical properties of dispersed silica, 2019 IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 684 012011, (doi:10.1088/1757-899X/684/1/012011)</p> <p>Erdene Bayanjargal, Jigmeddorj Vanchinkhuu, Tserenjav Erdenebat, Myagmar Otgonbaatar, “XRD Quantitative Analysis of Cathode Deposition Formed by DC Arc Discharge in Water”, Solid State Phenomena, Vol. 310 (September 2020), pp 118-123, 2020. (https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.310.118)</p> <p>Vanchinkhuu J, Duurenbuyan B, Erdenetogtokh J, Song Zhi Qiang, Bayanjargal E “Research Results of Discharge Products”, Solid State Phenomena, Vol. 323, pp 113-118, 2021. (doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.323.113)</p>
Title	Solid State Phenomena																																													
Abbreviation	Solid State Phenom.																																													
Publication Type	Book series																																													
Subject Area, Categories, Scope	Materials Science (miscellaneous) (Q3); Atomic and Molecular Physics, and Optics (Q4); Condensed Matter Physics (Q4)																																													
h-index	39																																													
Overall Rank/Ranking	18472																																													
SCImago Journal Rank (SJR)	0.215																																													
Impact Score	0.66																																													
Publisher	Scientific.net																																													
Country	Switzerland																																													
ISSN	16629779, 10120394																																													
Title	IOP Conference Series: Materials Science and Engineering (discontinued)																																													
Abbreviation	IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. (discontin.)																																													
Publication Type	Conference and proceedings																																													
Subject Area, Categories, Scope	Engineering (miscellaneous); Materials Science (miscellaneous)																																													
h-index	44																																													
Overall Rank/Ranking	32777																																													
SCImago Journal Rank (SJR)																																														
Impact Score	0.51																																													
Publisher	IOP Publishing Ltd.																																													
Country	United Kingdom																																													
ISSN	17578981, 1757899X																																													

6	<p>Төслийн эцсийн тайлан бичиж захиалагч, санхүүжүүлэгчид хүлээлгэн өгөх</p>	<p>Төслийн эцсийн тайлан</p>	<p>Тайланг хугацаанд нь бэлтгэж МУИС-ийн ШУС-ийн эрдмийн зөвлөл болон ШУА-ийн Бага чуулганд хүргүүлэн хэлэлцүүлж итгэмжлэгдсэн хадгалагчид хүлээлгэн өгөх чиглэл авав.</p>
---	--	------------------------------	--

СУДАЛГААНЫ АЖЛЫН ТАЙЛАН

Үдиртгал

Сүүлийн 20 орчим жилийн дотор өндөр хөгжсөн болон хөгжиж байгаа орнууд шинэ материал гарган авах, шинэ материалын технологи боловсруулах зорилгоор энэ чиглэлийн судалгааг эрчимтэй явуулж байгаа билээ. Бид энэ чиг хандлагатай уялдуулан манай боломж нөхцөлд тааруулан энэ суурь судалгааны сэдэвт ажлаар нам температурын плазмыг төрөл бүрийн орчин дотор ниргэлгийн процессоор үүсгэж энэ процессын үед үүсэж байгаа бүтээгдэхүүнүүдийг судлав. Төрөл бүрийн орчин дотор янз бүрийн материалаар хийсэн электродын хооронд ниргэлэг явуулахад олон янзын материал үүсдэг. Энэ материал ниргэлгийн хэлбэрээс хамаарч электродын материал дээр эсвэл ниргэлэг явагдаж байгаа орчин дотор ялгаран гарч ирдэг. Ниргэлгийн үр дүнд электрод дээр үүсэж буй материал нь полидисперст систем байдаг бөгөөд төрөл бүрийн морфологи бүхий хэдхэн нанометрээс хэдэн арван микрометр хэмжээтэй жижиг хэсгүүдээс бүрэлдэн бий болсон байдаг. Тухайлбал, фуллерен,nanoхоолой, нано утас, графен, молекуляр кластер, файбэр зэргийг үүнд хамруулж болно. Үүнээс гадна ниргэлэг явагдаж байгаа орчныг өөрчлөх замаар цэвэр органик материал гарган авах боломж ч бас байдаг. Ийм замаар бий болгосон материал нь байгаль дээр шууд оршдоггүй эсвэл техник, технологийн хувьд өндөр ач холбогдол бүхий онцгой шинж чанартай байдаг учраас судлаачдын сонирхолыг ихээр татаж байдаг судалгааны объект юм. Ийм учраас төрөл бүрийн орчин дотор янз бүрийн материалуудаар хийсэн электродын хооронд явагдах ниргэлгийн явцад үүсэн бий болж байгаа бүтээгдэхүүний шинж чанар, тэдгээрийг гарган авах горимын талаарх судалгааг ниргэлгийн параметрүүдээс хамааруулан явуулах зорилгыг голлон анхаарч дараах зорилтуудын хүрээнд судалгааг гүйцэтгэв. Үүнд:

1. Ниргэлгийг тогтвортой явуулах, бүтээгдэхүүнийг гарган авах, үүссэн бүтээгдэхүүний мониторинг, судалгаа
2. Ниргэлгийн явцад үүсэж байгаа бүтээгдэхүүнүүдийн бүтцийн болон элементийн анализ, тэдгээрийн шинж чанар, эдгээр бүтээгдэхүүний үүсэх бий болох механизмыг загварыг гаргах,
3. Тодорхой шинж чанартай бүтээгдэхүүнийг голчлон үүсгэх горимын судалгаа, ниргэлгээр үүсэх бүтээгдэхүүнийг ялгах, цэвэрлэх үр ашигтай хувилбарыг олох.

Судалгааны үр дүнг импакт фактор бүхий гадаадын сэтгүүлүүд хэвлүүлэх зорилготой байсан ба суурь судалгааны ажлыг хэрэгжүүлж эхлэхээс өмнө бид агаарын бохирдол, шаталттай холбоотой судалгааны явцад нүүрстөрөгч агуулсан зарим материалыг шинж

чанарыг тогтоох судалгаа явуулж зарим үр дүнг гарган авсан байлаа [1]. Энэ үр дүнд суурилан бид төслийг дэвшүүлснийг тэмдэглэе.

Ус, төрөл бүрийн уусмал, шингэн азот зэрэг үл шатах шингэн төдийгүй зарим органик агууламжтай шингэн орчин дотор зарчмын хувьд нуман ниргэлэг явуулах боломжтой байдаг. Үүнээс гадна төрөл бүрийн хийн орчин дотор титэмт ниргэлэг явуулж хийн орчин дотор байгаа дисперслэгдсэн фракцуудыг ялган авч болно. Янз бүрийн орчин дотор нуман ниргэлгийг тогтмол гүйдлээр явуулах үед анод эвдрэхээс гадна катод болгон авсан электрод урган томорч байдаг [1-5]. Катодын хуримтлал дотор үүсэж байгаа янз бүрийн бүтээгдэхүүний морфологийн шинж чанарыг [6-7] ажлуудад, харин бүтцийн онцлогийг [8-9] ажлуудад судалсан байдаг. Энэ шатанд бид ус болон агаар дотор нүүрсэн электродын хооронд явагдах тогтмол гүйдлийн нуман ниргэлгийн явцад катод дээр хуримтлагдаж буй материал болон ниргэлгээс ялгаран гарсан материалуудыг судлав.

Материал бэлтгэх төхөөрөмж, туршилт

Бид өмнөх бүлгийн Зураг 1-д ниргэлгийн бүтээгдэхүүнийг гарган авах төхөөрөмжийн бүдүүвчийг үзүүлсэн. Ниргэлгийн бүтээгдэхүүнийг гаргах авахын тулд өндөр гүйдлийн нуман ниргэлэг явуулах учраас их гүйдлийн үүсгүүр шаардлагатай болдог. Бид тогтмол гүйдлийн гагнуур хийх үүсгүүрийг тэжээлийн үүсгүүр болгон ашиглав. Ниргэлгийн үед гүйдэл, хүчдэлийг хянаж байх шаардлагатай. Энэ ниргэлгийг 20-30В хүчдэлд явуулж туршилт хийсэн тул хүчдэлийг хэмжихэд ердийн хүчдэл хэмжих багажууд ашиглав. Харин гүйдэл их учраас соронзон зонд ашиглав. Ниргэлгийг усан дотор явуулахдаа дулаанд тэсвэртэй шилэн сав хэрэглэв. Ниргэлгийн явцад электродууд элэгдэж хоорондох зайд нь өөрчлөгддаг учраас ниргэлгийг тогтвортой асаахын тулд электродуудыг тэнхлэгийн дагууд нь болон хөндрөн чигт шилжүүлэх механизм хийж ашиглав. Судалгааны шаардлага хангасан дээжээ тогтоож, гарган авахаас өмнө бид Зураг 1-д үзүүлсэн схемийн дагуу ниргэлэг явуулах, дээж гарган авах төхөөрөмжөө угсарч графит, бал чулуу, зэс, хөнгөн цагаан зэрэг металл электродуудын хооронд нэрмэл ус, ердийн крантны ус, усан уусмал, азот, агаар зэрэг орчинд тогтмол гүйдлийн нуман ниргэлэг явуулж туршилт хийв. Зарим төрлийн усан уусмал дотор явагдсан ниргэлгээр үүссэн бүтээгдэхүүнүүдийг нэрмэл усанд үүссэн бүтээгдэхүүнүүдтэй, харин азотын ууранд явуулсан ниргэлгээс үүссэн бүтээгдэхүүнийг атмосферийн агаарт явуулсан ниргэлгийн бүтээгдэхүүнтэй харьцуулж үзэхэд тэдгээрийн хооронд орчинтой холбоотой бохирдоос илүүтэй анхаарал татах онцгой ялгаа илрээгүй тул олон төрлийн орчинд судалгааг нэг бүрчлэн нарийвчлан хийхээс зайлсхийж ус ба агаарт гарган авсан дээжүүдийг голлон авч үзлээ. Судлах дээжийг гарган авахдаа 99.9% цэвэршилттэй графит электродуудын

хооронд нэрмэл усан орчинд тогтмол гүйдлийн нуман ниргэлэг үүсгэв. Энэ туршилтанд лабораторийн нөхцөлд нэрсэн ус ашигласан болно. Дээжийг гарган авахад хэрэглэсэн графит нь цахилгаан дамжуулал сайтай, сөрөг эсэргүүцлийн температурын коэффициенттэй, температур нэмэгдэхэд бат бөх чанар нь дээшилдэг, бараг соронзон чанаргүй материал юм. Гэхдээ графитын доторхи үеүдийн эвдрэлтэй холбоотойгоор түүнд соронзон чанар үүсж болдог. Ийм графитаар электрод хийж өндөр гүйдлийн нуман ниргэлэг явуулах үед катод нь ургаж томордог. Үүний зэрэгцээ ниргэлгийн явц дахь электродын ууршилттай холбоотойгоор ниргэлэг явагдаж байгаа орчин дотор, мөн эргэн тойронд их хэмжээний жижиг хэсгүүд ялгарсан байдаг. Үүнээс гадна бал чулуу, зэс, хөнгөн цагаан зэрэг материалуудын хооронд явагдах ниргэлгээс үүсэх бүтээгдэхүүнүүдийг мөн гарган авав. Ниргэлгийн катод дээр ургасан бүтэц, ниргэлгийн явцад орчин дотор болон орчин тойронд ялгаран үлдсэн тунадас, тортог, үнс зэрэг бүтээгдэхүүнүүдэд судалгаа хийлээ. Бал чулуун электродын хооронд явуулсан ниргэлгээс үнс гарахаас гадна электрод баригч дээр тортог сууж үлддэг. Үүнийг тусгайлан судлав. Харин усан орчинд графит, бал чулуу ба металл электродын хооронд явуулсан ниргэлгээс үүсэх бүтээгдэхүүний зарим нь усны гадаргуу дээр хөвж (голчлон бал чулуун электродтой ниргэлгээс) зарим нь ёроолд живсэн байдаг. Усны гадаргуу дээр хөвж байгаа материалыг ус үл нэвтрүүлэх гадаргуу дээр суулган ялгаж тасалгааны температурт хатаах замаар гарган авлаа. Ёроолд тунасан хэсгийн тунгаан хатааж ялган авав. Катод дээр ургасан бүтэц болон ниргэлгийн явцад усан дотор ялгаран гарсан бүтээгдэхүүнүүдийн механик болон морфологийн онцлогуудыг SEM болон SEM EDX (SIEMENS SU8010) хэрэглэн судлан гаргав.

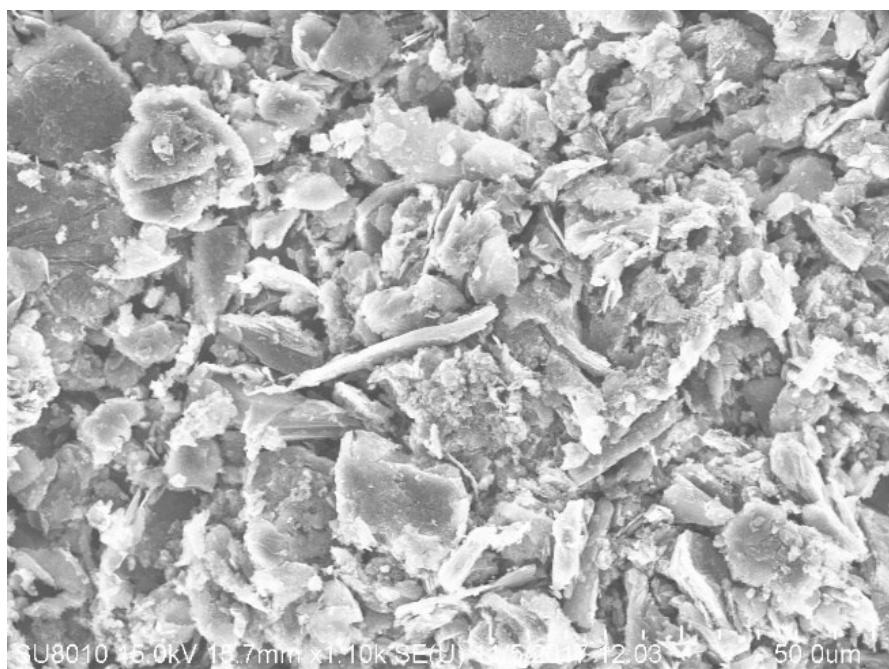
Ниргэлгийн явцад үүсэх материалуудын ерөнхий шинж чанар

Ялгарсан бүтээгдэхүүний онцлогууд

Усанд дотор нүүрсэн электродын хооронд явагдах нуман ниргэлгийн явцад катод дээр ургасан материал болон ниргэлгийн явцад электродуудаас салж орчин луу орсон хэсгүүдийн бүтэц, шинж чанарыг энд авч үзлээ. Электродоос ууршин ус руу орж байгаа хэсгүүдийг цуглувалж авсан дээж нь нүүрстөрөгчийн нимгэн үе ба хуудсуудаас тогтох микроны эрэмбийн хэмжээтэй жижиг хэсгүүд ба нанометрийн эрэмбийн хэмжээний диаметртэй шугаман хэсгүүдийг агуулдаг. Катод дээр ургаж томорсон материал нь гурван өөр төрлийн жижиг хэсгүүдээс тогтох бөгөөд эдгээрийн дотроос нанометрийн эрэмбийн хэмжээтэй жижиг хэсгүүд болон шугамлаг хэсгүүдийн нэгж эзлэхүүн дотор орших тоо нь хамгийн олон байдаг. Энэ дээж дотор агуулагдах шугаман бүтцүүдийн зарим хэсэг нь нанохоолой, зарим нь нано утас байх ба эдгээр нь хоёр хэмжээст нимгэн үе графитаас

хуулрах үедээ хуйлагдан эргэх замаар эсвэл графитын доторхи жижиг үрлүүд болон аварга хэмжээтэй хэсгүүдээс ургах замаар бий болдог.

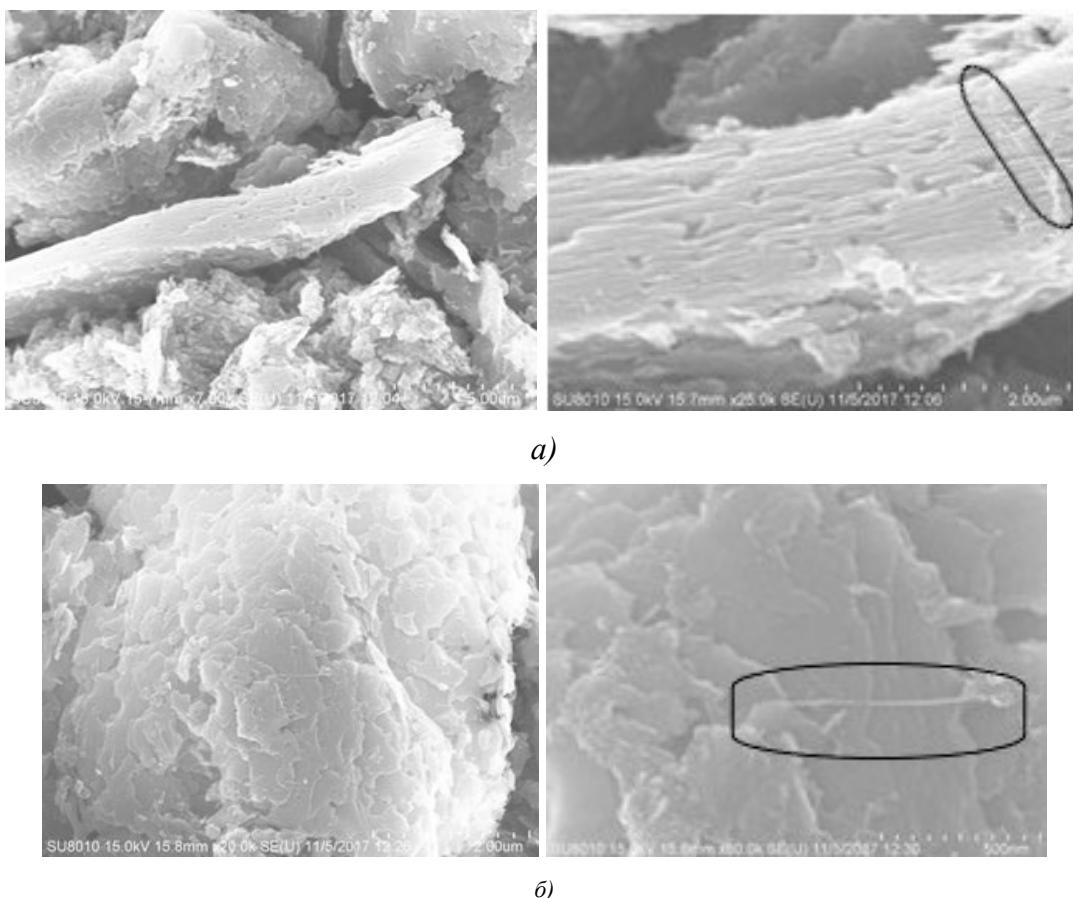
Ниргэлгийн явцад электродуудаас салж ниргэлэг явагдаж байгаа орчин луу орсон бүтээгдэхүүнүүд (Зураг 2) нь хэлбэр, хэмжээний хувьд харилцан адилгүй олон жижиг хэсгүүдээс тогтдог. Эдгээрийн ихэнхийг микроны эрэмбийн хэмжээтэй ширхгүүд бүрдүүлэх бөгөөд 5-10 мкм-ээс дээш шугаман хэмжээтэй томоохон хэсгүүд нь хоёр үндсэн бүтэцтэй байна. Тэдгээрийн томруулсан байдлыг Зураг 3-т үзүүлэв. Эдгээр том хэсгүүдийг сайтар ажиглан хараход эдгээрийн зарим нь хурц төгсгөлүүдтэй байхад зарим нь мохoo байдаг.



**Зураг 2. Ниргэлгийн явцад электродуудаас салж гарсан хэсгүүдийн
өрөнхий төрх**

Шугаман хэмжээний хувьд том, хурц төгсгөлүүдтэй хэсгүүдийг томруулахад нэлээд зузаан давхар хуудсуудаас тогтох байгаа нь тодорхой харагддаг (Зураг 3а). Эдгээрийн зузаан хэдэн арван нанометрээс ихгүй байна. Харин нөгөө нь маш нимгэн дан нүүрстөрөгчөөс тогтох үеүдэг (хоёр хэмжээст үе) давхарлан тавьсан мэт бүтэцтэй байдаг (Зураг 3б). Тэдгээрт хийсэн SEM EDX анализаас үзэхэд дан нүүрстөрөгч элемент агуулсан байгаа нь харагдана (Хүснэгт 1). Эдгээр нимгэн үеүдийн зузааныг бараг хэмжих боломжгүй боловч ямарч гэсэн хэдхэн нанометрээс ихгүй нь харагддаг. Харин микрометрийн эрэмбэтэй буюу түүнээс жижиг хэмжээтэй хэсгүүд нь ихэвчлэн эдгээр томоохон хэсгүүдээс салсан жижиг хуудсууд байх боловч тэдгээрийн дотор цул жижиг хэсгүүд байгаа нь ч бас ажиглагддаг. Энэхүү салсан хэсгүүдийн дотор дурдсан бүтцүүдээс гадна диаметрийн хувьд хэдхэн нанометрийн хэмжээний эрэмбэтэй, уртын хувьд хэдэн

зуун нанометрийн эрэмбэтэй бараг шугаман хэмжээс бүхий шугамлаг хэсгүүд бас олддог. Энэ бүтэц Зураг За болон Зураг 3б-д тодорхой ажиглагдана.



Зураг 3. Ниргэлгийн явцад электродуудаас салж гарсан хэсгүүд дотор ажиглагдах хоёр үндсэн бүтэц: а) том хэмжээтэй үелэн давхарласан хуудаснуудаас, б) дан нүүрстөрөгчийн нимгэн хавтгайнуудаас тогтох бүтэц, (Зургуудын дээр хар шугамаар хүрээлэгдсэн шугамлаг хэсгүүд тод харагдаж байна)

Хүснэгт 1. Салсан хэсгүүдэд хийсэн EDX анализын дүн

No	Elt.	Line	Intensity, (c/s)	Atomic %	Atomic Ratio	Conc	Units	Error 2-sig
а	C	Ka	766.69	100.0	1.0000	100.0	wt.%	1.033
б	C	Ka	552.93	100.0	1.0000	100.0	wt.%	1.172

Энэ дээжийн дотор дангаараа салж гарсан хоёр хэмжээст үе огт тааралддаггүйг онцлон тэмдэглэх нь зүйтэй. Энэ хэсгүүд ямар нэг өөр хэсгүүдтэй холбогдолгүйгээр дангаар орших нь бараг үгүй, ихэвчлэн хуудаснууд юмуу, хавтгайтай аль нэг үзүүрээрээ эсвэл хоёр үзүүрээрээ холбогдсон байдал. Үүнээс гадна эдгээр нь заавал шулуун байх албагүй, тахир, муруй хэлбэртэйгээр ч бас тааралддаг.

Катод дээр хуримтлагдсан хэсгийн бүтэц

Ниргэлгийн явцад катод улам бүр урган томорч байдаг. Урган томорсон энэ хэсэг нь электродтой харьцангуй бат бэх холбогдсон байдал боловч ургалтын чигт хөндлөн чиглэлд харьцангуй хялбархан салж нимгэн хуудсууд үүсгэдэг (Зураг 4).



a

б

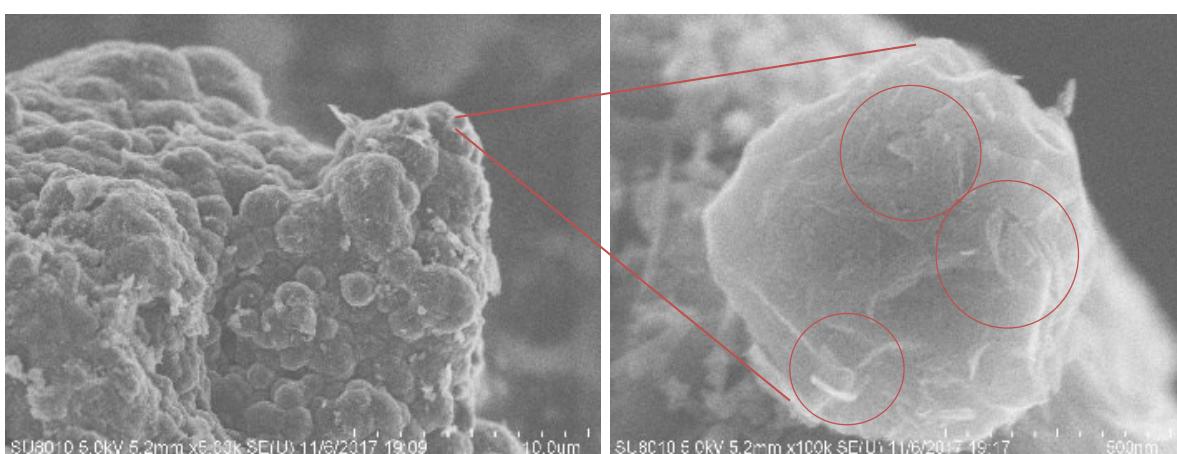
в

Зураг 4. Ниргэлгийн явцад электрод дээр ургасан хэсгийн гадаад байдал:

а) хөндлөн огтлол, б) ургасан материалыг хажуугаас нь харсан байдал, в)

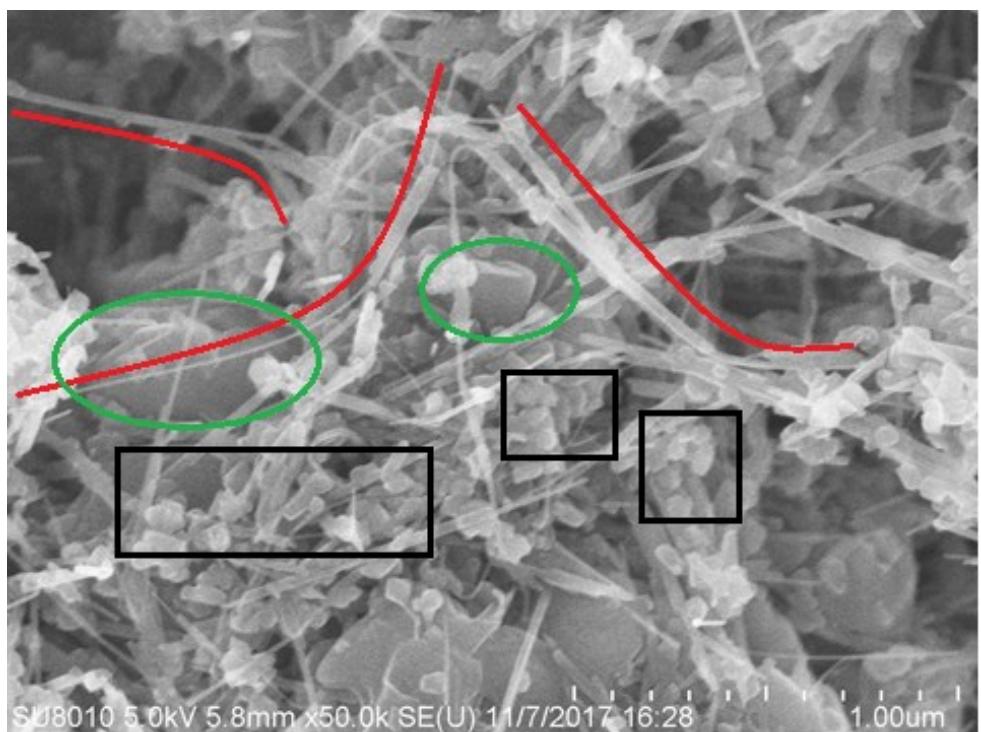
нимгэн хуудасны дотоод байдал

Эдгээр хуудсууд хөндлөн чиглэлдээ нэлээд бат бөх чанартай байдаг. Энэ бүтээгдэхүүнийг тусгайсан ялгах, салгах арга хэрэглэлгүйгээр шууд механикаар салган авч үйлж нунтаглан бүтцийг нь судалж болно. Бид энэ ажилд дээжээс нимгэн хуудас салган авч судлав. Энэ материалын захын хэсгийг хараад аль болох бага гадаргуутай болохыг эрмэлзэн бөмбөлөг хэлбэрийг голчлон олж авсан байх бөгөөд нарийвчлан ажиглавал олон жижиг бөмбөрцөг хэлбэртэй бөөмцрүүдээс тогтсон байдал (Зураг 5). Энэ нь графит халах үед түүний гадаргуу орчмын хэсгүүд жижиг золь хэлбэрт шилжин ууршиж байдгийг харуулж байгаа юм.



Зураг 5. Катодын хуримтлалын захын гадаргуу (Графитаас салах явцдаа хуйлран эргэж буй дурсүүдийг улаан тойргоор хүрээлэв)

Энэ нь графит хайлалгүйгээр сублимацийн замаар ууршдагтай холбоотой. Эдгээр дусал бөөмцрүүдийн дотроос гадаргуугаас бараг салж байрласан нэг жижиг бөөмцөрийн томруулсан байдлыг Зураг 5-д үзүүлэв. Эдгээр бөөмцрүүд нь микроны эрэмбийн (0.5-5 мкм) хэмжээтэй бөгөөд нарийвчлан ажиглахад тэдгээр нь мөн л нимгэн үеүдээс тогтдог нь тодорхой харагдана. Түүнчлэн энэ нимгэн үеүд хууларч салах явцдаа хуйлагдан хоолой хэлбэр лүү шилжих бүтэц үүсгэж байгааг ажиглаж болно. Энэ дүр зураг дээжийн гүнд ажиглагддагүй. Ингэж графитын гадаргуу дээр бөөмцөр үүсэх, мөн бөөмцрийн гадаргуу дээр хоёр хэмжээст хавтгайгаас гурван хэмжээст бүтэц үүсэх процесс зөвхөн гадаргуу дээр явагддаг гэдгийг дээжийн гүнд авсан зургуудтай харьцуулан баталж болно.



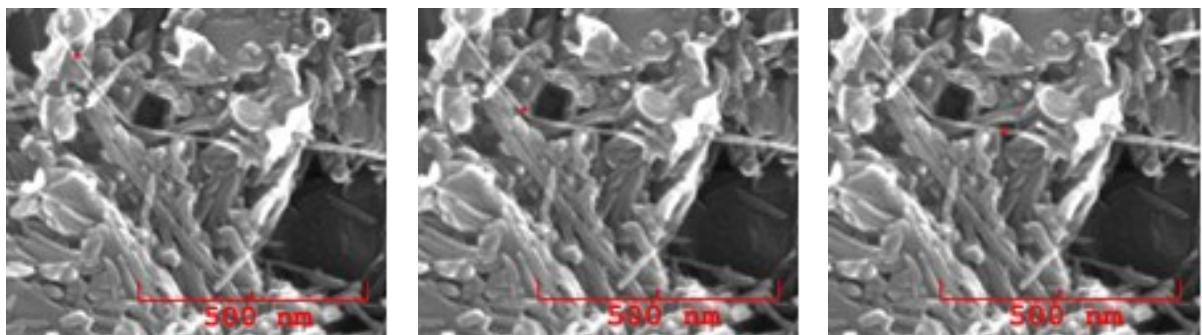
Зураг 6. Ниргэлгийн явцад ургаж томорсон катодын материалын дотоод бүтэц. Энэ зурагт жижиг хэсгүүд (хар тэгш өнцөгт), шугамлаг хэсгүүд (улаан шугамуудын дагуу) болон микрометрийн эрэмбийн хэмжээтэй том хэсгүүд (ногоон эллипс дотор) тод ажиглагдаж байна

Харин үеийн дотоод бүтцийг томруулбал (Зураг 4в) энэ нь голчлон хөндлөн чигт эмх замбараагүй байрлах урт нарийхан утаснуудаас тогтдог нь тодорхой харагдах бөгөөд эндээс хөндлөн чигтээ бат бөх чанартай байх нь тодорхой болж байгаа юм.

Томорч ургасан энэ бүтээгдэхүүний дотоод бүтцийг харахын тулд дээжийг нунтаглаж гарган авсан SEM дүрсийг Зураг 6-д үзүүлэв. Энэ SEM дүрсээс үзэхэд энэ дээж (i) 50-100 нм-ээс ихгүй шугаман хэмжээтэй, бараг бөмбөрцөг хэлбэртэй жижиг хэсгүүд, (ii) хөндлөн огтлолын өргөн нь хэдэн арван нанометрээс ихгүй, урт нь хэдэн арван нанометрээс микрометр хүрэх эрэмбэтэй урт шугамлаг хэсгүүд, (iii) хөндлөн огтлолын шугаман

хэмжээ нь хэдэн зуун нанометрээс микрометрийн эрэмбэтэй байх аварга хэмжээтэй томоохон бүхэл хэсгүүд гэсэн гурван үндсэн хэсгийг агуулж байгаа нь ажиглагддаг.

Ургасан хэсгийн дотор байгаа эдгээр жижиг хэсгүүдэд хийсэн SEM EDX анализын дүнгээс үзэхэд олонхи нь дан ганц нүүрстөрөгч элементээс тогтоно. Энд төлөөлөл болгон Зураг 7-д үзүүлсэн тахир шугамлаг хэсгийн гурван өөр цэгт хийсэн SEM EDX анализын дүнг үзүүллээ (Хүснэгт 2).



Зураг 7. Ниргэлгийн явцад ургаж томорсон катодын материалын доторхи нэг шугамлаг бүтцийн EDX-ийг авсан цэгүүд

Энэ шугаман хэсгийн уртын дагуух янз бүрийн цэгт хийсэн анализын дүн энэ бүтэц бүхэлдээ дан нүүрстөрөгчөөс тогтох байгааг харуулдаг. Үүний зэрэгцээ бусад хэсгүүд дээр хийсэн анализын дүн ч эдгээр нь дан нүүрстөрөгчөөс тогтох байгааг харуулдаг.

Хүснэгт 2. Шугаман элементэд хийсэн EDX анализ

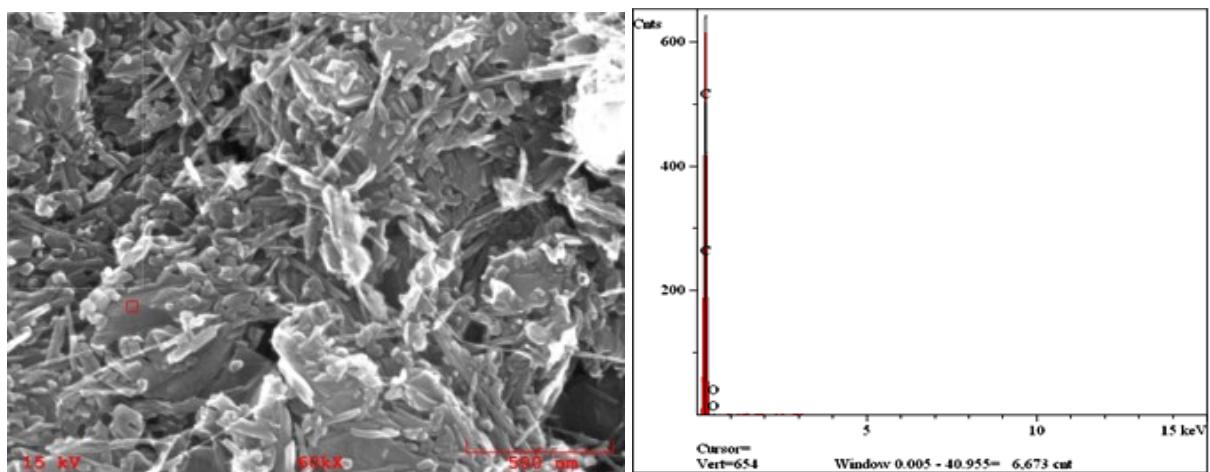
	Elt.	Line	Intensity, (c/s)	Atomic, %
а	C	Ka	639.44	100.000
б	C	Ka	692.22	100.000
в	C	Ka	598.34	100.000

Харин энэ дүгнэлтээс гажих нэг тохиолдлыг Зураг 8-д үзүүлэв. Энэ нь аварга хэмжээтэй бөөмцөр дээр ажиглагддаг. Энд хүчилтөрөгчийн атомд харгалзах спектр ажиглагдах ба уг бөөмцрийн доторхи хүчилтөрөгчийн атомын эзлэх хувь 1.5%-аас хэтэрдэггүй. Энэ нь өндөр температурын үйлчлэлээр явагдах усны молекулын диссоциацаар үүссэн хүчилтөрөгчийн атомуудын мөр төдий зүйл байх боломжтой юм.

Одоо катод дээр ургасан бүтцийн дотор агуулагдах үндсэн хэсгүүдийг тус бүрд нь нарийвчлан авч үзье.

- 1) Ийм жижиг хэсгүүдийн онцлог нь бусад бүрдүүлэгч хэсгүүдтэй харьцуулахад дангаараа оршин байх нь элбэг бөгөөд хэмжээний хувьд 50-100 нм-ээс ихгүй шугаман

хэмжээтэй, бөмбөрцөгт ойр хэлбэртэй байдаг.



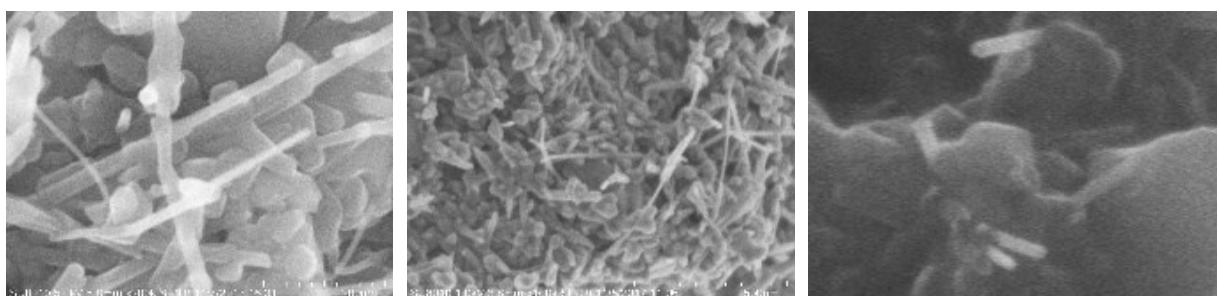
Зураг 8. Ургасан материалын дотор ажиглагдах аварга хэсгийн тэмдэглэсэн цэг дээр ажиглагдах хүчилтөрөгчийн атомын спектр

Дээжийн дотор тааралдах хамгийн жижиг элементийн шугаман хэмжээ 10 нм, харин дангаар орших хамгийн томынх нь шугаман хэмжээ 90-100 нм хүрдэг. Эдгээр нь макро хэсгүүд дээр олонтаа тааралдах боловч түүний макро хэсэгтэй холбоотой, эсвэл түүнээс ургасан эсэхийг энэ судалгааны хүрээнд тодорхойлох боломжгүй байна.

2) Шугамлаг хэсгүүд нь хэмжээгээрээ харилцан адилгүй боловч хэлбэрийн хувьд гонзгой буюу сунасан, бараг шугаман бүтэц байдаг. Үүний зэрэгцээ эдгээр бүтэц нэг үзүүрээрээ эсвэл хоёр үзүүрээрээ заавал өөр нэг элементтэй холбогдсон байдаг. Эдгээр элементүүд олонхи тохиолдолд макро болон жижиг хэсгүүдээс урган гарсан байх ба хэмжээ нь уртассан үедээ нөгөө үзүүрээрээ эсвэл дундуураа өөр хэсэгтэй холбогдсон байдаг (Зураг 9а,в). Мөн богино хэмжээтэй ийм хэсгүүд харьцангуй өргөн диаметртэй бөгөөд үзүүр хэсэг рүүгээ үргэлж нарийссан байдаг (Зураг 9б). Эдгээр нь нэг жижиг хэсгээс олон салаалж ургасан байх нь ч бий. Иймд энэ хэсгүүдийн үүсэх нэг механизм нь ургалт гэж дүгнэж болно. Эдгээр хэсгүүд диаметрийн хувьд 20 нм-ээс хэтэрдэггүй, харин ажиглагдах хамгийн бага диаметр 10 нм-ээс бага байна. Уртын хувьд хэдэн арван нм-ээс эхлээд микрометр хүртэл урттай ч тааралддаг. Эдгээр шугаман хэсгүүдийг нарийвчлан хараад зарим нь хөндий, зарим нь бараг цул байдаг. Ийм учраас эдгээр нь нанохоолой, нано утас юм. Үүнийг эдгээрийн хөндлөн огтлолыг судлах замаар нарийвчлан шалгаж болно. Нано хоолойн хананы зузаан янз бүр бөгөөд SEM зургийг үндэслэн ойролцоогоор түүний диаметрийн гуравны хоёроос аравны нэгийн хооронд утгатай байгаа гэсэн дүгнэлт гаргаж болно.

3) Аварга хэмжээтэй буюу хөндлөн огтлолын шугаман хэмжээ нь хэдэн зуун нанометрээс микрометрийн эрэмбэтэй байх томоохон бүхэл хэсгүүд нь тухайн эзлэхүүний дотор цөөн

тоотой тааралдах боловч эзлэхүүний хэмжээ ихтэй учраас дээжийн эзлэхүүний багагүй хэсгийг эзэлнэ. Эдгээрээс зарим тохиолдолд шугаман элементүүд урган гарсан байdag.

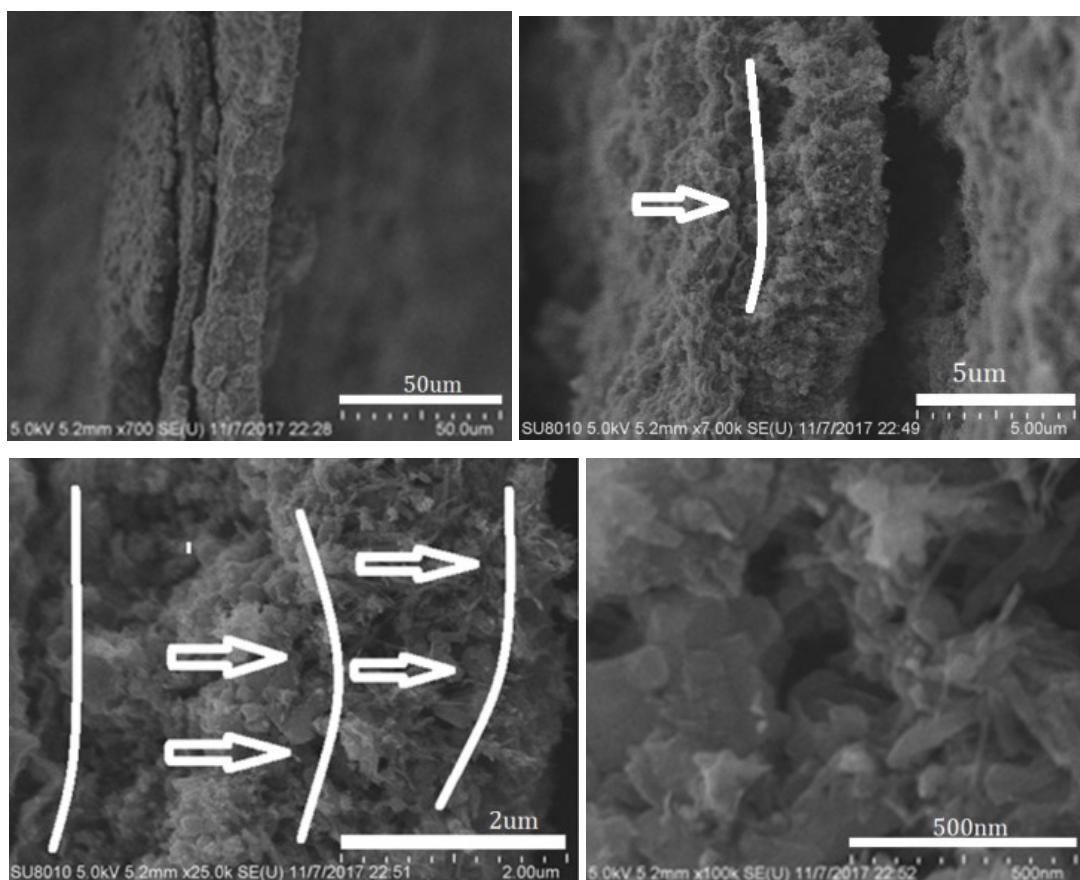


Зураг 9. а) нэг жижиг хэсгээс ургасан шугаман хэсэг, б) ургасан хэсгийн доторхи богино, харьцангуй өргөн диаметртэй жижиг хэсгүүдийн үзүүр лүүгээ нарийссан байдал (Энэ зургийн дотор урган уртасч байгаа жижиг хэсгүүд олныг харж болно), в) аварга том хэсэг дээр ургасан шугамлаг хэсэг

Эдгээр бүтцүүдийн эзлэх хувь хэмжээ, агууламжийн харьцааг тодорхойлох асуудлыг авч үзье. Хэрэв бид энэ дээжийг нэгэн төрөл гэж үзвэл хэвтээ хавтгайн дагуу ажиглагдаж байгаа энэ дүр зураг гүний дагууд ч бас ажиглагдах ёстой. Ажиглагдаж байгаа дүрсийн тодорхой талбайтай хэсгийг сонгон авч энэ талбай дотор ажиглагдах бүтцийг тоольё. Сонгон авсан талбайг дүрсийн фокусын гүнээр үржүүлэн эдгээр бүтцүүд оршин байгаа мужийн эзлэхүүнийг олно. SEM дүрсийн фокусын гүн буюу харааны талбайн гүнийг $d = \frac{4 \cdot 10^2 W}{A M}$ (W -дээж ба линзийн хоорондох ажлын зайд, A -апературын диаметр M -өсгөлт) томьёогоор илэрхийлж болно. Энэ эзлэхүүн дотор орших тухайн нэг бүтцийн тоог эзлэхүүнд харьцуулан уг бүтцийн тоон нягт эсвэл агууламжийг гаргаж болно. Үүнийг бүтэц бүрийн хувьд тодорхойлж хооронд нь харьцуулан тус бүрийн эзлэх хувь хэмжээг тогтоож болно. Энэ тооцоог дээжийн өөр хэсэгт давтан гүйцэтгэж дээжийн дотор тухайн бүтцийн эзлэх хувийг дундажаар тодорхойлно. Энэ аргаар бид дээжийн доторхи тухайн бүтцийн агууламжийг тогтоохдоо нэг төрлийн олон янзын дээжийн өөр хэсэгт авагдсан хэд хэдэн зургийг ашиглав. Энэ аргаар тодорхойлоход дээжийн дотор аварга бүтцийн эзлэх хувь 60%, шугамлаг бүтцийн эзлэх хувь 34%, нанометрийн эрэмбийн хэмжээтэй жижиг хэсгийн эзлэх хувь 6% байна. Дээжийн дотор байгаа элемент бүрийн тоон нягтын харьцаа 1:6:11 байна. Бид энэ тооцоог хийхдээ өөрийн өргөнөөс сийролцоогоор хоёр болон түүнээс олон дахин их урттай хэсгүүдийг шугамлаг хэсэгт хамруулсан болно.

Энэ дээж дотор агуулагдаж байгаа аварга хэсгүүд нь хуримтлал электродын гадаргуутай сул холбогдох, түүнчлэн нимгэн үеүд болон салдагийн шалтгаан болдог. Катод дээр хуримтлагдах хэсгийн ургалтын хөндлөн чиглэл дэх хагарлыг SEM дээр томруулж

харахад энэ хагарал аварга хэсгүүд байгаа тэр хэсгийг дайрсан байгаа нь харагддаг. Үүнийг Зураг 10-т үзүүлэв.



Зураг 10. Катодын хуримтлалын хагарлыг дараалан томруулж харуулсан байдал (Хагарлын дагуу цагаан шугам зэрэгцүүлэн татав)

Катодын хуримтлал амархан хууларч салдаг мөртлөө хөндлөн чиглэлдээ харьцангуй бат бэх механик чанартай байдгийг өмнө дурдсан. Хагарлын дээрх дүр зураг болон түүний механик чанарыг үндэслэн катодын хуримтлалыг бүрдүүлэгч жижиг, шугаман ба том аварга хэсгүүд хоорондоо Ван дер Ваальс төрлийн сул холбоосоор холбогдон түүнийг бий болгодог гэж үзэж болохоос гадна том аварга хэсгүүд эдгээрийн хоорондох зайлг ихэсгэж энэ холбоосыг улам сулруулж байдаг гэсэн дүнэлт гаргаж болно. Үүний зэрэгцээ хуримтлалын бат бөх чанарт шугаман хэсгүүдийн байрлал чухал нөлөөтэй байна.

Үр дүн, дүгнэлт

Усан дотор явагдаж байгаа нуман ниргэлгийн үед үүсэж байгаа материалуудын SEM анализын дүнг үндэслэн эдгээрийн талаар бид дараах хэд хэдэн дүгнэлтийг гаргаж болно. Юуны өмнө эдгээр хэсгүүд дан нүүрстөрөгчөөс тогтох бүтцүүд юм. Усан дотор явагдаж байгаа ниргэлгийн үед катод дээр урган бий болж байгаа биет хэсгийг бүрдүүлэгч жижиг хэсгүүд нь механикийн хувьд харилцан адилгүй шинж чанартай, дан нүүрстөрөгчөөс тогтох үндсэн гурван хэлбэртэй байна. Эдгээрийн дотроос нано хэмжээтэй шугаман

хэсгүүд аль нэг хэсгээрээ заавал өөр нэг хэсэгтэй холбогдсон байдаг нь катодын гадаргуу дээр ургаж байгаа бүтцийн дотор ажиглагдах шугамлаг бүтцүүд (нано хоолой, нано утас) ихэвчлэн ургах замаар үүсдэг гэсэн дүгнэлтэд хүргэж байгаа юм. Нөгөө талаас богино хэмжээтэй ийм хэсгүүд үзүүр хэсэг рүүгээ үргэлж нарийссан байдаг нь үүнийг батлах нэг онцлог юм. Эндээс ургасан хэсгийн дотор байгаа нанометрийн эрэмбийн хэмжээтэй жижиг хэсгүүд болон аварга хэсгүүд нь нано эрэмбийн хэмжээний диаметртэй шугамлаг хэсгүүдийн ургах суурь нь болдог гэсэн дүгнэлтийг мөн гаргаж болно. Бидний гарган авсан дээжийн дотор шугамлаг хэсгийн эзлэх хувь 30% орчим байна. Мөн ургасан хэсгийн гадаргуу дээрх үелсэн бүтэцтэй бөмбөгүүд нь графитын эмх замбараагүй байрласан нүүрстөрөгчийн хоёр хэмжээст үеүдээс тогтох бөгөөд халалтын явцад эдгээр нь түүний гадаргуугаас салж дусал хэлбэрт шилжин ууршдагийг баталж байгаа юм.

Харин ниргэлгийн явцад электродаас салж буй хэсгүүд нь ихэвчлэн нимгэн үелсэн бүтэцтэй, эсвэл хоёр хэмжээст нүүрстөрөгчийн үеүдээс тогтох бараг микроны болон хэдэн арван микроны эрэмбэтэй том эсвэл бүр аварга том хэмжээтэй жижиг хэсгүүд болон шугаман хэмжээстэй янз бүрийн урттай хэсгүүдийг агуулсан байдаг. Микроны эрэмбийн хэмжээтэй болон аварга хэмжээтэй бөөмцрүүдийн гадаргуу дээр хууларч буй хоёр хэмжээст үеүд тодорхой ажиглагддаг. Харин дангаараа хууларч салсан нимгэн үе огт тааралддаггүй. Эдгээр нь хуулрахдаа ихэвчлэн нэг үзүүр нь хуйлран эвхэгдэх байдлаар хуулардаг. Түүнчлэн эдгээр жижиг хэсгүүдийн гадаргуу дээр хууларч буй хоёр хэмжээст үеүд тодорхой ажиглагддаг. Энэ нь нүүрстөрөгчийн хоёр хэмжээс үеүд хуулрах явцдаа хуйлагдан нано хоолой, нано утас үүсгэдэг гэсэн дүгнэлт хийхэд өөрийн эрхгүй хүргэж байгаа юм. Ийм замаар үүссэн шугамлаг хэсгүүдийн онцлог нь харьцангуй урт, жигд өргөнтэй байгаа нь харагддаг. Тухайлбал, Зураг 3-т ажиглагдаж байгаа шугаман хэсгүүд харгалзан 902.5 нм, 554.65 нм урттай байна. Иймд хоёр хэмжээст графены хавтгайг хуилах замаар илүү урт шугамлаг бүтцүүдийг үүсгэх боломжтой юм.

Ниргэлгийн бүтээгдэхүүнүүдийн дотоод бүтцийн судалгаа

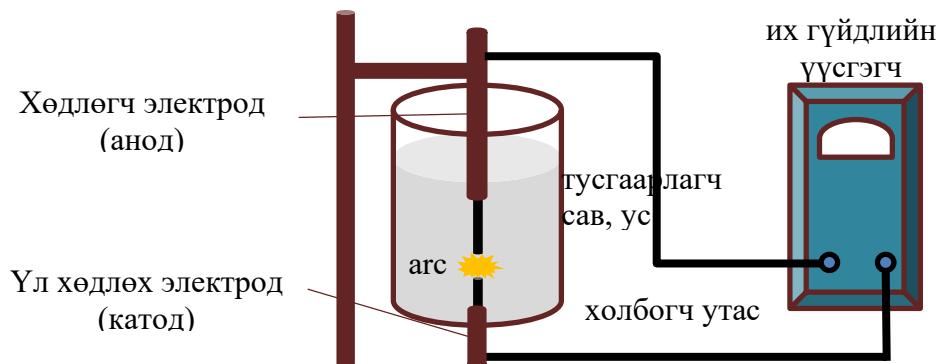
Усан дахь ниргэлгээс үүссэн бүтээгдэхүүний Рентген бүтцийн судалгаа

Бид энд нэрмэл усан дотор дүрэгдсэн цэвэр нүүрстөрөгчээс тогтох хоёр графит электродын хооронд асаж байгаа тогтмол гүйдлийн нуман ниргэлгийн явцад үүсэх дээжид Рентген дифракцын анализ хийж рентген спектр шугам өгч байгаа кристалл бүтцийн хэмжээг тодорхойлсноос гадна эдгээр нэмэлт шугам ямар хавтгайнуудаас үүсэж байгааг тогтоов. Рентген цацрагийн спектрт анализ хийх үндсэн програм хангамж болох Fullprof suite программд хэрэглэгддэг Le Bail тохируулгын (Ле Байлын фитинг буюу тохируулга хийх арга) аргаар энэ дээжийн рентген дифрактограммд нарийвчилсан анализ хийхийн

тулд бид бал чулууны гексагональ ба ромбоэдр бүтцийг анхны бүтцийн загвар болгон авч үзлээ. Эдгээрийг сонгон авсан шалтгаан нь спектрт 44.20° , 76.60° өнцгөөр үүсэж байгаа нэмэлт шугамууд нь ромбоэдр бүтээцтэй бал чулуу агуулсан дээжээс үүсдэгтэй холбоотой. Ле Байлын аргаар фитинг хийсний дараах анализын хувьд R факторын утга нь энэ Рентген дифракцын анализын нарийвчлал хангалттай байсныг харуулж байна. Шеррерийн томьёог ашиглан бид гексагональ ба ромбоэдр бүтцэд хамаарах хурц пикуудын өргөнөөр Рентген цацрагийн спектрийг өгч байгаа талстын дундаж хэмжээг тодорхойлсон бөгөөд энэ нь ойролцоогоор 48.97 нм болохыг тогтоосон. Үүнээс гадна Шигийн загвар дээр суурилсан CARBON XS програм ашиглан катод дээр хуримтлагдсан материалын доторхи кристалл фазын хэмжээг тооцоолж гаргав.

Удиртгал

Технологийн хөгжлийн хэрэгцээ, шаардлага, овор хэмжээ багатай бүтээгдэхүүний эрэлттэй уялдан нанохоолой, утас зэрэг нүүрстөрөгчийн атомаас тогтох эрэмблэгдэсэн бүтцийн судалгаа улам бүр нарийсан хөгжиж, шинэ шинэ үр дүнгүүд бий болж байна [11-12]. Усан дотор дан нүүрстөрөгчөөс тогтох графит электродуудын хооронд явагдах тогтмол гүйдлийн нуман ниргэлэг нь нано хэмжээст нүүрстөрөгчийн бүтээгдэхүүнийг синтез хийх олон аргуудын [1, 13] нэг бөгөөд энэ ниргэлгийн үед үндсэндээ хоёр төрлийн бүтээгдэхүүн үүсэх боломжтой [1]. Эдгээр бүтээгдэхүүн бүхэлдээ нүүрстөрөгчөөс тогтдог. Зураг 11-д үзүүлсэн схемийн дагуу төхөөрөмжийг угсран бэлтгэж ашигласнаар бид усан дотор нуман ниргэлэг асааж, эдгээр нүүрстөрөгч агуулсан дээжийг гарган авсан.



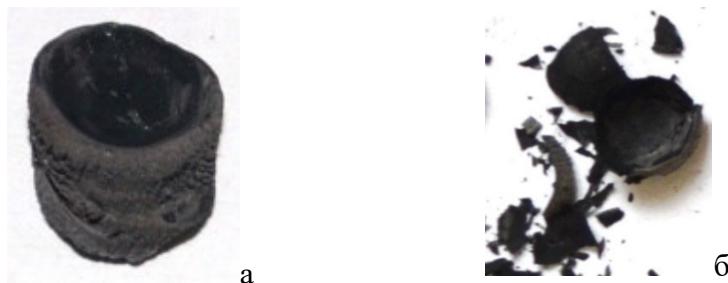
Зураг 11. Дээжийн гарган авсан туршлагын бүдүүвч

Бид энд нэрмэл ус, 99.9%-ийн цэвэр бал чулуу электрод ашиглов. Нумын ниргэлгийн үед зурагт үзүүлсэн дээд электрод (анод) ууршилтаас болж богиноч, доод электрод (катод) уртсан томордог. Энд катод болгон авсан электродын байрлал анодын дээр эсвэл доор байгаа эсэх нь катодын хуримтлал үүсэхэд онц ач холбогдолгүй болохыг бид турших замаар тогтоосон болно. Аль ч тохиолдолд үүсэж байгаа хуримтлалын хэмжээ адилхан

байдал. Нуман ниргэлгийн тасралтгүй асах нөхцөлийг хангахын тулд хөдөлгөөнт электродыг ашиглав. Энэхүү ургасан хэсгийн бүтцийг энэ шатанд голчлон Рентген дифракцын анализын аргаар болон SEM шинжилгээгээр судалсан. Рентген дифракцын анализын арга нь нүүрстөрөгчийн бүтээгдэхүүнийг бүтцийн онцлогийг тогтоох үндсэн аргуудын нэг юм [14].

Туршилт, дээж бэлтгэх

Бид дээжийг гарган авахын тулд нэрмэл усан дотор дүрэгдсэн цэвэр нүүрстөрөгчээс тогтох хоёр графит электродын хооронд тогтмол гүйдлийн нуман ниргэлэг явуулав. Дээжийг гарган авах туршилтын төхөөрөмжийн бүдүүвчийг Зураг 11-д дүрслэн үзүүлэв. Энэ ниргэлгийн үр дүнд ууршсан материал катод болгон авсан электрод дээр цугларч хуримтлал үүсгэдэг (Зураг 11-ийн доод хэсэгт ниргэлгийн үед үүссэн хуримтлалыг үзүүлэв). Манай ниргэлгийн төхөөрөмжид дээд электрод нь усанд 10 см-ээс багагүй гүнд дүрэгддэг. Тогтмол гүйдлийн нуман ниргэлэг асаахдаа бид их гүйдлийн (DC 280 A, 24 В) тэжээл ажиглав. Катод (6 мм диаметр) ба анод (6 мм диаметр) хоорондын зайд 1.5 мм байсан.



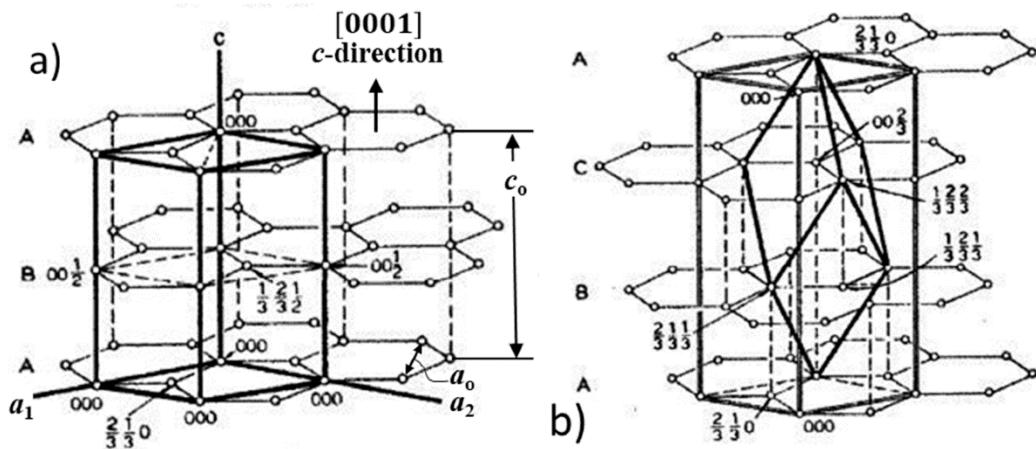
Зураг 12 а) Судалсан дээжийн гадаад байдал, б) Дээжээс хуулж авсан хэсгүүд

Ниргэлгийн явцад катодын гадаргуу дээр цилиндр хэлбэртэй нүүрстөрөгчийн хуримтлал үүснэ (Зураг 12а). Энэ хуримтлал электродтой харьцангуй бат холбогдсон байдал боловч ургалтын чиглэлдээ нимгэн хуудас хэлбэрээр амархан салдаг (Зураг 12б). учраас эдгээрийг ердийн механик аргаар электродоос салгаж, 96% спирттэй орчинд нунтаглаж анализд хэрэглэгдэх дээжийг бэлтгэв.

Рентген ба SEM шинжилгээ

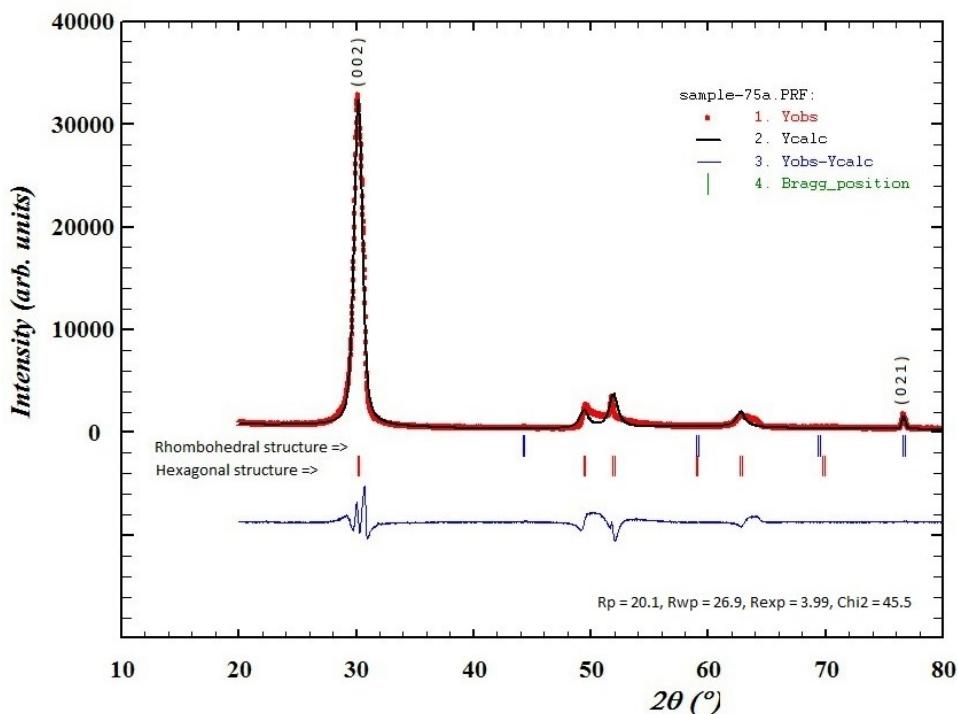
Бэлтгэсэн нунтаг дээжийн Рентген цацрагийн спектрийг гарган авахдаа CoKa1 цацраг болон хоёрдогч цацраг графит монокромататортай MAXima_X XRD-7000 дифрактометр ашиглав. Хэмжилтийг Брэггийн өнцгийн $2\theta = 10^\circ - 90^\circ$ мужид 0.02° алхамтайаар 5 сек/алхам тоолох хугацаатайгаар сканнердэж гүйцэтгэв. Энэхүү 2θ мужийг Ле Байлын фитинг буюу тохируулга хийх аргад ашиглав. Рентген спектрт анализ хийхэд ашиглагддаг үндсэн програм хангамж болох Fullprof suite программд хэрэглэгддэг Ле Байлын фитинг

буюу тохируулга хийх аргаар [15] энэ дээжийн рентген дифрактограммд нарийвчилсан анализ хийхийн тулд бид бал чулууны гексагональ ба ромбоэдр бүтцийг бүтцийн анхдагч загвар болгон авсан болно (Зураг 13). Энэ дээжийн Ле Байлын фитинг буюу тохируулга хийх аргаар нарийвчлан сайжруулж гарган авсан рентген дифрактограммыг Зураг 14-т үзүүлэв. Энэ тооцооллоос эхний хурц пик нь гексагональ бүтцэд бүтцэд хамаарах ($0\ 0\ 2$) хавтгайгаас, харин хоёр дахь нь ромбоэдр бүтэцтэй ($0\ 1\ 2$) хавтгайгаас үүссэн болох нь харагддаг.



Зураг 13. Хоёр хэмжээст үе үүсгэн байрласан нүүрстөрөгчийн атомуудын

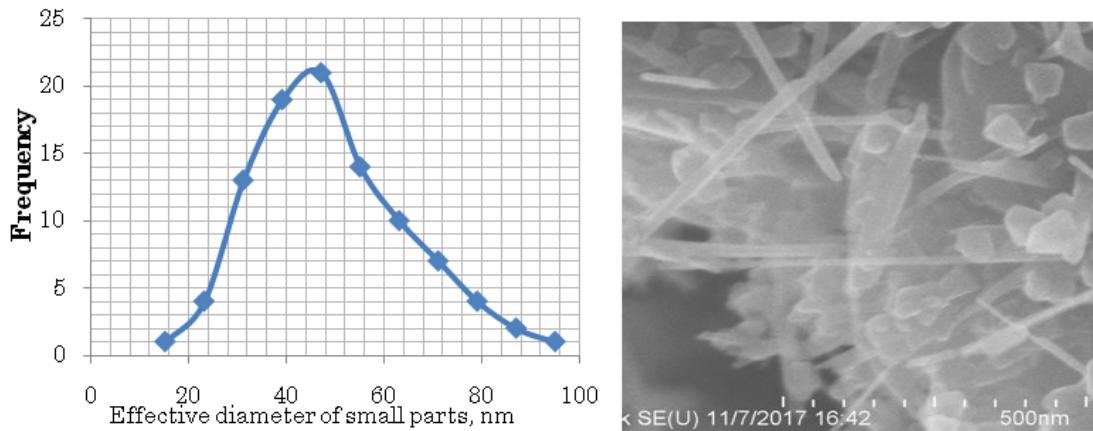
а) гексагональ бүтэц, б) ромбоэдр бүтэц [16]



Зураг 14. Ле Байлын фитинг буюу тохируулга хийх аргаар нарийвчлан гаргасан нүүрстөрөгч агуулсан дээжийн рентген дифрактограмм

Шеррерийн томьёог ашиглан бид зургаан өнцөгт ба ромбоэдр бүтцэд хамаарах хурц пикүүдийн өргөнөөр XRD спектрийг өгөх кристаллитын дундаж хэмжээг үнэлэв. Энэ нь ойролцоогоор 48.97 нм гэж тооцоологддог.

Дээж дээрх SEM шинжилгээний үр дүнгээс дээж нь жижиг хэсгүүд, шугаман хэсгүүд, аварга хэсгүүд гэсэн гурван өөр бүрэлдэхүүн хэсэгтэй байхыг өмнө гаргасан. Бид эдгээр хэсгүүдийн хэмжээг тодорхойлсон. Эдгээрээс жижиг хэсгүүдийн хэмжээгээрээ түгэх түгэлтийг Зураг 15а-д үзүүлэв.



**Зураг 15. а) Хуримтлалын доторхи жижиг хэсгүүдийн хэмжээний түгэлт
б) Хуримтлал доторхи шугаман ба жижиг хэсгүүд**

Жижиг хэсгийн хувьд хэмжээ нь 16-97.5nm хязгаарт байна. Тэдний дундаж ба хамгийн их магадлалтай диаметр нь 49.16 nm байна. Энэ үр дүнг Ле Байлийн аргыг хэрэглэн XRD шинжилгээгээр тодорхойлсон талстын хэмжээтэй харьцуулбал XRD спектрийг SEM дүрс дээрх жижиг хэсгүүдээр голчлон өгсөн гэж дүгнэж болно (Зураг 15б). Энэ хэсгийн эзэлж буй тооны фракц нь 59% -тай тэнцүү байна. Энэ нь дээр дурдсан XRD шинжилгээний үр дүнтэй нийцэж байна.

Шигийн аргыг [15,16] хэрэглэн дээжид хийсэн анализын дүнгээс харахад кристалл фазын эзлэх хувь цэвэр графит дотор 77.69% байснаа ниргэлэг явуулж гаргана авсан катодын хуримтлал дотор 48.98% болж буурдаг. Харин аморф фаз буюу эрэмблэгдээгүй бүтцийг төлөөлдөг гэж үзэж болох санамсаргүй шилжилт ба өрөлтийн сэвтэй [17] хэсгийн эзлэх хувийн жин цэвэр графит дотор 22.31% байснаа катодын хуримтлал дотор 51.02% болж өсдөг. Энэ нь тооцоолж гаргасан нанохэмжээст бүтцийг агуулгатай тохирдог. Мөн Ши загварын хүрээнд спектр шугамын өргөсөлтөөс Дебай-Шеррериин томьёог ашиглан тодорхойлсон талстын хэмжээ өмнө гаргасан үр дүнтэй нийцдэг. Энэ өргөсөлт 10nm-ээс бага хэмжээтэй талстуудаас үүсдэг [18].

Үр дүн, дүгнэлт

Тодорхойлж гаргасан кристалл тастын хэмжээг SEM шинжилгээний үр дүнтэй харьцуулснаар бид XRD спектр зөвхөн SEM зураг дээр байгаа жижиг хэсгүүдээс үүсэж байгаа гэж дүгнэж болно. SEM шинжилгээний дүнгээс нийт дээжийн эзлэхүүний дотор энэ хэсгийн эзлэх хувь хэмжээ нь 59% -тай тэнцүү байна. Энэ нь дээр дурдсан XRD шинжилгээний үр дүнтэй сайн тохирч байгаа хэрэг юм. Цаашдын судалгаанд бид XRD загварт өгөгдсөн жижиг хэсгүүдийн хэмжээг дотоод стандарт болон Ритвельдийн фазын тоон шинжилгээгээр тооцоолох боломжтой. Мөн энэ судалгаанаас үзэхэд хуримтлалыг бүрдүүлж байгаа шугаман болон аварга хэсгүүд нь дээж дэх аморф агуулгад хамаардаг нь тодорхой болов. SEM шинжилгээний үр дүнг талст хэмжээстэй харьцуулж үзвэл XRD загварыг зөвхөн жижиг хэсгүүдэд өгсөн гэж дүгнэж болно. Эхний хурц пик нь гексагональ бүтцэд хамаарах (0 0 2) хавтгайгаас, харин хоёр дахь пик ромбоэдр бүтэцтэй (0 2 1) хавтгайгаас үүссэн болох нь харагдаж байна. Сүүлийн пик (0 2 1) хавтгайгаас үүсдэг болохыг [15] дугаартай ажилд өгүүлсэн байдаг.

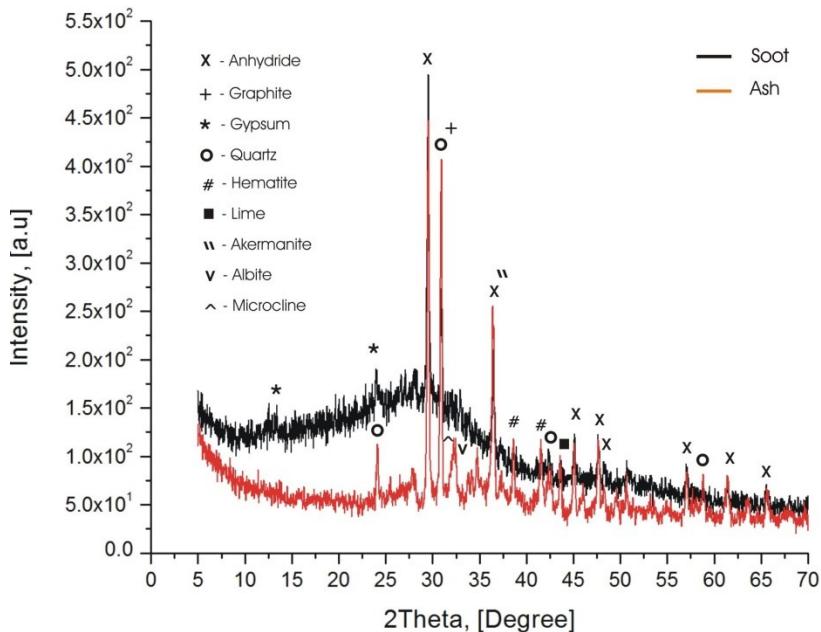
Ниргэлгийн явцад ялгарсан тортог, үнсэнд хийсэн спектрийн анализ

Сүүлийн жилүүдэд нүүрстөрөгч агуулсан материалууд их хэмжээгээр судлагдсан бөгөөд үүнтэй холбоотойгоор материал судлалын хавсарга ухааны салбарт шинэ чиглэл болон хөгжжээ. Сүүлийн 20 гаруй жилийн туршид шинээр гарч ирсэн нүүрстөрөгчийн агуулсан наноматериалууд техник, техник хувьд ашиглаж болох олон талын давуу тал, онцлог шинж чанартай учраас өнөөдөр ч өргөн хүрээнд судалгаа шинжилгээ гүнзгийрүүлэн хийгдэж байна [11, 12, 19, 20]. Бал чулуу, графитыг ниргэлэг ашиглан шатаахад гарсан тортог, үнсний хувьд тэдгээрийн IR спектрийг шинжилж, нэгдлүүдийн холбоосын төрлийг тодорхойлов. Тортгийн IR спектрт нүүрсустөрөгчийн радикалууд давамгайлдаг. Хөө тортог ба үнсний IR спектрийн харьцуулалтаас хараад тортогт органик нэгдлүүд, функциональ бүлгүүдийн C-H холбоо ажиглагддаг бол үнсэнд багасч, органик бус нэгдлүүд нэмэгддэг. Тортог ба үнсэнд хийсэн XRD шинжилгээний дүнгээс үзэхэд тэдгээр нь талст болон аморф фазтайгаар оршдог боловч тортог дахь талст фаз нь шаталтын температурын өсөлтөөс шалтгаалан нэмэгддэг. Раман спектроскопийн судалгааны үр дүнгээс хараад тортог болон үнс нь эмх замбараагүй байрласан хоёр хэмжээст графены үеүдээс тогтсон бүтэцтэй болох нь харагддаг.

Рентген цацрагийн спектрийн судалгааны дун

Дээжид агуулагдаж байгаа минералуудын [21-22] тухай өргөн мэдээллийг өгдөг учраас тортог ба үнсэн дэх минералын агууламжийг тогтоохдоо Рентген цацрагийн дифракцын

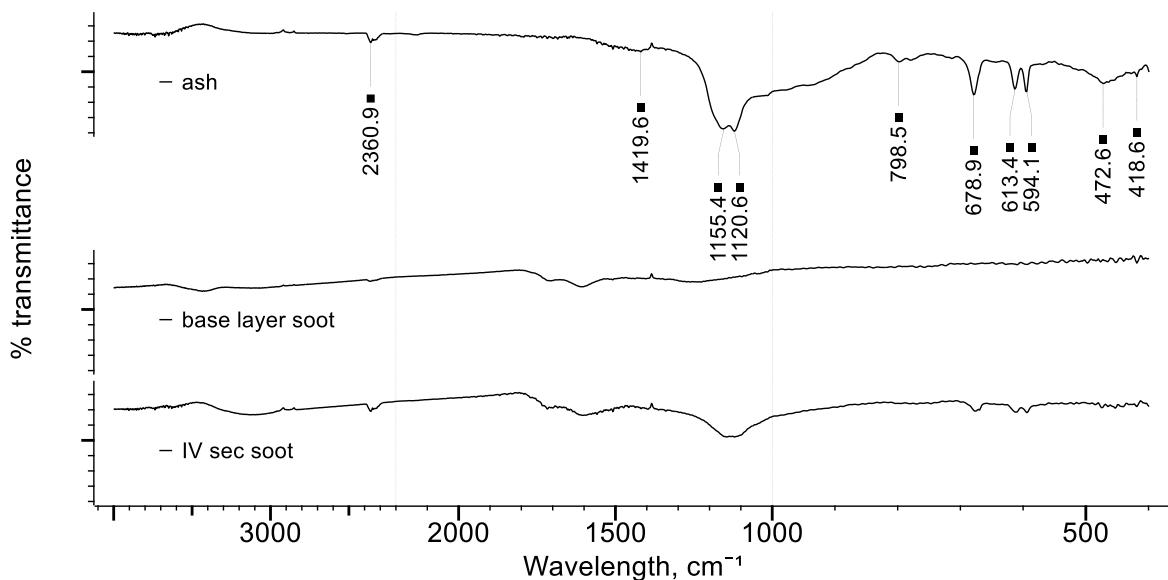
аргыг өргөн ашигладаг [23-26]. Ийм төрлийн судалгааны үр дүнг бид олон эх сурвалжаас үзэж болно [21-27]. Бид эдгээр эх сурвалжид өгүүлсэн арга загварыг ашиглан тортог ба үнсэнд хийсэн Рентген цацрагийн судалгаа хийв [27, 28]. Энэ үр дүнгээс үзэхэд тортог дахь аморф фазын хэмжээ 50%, харин үнсэнд 89% хүрдэг байна. Энэ үр дүнг гарган авсан тортог ба үнсний рентген дифрактограмыг Зураг 16-д үзүүлэв. Харин аль ч дээжид агуулагдах минералууд бараг адил байдаг.

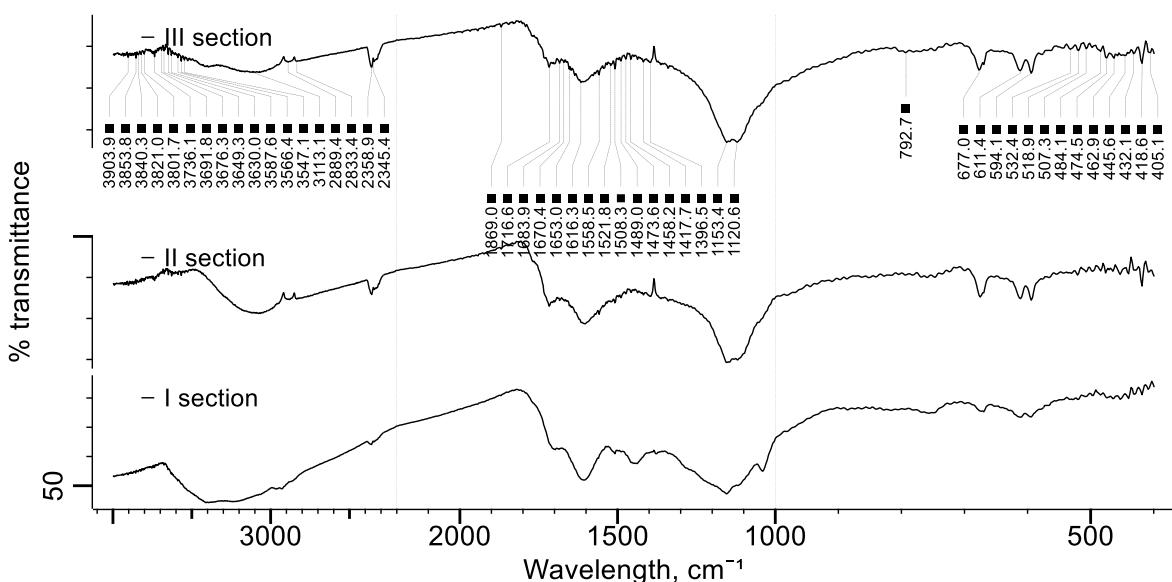


Зураг 16. Тортог ба үнсний рентген спектр

Инфра улаан туяаны спектрийн судалгааны дүн

Бид энд бүх спектрийг тайлбарлахыг зориогүй бөгөөд зөвхөн онцлог шугамуудыг авч үзлээ. Гарган авсан спектрийг Зураг 17-д үзүүлсэн бөгөөд энэ нь 2200cm⁻¹ ба 1000cm⁻¹ утгуудаар гурван бүсэд хуваагдан гарч ирдэг ба бүс бүр өөр өөр масштабтай болохыг энэ судалгаанд анхаарах хэрэгтэй.





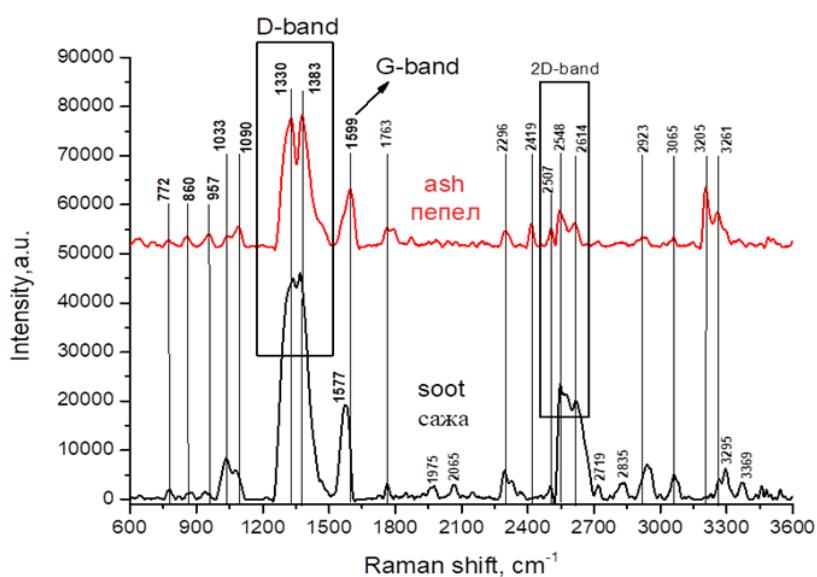
Зураг 17. Тортог ба үнсний FTIR спектр.

Дээжид ажиглагдаж байгаа шингээлтийн зурвасууд ерөнхийдөө харьцангуй бага давтамжтай байдаг тул $1600\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ мужийн спектрүүдийн хоёрдугаар эрэмбийн уламжлалаар давхцаж буй зурвасыг тайлбарлаж болдог. Энэ судалгааны үр дүнг боловсруулахад хэрэглэсэн KnowItAll(R) Informatics System програмаар спектрийн уламжлалуудыг шууд гарган авах боломжтой байдаг. Хөө тортог, үнсний дээжинд хоёуланд нь 2345 ба 2360 cm^{-1} дээр сул эрчимтэй хоёр пик ажиглагдаж байна. Эдгээр нь тортог ба үнсэнд нүүрстөрөгчийн давхар ислийн функциональ бүлэг байгааг харуулж байгаа юм. Эдгээр зурвасууд CO_2 -нүүрстөрөгчийн давхар ислийн бүлгүүдийн эргэлтийн тэгш хэмтэй бус суналтанд харгалздаг. Харин 1155 cm^{-1} дээрх эрчим ихтэй шингээлтийн зурvas нь дунд зэргийн суналттай хүхрийн нэгдлүүдтэй холбоотой юм. Дээжид хийсэн рентген цацрагийн шинжилгээний үр дүнд ч бас хүхэр агуулсан нэгдлүүд илэрдэг. Тортгийн FT-IR спектрт ажиглагддаг өөр нэг онцлог нь үнсний дээжинд байгаа карбонилийн бүлэгт харгалзах 1720 cm^{-1} дохио тортогт бараг бүрэн алга болдог. Сул эрчимтэй, $3030\text{-}3350\text{ cm}^{-1}$ мужид ажиглагдах зурvas нь үнэрт цагираг болон алифатик бүтэц дэх OH бүлгийн холбоосын сунах агших хэлбэлзэлтэй холбоотой юм., Спектр 3200 cm^{-1} дээр давтамжаа хоёр дахин нэмэгдүүлэн сул эрчимтэйгээр дахин гарч ирдэг дунд зэргийн эрчимтэй 1616 cm^{-1} зурvas нь амин дахь NH_2 холбоосийн деформацтай уялдаатайгаар үүсдэг. Спектрт байгаа $1000\text{-}1300\text{ cm}^{-1}$ мужийн зурвасууд нь хүчилтөрөгч агуулсан янз бүрийн бүлгүүдийн холбоосын хэлбэлзэлтэй холбоотой байдаг. Ер нь инфра улаан түянны $1000\text{-}1300\text{ cm}^{-1}$ муж нь үнэрт C-C ба C-H холбоосийн деформацтай холбоотойгоор үүсэх спектр эфирийн C-O-C суналтын бүлэгт тохирох дохиотой давхцаж болдог хэт улаан түянны спектрийн нарийн төвөгтэй хэсэг байдаг. Тортог дахь 418.6 cm^{-1} орчим үүсэх сул шингээлт нь S-S холбоосын суналтаас үүдэлтэй бөгөөд энэ нь үнсний

инфра улаан туяаны спектрт ч бас ажиглагдав. Үнсэнд кварц байгаа нь 1600 ба 1100 см⁻¹ орчимд үүсэх пикүүдээс харагддаг. 677 см⁻¹ дээрх хурц пик нь нүүрстөрөгчийн давхар исэлтэй холбоотой байж болох юм.

Раман спектрийн судалгаа

Бид үнс, хөө тортгийг Раман спектроскопи ашиглан судлав. Хөө тортог ба үнсний Раманы спектрийг Зураг 18-д үзүүлэв. Дээжийн спектрээс харахад хоёр дээжийн ихэнх зурvasууд ижил төстэй боловч тэдгээр нь хоорондоо давхацдаггүй хэд хэдэн онцлог зурвастай байдаг. Үүнээс гадна хоёр дээжид зэрэг ажиглагдаж байгаа зурvasуудын хэлбэр бас ялгаатай байдаг. Хоёр дээжид адилхан ажиглагдаж байгаа зурvasууд адилхан туйлшралтай молекулуудаас тогтох нэгдлүүдийг агуулж байгааг үзүүлдэг.



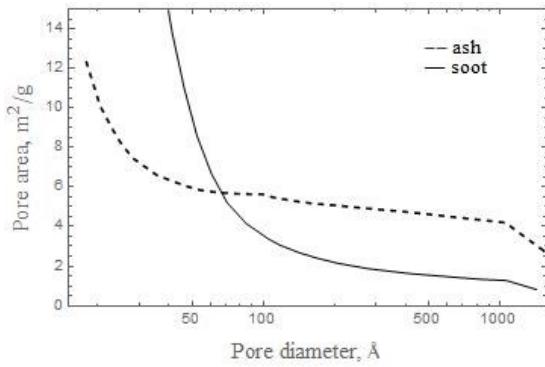
Зураг 18. Тортог ба үнсний Раман спектр

Спектрт ажиглагдаж байгаа D (энэ зурvas 1330–1350 см⁻¹-д ажиглагддаг) зурvasууд нь эмх замbaraагүй байрласан графены бүтэцтэй холбоотой байдаг. Гэхдээ энд энэ нь графен дэх хоорондоо холбоотой нүүрстөрөгчийн хоёр атом тус бүр устөрөгчийн хоёр атомтай холбогдсон нэгдлээс үүдэлтэй байж болох юм. Графитын кристаллын спектрт G зурvas заавал ажиглагддаг учраас энд байгаа нүүрстөрөгчийн G зурvas кристалл фаз оршиж байгааг харуулна. Энэ нь C-C холбоосын суналтаас үүсдэг. Энд G зурvasын зэрэгцээ 2500–2700 см⁻¹ мужид их эрчимтэй пикүүд ажиглагдаж байгаа нь хоёр дээжид хэд хэдэн давхар графены хавтгайнаас тогтох графитын хэсгүүд байгааг илтгэдэг.

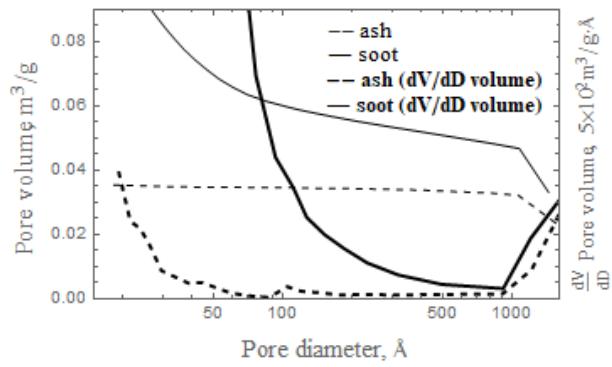
Морфологи, сувэрхэг чанарын судалгаа

Тортог ба үнс нь дисперст систем бөгөөд тэдгээрийн доторхи бөөмцрийн бүтэц, шинж чанарыг тодорхойлсон олон судалгааны үр дүн байдаг. Тортгийн бөөмцрийн шинж чанарыг тогтоосон судалгааны үр дүнг [28-30]-ээс, харин үнснийхийг [31-33]-ээс үзэж

болно. Тортгийн бөөмцрүүд нь үнэндээ бүрэн бус шаталтын үр дагавар, харин үнс нь ямарч түлшний шаталтын зайлшгүй үр дагавар бөгөөд шаталгүй үлдсэн минерал хэсгүүдийг агуулж байдаг. Тортог, үnsийг хэрэглээнд ашиглах зорилготой уялдан сүүлийн хэдэн арван жилийн хугацаанд түүнийг бүрдүүлэгч хэсгүүдийг олон талаас нь өргөн хүрээнд судалж байна [25, 34, 35]. Тортог ба үнс нь нано болон микро эрэмбийн хэмжээтэй дисперслэгдсэн жижиг хэсгүүдээс тогтдог бөгөөд эдгээр нь сувэрхэг бүтээцтэй байдаг. Сувэрхэг материалыг хоосон зайд, салангид фаз бүхий тодорхой нэгдэл гэж ойлгож болно. Сувэрхэг материалыг тодорхойлдог гол шинж чанар нь түүний хоосон зайд буюу сувэрхэг чанар бөгөөд энэ нь хоосон зайны эзлэхүүн ба нийт эзлэхүүний хоорондох харьцаагаар тодорхойлогддог. Үүний зэрэгцээ материал ба хоосон орон зайн хиллэх гадаргуу буюу чөлөөт гадаргууг сувэрхэг чанарыг илэрхийлэх хэмжигдэхүүн болгон авч болно. Сувэрхэг чанар нь материалын физик химийн шинж чанарт хүчтэй нөлөөлж байдаг. Бид ниргэлгийн явцад гарсан тортог ба үнсний сувэрхэг чанарыг SEM, SEM EDS, болон сувэрхэг чанарын судалгааны багаж техник (Porosimeter ASAP 2020 V3.01 H) ашиглан гарган авав. SEM зурагт анализ хийхдээ [36, 37]-д өгүүлсэн арга процедурыг ашиглав. Бөөмцрийн хэмжээ ба сүвийн гадаргуугийн талбайн хоорондын хамаарлыг гаргаж Зураг 19-д үзүүлэв. Энэ үр дүнгээс жижиг бөөмцрүүд нь илүү их сувэрхэг чанартай байгаа нь харагддаг. Мөн бөөмцөр дэх сүвийн эзлэхүүн ба диаметрийн хоорондох хамаарлаас (Зураг 20) харахад сүвийн хувийн эзлэхүүн нь диаметрээсээ хамааран буурч байгаа бөгөөд энэ нь бөөмцөр дээрх сувууд гүн биш байдгийг үзүүлдэг.

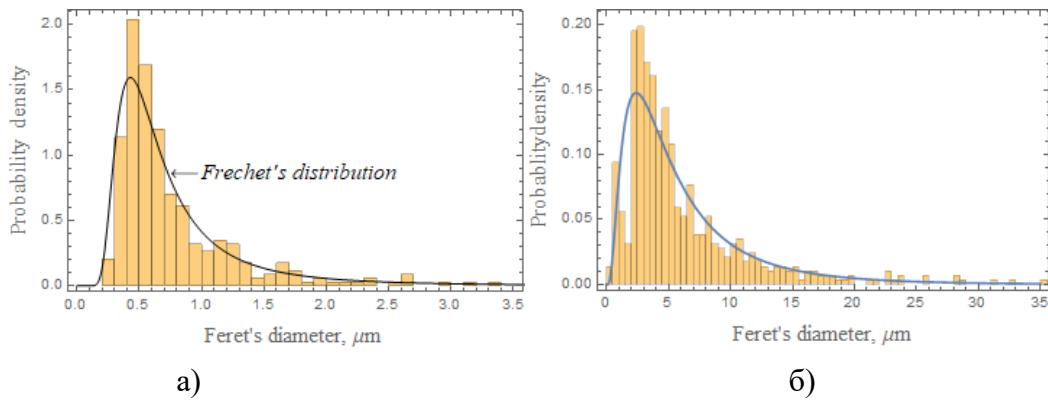


Зураг 19. BJH Adsorption Cumulative Pore Area for ash and soot



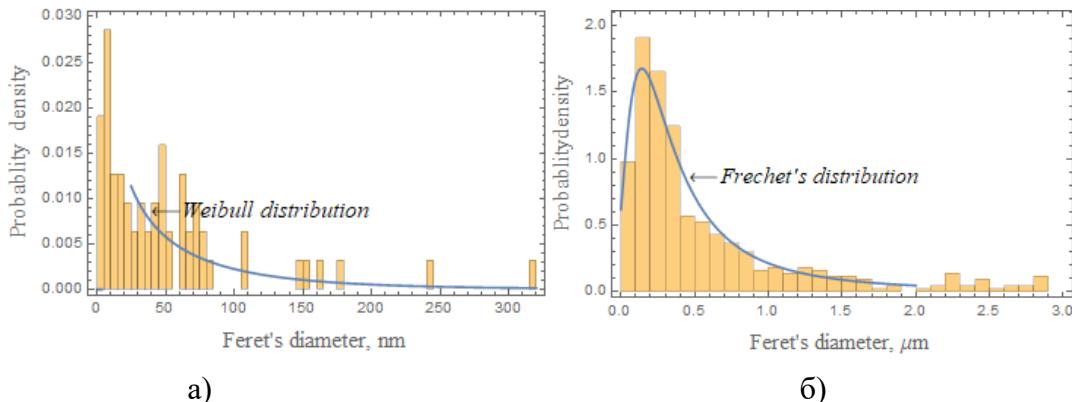
Зураг 20. BJH Adsorption Cumulative Pore Area for ash and soot

Энэ хэмжилтийн үр дүнг боловсруулахдаа нийтийн хэрэглээний зураг боловруулах *ImageJ* (FIGI) болон Mathematica програм хангамжийг ашиглав. Энэ судалгааны үр дүнд тортог ба үnsийг бүрдүүлэгч бөөмцрийн хэмжээг тогтоож түгэлтийг гаргав (Зураг 21). Эдгээр нь нормаль түгэлтийн ойролцоо түгэлтийг байдаг.



Зураг 21. Бөөмцрийн хэмжээгээрээ түгэх түгэлтийн магадлал а) үнс, б) тортог

Бөөмцрүүдийн нүх сүвийг диаметрээс хамааруулан судалж сүвийн түгэлтийн магадлалыг диаметрээс нь хамааруулан доорхи Зураг 22-т үзүүлэв. Эндээс үзэхэд үнсэн дэх сүвийн диаметр нанометрийн эрэмбэтэй байхад хөөний сүвийн хэмжээ микроны эрэмбэтэй байдаг.

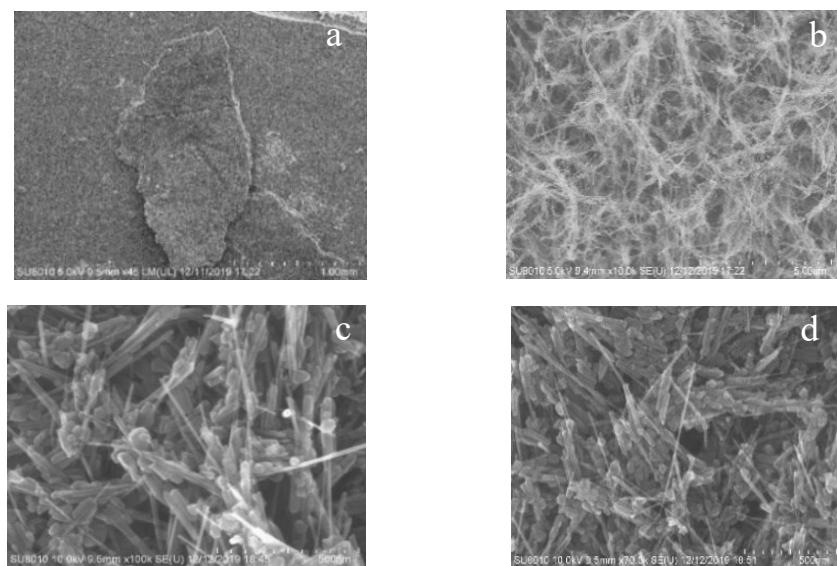


Зураг 22. Дээж дэх сүвийн хэмжээгээрээ түгэх түгэлтийн магадлал а) үнс, б) тортог

Мөн бөөмцрүүдийн хэлбэрт анализ хийв. Бөөмцрийн хэлбэрт анализ хийхдээ бөөмцрийн хүрээний тойрог чанар (circularity) болон дугуйрал (roundness)-ыг үндсэн параметр болгон авав. Энэ судалгааны дүр дүнгээс тортгийн бөөмцрийн хүрээний тойрог чанар нь бараг нэгэн төрөл, харин үнсний бөөмцөрт энэ чанар дутмаг байдгийг тогтоов. Үнсний бөөмцрүүд хурц үзүүр төгсгөл ихтэй учраас хэлбэр нь дугуйрал муутай байдаг. Харин тортгийн бөөмцрийн дугуйрал өндөр байдаг.

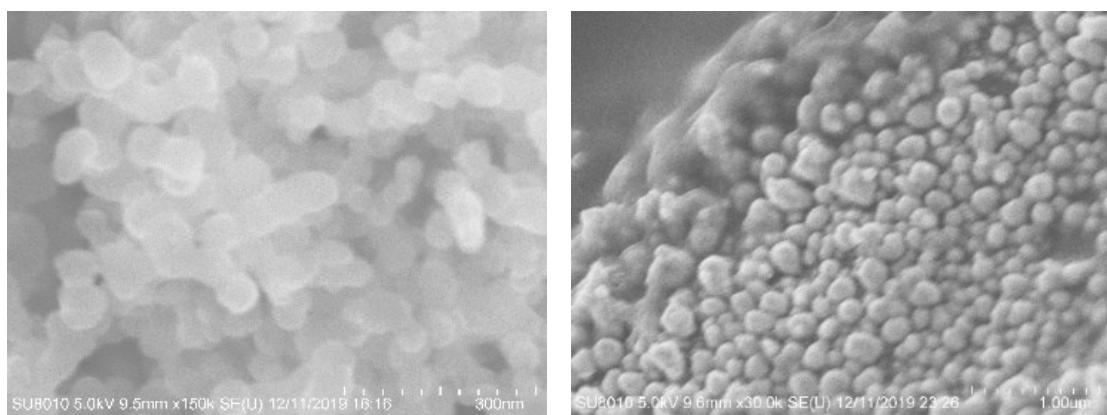
Агаар дотор явагдах ниргэлгийн бүтээгдэхүүний судалгаа

Тогтмол гүйдлийн нуман ниргэлгийг агаар дотор явуулж катод дээр хуримтлагдах хэсгийг тусгайлан авч дээрх шинжилгээг давтан хийв. Энэ дээжийн гадаад байдал, дотоод бүтцийг Зураг 23-д үзүүлэв. Агаар дотор явагдах тогтмол гүйдлийн ниргэлгийн катод дээр хуримтлагдан үүсэх бүтээгдэхүүн усан орчинд явагдсан ниргэлгээс үүсэх бүтээгдэхүүнээс явлагдах хэд хэдэн онцлогтой байдаг.



Зураг 23. Агаар явагдсан ниргэлгээс үүссэн хуримтлал. а) Гадаад байдал, б) Бага осголтгэйгээр авсан дотоод бүтцийг үзүүлэх зураг, с) дотоод бүтцийн өндөр осголтгэйгээр авсан зураг д) Шугаман хэсгүүдийн байрлах хандлага

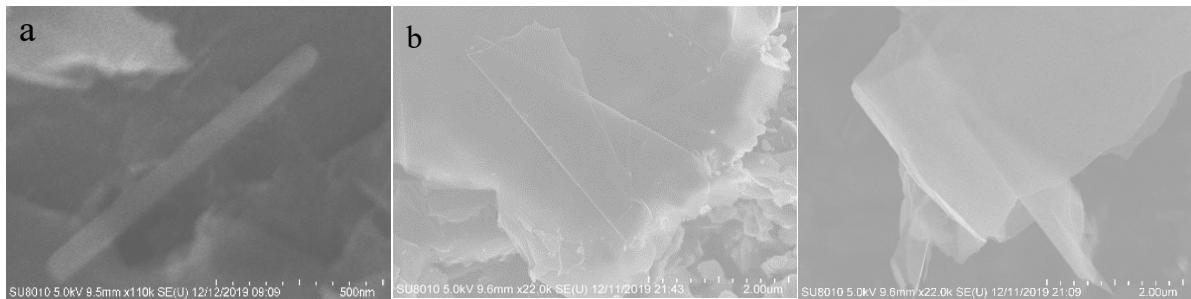
Агаарт үүссэн бүтээгдэхүүн зөвхөн шугаман ба жижиг хэмжээтэй хэсгүүдийг агуулдаг ба аварга хэмжээтэй хэсэг (ийм хэсэг усан дотор үүссэн бүтээгдэхүүн дотор элбэг тааралддаг) маш ховор ажиглагдах бөгөөд ер нь байдаггүй гэж хэлж болохуйц байдаг. Иймээс хийн дотор ниргэлгээр том хэмжээтэй ширхгүүдээс нь цэвэрлэх боломж бий болж байгаа юм. Мөн нано эрэмбийн хэмжээтэй жижиг хэсгүүд дээж дотор ялгарч үүссэн байдаг (Зураг 24). Харин энэ нь ниргэлгийн катодын хуримтлал доторхи жижиг хэсгийг нанохоолой болон утаснаас ялгаруулан үүсгэх боломжтойг харуулж байгаа бөгөөд ийм ниргэлгээс шугаман хэсгүүд буюу нанохоолой, нано утсыг дангаар нь ялган авах боломжтой юм.



Зураг 24. Катодын хуримтлал дотор ялгарч үүссэн жижиг хэсгүүд.

Энэ ниргэлгийн электрод дээр болон ниргэлгийн бүсээс салж гарсан хэсгүүд дотор нанохоолой болон графены ширхгүүд гарч ирдэг. Эдгээрийг Зураг 25а, б-д үзүүлэв. Энд харагдаж байгаа нанохоолой нь олон давхар ханатай бөгөөд бусад материалтай холбоогүй

дангаараа оршиж байгаа нь түүний гол онцлог юм. Практикт нанохолойг (үүсгэх технологи) катализатор хэрэглэн олоноор нь зэрэг үүсгэж дараа нь янз бүрийн аргаар цэвэрлэж дангаар нь гарган авдаг [38]. Харин энэ аргаар тодорхой чанартай дан нэг хоолойг үүсгэж ялгах боломжтой нь харагдаж байна.

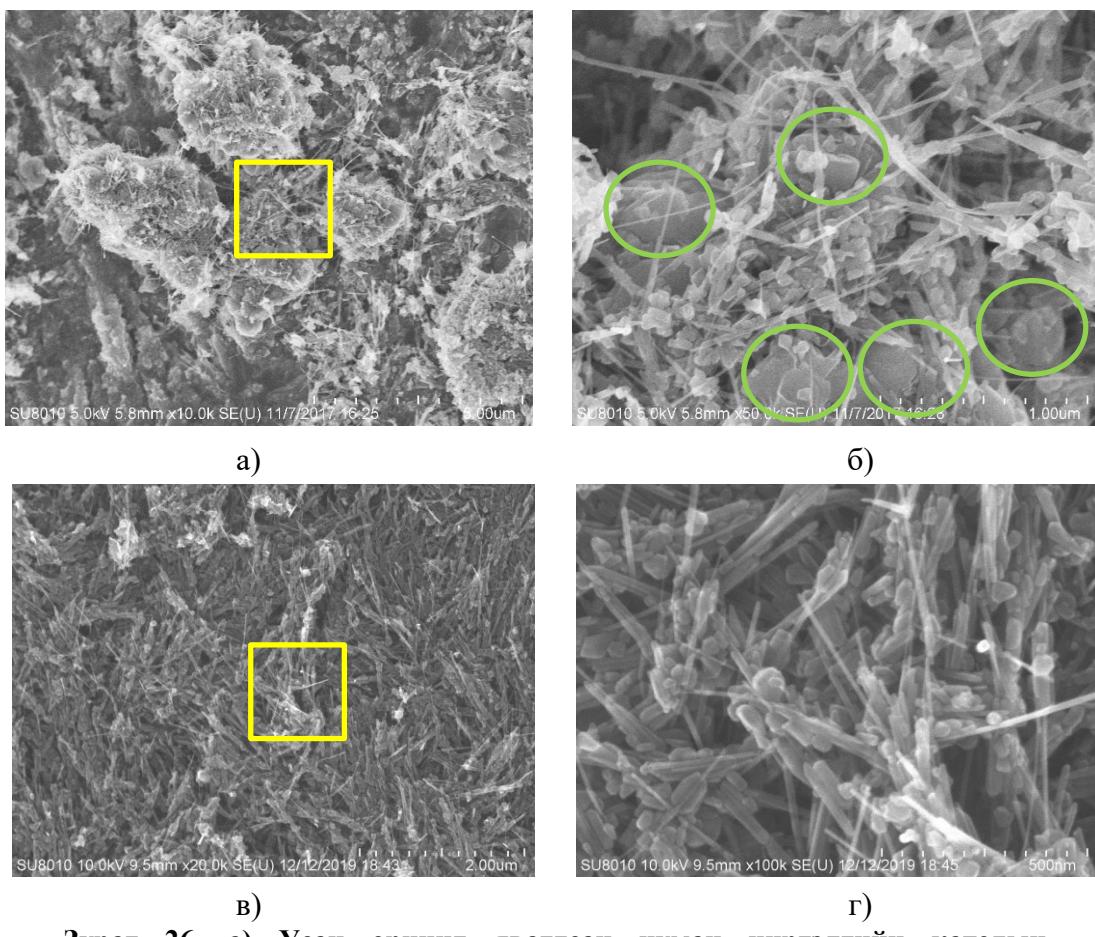


Зураг 25. а) Бие даан дангаараа ялгарсан нано утас б) графитын нимгэн ширхэг дээрх микрон хэмжээтэй графены үеүүд

Харин ниргэлгийг агаарт явуулснаар графеныг дангаар нь микроны эрэмбийн иэлээд том хэмжээтэйгээр гарган авах боломж байгаа нь харагддаг. Орчин үеийн нүүрстөрөгчийн нано бүтцийн судалгаанд графеныг бусад бие, материалууд дээр суулгах, наах замаар гарган авч судалдаг. Ийм аргаар хийгдсэн графеныг судалж тодорхойлогдсон шинж чанар нь суурь материалын шинж чанартай холбоотойгоор тодорхойлогдох нь ойлгомжтой. Нөгөө талаас техникийн хувьд микрометрийн эрэмбэтэй хэмжээтэй жижиг хэсэгт шууд хүрэлцэн судлах боломжтой байдаг. Энэ ажилд судалсан нүүрстөрөгчийн бүтээгдэхүүний дотор янз бүрийн хэлбэртэй графен их хэмжээгээр үүсэж байгаа нь харагддаг (Зураг 25б). Харин бидний энэ аргаар дан графеныг гарган авч дангаараа орших графены шинж чанарыг судалж тогтоох боломж гарч ирж байгаа юм.

Хуримтлал доторхи дисперслэгдсэн бүтэц үүсэх, ургах, холбогдох механизмын

Нуман ниргэлгийн катод дээр бий болсон хуримтлал нь ниргэлгийн гүйдлийн чиглэлд ургадаг бөгөөд ургалтын чиглэлд перпендикуляр хавтгайнуудад нимгэн үеүд болон хялбархан хуваагддаг. Ингэж хуваахад гарсан нимгэн үеүд хөндлөн чиглэлдээ харьцаангуй бат бөх чанартай боловч нахийлтын деформац муутай байдаг учраас тодорхой хязгаарт хүрч хугардаг. Нэрмэл ус ба агаарт явуулсан ниргэлгээс үүсэх катодын хуримтлалын дотоод бүтцийг Зураг 26а,б-д үзүүлэв. Энэ зургууд ургалтын чиглэлд хөндлөн хавтгайн дээрээс авсан зураг юм. Эдгээрийг үндэслэн түүний бөх чанарт чанарын тайлбар хийж болно.



Зураг 26. а) Усан орчинд явагдсан нуман ниргэлгийн катодын хуримтлалын дотоод бүтэц: өсгөлт $\times 10^4$, б) $\times 5 \cdot 10^4$, в) Агаарт явагдсан нуман ниргэлгийн катодын хуримтлалын дотоод бүтэц: өсгөлт $\times 2 \cdot 10^4$, г) $\times 10^5$

Эдгээр зургаас харахад хуримтлалын дотор аварга хэмжээтэй хэсгүүд агаарт явагдсан ниргэлгийн дотор бараг байдаггүй нь харагдаж байна. Үүний зэрэгцээ шугаман хэсгүүд ургалтын чиглэлд перпендикуляр хавтгайн дагуу байрлах хандлагатай нь тодорхой харагдаж байна. Шугаман хэсгүүдийн ийм байрлалын улмаас катодын хуримтлал нимгэн үеүд болон амархан салдаг байна. Мөн салсан үеүд дотор шугаман хэсгүүд хэвтээ байрлах учраас эдгээр нь нахийлт муутай амархан хугардаг байх нь ойлгомжтой.

Диспержсэн цахиурын физик шинж чанарын судалгаа

Энэ сэдэвт ажлын хүрээнд бид зарим туршилтыг хийхэд хугацаа их шаарддагтай холбоотойгоор хялбарчлан нано хэмжээ бөөмцрүүдийг химийн аргаар гарган авах боломжийг бас авч үзлээ. Энэ судалгааг док. Ц.Эрдэнбатын удирдлага дор гүйцэтгэлээ. Энэ судалгааны хүрээнд бид шүлтийн металлын нэгдлүүдийг нэмэх замаар цахиурын хоёрч оксид агуулсан цахиурын бөөмцрөөс янз бүрийн pH утгатай, коллоид цахиурын золиуд бүхий дисперст систем буюу суспензийн (усан) уусмалыг үүсгэн бэлтгэж,

тэдгээрийн физик химийн шинж чанаруудыг молийн харьцаанаас хамааруулан судлав.

Үүнд:

- Уусмалын орчны pH,
- кинематик зуурамтгай чанар,
- уусмалын нягт,
- хэт ягаан гэрлийн оптик шингээлтийн UV-vis. спектр,
- мөн наножижиг хэсгүүд буюу бөөмүүдийн хэмжээ,
- тархалтын өргөн зэргийг динамик гэрлийн сарнил буюу фотоны хөндлөн корреляцын спектроскопын (PCS) аргаар тус тус судалсан болно.

Үүнд: уусмалын pH, коллоид суспензийн уусмалын нягт ба уусмалын кинематик зуурамтгай чанар, хэт ягаан туяаны шингээлт (ХЯТШ)-ийн болон уг коллоид суспензийн уусмал дахь наножижиг хэсэг буюу бөөмийн хэмжээг тархалтын өргөн (Q_x , %) болон золийн тархалтын нягт (q_x)-ын утга зэргээс хамааруулан, харьцуулж цахиур шүлтийн молийн тохиромжтой харьцаа M_{x2} үед байгалийн хадан цагаан болон натрийн шүүгээс уусдаг метасиликат буюу шингэн шилний золийг тус тус бэлтгэх боломжтойг тогтоов. Мөн уг пирохимиин буюу шүлтийн аргаар бэлтгэсэн коллоид силикатын жижиг хэсгүүдийн талст бүтэц аморф төлөвт шилжиж буйг нунтгийн рентген дифракцын судалгаагаар тогтоосон болно. M_{x2} төрлийн уусамхай цахиурын суспензийн ХЯТШ-ийн спектрофотометрийн судалгаагаар $\lambda=361\text{nm}$ үед хориотой бүсийн шингээлт хамгийн өргөн утгандаа оршиж буйг тогтоосон болно.

Түүчинлэн уг силикатын суспенз уусмал дахь жижиг хэсгийн хэмжээг тархалтын өргөн (Q_x , %) болон золийн тархалтын нягт (q_x) –аас хамааруулан судалсан дүнгээс M_{x2} үед бөөмийн дундаж хэмжээ 17.06 нм ба бөөмийн хувийн гадаргуугийн талбай $349.96 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ байгаа нь дээрх эрдсүүдээс коллоид SiO_2 -ийн жижиг хэсгүүд бэлтгэх практик ач холбогдолтойг судалгаагаар тогтоов.

ДҮГНЭЛТ

Төслийн хүрээнд хийсэн судалгааны ажлуудын үр дүнг 3 удаа олон улсын хуралд, 1 удаа улсын хэмжээний хуралд, 2 удаа байгууллагын эрдмийн зөвлөл болон их семинарт хэлэлцүүлэв. Мөн хагас жил бүр санхүүжүүлэгч болон гүйцэтгэгч байгууллагын удирдлагатай хийсэн санхүүжүүлэх, хэрэгжүүлэх гэрээ ба менежерийн үр дүнгийн гэрээний дагуу явцын болон мониторингийн тайлан өгч, харин жилд 1 удаа захиалагч байгууллага дээр явцын тайланг хэлэлцүүлсэн. Судалгааны үр дүнгүүдийг нэгтгэн олон улсын хуралд эрдэм шинжилгээний илтгэл, өгүүлэл 6, гадаадад 4, нийт 10 илтгэл өгүүлэл, 1 монографын бүлэг хэвлүүлснээс гадна 1 патент авлаа. Энэ судалгааны ажлын явцад гаргасан үр дүнгүүдийг энэ тайлангийн бүлэг, сэдэв бүрт нь багтаан оруулсан. Тайланд тусгагдсан эдгээр үр дүнгүүд болон дагалдан гарах дүгнэлтүүдийг дараах байдлаар товчлон нэгтгэж болно.

1. Ниргэлгийн явцад электродын гадаргуу дээр хуримтлагдан үүсэж байгаа материал буюу катодын хуримтлал нь дан нүүрстөрөгчөөс тогтох бөгөөд төрөл бүрийн морфологи бүхий, харилцан адилгүй шинж чанартай, нано хэмжээст ширхэгт бүтэцтэй байдаг. Катодын хуримтлалыг бүрдүүлж байгаа эдгээр хэсгүүдийг үндсэнд нь жижиг, шугаман, аварга хэмжээтэй гэж гурав ангилж болох бөгөөд жижиг хэсгүүдийн шугаман хэмжээ 10-100nm мужид, талуудын харьцаа 3-5-aas хэтрэхгүй, шугаман хэсгүүдийн урт 50-1600nm мужид, талуудын харьцаа 5-100, аварга хэмжээтэй хэсгүүдийн шугаман хэмжээ 100-500nm мужид, харин талуудын харьцаа 1-д ойрхон байдаг. Агаар доторхи нуман ниргэлгийн явцад үүсэх хуримтлал дотор аварга хэмжээтэй хэсгүүд бараг үүсдэггүй, ихэвчлэн жижиг ба шугамлаг хэсгүүд үүсдэг. Усан дотор явуулсан ниргэлгээс үүсэх хуримтлалын доторхи аварга хэмжээтэй хэсгүүдийн эзлэх хувь 60%, шугамлаг бүтцийн эзлэх хувь 34%, нанометрийн эрэмбийн хэмжээтэй жижиг хэсгийн эзлэх хувь 6% байна. Дээжийн дотор байгаа эдгээр хэсэг бүрийн тоон нягтын харьцаа 1:6:11 байна.

2. Усан болон агаарын орчинд графит электродуудын хооронд явагдаж байгаа тогтмол гүйдлийн нуман ниргэлгийн явцад үүсэх катодын хуримтлал доторхи шугаман хэсгүүд нь дотроо нүүрстөрөгчийн нанохоолой, нано утас, нанород гэсэн гурван хэлбэрээр зэрэгцэн үүсэж байдаг. Эдгээр нано хэмжээст онцгой хэсгүүд хоорондоо холилдон оршихоос гадна нэг нь нөгөөгийнхөө үүсэх суурь нь болж байдаг. Ердийн агаар дотор явагдах нуман ниргэлгээр нүүрстөрөгчийн нанохоолой, нано утас үүсгэх боломжтой төдийгүй дангаар нь ялган авч болох бөгөөд энд үүсэж байгаа нанохоолой, нано утаснууд хэдэн микрометр хүртэл урттай байж болдог.

3. Ниргэлгийн явцад үүсэж байгаа эдгээр хэсгүүд дан нүүрстөрөгчөөс тогтох бүтцүүд юм. Усан дотор явагдаж байгаа ниргэлгийн үед катод дээр урган бий болж байгаа биет хэсгийг бүрдүүлэгч жижиг хэсгүүд нь механикийн хувьд харилцан адилгүй шинж чанартай, дан нүүрстөрөгчөөс тогтох үндсэн гурван хэлбэртэй байна. Эдгээрийн дотроос нано хэмжээтэй шугаман хэсгүүд аль нэг хэсгээрээ заавал өөр нэг хэсэгтэй холбогдсон байдаг нь катодын гадаргуу дээр ургаж байгаа бүтцийн дотор ажиглагдах шугамлаг бүтцүүд (нано хоолой, нано утас) ихэвчлэн ургах замаар үүсдэг гэсэн дүгнэлтэд хүргэж байгаа юм. Нөгөө талаас богино хэмжээтэй ийм хэсгүүд үзүүр хэсэг рүүгээ үргэлж нарийссан байдаг нь үүнийг батлах нэг онцлог юм. Эндээс ургасан хэсгийн дотор байгаа нанометрийн эрэмбийн хэмжээтэй жижиг хэсгүүд болон аварга хэсгүүд нь нано эрэмбийн хэмжээний диаметртэй шугамлаг хэсгүүдийн ургах суурь нь болдог гэсэн дүгнэлтийг мөн гаргаж болно.

4. Ниргэлгийн явцад үүсэж байгаа бүтээгдхүүнүүдийн хувьд (i) катод дээр цугларч үүссэн бүтээгдэхүүнүүд хялбархан эвдэрч салах боломжтой, (ii) орчин дотор ялгарч үүссэн бүтээгдэхүүнүүд нүүрстөрөгчийн 2D үе болон олон давхар хавтгайнуудаас тогтдог гэсэн үндсэн онцлогтой байдаг. Эдгээрээс нано хэмжээтэй хэсгүүд (i) нүүрсрөгч агуулсан материалын ууршилтаар, (ii) тодорхой нөхцөл биелсэн тохиолдолд атомчлагдсан хий тухайн мужид очиж суун ургах замаар, (iii) нүүрстөрөгчийн хавтгайнууд хуйлагдах замаар үүсдэг гэсэн дүгнэлт гардаг.

5. Энэ судалгаанаас үзэхэд нүүрстөрөгчийн хоёр хэмжээст үе буюу графен зөвхөн катодын хуримтлалын гадаргуу юмуу эсвэл ниргэлгийн явцад орчин луу ууршиж орсон бүтээгдэхүүний гадаргуу дээр оршдог. Энэ нь графен дангаараа ниргэлгийн бүсэд бие даасан хэлбэрээр оршдоггүйг харуулдаг. Харин ниргэлгийг агаарт явуулснаар графеныг дангаар нь микроны эрэмбийн нэлээд том хэмжээтэйгээр гарган авах боломж байгаа нь харагддаг. Графеныг бусад бие, материалууд дээр суулгах, наах замаар гарган авч судалдаг ба энэ үед тодорхойлогдсон шинж чанар нь суурь материалын шинж чанартай холбоотойгоор тодорхойлогдох нь ойлгомжтой. Харин бидний энэ аргаар дан графеныг гарган авч дангаараа орших графены шинж чанарыг судалж тогтоох боломж гарч ирж байгаа юм.

6. Усан доторхи ниргэлгийн гүйдлийн 75-100A интервалд нано утас, нанохоолой зэрэг онцгой чанартай бүтээгдэхүүнүүд хамгийн ихээр үүсдэг болохыг тогтоов. Энэ бүтээгдэхүүн агаар дотор ниргэлгийн гүйдлийн 20-40A утганд үүсэж эхлэх бөгөөд 60A гүйдлийн утганд хамгийн их үүсдэг.

7. Ниргэлгийн явцад үүссэн тортог ба үнс эмх замбараагүй байрласан графены үеүдээс тогтох учир кристалл ба аморф хэлбэрт орших ба тортгийн аморф фазын хэмжээ ниргэлгийн температураас (гүйдлийн утгаас шууд) хамаарч нэмэгддэгийг тогтоов. Тортгийн инфра улаан туюаны спектрт нүүрст устэрөгчийн радикалууд давамгайлдаг ба органик нэгдлүүд, функциональ бүлгүүдийн С-Н холбоо ажиглагддаг бол энэ нь үнсэнд багасч, органик бус нэгдлүүд нь нэмэгддэгийг тогтоов.
8. Ниргэлгээс үүссэн тортог, үнсэнд BET шинжилгээг хийж сүвэрхэг чанарыг тогтоож судалгааны үр дүнг SEM шинжилгээгээр баталгаажуулав. Ниргэлгийн явцад үүссэн эдгээр бүтээгдэхүүнүүдийн бүтэц, найрлага, морфологийн шинж чанарыг тухайлбал бөөмцрийн хэмжээ, сүвийн хэмжээ ба гадаргуун талбай, сүвийн хувийн эзлэхүүн, тэдгээрийн түгэлт, бөөмцрийн хэлбэр, хүрээний тойрог, гадаргуугийн дугуйрал зэргийг судлан тортгийн бөөмцөр үнсний бөөмцрөөс илүү бөмбөрцөг хэлбэрт ойрхон байдгийг тогтоов. Мөн хуримтлалын гадаргууд хийсэн анализаас үзэхэд гадаргуу нь графитын эмх замбараагүй байрласан нүүрстөрөгчийн хоёр хэмжээст үеүдээс бүтсэн бөмбөрцгүүдээс тогтох ба энэ нь халалтын явцад графитын үеүд давхраараа гадаргуугаас салж дусал хэлбэрт шилжин ууршдагийг баталж байгаа юм.
9. Нүүрстөрөгч агуулсан электродын хооронд явагдах ниргэлгийн явцад үүсэж байгаа бүтээгдэхүүн фракцаараа ялгаран үүсдэгийг тогтоов. Энэ нь янз бүрийн бүтээгдэхүүнийг заавал гарган аваад дараа нь ялгах бус харин бий болгох явцдаа ялгаруулан үүсгэх боломжийг бий болгож байгаа юм.
10. Усан доторхи хөнгөн цагаан, зэс зэрэг металл электродуудын хооронд явуулсан судалгааны дүнгээс усан дотор нуман ниргэлэг явуулах замаар яг тодорхой төрлийн морфологи (бөмбөлөг хэлбэртэй) бүхий нэг төрлийн микроны эрэмбийн жижиг хэсгүүдийг гарган авч болно. Ийм бөмбөлгүүдийг янз бүрийн байдлаар судалгаа, сургалтанд хэрэглэх боломжтой.
11. Ниргэлгийн бүсээс гарч байгаа дисперст хэсгүүдийн нэг ширхгийн цэнэг, цэнэгтэй хэсгүүдийн концентрацыг хэмжих арга, аргачлал, системийг боловсруулж шинэ бүтээлийн патент авсан.

АШИГЛАСАН МАТЕРИАЛ

1. Ж.Ванчинхүү, Б.Бат-эрдэнэ, Э.Баянжаргал, “Нүүрстөрөгчийн наноэрэмбийн хэмжээтэй бүтцүүдийн механик онцлогууд”, МУИС, Эрдэм шинжилгээний бичиг, Физик, № 26 (490), хууд. 15-19, (2018).
2. R.M. Sankaran (editor), “Plasma processing of nanomaterials” CRC Press, (2012).
3. Schur D.V. et al., Proceedings of 9th International Conference on Heat Transfer, Fluid Mechanics and Thermodynamics, 16–18 July 2012, Malta, pp. 1711, (2012).
4. Y. Kim, J. Plasma Fusion Res. SERIES, Vol. 8, pp. 612, (2009).
5. И.В. Карпов и др, Журнал технической физики, том 84, вып. 4, стр. 93, (2014).
6. J. G. Darias González, Proceedings of the XV Workshop on Nuclear Physics and IX International Symposium on Nuclear and Related Techniques, February 9-13, 2015, Havana, Cuba, pp. 7, (2015).
7. M. K. Sanyal, Pure Appl. Chem., Vol. 74, No. 9, pp. 1553, (2002).
8. R.Sharma et al., Cogent Engineering, 2: 1094017, (2015).
9. T.K. Sham, Int. J. Nanotechnol., Vol. 5, pp. 1194, (2008).
10. M.V.Antisari, Carbon, v. 41, pp. 2393, (2003).
11. M. Sharon, et al., Defence Science Journal, 58, 460-485, (2008).
12. Z.Yanyan et al., ACS Omega, 3 (8), 9126-9145, (2018).
13. Y.Ando et al., New diamond and frontier carbon technology, 16, 123-137, (2006)
14. Rasel Das et al., Current Nanoscience, 11, 23-35, (2015)
15. Z. Zhou, et al., Carbon 69, 17-24, (2014)
16. Hang Shi et al., J. Appl. Cryst. 26, 827-836, (1993).
17. H. Lipson, A. R. Stokes, Proc. Roy. Soc., A, 181, 101-105, (1942)
18. Ron Jenkins, Robert L. Snyder, Introduction to X-ray Powder Diffractometry, Vol.138, Chapter 3, pp. 89-91, (1996).
19. Venkataraman et al. Nanoscale Research Letters, 14:220, (2019)
20. S.Meagan et al., Environ. Sci. Technol., 42, 16, 5843–5859, (2008)
21. A. Sadezky et al., Carbon, 43, 1731–1742.
22. Y.Yin, et al., Journal of Energy Institute, 91, 389-396, (2018).
23. B. Manoj et al., Int. J. Electrochem. Sci., 7 3215–3221, (2012).
24. J.Vanchinkhuu, et al., Вестник Бурятского Государственного Университета Химия. Физика, Вып. 2-3, 18-25, (2016).
25. K. Popov, et al., Coke and Chemistry, 52. 519-522, (2009).

26. D.Eggenschwiler, et al., Advances in Science and Technology. 65. 225-231, (2010).
27. Ж.Ванчинхүү, Э.Баянжаргал, “Хөө, үнсэнд хийсэн рентген дифракцийн фазын судалгаа”, МУИС, Эрдэм шинжилгээний бичиг, Физик, № 444 (22), хууд. 17-21, (2016).
28. J.Vanchinkhuu, E.Bayanjargal, M.Tamara, J.Dulguun, Results of analysis on soot and ash from coal combustion, Proceedings of the VIII International Conference «Nanomaterials and Technologies», 379-383, (2019).
29. A.Santamaría, Combustion and Flame, 157, 33–42, (2010).
30. A.Liati, et al., Journal of Nanoparticle Research. 14. 1224. 10.1007/s11051-012-1224-7, (2012).
31. M.Khan, et al., Ionics. 20. 353-362. 10.1007/s11581-013-0980-4, (2014).
32. J.Vanchinkhuu, et al., Вестник Бурятского Государственного Университета Химия. Физика, Вып. 2-3, 18-25, (2016).
33. B.Apicella, et al., Fuel. 201. 10.1016/j.fuel.2016.11.049, (2016).
34. F.Liu, et al., Morphology Study by Using Scanning Electron Microscopy. Microscopy: Science, Technology, Applications and Education, (2010).
35. P.Lu, C.Li et al., “Research on soot of black smoke from ceramic furnace flue gas: Characterization of soot”, Journal of hazardous material, pp. 272.,199-200, (2012).
36. J.Vanchinkhuu et al., Solid State Phenomena, Vol. 288, pp 71-78, (2019).
37. C.Chilev, et al., International Journal of Science, Technology and Society, 5(4): 131-140, (2017).
38. A. Ali Moosa, M. Ibrahim, R. F. Salloom, Int. J. Nano Dimens. 5(2): 97-104, (2014).

**ХАВСРАЛТ “НИРГЭЛГИЙН ЯВЦАД ҮҮСЭХ
МАТЕРИАЛЫН СУДАЛГАА” СЭДЭВТ СУУРЬ
СУДАЛГААНЫ ТӨСЛИЙН ХҮРЭЭНД ХЭВЛЭГДСЭН,
ИЛТГЭГДСЭН АЖЛУУД**

Structural Features of Products Formed During DC Arc Discharge in Water

VANCHINKHUU Jigmeddorj^{1,a}, BAT-ERDENE Baasandorj¹,
BAYANJARGAL Erdene² and GERELEMAA Orgilsaikhan¹

¹Department of Physics, School of Arts and Sciences, National University of Mongolia,
Ulaanbaatar, Mongolia

²Analytical laboratory, Division of Material Science, Institute of Physics and Technology,
Mongolian Academy of Sciences, Ulaanbaatar, Mongolia

^aj.vanchinkhuu@num.edu.mn

Keywords: arc discharge in water, nanotube, nanorod, nanowire, tiny particulate, scrolling of layer, hollow core, growth of nanotube, size distribution, diameter distribution.

Abstract. Products formed in the discharge region of the DC arc between graphite electrodes in water were studied. Whereas one of them was grown on a cathode and kept whole, the other is arose by erosion of electrodes in powder form and sank or floated in the surrounding water. The structure of the products was studied by SEM and SEM EDX analysis. The whole parts grown on the cathode were made up three different components: (i) almost spherical tiny particulates; (ii) long and narrow linear parts; and (iii) macro particulates of gigantic size. We have identified the size distributions and the number densities for these component parts in the sample as well their mechanical features. The powder samples included bulk particulates of carbon sheets and linear structures, like a thread. The study shows that the long linear structures in the powder sample are formed by the scrolling of carbon layers whereas the ones deposited are formed by a growth mechanism.

Introduction

There are many plasma based methods for processing nanomaterials [1]. One of them is the DC water arc between carbon electrodes; and during this discharging process, many interesting products emerge. The methods to produce and synthesize the products formed during arc discharge in various environments have been studied by many authors [2-4]. The studies of the properties and characteristics of products have mainly concentrated on physical, electrical and chemical behaviors of products, as well their morphology and structures [5-8]. These products are created in two distinct ways, one of which is formed by erosion of electrode material in the result of heat action. Products formed in this way directly enter into the water environment in powder form and sink down or float. The other production channel is deposition on a cathode. In a sustainable DC arc we used spectrally pure graphite electrodes designated for atomic emission spectroscopy. The purity of this type of electrodes reaches 99.99%. Graphite has high thermal conductivity and is very resistant to heat and chemical impact; also it has almost no magnetic property. Its magnetic property can be observed in the case of dislocation of layers in graphite. The strength of graphite increases with temperature. This article addresses to some mechanical properties of products formed in the water arc.

Experiment and Sample Preparation

A schematic view of the arrangement used in producing samples is shown in Fig. 1. This includes a high current generator of 30-280A, movable and fixed holders for graphite electrodes and thermostable glass. We used a welding power supply as the high current generator. After fixing the electrodes (6 mm in diameter) on holders and filling the glass (up to 2/3 of its volume) with water, the DC power supply was switched on. Immediately, an arc in water is maintained, but it cannot be

sustained because of the quick erosion of electrodes. So, we provided a sustainable DC arc, bringing electrodes close to each other by using the movable holder. The initial distance of electrodes was 1.5-2 mm. The applied voltage was approximately $\sim 28\text{ V}$. Although the cathode deposition quickly formed and increased at a current higher than 100A, the water evaporated in a short time. So we maintained it in the range of 75-95A. The cathode deposit during the arc discharge is disaggregated easily by breaking it off the electrode mechanically. Also the deposition peels off in thin sheets (Fig. 2a, b). The powder sample is formed in water by erosion of electrodes due to thermal action. We separated them from water by drying after spreading out the water solution on thin transparent.

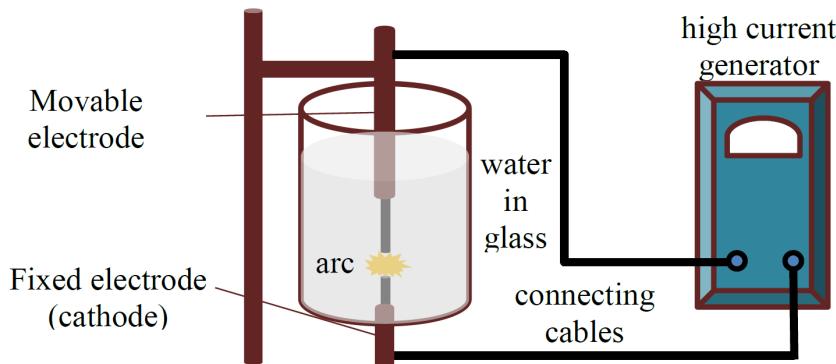


Fig. 1. The schematic view of the arrangement used in producing samples.

A magnified view of this powder sample is shown in Fig. 2c. We conducted SEM and SEM EDX (SIEMENS SU8010) analysis on the samples mentioned. In measurements for size of the component parts and shape analysis, we used the open software ImageJ for image processing.

General Features of Grown Products

The deposition on the cathode is relatively firmly joined to the electrode; however, it is easily separated into many thin layers when it breaks up. There is no need for any especial technique to separate these layers from the cathode. We pulled off a sheet from bulk material in a mechanical way. These separated layers were studied with scanning electron microscope.

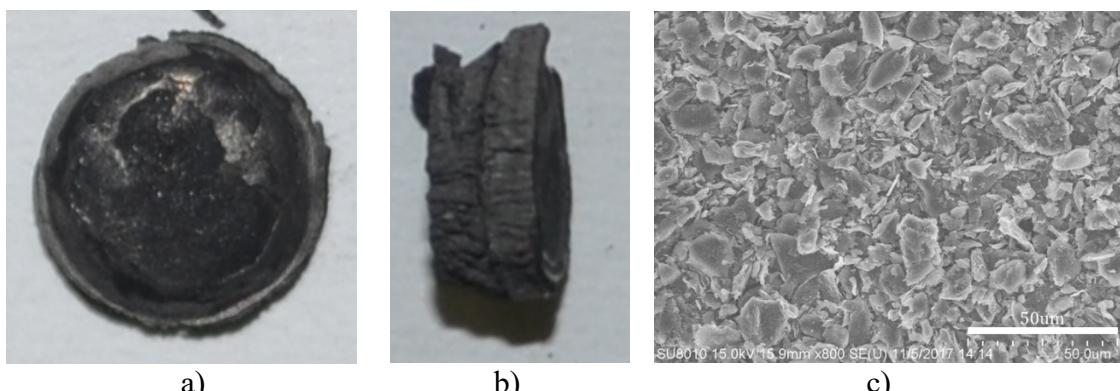


Fig. 2. External views of samples: a) External cross sectional view of the grown part on the cathode, b) External transverse view of the grown part on the cathode, c) Magnified view of the powder sample.

The strength of the separated layers along their cross sectional plane is higher than that along the growth axis. The edge of the deposit on cathode is shown in Fig. 3. The edge of the sample tends to have the least surface area and obtains spherical form. A more accurate look into the edges in a highly magnified image shows that the edge part consists of many spherical particulates (Fig. 3). The particulates on the edge measure a few microns in size. This confirms that graphite is not melted down, but sublimates. One can see peelings and scrolling of layers on the surface of these

spherical particulates in the peripheral region (Fig. 4). This may lead to formation of long linear parts. The direct measurement of the layers in Fig. 4 confirms that the thickness of layers ranges in $\sim 1\text{ nm}$.

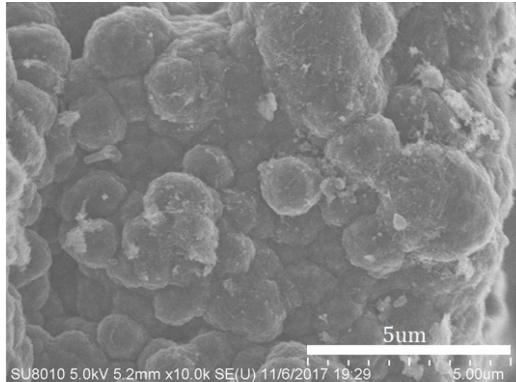


Fig. 3. Edge view of the deposition on a cathode.

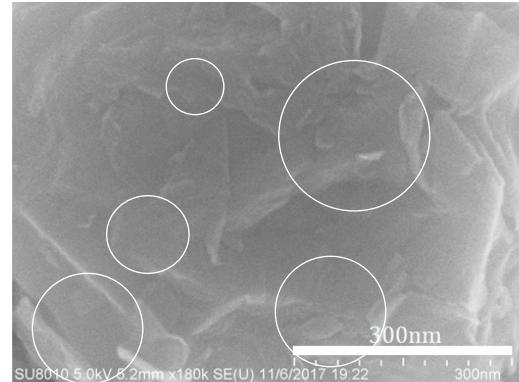
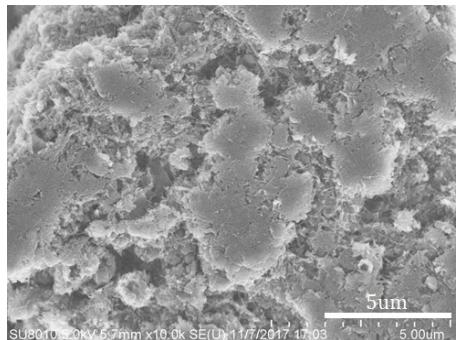
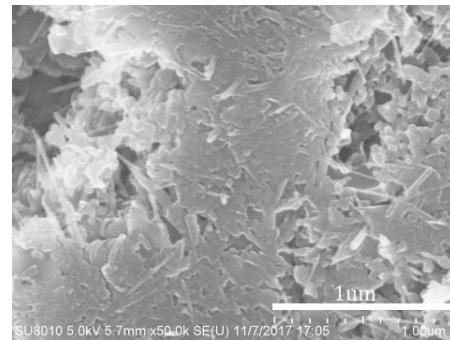


Fig. 4. Scrolling layers during peeling off from the surface are shown in white circles (One is like a nanohorn).

A cross sectional view of the sample at various magnifications is shown in Fig. 5. From these images, one can say that it includes many long linear elements along the cross sectional plane. This explains the horizontal strength of the sample. The transverse view of this sample implies that this sample separates in thin sheets (Fig. 6). We can clearly see this splitting of sheets in these images. These breaking lines coincide with the region containing tiny particulates and gigantic parts.



a)



b)

Fig. 5. Internal cross sectional views of the deposition on the cathode: a) Magnification 10k, b) Magnification 50k.

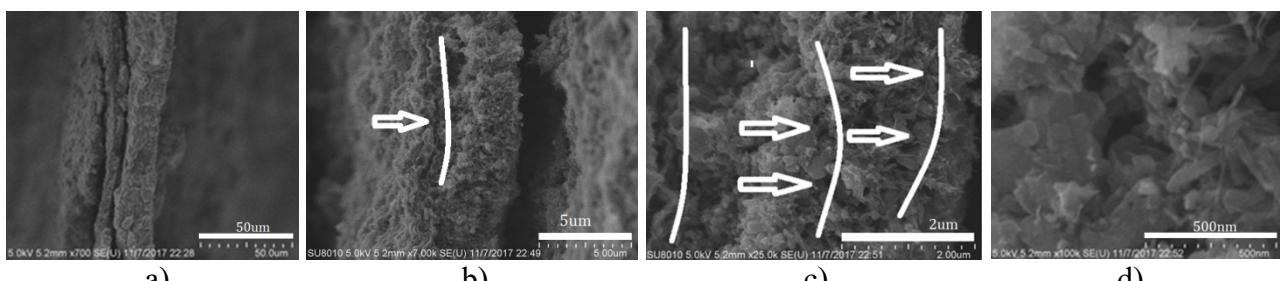


Fig. 6. Transverse views of sheets and lines of breaking: a) Two main splits; b) Clear breaking line between splits; c) Two new breaking lines; and d) Small and gigantic components along the breaking line.

The internal structure of the deposit on the cathode is shown in Fig. 7. From this image, it is seen that the sample is composed of three main parts; (i) almost spherical tiny particulates of 50-100 nm linear size; (ii) long narrow linear parts, the length of which reaches several hundred nanometers and the width measuring less than a dozen nanometers; (iii) gigantic parts, the size of which ranges from several hundred nanometers to micrometers.

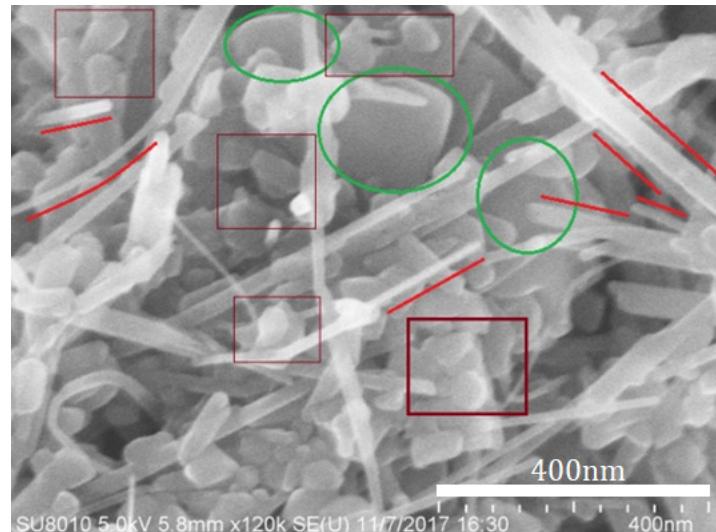


Fig. 7. The internal structure of the deposition material on the cathode (The tiny particulates are in brown rectangles, linear parts are along the red lines, and the gigantic parts are in green ellipses).

We analyzed these components by performing EDX analysis. The result of our analysis shows that they consist of pure carbon atoms. As representations of the EDX analysis on component parts, we present the spectra from a tiny particulate, linear part and gigantic part in Fig. 8. The corresponding numerical values are given in Table 1. It should be noticed that trace elements formed in result of water dissociation during discharge can be observed in EDX patterns from gigantic parts. We consider the component parts of the deposit on the cathode separately.

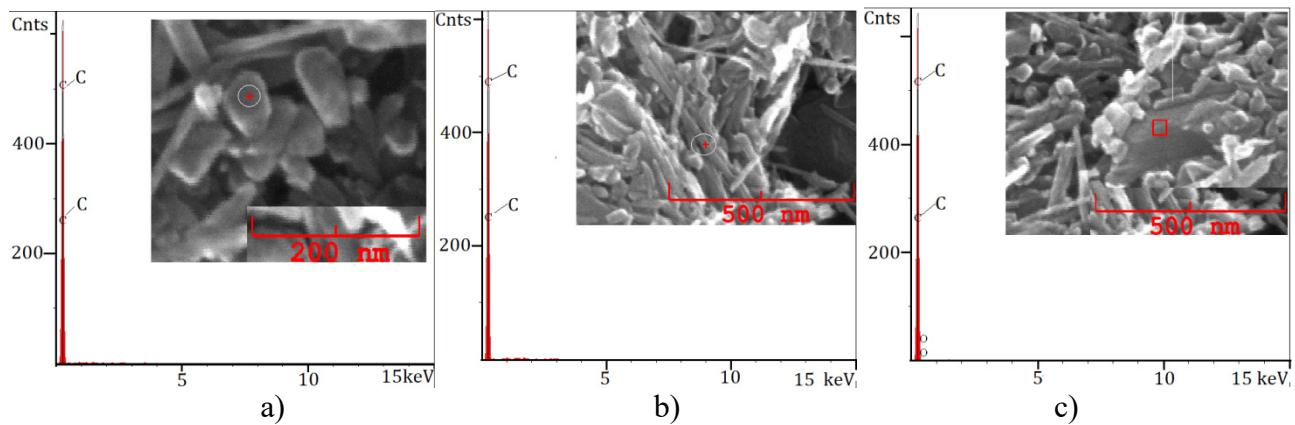


Fig. 8. The EDX spectra for component parts and the corresponding points selected for spectrum analysis: a) Tiny particulate, b) Linear part, c) Gigantic part.

Table 1. Results of EDX analysis on component parts.

	Elt.	Line	Intensity, [c/s]	Atomic, [%]
a	C	Ka	639.49	100.000
b	C	Ka	620.65	100.000
c	C	Ka	650.83	98.577

1) Tiny Particulates. The main feature of tiny particulates in the sample is that they can exist in an independent form from the other parts. Their size ranges from few to hundred nanometers and for shape they are almost spherical. Morphological analysis shows that their aspect ratio is less than 2. The size distribution of these particulates is given in Fig. 9. The smallest diameter of an individual one is 12-15 nm, and the maximum diameter reaches 100 nm for an individual particulate. Their average diameter is 49.16 nm. Most of measured particulates had diameter of approximately 47 nm.

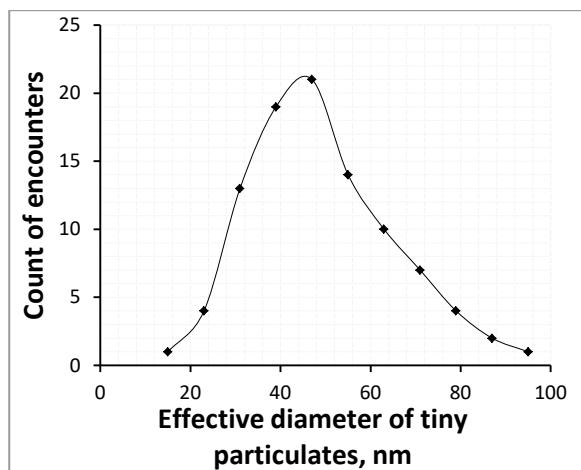


Fig. 9. Size distribution of tiny particulates.

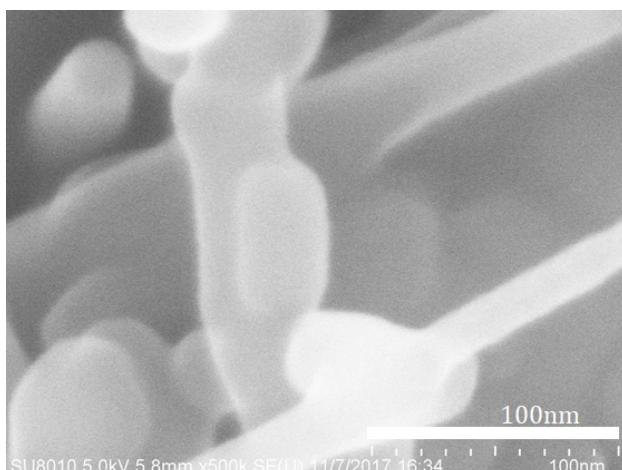


Fig. 10. Individual nanorod located on nanowire.

These particulates were found to be located on the gigantic parts; but seem independent of them. However, within the frame of this study it is impossible to identify whether they are associated with gigantic ones or not. Moreover these particulates are commonly associated with the linear parts; some of them become the precursor for the growth of linear parts. One can see several linear parts growing from one small particulate (Fig. 10, 11). It is interesting that the size of these small particulates lay in range of nanorod size but their aspect ratio is less than that for nanorods. Also, individual nanorods are rarely encountered in the sample. All particulates with the aspect ratio, less than 3, are related to the tiny ones.

2) Linear Parts. Although these parts are very diverse for size, they are always in elongated form for shapes. One of apparent visual features is that they are connected to other component parts in one or two ends (Fig. 11a). Relatively short linear parts have wide diameter in any section of body and always have narrowed ends (Fig. 11b). They also grow and branch from one building part (Fig. 10, 11c). The diameter of linear parts in our sample doesn't exceed 51 nm. The diameter distribution of linear parts is shown in Fig. 12. This says that most of linear parts have 16.1 nm in diameter. The distribution in length for linear parts is given in Fig. 13. These linear parts have 295 nm of length in average. The maximum of the distribution corresponds to 125 nm. The length of linear part can reach to 1.6 um.

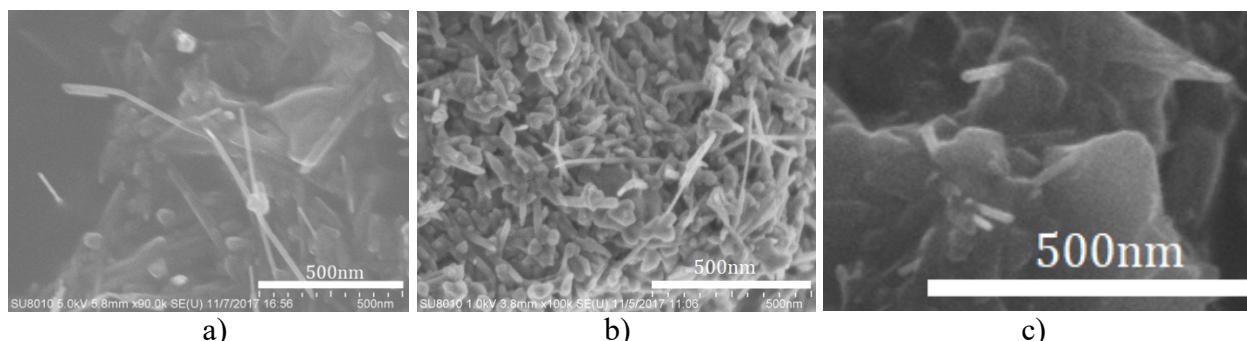


Fig. 11. a) Linear parts grown from one small particulate, b) Narrow ended short linear parts, c) Linear parts grown on gigantic parts.

The long linear parts have two essential types; one of them has a hollow internal space, the other does not definitely have a core. Some linear parts have an apparent hollow inner core however, the core is not clear for the thin one. The average value of the diameter of the hollow core is 4.0 nm. Thus, we can conclude that the hollow linear parts are nanotubes. For wall thickness, they are very diverse as well; the thickness of a nanotube varies along its axis. The wall thickness for hollow tubes ranges from 5-8 nm. Tubes tend to have a thin wall in middle section, but it increases towards the ends. With the average value of the wall thickness and the thickness of the two-dimensional

carbon layers, one can determine the number of walls in a nanotube. Using the values determined in this paper, the number of walls in nanotubes obtained is 8-11. Also, ends of nanotubes can be closed or open. In addition to nanotubes, one can find linear parts without hollow core in sample. These are supposed to be nanowires. In addition, we can see short elongated parts (Fig. 10, 11) in the sample. They appear to be nanorods because their aspect ratio ranges from 3-5.

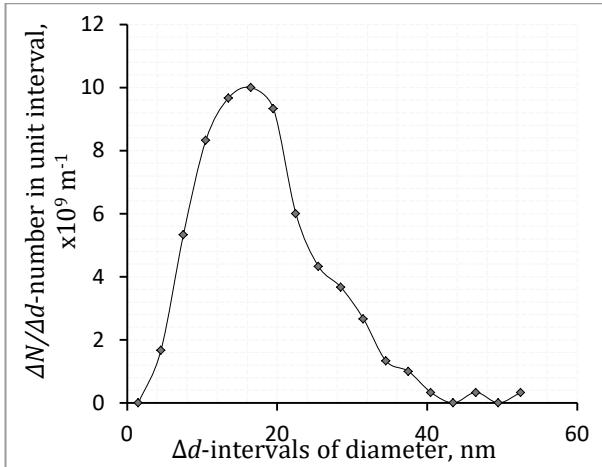


Fig. 12. Diameter distribution of linear parts.

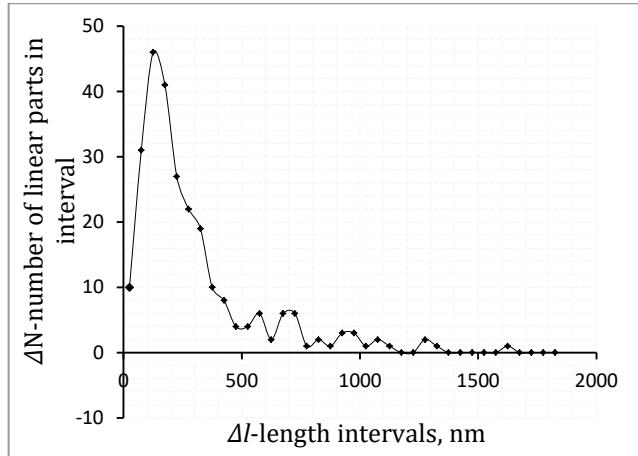


Fig. 13. Length distribution of linear parts.

3) Gigantic Parts. In considering the volume of the sample, there are macro particulates, the linear size of which ranges from hundreds of nanometers to micrometers. These components are rarely encountered in a given volume, but they occupy a significant volume in a sample because of their gigantic size. They exist in different shapes. For this reason one can conclude that they don't grow on the cathode, but they settle down on the cathode coming from the surrounding environment. In some cases, the linear parts grow from these gigantic parts (Fig. 11c).

We consider the way to determine the fractions of these component parts in a sample. If we assume the samples are isotropic, the horizontal structure in a sample should be maintained in other directions. Directly counting, one can find out the number of component parts N , observed in the chosen area s on the SEM image. The depth of field or the depth of focus is given as $d = \frac{4 \cdot 10^2 W}{A M}$ (where W -working distance between lens and specimen, A -radius of aperture, M -magnification) for a microscope. Then the volume V occupied by these parts is determined multiplying, $V = sd$. The number density of a given component part is referred to as the ratio of the number of component parts and the corresponding volume: N/V . In determining this value we used several images taken from various sections of one sample. Since it is difficult to distinguish short linear parts and elongated tiny particulates, the tiny particulates, which have a length 3 times or much longer than the width, are supposed to be a linear one. With the help of this procedure, we have defined the number densities for tiny particulates, linear and gigantic parts as, $1.74 \cdot 10^{21}$; $1.07 \cdot 10^{21}$; and $1.51 \cdot 10^{20} \text{ m}^{-3}$, respectively. The ratio of numbers for these parts in unit volume is 1:6:11. Thus, the percentage of the numbers in unit volume is 5% for gigantic parts, 36% for linear parts and 59% for small parts. The volumetric calculation for these parts is somewhat hard since the parts are overlaid with each other.

Structural Features of the Separated Part

The part separated from the electrode during the arc discharge is a powder material composed of many small particulates unequally distributed by size and shapes (Fig. 14). Most of these particulates are micron sized, but the size of the larger ones reaches 5-10 μm . They have two main structures. One of them has sharp edges and contains gigantic sheets (Fig. 14a). The other has smooth edges and is made up of thin carbon layers (Fig. 14b). The SEM EDX analysis confirms that these are only carbon materials. All of them have a layered structure. By using sophisticated

software on the SEM image of a sample, we determined that the thickness of these layers is less than approximately 1 nm. This result is roughly consistent with the value determined as 0.34 nm by other authors [9].

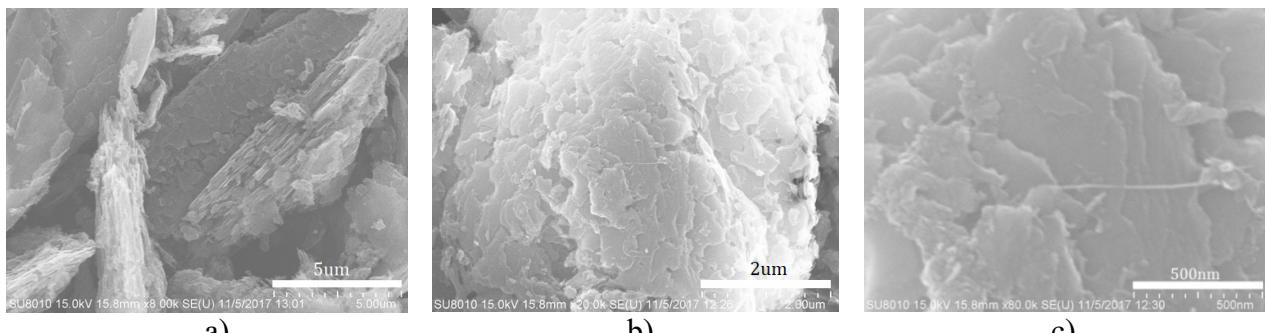


Fig. 14. a) General profile of the separated parts, b) Carbon layers creating particulates in the separated part, c) Linear structure connected to layers.

We notice that single individual layers are not encountered in the sample. Accounting for thickness of layers and separation distance between layers in the calculation, we can conclude that layers are peeled off in a sheet of few layers. The most interesting formations in this sample are long and thin structures (Fig. 14c). Although they are rarely encountered, their aspect ratio is in the range of 100, and is always associated with other component parts.

Summary

The deposit on the cathode is composed of pure carbon materials and this means carbon atoms in graphite associate to form three types of structures at high temperature: namely (i) tiny particulates; (ii) nanotubes and nanorods; and, (iii) gigantic bulk parts. We conclude that formation of these structures is caused by the main character of graphite. The strength of the part grown on the cathode can be explained by the location of these constituents. They break up by the positions which contain small and gigantic constituents. This means small and gigantic constituents included in the sample weakens its strength. However, the linear constituents enhance strength because they are located along the cross sectional area. This also leads to the conclusion that sheets have distinct layered structures containing linear parts and tiny particulates.

This study shows that two dimensional carbon layers cannot exist in individual form in the discharge region. The peeling off of layers from bulk material continues with the scrolling of layers. This leads to formation of carbon nanotubes. Thus, one way of forming nanotubes in water discharge is the scrolling of two dimensional layers. Nanotubes formed in this way are relatively long and thin; the aspect ratio is high. They can also be formed when single layer sheet scrolls a few times, or when a few layered carbon sheets scroll. The scrolling processes lead to formation of multiwall nanotubes. These processes clearly take place on the cathode and the nanotubes formed on the surface deposit escape from the region. The reason for escaping is thought to be the result of heat and temperature distribution, as well as charge distribution on the structures formed. Linear structures formed in this way tend to have many walls.

Since the linear parts in a sample of deposition on cathode are necessarily associated with other constituents, one can say that the formation mechanism of linear parts is growth from a precursor. There are three growth types with a linear structure in the sample: rods; nanotubes; and nanowires. Either nanotubes or nanowires, seen from the images, can be formed by this growth mechanism. But, the formation mechanism of rods existing in individual form is unclear from this study. At the end, we noticed that nanowires observed in the sample might be tubes with a very narrow core and thick wall.

Acknowledgement

This work is supported by the Department of Physics, Division of Science, NUM, Mongolia and the Inner Mongolia Key Laboratory for Physics and Chemistry of Functional Materials at Inner Mongolia Normal University, China.

References

- [1] R.M. Sankaran (editor), “Plasma processing of nanomaterials” CRC Press, 2012.
- [2] M.V.Antisari et al., Carbon, vol. 41, (2003) 2393–2401.
- [3] Y.Ando et al., New diamond and frontier carbon technology, 16, (2006), 123-137.
- [4] Y.Kim et al., J. Plasma Fusion Res. SERIES, 8, (2009) 612-614.
- [5] M. K. Sanyal et al., Pure Appl. Chem., 74 (9), (2002) 1553–1570.
- [6] T.K. Sham, Int. J. Nanotechnol., 5, (2008) 1194-1246.
- [7] Y. H. Tang et al., Applied physics letters vol. 79 (23), (2003) 3773-3775.
- [8] J. Oddershede et al., Z. Kristallogr., 222, (2007) 186-192.
- [9] H. Jussila et al., Optica, 3 (2), (2016) 151–158.

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Институт физического материаловедения СО РАН
Бурятский государственный университет имени Доржи Банзарова
Восточно-Сибирский государственный университет технологий и управления

Ministry of Education and Science of the Russian Federation
Institute of Physical Materials Science SB of the RAS
Dorzhii Banzarov Buryat State University
East Siberia State University of Technology and Management

НАНОМАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ — VIII

VIII Международная конференция «Наноматериалы и технологии»
VIII Международная конференция по материаловедению
III Международная молодежная конференция
«Наноматериалы и технологии»
V Китайско-Монгольско-Российская конференция
по функциональным материалам

24–28 августа, 2019, Улан-Удэ — оз. Байкал, Россия

NANOMATERIALS AND TECHNOLOGIES — VIII

VIII International Conference «Nanomaterials and Technologies»
VIII International Conference on Material Science
III International Youth Conference
«Nanomaterials and technologies»
V Sino-Mongolian-Russian Conference
on Functional Materials

August 24–28, 2019 — Baikal Lake, Russia

Улан-Удэ
Издательство Бурятского госуниверситета
2019

RESULTS OF MORPHOLOGICAL ANALYSIS ON PRODUCTS FROM COAL COMBUSTION

© J.Vanchinkhuu¹, E.Bayanjargal², Ts.Erdenebat³, O.Gerelmaa¹

¹*Department of Physics, School of Science, National University of Mongolia*

²*Analitycal laboratory, Division of Material Science, Institute of Physics and Technology, Mongolian Academy of Science*

³*Laboratory for New Material, School of Applied Science&Engineering, National University of Mongolia, Mongolia,
j.vanchinkhuu@num.edu.mn*

Products from combustion in arc discharge region such as soot and ash have been analyzed by using various techniques and analyzing methods. The some physical properties of particulates of soot and ash from coal combustion are determined. (i) The elemental analysis on particulate surface was done for soot and ash and elements in them were determined. Noncombustible elements are dominated in spectrum of ash, however they encounter rarely in soot. (ii) The results from the morphological analysis on particulates of soot by using SEM and BET show that they tend to have large free surface and pore volume. The size of pore in soot and ash particulates decreases with their diameter. The ash particulates are inferred as poor porous material from result of study. The circularity and roundness of soot is higher than ash particulates.

Keywords: soot, ash, shape of particulates, size distribution, porous material, morphological characterization, particulate analysis.

Introduction

There are many research results determined the structural features and properties of particulates in soot [1, 2] and ash [2, 3]. Since soot and ash are products from combustion and they become the main factor for local and global air pollution, they have been studied in many sides and vast information on their properties have been taken in last decades [1-5]. The soot particulates are unwanted result from incomplete combustion, whereas the ash is inevitable consequence of combustion of fuel source. The structure of soot and ash particulates has been studied past few decades since their potential usage in application [6-8]. These products are in powder form of dispersed particulates, size of which ranges in nano- and micro level. Nanosized materials with dispersed structures are expected to find various novel applications. The unique and special property of nanostructured materials will provide new opportunities for the development of new technologies. Particulates constituting soot and ash are apparently porous. Porous material can be understood as a particular composite with discrete phase represented by voids. The main characteristics determining a porous material are its porosity, which is a ratio between the volume of voids and the total volume, and pore-size distribution giving frequencies of various sized voids. Porosity can have an influence on the physical chemical properties of the material. For identifying characteristics, particle size and pore size distribution measurements are required. This article deals with particle size of ash and soot, bulk residual particulates, and pore size distributions of soot and ash measurements using image analysis. The objective of this study is to determine the porosity and morphological features of soot and ash produced from the combustion in discharging region by using modern analytical techniques such as scanning electron microscope (SEM) and Porosimeter.

Sampling

Soot is collected on the surface located on the way of smoke from combustion in discharging region in result of inertial and condensation settlement. The amount of soot settled on collecting surface depends on distance from burning region. When the collecting surface is close to discharging region, soot on surface is burned out completely. The soot settled on surface of each section was removed and collected for investigation. During the combustion, ash falls down and these were collected for analysis.

Instrumentation and technique

The measurements for porosity and surface analysis of samples were carried out using the apparatus Porosimeter ASAP 2020 V3.01 H (adsorptive porosimetry) at temperature 77K. The surface area was determined by Brunauer- Emmett-Teller (BET) adsorption isotherm calculation. For plotting the graphs we were used Mathematica functional software. The interpretation of the isotherm reveals details about average pore size and shape. Barrett, Joyner, and Halenda (BJH) method was employed for calculating the pore size distribution.

Scanning electron microscopy with energy-dispersive X-ray analysis (SEM/EDS) is a valuable tool for analyzing single particulates as well it is a powerful tool to study morphology of samples in the micro-

and nanofabrication. The images taken on this device provides useful information on the morphology, elemental composition, porosity and particle density of particulates under investigation and also enables us a better insight about the particulates. The samples were applied to sample holders with an adhesive carbon tape and measurement was carried out. The electron beam was operated at 5.0, 10.0, 15.0 kV and images were gathered at different value of magnification on the working distance 0.56 μm .

The data for morphological analysis and size distributions was taken by using the *Imagej* (FIGI) a public domain Java image processing program on Windows 10 platform from the SEM images. The target number can be counted from SEM image in reliable manner as following the procedure in Ref [9]. This procedure urges to modify the contrast of image. In order to take correct morphological parameters the images have to be preprocessed before the particle size and the pore-size assessment. In preprocessing, the contrast of the image must be modified as well playing with color balance and brightness. Image processing is important because it can improve the appearance of the image. In obtaining clear binary image or thresholding, filtering may have significant role. The quantitative results of morphological analysis were also calculated by using Mathematica software. This software enables to easily identify the analytical expressions of distribution function. We used several images of one sample for morphological analysis.

Results, discussions and conclusions

BET nitrogen sorption

The specific surface area and pore distribution of soot particles are important physical properties for particulate matter. The specific surface area and pore volume could significantly affect their adsorption properties and toxicity, vice versa on elemental composition. The results BET analysis can be viewed in Table 1. Specific surface area of soot are ranged from 192.5 to 260.9 m^2/g , but specific surface area of ash are from 2.12 to 3.158 m^2/g .

Table 1. Results of BET analysis

Surface area	Ash	Soot	Pore Volume	Ash	Soot	Pore Size	Ash	Soot
Single point surface area at $P/P_0 = 0.221228431, \text{m}^2/\text{g}$	2.0817	195.07	Single point adsorption total pore volume of pores less than 821.517 \AA diameter at $P/P_0 = 0.975856344, \text{cm}^3/\text{g}$	0.0045	0.1192	Adsorption average pore width ($4V/A$ by BET), \AA	85.57	24.72
BET Surface Area, m^2/g	2.1237	192.95	t-Plot micropore volume, cm^3/g	0.0005	0.0476	BJH Adsorption average pore diameter ($4V/A$), \AA	576.18	67.31
Langmuir Surface Area, m^2/g	3.1584	260.09	BJH Adsorption cumulative volume of pores between 17.000 \AA and 3000.000 \AA diameter, cm^3/g	0.0355	0.1071	BJH Desorption average pore diameter ($4V/A$), \AA	310.89	60.31
			BJH Desorption cumulative volume of pores between 17.000 \AA and 3000.000 \AA diameter, cm^3/g	0.0360	0.1068			

Plots of the pore area versus particle size are presented in Fig. 1. From this figure it is evident that most of the pore area resulted from pore diameters between 2 and 70 nm. This indicates that small particulates are more porous than bigger ones. The pore volumes versus pore diameter are presented in Fig. 2. This tells us that specific volumes decrease on increasing pore diameter in middle region.

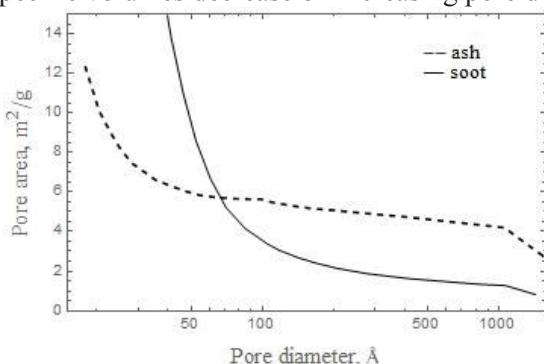


Fig 1. BJH Adsorption Cumulative Pore Area for ash and soot

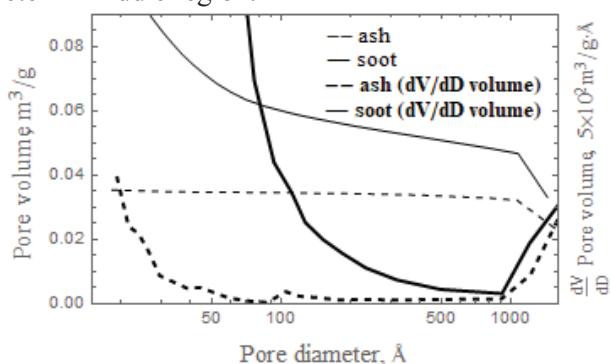


Fig 2. BJH Adsorption Cumulative Pore Area for ash and soot

Particle size and pore size

We have used SEM (Hitachi SU8010) for identifying the size of particulates and pore sizes on them. The typical SEM raw images of soot and ash from combustion were shown on Fig. 3, 4. The probability distribution function (PDF) in Feret's diameter of soot particulates is shown in Fig. 5. The distribution of diameter for soot is given in Fig. 6. Comparing these graphs, one can conclude that soot particulates are bigger than that of ash. The probability density of size for either ash or soot particulates is governed by Frechet distribution function. The diameter of ash particulates in our ash samples doesn't exceed 5.0 μm . This says that most of ash particulates range in 0.25-1.3 μm in diameter. The maximum of the distribution corresponds to 0.45 nm for ash and 3.5 μm for soot. The diameter of soot particulate can reach to 35 μm .

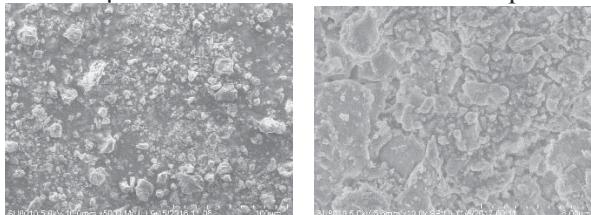


Fig 3. Raw SEM image of ash particulates

Fig 4. size distribution of soot particulates

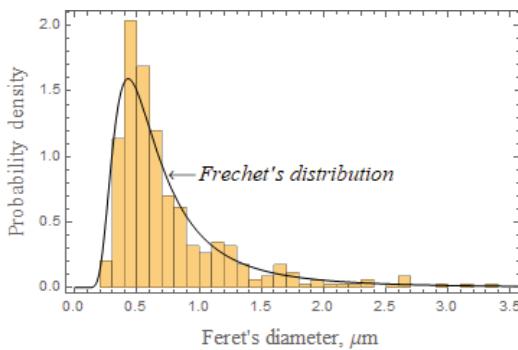


Fig.5 PDF for size of ash particulates

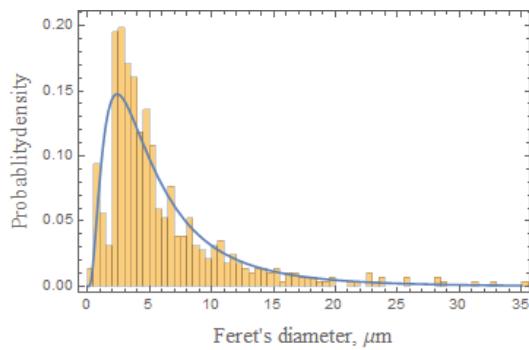


Fig.6 PDF for the size of soot particulates

Pore size distributions of ash and soot were shown on Fig. 7, 8. The PDF of pore diameter in soot is governed by Weibull distribution, whereas that in ash is given by Frechet distribution. The pore diameter in ash particulate ranges in several nanometers, but it is in order of 0.5 μm for soot. This result implies that soot is more porous than ash.

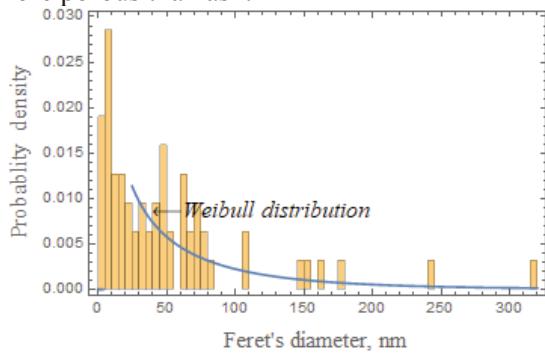


Fig. 7 PDF for diameter of pores in ash particulate

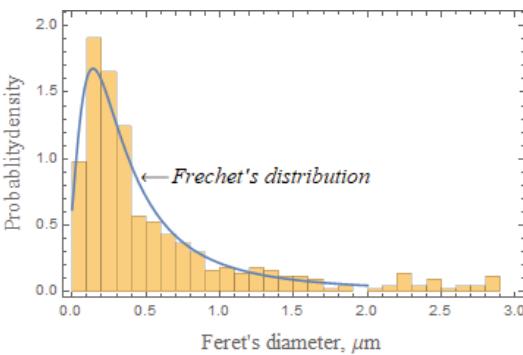


Fig.8 size distribution of pores in soot particulates

These results are fairly similar to that of BET analysis. The determined most probable value of pore diameter for ash particulate converges to 10nm and this tells us most of pore volume in ash is done by small sized particulates. For soot particulates, the most probable value of pore diameter on them exists in range 0.50 μm .

Unusual components in soot and ash

One can encounter particulates of unusual shapes in ash samples. The residuals in ash are in various form of shape as regular or correct geometrical form and irregular or like fractals. We show the images of residual ash on Fig 9 and EDX spectrum as representation. Some types of residuals are really porous (Fig. 9). The average pore size on is measured as 10 μm . The pores on this residual are the result evaporation and combustion of organic materials and incombustible constituents build up the skeleton.

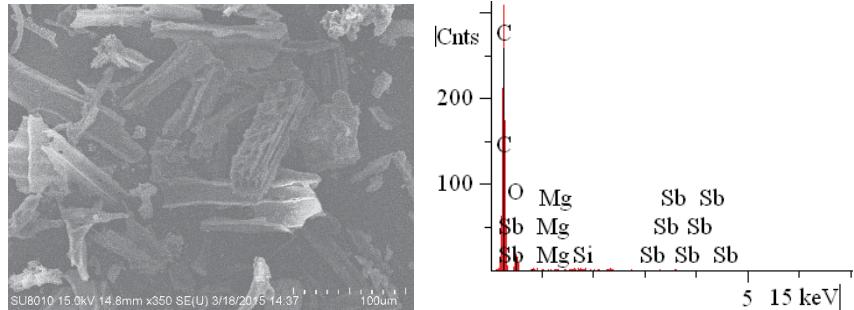


Fig. 9 SEM image of unburnt regular shaped residuals in ash and its EDX spectrum.

Soot contains some amount of spherical particulates. The raw image and the size distribution for this type of particulates are shown on Fig. 10. The result of EDX analysis (Fig. 10c) confirms that it contains inorganic compounds. The particulates of this component tend to have almost spherical form (Fig. 10a). The size of spherical shaped particulates is in range of 0.12-14 μm . The size distribution of spherical residual particulates is shown on Fig. 10b. This component may be related to fly ash formed due to combustion in high temperature discharge region.

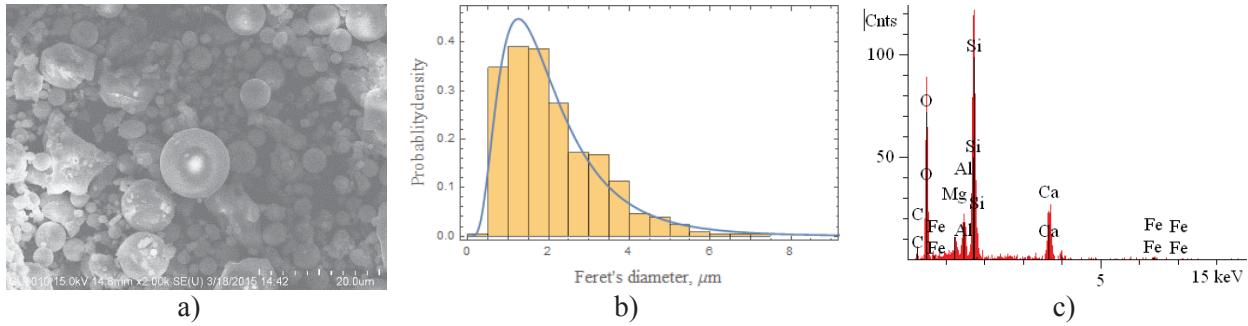


Fig. 10. a) Spherical particulates in ash, b) PDF for size of spherical ash particulates, c) EDX spectrum of spherical particulates.

Shape analysis of particulates

The shape of particulates in samples is different each other. We considered the circularity and the roundness of particulates as shape descriptors and determined them for soot and ash particulates. The circularity is determined by area and perimeter of a particulate as the ratio $4\pi \times \text{area}/\text{perimeter}$, whereas the roundness is defined as $4 \times \text{area}/[\text{major axis}]^2$. The probability density for shape descriptors of samples are shown on Fig. 11, 12.

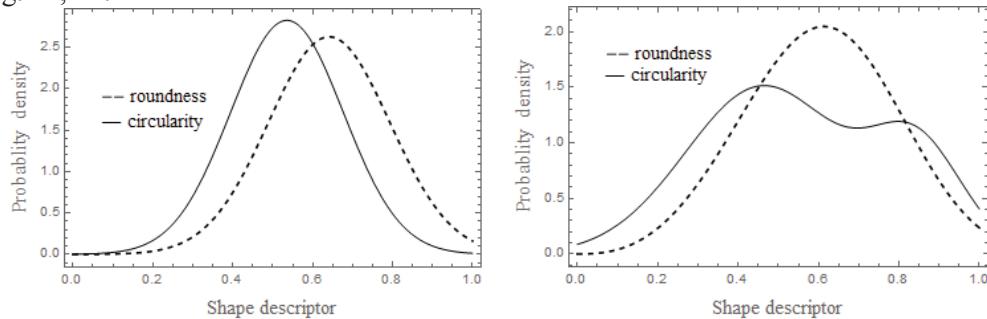


Fig. 11 Probability density of shape descriptors for ash particulates

Fig. 12 Probability density of shape descriptors for soot particulates

From the distributions, the roundness of particulates in soot is more uniform, but this descriptor is poor for ash particulates. As for circularity, soot particulates are more circular than ash. Also the ash particulates obtain mainly sharp end form, but soot has more rounded and the sharpness is poor. This result enables us to identify and distinguish particulates. As well, this result confirms that soot particulates are grown from primary particle. At the end we notice that there are weak negative correlation between circularity and diameter of particulates and the value of correlation coefficient is equal to -0.658 for soot and -0.347 for ash particulate.

Acknowledgements

This work is supported by the fundamental research project titled “Study of materials from discharging processes” (No. ScFr 2019/18), financed by the Mongolian Foundation for Science and Technology.

References

1. A.Santamaria *Combustion and Flame* 157 (2010). 33–42.
2. A.Liati, et al., (2012). *Journal of Nanoparticle Research.* 14. 1224. 10.1007/s11051-012-1224-7.
3. M.Khan, et al., (2014). *Ionics.* 20. 353-362. 10.1007/s11581-013-0980-4.
4. J.Vanchinkhuu, et al., (2016). *Вестник Бурятского Государственного Университета Химия. Физика, Вып. 2-3,* 18-25.
5. B.Apicella, et al., (2016). *Fuel.* 201. 10.1016/j.fuel.2016.11.049.
6. F.Liu, et al., (2010). *Morphology Study by Using Scanning Electron Microscopy. Microscopy: Science, Technology, Applications and Education.*
7. K. Popov, et al., (2016). *Composition and structure of the mineral and combustion residues of high-ash coal. Coke and Chemistry.* 59. 82-86.
8. J.Vanchinkhuu et al., (2017). *Solid State Phenomena,* Vol. 288, pp 71-78
9. C.Chilev, et al., (2017). *International Journal of Science, Technology and Society,* 5(4): 131-140

XRD QUANTITATIVE ANALYSIS OF CARBON PRODUCT EMERGED BY UNDERWATER DC ARC-DISCHARGE METHOD

© E. Bayanjargal¹, J. Vanchinkhuu², M. Otgonbaatar²

¹Analytic Laboratory, Institute of Physics and Technology, Mongolian Academy of Science

²Department of Physics, School of Science, National University of Mongolia, Ulaanbaatar

Email: e.bayanjargal@yahoo.com

Abstract

Our previous study showed that deposition on cathode obtained by underwater DC arc-discharge process consists of three main structural elements of a carbon product, particularly, micro particulates of gigantic size, long narrow linear parts and almost spherical tiny parts. This study also determined that their number fraction in unit volume is 5% for the gigantic parts, 36% for the linear parts and 59% for the tiny particulates, respectively [1]. In this study, we aimed to estimate the weight fraction of crystalline phases in the carbon product by using the XRD method and CARBON XS program based on Shi model which takes into account disorder and stacking faults in a graphite structure. The agreement factor indicates that quality of refining the XRD pattern was achieved sufficient small value. As the study, it was observed that the total probability of 2H and 3R stacking decreases from 77.69% to 48.98% whereas the probability of random shift stacking faults increases from 22.31% to 51.02% in the structure of the carbon product as compared to these parameters belongs to graphite structure. In the XRD pattern, the character of linear and tiny parts in the deposition is shown up by the effect of strain in sequenced carbon layers, and the gigantic parts exhibit the characteristic peaks of graphite structure.

Keywords: weight fraction of crystalline phases, underwater DC arc-discharge, cathode deposition, carbon product, hexagonal 2H stacking, rhombohedral 3R stacking, random shift stacking faults, graphite, graphitic carbon, Shi model, coherent length.

Introduction

The crystal structure of graphite consists of series of layers of carbon atoms, which form the 2D hexagonal network of graphene layers. These layers are stacked either in the ABAB sequence for the hexagonal 2H structure or in the ABCABC sequence for the rhombohedral 3R structure. Normally, highly ordered structure of graphite has the hexagonal 2H stacking of carbon layers, but even high quality graphite still contains a non-negligible fraction of the rhombohedral 3R phase. X-ray diffraction is a standard method for investigating the microscopic structure of graphitic carbon materials. However, conventional Rietveld refinement cannot reveal the reliable structural information due to a combination of several effects such as penetration depth of X-ray, fluctuation of interlayer spacing, in-plane lattice constant, random shifts stacking faults between adjacent carbon layers resulting in anisotropy broadening and asymmetric profile of Bragg's peak. The broadened peaks with low intensity belongs to planes e.g. (100/101) and (112) reveals the characteristic of random shift stacking faults resulting in strain in structure of graphitic carbon [2]. For this reason, H. Shi et al., (1993) introduced a structural model that incorporates the disordered and stacking faults of the adjacent carbon layers in order to solve the mentioned effects above. This article addressed to estimate the weight fraction of crystalline phases in the structure of carbon product obtained in [1] by means of the XRD method and CARBON XS program based on the Shi model.

The disordered graphite model and CARBON XS

As mentioned in [2], Shi considered a two-layer model to describe the structure of graphitic carbon. In this model, an ideal and rigid AB stacking sequence forms a primary building block of the structure as illustrated by Fig-1. Then the blocks are stacked as follows:

1. A random shift between adjacent blocks with probability P_{RS} for accounting the stacking faults with a random translational component in basal plane (turbostratic stacking)
2. A registered shift between adjacent blocks with probability P_{3R} for describing the ABCABC stacking faults with a fixed translational component (rhombohedral 3R stacking)
3. No shift at all between adjacent blocks with probability $P_{2H} = 1 - P_{3R} - P_{RS}$ for giving ABAB ordered stacking (hexagonal 2H stacking)

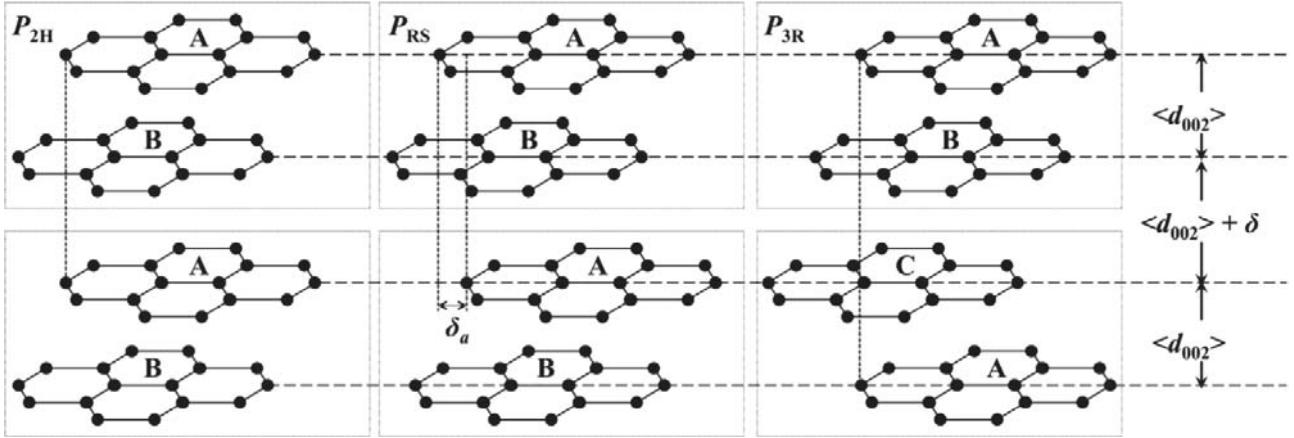


Fig. 1. Schematic drawing of three stacking sequences of hexagonal carbon planes of characteristic graphite structure. The dotted squares is illustrated the two-layer units assumed by the model of Shi et al.(1993). The parameter δ is defined as $\delta = d_{002} - \langle d_{002} \rangle$ and can take positive or negative values. δ_a is related to the probability of random shift stacking faults P_{RS} [2].

For $P_{RS} = 0$, $P_{3R} = 0$, $P_{2H} = 1$, this model produces the ABAB stacking sequence for the hexagonal 2H structure, whereas when $P_{RS} = 0$, $P_{2H} = 0$, $P_{3R} = 1$, the ABCABC stacking sequence for the rhombohedral 3R structure is obtained. As already mentioned, the stacking faults result in strain in graphite structure and thus fluctuations of the interlayer spacing lead to broadening of all (00l) peaks. The model assumes a Gaussian distribution of the lattice parameter along the c-axis around the average interlayer spacing $\langle d_{002} \rangle$ with fluctuation of $\delta = d_{002} - \langle d_{002} \rangle$, characterized by the standard deviation of $\sigma = \sqrt{\langle \delta^2 \rangle}$.

$$P(\delta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \exp\left(-\frac{\delta^2}{2\sigma^2}\right) \quad (1)$$

According to [3, 4], the probability of random shift stacking faults P_{RS} is directly related to δ_a , the fluctuations of the in-plane lattice constant a , through the Gaussian distribution:

$$1 - P_{RS} = \exp\left[-2\left(\frac{\delta_a}{\langle a \rangle / 2\pi}\right)^2\right] \quad (2)$$

This expression appears slightly different from the one in [4] because here the d_{110} is substituted by $\langle a \rangle / 2$. Note that because of the presence of the fluctuations in the in-plan lattice constant a , it was used $\langle a \rangle$ to make it consistent with $\langle d_{002} \rangle$ in [2]. Besides the average lattice constants $\langle d_{002} \rangle$ along c-axis and $\langle a \rangle$ in the in-plane, the model introduces two different characteristic lengths. One of these is L_c along the c-axis and second one is L_a in the in-plane. The characteristic length quantifies the crystallite volume which X-ray are diffracted coherently. This assumption is explained by the anisotropy of the graphite structure and thus offers additional flexibility as compared to the Rietveld method which provides only one average crystallite size. From L_c and $\langle d_{002} \rangle$, it can deduce the average number of layers stacking in the coherent regions, $M = L_c / \langle d_{002} \rangle$. This structural model introduced above had been incorporated in a refinement program CARBON XS by Shi and co-workers. In addition to the parameters of the model, CARBON XS also includes corrections for the X-ray polarization, the Lorentz factor, sample preferred orientation and an isotropic temperature (Debye-Waller) factor. The influence of the penetration depth of X-ray on both the peak position and shape is corrected by the effect found for standard sample powder.

Sample preparation and experiment

For XRD analysis, we ground the cathode deposition obtained in [1] into fine powder using agate pestle, and then the powder sample was mounted on a glass holder with dimension of **16mm × 2mm**. The XRD pattern of the sample was measured in the range of **15° – 110°** with scanning speed of **0.25 deg/min** using X-ray

tube with Cu anode operating in 30mA and 40kV. The graphite rod was directly ground into fine powder with agate pestle, and then it was measured in the similar condition of the XRD analysis.

Result and discussion

The XRD patterns of each sample were refined with CARBON XS program according to 2 layer stacking model of Shi. The XRD patterns were shown in Fig-2(a-d). During the refinement, the agreement factor indicates the quality of refining the XRD pattern was achieved sufficient small value. It is illustrated by difference given in Fig-2a, which has been decreased significantly in the range of $30^\circ - 110^\circ$.

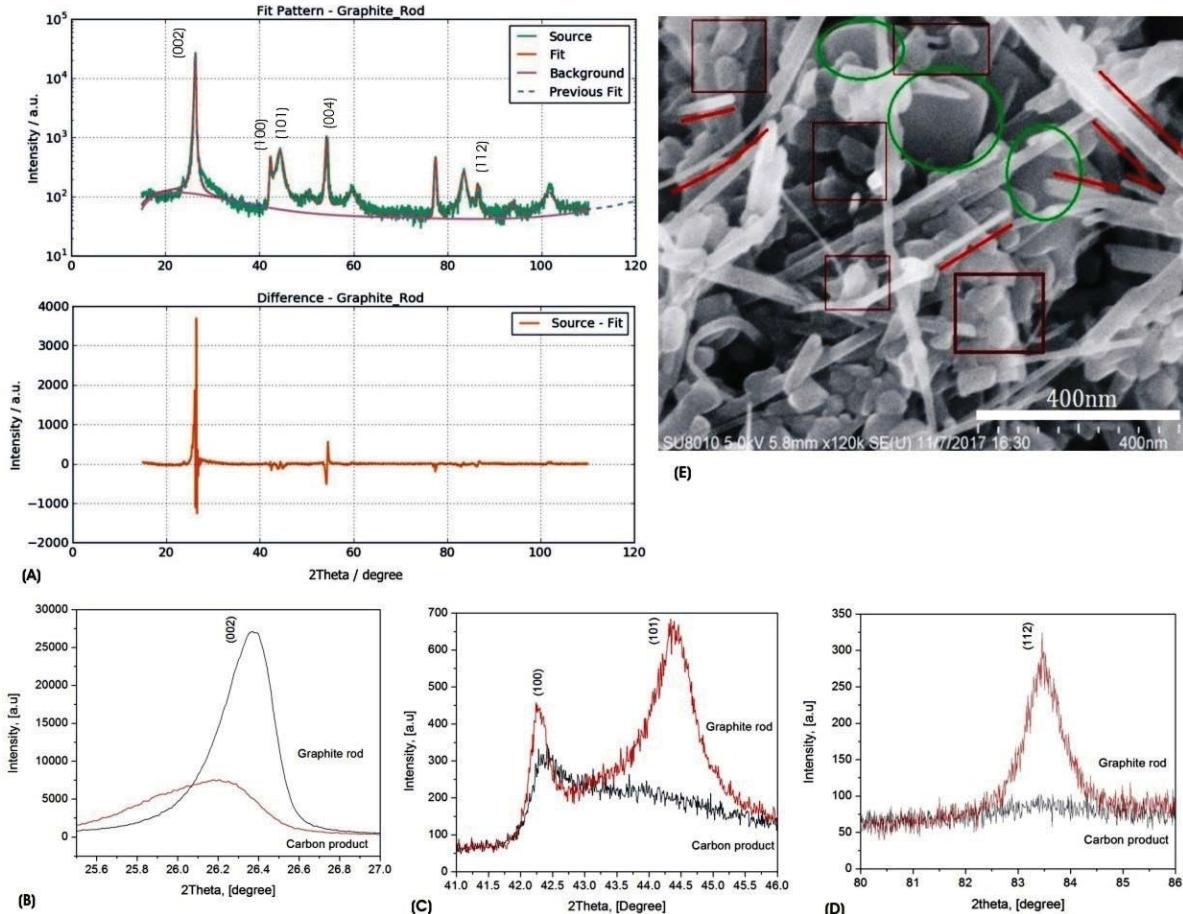


Fig. 2. a) The XRD pattern of the graphite rod refined by CARBON XS, b-d) the compared profile of characteristic peaks of graphite rod and carbon product is illustrated in inset graphics of Fig. 2(b-d), e) the internal structure of the deposition material on the cathode (the tiny particulates are in brown rectangles, linear parts are along the red lines, and the gigantic parts are in green ellipses [1])

The change of peak broadening and shape shown by Fig-2(b-d) indicates that the graphite and carbon product has a difference for their microscopic structure. Table 1 shows the agreement factor, structural parameters and stacking model considered in the study. The previous study introduced that the internal structure of the deposition on the cathode is composed of three main parts, particularly (i) almost spherical tiny particulates in the linear size of 50-100nm, (ii) long narrow linear parts, the length of which reaches several hundred nanometers and the width measuring less than a dozen nanometers, (iii) gigantic parts, the size of which ranges from several hundred nanometers to micrometers, as shown in Fig-2e [1]. This study also determined that their number fraction in unit volume is 5% for the gigantic parts, 36% for the linear parts and 59% for the tiny particulates, respectively [1]. In the XRD pattern, the character of linear and tiny parts in the deposition is shown up by the effect of strain in sequenced carbon layers, and the gigantic parts exhibit the characteristic peaks of graphite structure. Otherwise, The peak belongs to planes e.g. (100), (101) and (112) given in Fig-2(b-d) is revealed the characteristic of random shift stacking faults of carbon layers resulting in strain in structure of graphitic carbon, and the peak broadening belongs to planes e.g. (002) as well as (004) is arisen by only coherent length and strain in the hexagonal stacking of carbon layers. In this study, it was observed that the total probability of 2H and 3R stacking decreases from 77.69% to 48.98% whereas the probability of random shift stacking faults increases from 22.31% to 51.02% in the

structure of the carbon product as compared to these parameters belongs to graphite structure. During the refinement of the XRD pattern, we have taken into account the in-plane lattice constant as the value of perfect crystalline graphite, 2.461Å because the average in-plane constant cannot fluctuate too much due to strong covalent in-plane bonding [2].

Table 1. structural parameters and stacking model considered in the study

Structural parameters	Experimental samples	
	Pure graphite rod	Carbon product
Stacking model (1 layer or 2 layer)	2 layer	2 layer
a [Å], (in plane lattice constant)	2.4615	2.4615
d ₍₀₀₂₎ [Å], (interlayer spacing)	3.3733	3.4044
L(a) [Å], (coherence length along basal plane)	232.4560	107.9540
M (total number of layers)	91.5957	33.2124
$\langle \delta^2 \rangle^{1/2}/2$ [Å], (width of M distribution)	2	2
DAB (in plane strain)	0	0
del (inter plane strain)	0.0244	0.0244
Probability of random stacking per layer, P _{RS} /2 (for both model)	0.2231	0.5102
Probability of 3R stacking per layer, P _{3R} /2 (for 2 layer model)	0.0482	0.0052
B [Å ²], (Debye Waller's temperature factor)	1.3708	1.3708
PO (preferred orientation factor)	0.3780	0.5357
L(c) [Å], (coherence length along c axis)	309.0	113.1
Probability of 2H stacking, (P _{2H} =1- P _{3R} /2- P _{RS} /2)	0.7287	0.4846
χ^2 (Agreement factor)	10.2840	11.2970

The average interlayer spacing along c-axis was slightly smaller than extreme value belongs to the spacing in a fully disordered structure, 3.440Å. The coherent lengths L_a and L_c , which both were decreased as compared to the lengths of pure graphite (see table-1). From these results, the study was observed the natural phenomena that the average interlayer spacing along c-axis and random shift stacking faults increases when it decreases the coherent lengths as introduced in [2].

Conclusion

In this article, we estimated weight fraction of crystalline phases in the carbon product from its XRD pattern by using CARBON XS program according to Shi model. As the study, it was observed that the total probability of 2H and 3R stacking decreases from 77.69% to 48.98% whereas the probability of random shift stacking faults increases from 22.31% to 51.02% in the structure of the carbon product as compared to these parameters belongs to graphite structure. From the result of experiment, we can conclude that the character of linear and tiny parts in the deposition is shown up by the effect of strain in sequenced carbon layers, and the gigantic parts exhibit the characteristic peaks of graphite structure.

References

1. J. Vanchinkhuu et al., Solid State Phenomena, ISSN: 1662-9779, Vol. 288, pp 71-78, 2019.
2. Z. Zhou, et al., Carbon, Vol. 69, Pages 17-24, 2014.
3. Ruland W. X-ray studies on the structure of graphitic carbons. Acta Crystallogr 1965, 18:992–6.
4. Babu VS, Seehra MS. Modeling of disorder and X-ray diffraction in coal-based graphitic carbons. Carbon 1996, 34(10):1259–65.

УДК

РЕЗУЛЬТАТЫ АНАЛИЗА САЖИ И ЗОЛЫ ОТ СЖИГАНИЯ УГЛЯ

© Ж.Ванчинхуу¹, Э.Баянжаргал², М.Тамара³, Ж.Дулгуун¹

¹ - Кафедра физики, Факультета науки, Монгольского государственного университета. Их сургуулийн гудамж-1, г. Улаанбаатар 14201, Монголия. e-майл: j.vanchinkhui@num.edu.mn

² - Аналитическая лаборатория, Отдел материаловедения, Институт физики и технологий, Академия Наук Монголии. e-майл: e.bayanjargal@ipt.ac.mn

Аннотация

Продукты сгорания, такие как сажа и зола от сжигания угля, были проанализированы с помощью различных анализов. Определены некоторые физические свойства частиц сажи и золы от сжигания угля. (i) ИК-спектр от них был проанализирован и определены типы связей соединений. Радикалы углеводородов преобладают в ИК спектре сажи. Сравнение ИК-спектра сажи и золы говорит о том, что в саже наблюдается множество органических соединений, функциональных групп связей C-H, тогда как они уменьшаются, а неорганические соединения увеличиваются в золе. (ii) Рентгеноструктурный анализ золы показывает, что они существуют в кристаллической и аморфной фазах. Однако кристаллические фазы в саже увеличиваются с температурой горения. Размер частиц золы и сажи определяется. (iii) Результаты спектроскопического исследования комбинационного рассеяния света показывают, что сажа и зола содержат неупорядоченную структуру графена, которая проявляется в 2D-полосе.

Ключевые слова: FTIR, рamanовский спектроскопический анализ, сажа, зола, состав угля, полоса поглощения, аморфная и кристаллическая фаза, структурный анализ.

RESULTS OF ANALYSIS ON SOOT AND ASH FROM COAL COMBUSTION

J. Vanchinkhuu¹, E.Bayanjargal², M.Tamara², J.Dulguun¹

¹Department of Physics, School of Science, National University of Mongolia

²Analytical laboratory, Division of Material Science, Institute of Physics and Technology, Mongolian Academy of Science
j.vanchinkhui@num.edu.mn

Abstract

Combustion products such as soot and ash from coal combustion have been analyzed by using various analyses. The some physical properties of particulates of soot and ash from coal combustion are determined. (i) The IR spectrum from them was analyzed and the bond types of compounds are determined. The radicals of hydrocarbons are dominated in IR spectrum of soot. The comparison of IR spectrum of soot and ash tells that plenty of organic compounds, functional groups of C-H bonds are observed in soot, whereas they decreases and inorganic compounds increases in ash. (ii) The XRD analysis on ash shows that they exist in crystalline and amorphous phases. However, the crystalline phases in soot increase with temperature of combustion. The size of particulates ash and soot are determined. (iii) Results of Raman spectroscopic study reveal that soot and ash contain disordered structure of graphene which is exhibited by 2D band.

Keywords: FTIR, Raman spectroscopy analysis, soot, ash, coal composition, absorption band, amorphous and crystalline phase, structural analysis.

1. Introduction

Carbon containing materials have revolutionized the field of material science in recent years. New carbon nanomaterials offer a wide range of useful properties that make them very interesting materials to a broad range of applications [1-2]. In addition to that soot and ash have been studied in view of air polluting source. The soot particulates are unwanted result from incomplete combustion, whereas the ash is inevitable consequence of combustion of solid fuel source. The interests in study of these materials have created a strong demand for techniques that can be used to characterize carbon nanomaterials. X-ray diffraction

(XRD) is most widely used in identification of mineral composition in ash [3-5] and soot [6] because it provides qualitative and quantitative information about mineral composition [4, 5]. The inorganic constituents in ash and soot mainly consist of crystalline minerals, amorphous minerals [5]. Since almost 90% of the organic materials contained in combustible material are eliminated during combustion process, the composition ash becomes so few, but soot from combustion is enriched by volatile organic compounds. In this manner, fuel source is separated to two groups due to combustion process. Combustion products of various fuels have been studied intensively in last decades [3-8]. Since the impact of organic compounds decreases and no longer interferes in the infrared absorption, the infrared analysis is widely used for ash investigations. This analysis provides very useful information about the minerals and compounds in ash. Also, the infrared spectroscopy is commonly used for soot characterization because it is more suitable for determining chemical compounds. Raman spectroscopy is most sensitive to highly symmetric covalent bonds with little or no natural dipole moment. The carbon-carbon bonds that make up soot and ash fit this criterion perfectly. So, the Raman spectroscopy is able to provide wide information about their structure. The objective of this study is to identify the composition, compounds and bond types of carbonaceous soot and ash produced from coal combustion by using X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy and Raman spectroscopy.

2. Materials

The soot from coal combustion and ash, residual of combustion were taken in the present study as materials. Ash is formed from noncombustible and inorganic constituents in fuel as well heteroatoms (atoms other than carbon and hydrogen). During the combustion process, coal parts are mechanically broken up into fragments because of thermal stresses and initial structural imperfection. Because of evaporation volatile organic compounds in fragments during the combustion, the locations are opened to form pores at surface. Due to the process, fragments are changed to porous residuals. At the end particulates become porous enough to disintegrate into small fragments of mineral matter in parent coal. Ash may melt down at high temperatures and they obtain spherical form due to surface tension. The other carbonic particulates formed in combustion processes are soot which are produced from volatile components in fuels. They are not pure carbonic material and they contain hydrogens, absorbed hydrocarbons and polycyclic aromatic hydrocarbons. It forms in result of sequenced processes such as pyrolysis, oxidation, chemical reactions and growing processes on surface reactions.

3. Sampling

The soot and ash analyzed in this article are products from coal combustion in heating stove which is widely used for residential Mongolian ger and small houses. For collecting, we used chimney of five sections, each of which has 0.67 m length. Soot is collected on chimney surface in result of inertial and condensation settlement when smoke from combustion is ascending, but the amount and properties of soot collected on distinguished height are different to each other. The soot settled on inner surface of each section was removed and collected. The amount of soot settled on collecting surface depends on type and composition of fuel, fuel quantity, combustion regimes, as well climate and weather conditions. The sampling time for each section depended on the amount of sample that could be collected on surface, which was different at each section and varied 3-5 days. Since the combustion in a stove of the type is nearly complete, it is required to combust much more fuel for significantly long time for collecting high amount of soot. The numeration of sections starts from the highest one as the same in Ref [6]. The ash sample studied was the bottom ash of the combustion used in soot collection. The temperature changes linearly along the height of stove. Temperature decreases on height as $T = -1.18y + 630$. The average temperature corresponding to sections is given in Table 1.

Table 1. Average temperature corresponding to sections

	Section 4	Section 3	Section 2	Section 1
Height of censor, cm	100.5	167.5	2.345	301.5
Average temperature T, °C	511.41	432.35	627.2329	274.23

4. Instrumentation and technique

Since mineral matter plays an important role in coal conversion such as combustion, gasification, and pyrolysis, much work has been done on the identification and characterization of minerals in coal and coal ash by various analytical techniques over the past two decades. For identification of minerals, X-ray diffraction (XRD) is most widely used because it provides qualitative and quantitative information about

composition. Recently, however, Fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopy has received much attention because it has been successfully used for the analysis of both organic functional groups and mineral composition. In fact, FT-IR spectroscopy has advantages over XRD for the identification of minerals because it allows for identification of both crystalline and amorphous phases, especially the mineral transformations due to heating. Besides FTIR spectroscopy, Raman spectroscopy is potentially useful tool compound analysis, since it is highly sensitive to the composition and structure of a sample material. Raman spectroscopy is one of non-destructive technique, which allows determination of the degree of structural order in carbon containing material as well functional groups in samples. The results of XRD analysis were taken by using X-ray diffractometer MAXima_X XRD-7000. The data processing in analysis was executed by the software X'Pert HighScore Plus v2.0a which has databases ICSD and ICDD-PDF2, internationally accepted for XRD pattern analysis. FTIR spectrometric information of soot and ash was obtained by using IR Prestige-21, Shimadzu FTIR. All the spectra were recorded at room temperature. For these samples ATR correction was not done. For illustration and interpretation of FTIR spectrum, we have used KnowItAll(R) Informatics System.

5. Results and conclusions

At previous stage, we studied ash and soot of base layer by XRD technique and results were given in Ref. [6]. In that stage we determined the compounds in samples as well amount of crystalline and amorphous phases. We identified the amount of amorphous phase reaches 50% in ash and 89% in soot. Also we determined the crystalline size giving the XRD spectrum by Debay-Scherrer formula.

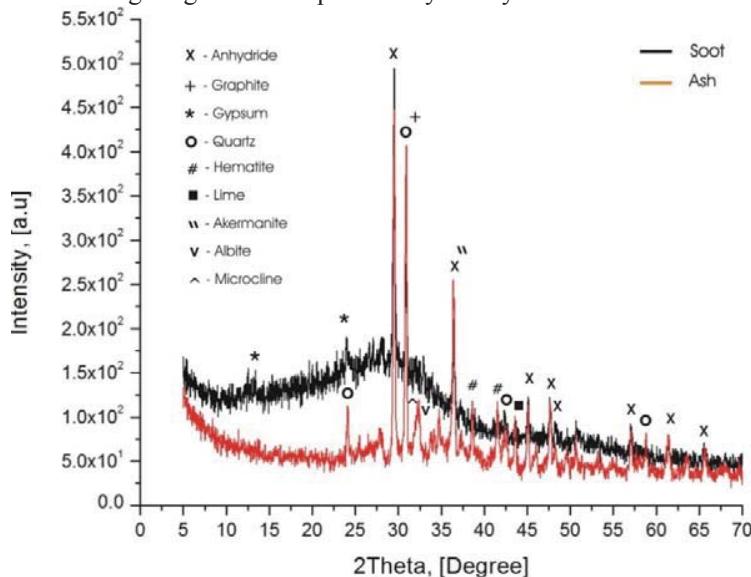


Fig. 1. XRD pattern for soot and bottom ash.

At present stage we have analyzed soot from third section and ash by X-ray diffractometer. The X-ray pattern of samples for qualitative analysis is viewed in Fig. 1. For composition, two samples don't coincide each but most of compounds and minerals are detected in two pattern.

FTIR analysis

We showed the FTIR spectrum of soot and ash on Fig. 2. We didn't intend to interpret all spectra in initial stage yet characteristic bands were considered. One should notice that the spectra are divided in three regions split at 2200cm^{-1} and 1000 cm^{-1} and each region uses a different scale. Because the many absorption bands of samples are generally located at relatively low frequencies, the second derivative spectra in the range $1600\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ helps us to resolve the overlapping bands. Two peaks of weak intensity appearing at 2345 and 2360 cm^{-1} are observed in all samples of soot and ash. These peaks indicate that presence of carbon dioxide functional group. The bands are assigned to antisymmetric stretching of rotations CO_2 groups. The intense absorption band at 1155 cm^{-1} may be related to medium stretching sulfur compounds. Sulfur containing compounds are indicated by XRD analysis. Another feature that can be observed in the FT-IR spectra of soot at various heights is that the signal at 1720 cm^{-1} , corresponding to carbonyl groups disappears almost completely in the ash sample. The weak intensity band at $3030\text{ -}3350\text{ cm}^{-1}$ is related to stretching associated vibrations of $-\text{OH}$ groups in aromatic rings and aliphatic structures. Medium intensity band at

1616 cm^{-1} with the overtone at 3200 cm^{-1} is associated to NH₂ deformation bonds in amines. The bands 1000-1300 cm^{-1} are related to vibration of bonds in various oxygen-containing groups. We notice that the region 1000-1300 cm^{-1} is a complex section of the infrared spectra where signals corresponding to aromatic C-C and C-H plane deformation structures can overlap with signals corresponding to ether C-O-C stretching groups. A weak absorption around 416.8 cm^{-1} in soot is from S-S stretching bond and it is also observed in the FTIR spectrum ash. The presence of mineral quartz in the coal ash is indicated by the presence of peak around $1,600$ and $1,100\text{ cm}^{-1}$. A sharp peak at 677 cm^{-1} may possibly be due to carbon dioxide. Si-O bending vibrations contribute to the strong absorption at 594 and 613 cm^{-1} .

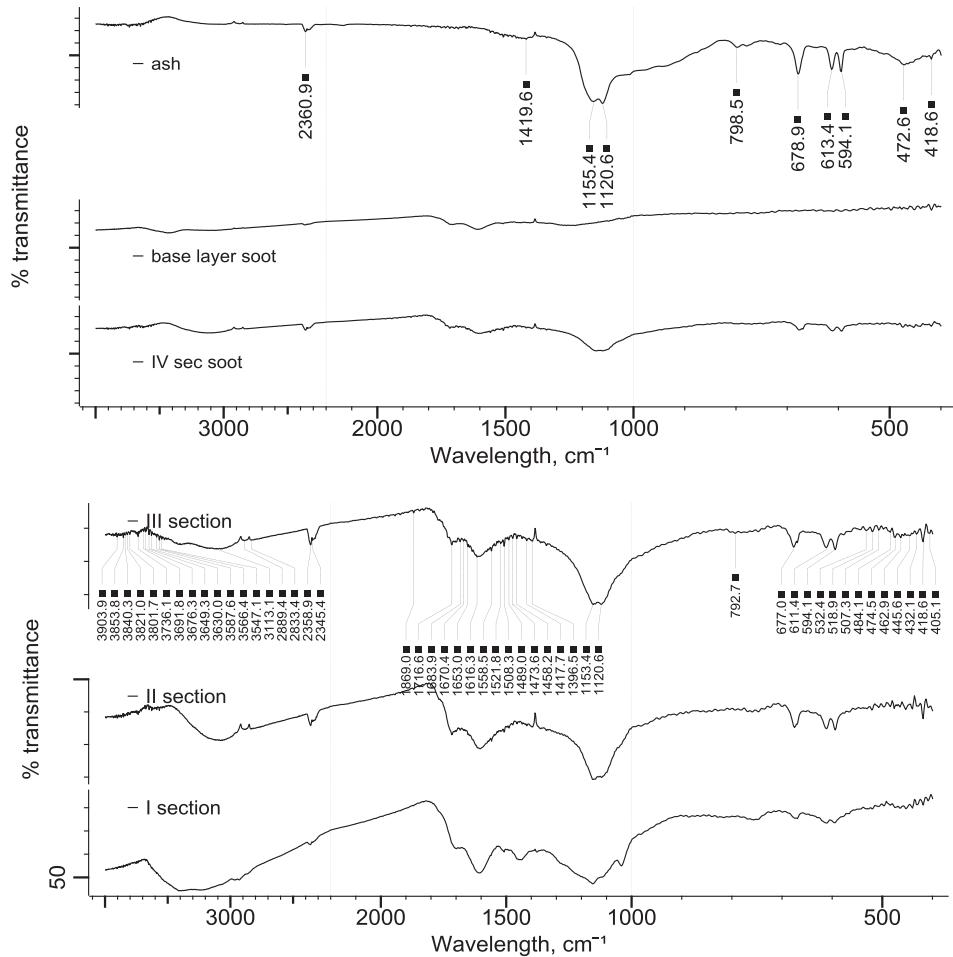


Fig. 2 FTIR spectra of ash and soot samples.

Raman Spectroscopic study

We studied ash and soot by using Raman spectroscopy. In this study, the soot samples taken in FTIR were not studied individually, only the mixture of them was taken in study. The Raman spectrum of soot and ash is shown on Fig. 3. From the spectrum of samples most bands of two samples are similar, but they have several characteristic bands which aren't coincide to each other.

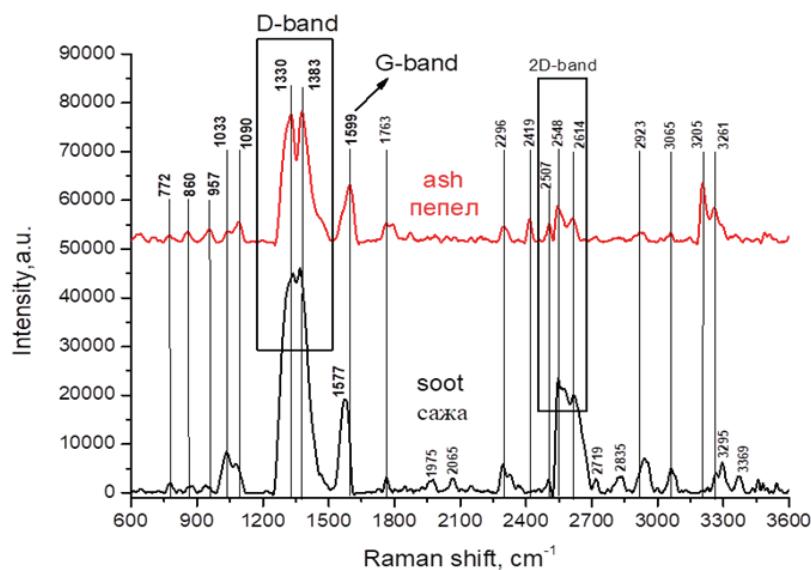


Fig. 2. Raman spectrum of ash and soot

Moreover, the shapes of bands are seen changed. The overlapping bands explicit that soot and ash contain compounds of similar polarizability of molecules. The D band is caused by disordered structure of graphene which is actually disorder in sp₂ hybridized carbon system. The graphite crystal exhibits always G band (at 1599 cm⁻¹) which arises from the stretching of C-C bond in graphitic material in samples. The strong peaks in the range 2500-2700 with G band confirm the existence of 2D band in two samples.

Acknowledgement

This work is supported by the fundamental research project titled “Study of materials from discharging processes” (No. ScFr 2019/18), financed by the Mongolian Foundation for Science and Technology.

References

1. M. Sharon, et al., (2008). Defence Science Journal. 58. 460-485.
2. Z.Yanyan et. al. (2018). ACS Omega, 3 (8), 9126-9145.
3. B. Manoj et. al. (2012). Int. J. Electrochem. Sci., 7 3215–3221.
4. A. Sadezky et. al., Carbon, 43, 1731–1742.
5. Y.Yin, et. al., (2018). Journal of Energy Institute, 91, 389-396.
6. J.Vanchinkhuu, et. al., (2016). Вестник Бурятского Государственного Университета Химия. Физика, Вып. 2-3, 18-25.
7. K. Popov, et. al., (2009). Coke and Chemistry, 52. 519-522.
8. D.Eggenschwiler, et. al., (2010). Advances in Science and Technology. 65. 225-231.

Study on physical properties of dispersed silica

© Tserenjav E¹, Jigmeddorj V², B.D.Lygdenov³, Magvan U⁴, Shavrai P², Omoontsoo, G⁵

¹Mongolia, National University of Mongolia, School of Applied Science&Engineering, Laboratory for New Material,

² Mongolia, National University of Mongolia, School of Art&Sciences, Department of Physics,

³ Russia, East Siberian University of Technology and Management, Department of Metallurgy,

⁴Mongolia, National University of Mongolia, School of Engineering & Applied Sciences, Department of Chemistry&Biological Engineering

⁵ Mongolia, Mongolian University of Technology&Science, School of Mechanical Engineering,

E-mail: erdenebatt@seas.num.edu.mn

Annotation

In this paper physical properties as distribution width (Q_x , %) and density (q_x , %) of colloidal silica dispersed system were defined photon cross correlation spectroscopy (PCCS) at average size as 17.06 nm for D_{50} ,% and area of specific surface as $349.96\text{m}^2/\text{cm}^3$ depending on molar (R_m) optimal ratio of silica stone mineral to alkali ash powder. By X-ray diffraction analysis was determined its change of crystal structure to amorphous state. The results of their kinematic viscosity, liquid density, UV light adsorption inspections show that possibility to produce that colloidal silica by using the wetting and ultrasonic vibration method for that fusible alloy.

Abstract

In this paper physical properties of kinematic viscosity, liquid density, UV light adsorption, particle size distribution with photon cross correlation spectroscopy (PCCS) were studied for colloidal silica sol in various pH valued disperse system by adding the alkali compounds to silica stone powder. The results show that possibility to get the silica bulk as raw material for liquid glass production at molar (R_m) optimal ratio was 2 for silica to alkali metal oxide by using the sol distribution width (Q_x , %) and the density of colloidal suspension depending on pH, density and kinematic viscosity for dissolved solutions', and their UV light absorptivity.

By X-ray diffraction analysis the crystal structure was defined that a transformation of amorphous state in pyro chemically prepared colloidal silica particles. By UV-Vis spectrometric analysis the band gap of electronic transition vibrational fine structure for the absorptivity of R_m type soluble silica suspension was observed at widest value of $l=361$ nm. The experimental results on sol size depending on its distribution width (Q_x , %) and density (q_x , %) for these silicate suspensions were determined the average size of particles as 17.6 nm and area of specific surface as $349.96\text{m}^2/\text{cm}^3$ at R_m to declare practical possibility to produce colloidal SiO_2 particles by using the minerals.

Keywords: colloidal silica, sodium ash, fusion, dispersion system, nanoparticles

1. Introduction

Silicon dioxide (SiO_2) nanoparticles aqueous dispersion is used in broad range of environmental friendly performance products as large variety of industries for biomedicine, food and beverages field. Within this study to produce this dispersed silica particles by the direct fusion of precisely determined ratios of soda ash (Na_2CO_3) and natural silica stone in electric muffle furnace at approx. 1100°C and then it isn't well dispersed typically after wetting [1]–[3].

But for most silica applications especially when being used in coatings to improve scratch

resistance, the silica particles need to be smaller than 40 nm to fulfill this requirement and that particle agglomeration hinders each individual silica particle to interact with the surrounding media. So the stability and agglomeration state of this aqueous dispersion nanofluids are key parameters for their use[4]–[6].

Ultrasonic processing has been used in this experiment to get more effective colloid size, stable and non-agglomerated dispersion system. The dispersed silica colloid particles were measured by using photon cross correlation spectrometer. The minimal particle size was reduced to 17.06 nanometers at D₅₀, % of the test. The area of specific surface (S_v) for R_{m2} as molar optimal ratio of 2 for silica to sodium oxide weight was obtained 349.9 m²/cm³.

2. Experimental

2.1 Material and method

Dispersed silica nanoparticles were prepared by melting process of mixes by certain ratio of grinded powder of local silica stone from Tuv province, Seregen soum which is located at 47°65'03.72"N, 107°25'22.47"E area with utilization license N.21101 and sodium oxide as from sodium ash, CAS 497-19-8, Sigma Aldrich, Na₂CO₃. The physics chemical properties were designed as shown at Table 1&2 according to molecule ratio of acid to alkali as silica to sodium oxide weight.

Table1. Molar mixing designed ratio (R_m) of silica to sodium ash & oxide:

Sample N.	SiO ₂	Na ₂ CO ₃	Na ₂ O	R _m =SiO ₂ /Na ₂ O
1	10.1	8.1	3.4	3.0
2	10.1	12.2	5.1	2.0
3	6.0	14.5	6.0	1.0

Dispersed silica sols as yield content, density and formula for nanofluids etc. were prepared under their molar ratio (R_m) of the weight as shown in Table 2.

Table 2. Physics chemical characterization for obtained dispersed silica materials from Na₂SiO₃

R _m	Yeld (%)	Density (kg/l)	Formula
3.0 – 3.2	25 – 40	1.26 – 1.45	Na ₂ O · xSiO ₂ +H ₂ O (3.0<x<3.2)
2.0 – 2.6	35 – 46	1.38 – 1.53	Na ₂ O · xSiO ₂ +H ₂ O (2.0<x<2.6)
1.0 – 1.6	35 – 55	1.38 – 1.70	Na ₂ O · x SiO ₂ +H ₂ O (1.0<x<1.6)

Chemical composition of the silica stone used in the experiment was shown at the Table 3 by comparing to test results of certified reference material (CRM.N40 testing) and its certified data of CRM.N40 at certificate. Mineral composition of the silica stone was studied by powder X-Ray Diffraction Analysis (XRDA) with an equipment as Siemens, Diffractometer D5000 and results described at Fig.1.

The dispersed colloidal silica was prepared by following steps [7]: as mixing initial components and fusing them to temperature influence as approx.1000°C and wetting by distilled water to transform into liquid state.

The cleaning & non-agglomeration and was done by centrifugal and ultrasonic method [8] with an equipment as 800D Centrifuge at 2000-2500rpm speed and SK – 120DTH Ultrasonic with 900 watt capacity for 15 min each sample. Value of pH for synthesized sol were defined by laboratory pH-meter PH5011. Liquid density of colloidal silica was determined by aerometric method as described

at GOST18481-81 [9] and kinematic viscosity done by viscos meter as described at GOST 10028-81[10]. Absorbivity of UV light for the dispersed nanoparticles in distilled water was determined by spectrophotometric method using Shimadzu, UV-Vis Recording Spectrophotometer, UV-2401PC, the size, the value of average suspended sol, and the width of particle size distributions etc were defined by photon cross correlation spectroscopic (PCCS) method using Shimadzu, STMPA Nanophox as described at MNS:ISO 13321:2014 standard [11]. This equipment determines the particle size from few nanometer to value of 10mkm at the initial step of precipitation. Test results were calculated by using WINDOX 5 program.

3. Results & discussion

The chemical composition of silica stone which was used in this study shown at the Table 3. X-ray diffraction analysis was performed for both untreated silica stone (Fig.1) and the dispersed silica, which were treated by different ratio for sodium ash at 1100°C for 1h (Fig.2).

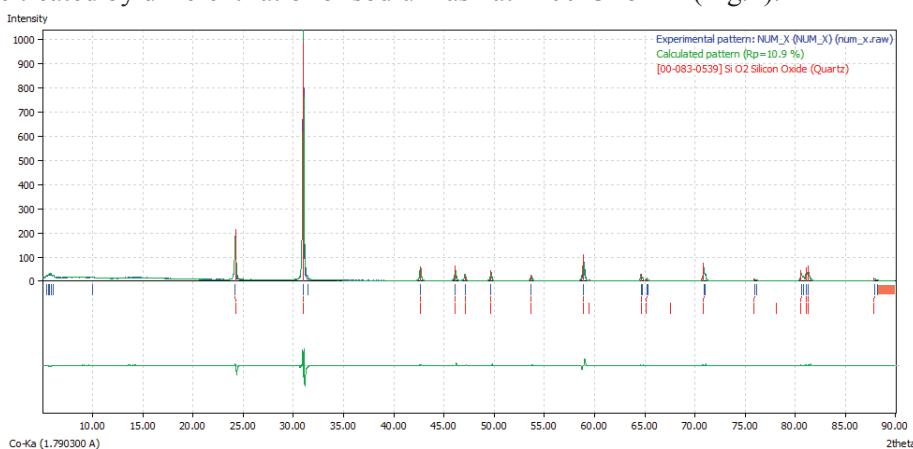


Figure 1. X-ray powder pattern of the silica stone

Table 3. Chemical composition of the silicastone

Sample	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe _{tot}	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	P ₂ O ₅	LOI
Silicastone	98.56	0.15	<0.005	1.13	<0.01	<0.01	<0.01	0.03	0.012	<0.005	0.28
CRM.N40test	87.98	6.15	0.057	0.27	0.08	0.16	0.04	4.51	0.008	0.076	0.57
CRM.N40cert	88.20	6.18	0.058	0.261	0.11	0.15	-	4.23	-	0.077	-

Measurement of all these properties provides information about the colloidal state of nanofluids. Here the most important variable was the solid content. X-ray diffraction intensive peaks at Fig1 as corresponding to quartz crystal of silica were disappeared and decreased their reflection intensity at Fig2 because of that dispersed from the surface of colloidal amorphous silica phase at x-ray pattern with sodium carbonate phase after drying this low melting alloy at elevated temperature by distilled water (see Fig2).

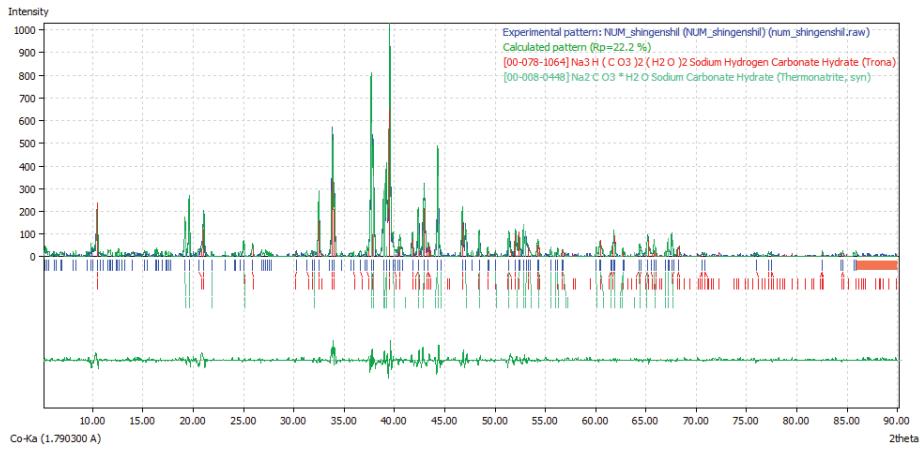


Figure 2. X-ray pattern of colloidal silica sol with sodium ash

By X-ray diffraction analysis at the Fig 2, the strong peak of quartz crystal was disappeared at $2\theta = 31.8^\circ$ except the pattern of sodium ash and that confirmed its complete transition to amorphous state for this pyro chemically prepared colloidal silica particles. Behind it, pH value of the medium can be used as important factor for the stability of system to control it and as a driving force in electric chemistry [12]. So value of pH and density (ρ , g/ml), kinematic viscosity (μ), absorbed spectroscopy investigations for UV light on synthesized each colloidal silica samples was measured and shown at Table 4 and Figure 3.

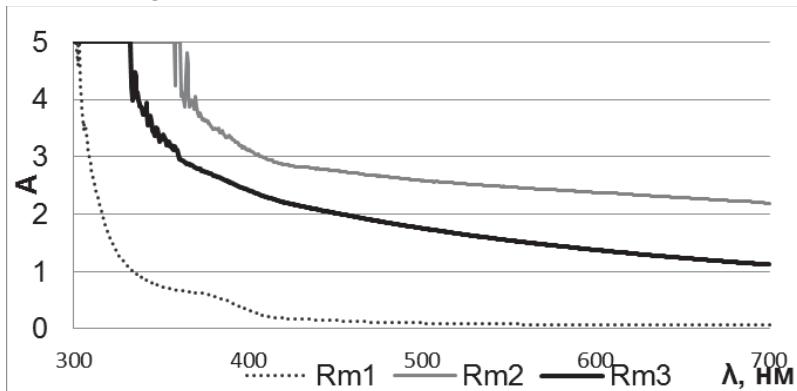


Figure 3. Absorbed UV spectrum of colloidal silica sol

Table 4. Study on molar ratio dependence of pH, density, viscosity and UV_{abs} for colloidal nanofluids

R_m	pH	ρ , g/ml	μ , Pa*c	UV_{abs} , nm
1	13.53	1.08	226.62	303
2	12.94	1.09	307.85	361
3	12.3	1.035	576.08	333

The band gap of electronic transition vibrational fine structure for the absorptivity of UV-Vis spectra at widest value of $\lambda=361$ nm area was observed for R_m2 type soluble silica suspension. These results were shown that dispersions can be used as is, or diluted with suitable (compatible) solvents as suspensions of nanoparticles in water. These dispersions of nanoparticles in can sometimes settle upon storage, in which case they can be mixed (shake up) before use and that colloidal silica as raw material for water glass production as optimal at molar ratio R_m2 for silica to alkali metal oxide. In addition this dispersed phase cannot dissolve in dispersion medium of water

therefore negative charges were observed while their aging time and dispersion was controlled photon cross correlation spectroscopy for achieved by ultrasonic treatment. The experimental results for particle size of the dispersed silica sol depending on its distribution width (Q_x , %) and density of colloidal suspension (q_x , %), and coefficient of regression (r^2) for linear equation for all samples shown in Fig4 were described at Table 5 in detail.

Table 5. Average size (X_{nm} , %), density (q_x), area (Q_x , %) and coefficient of regression (r^2) of particle size distribution width for nano dispersed colloidal silica

R_m	D _{nm} , %						S _V , m ² /cm ³	Slope, $\sigma_g = x_{84}/x_{50}$	$\alpha = \sigma_g/X_{50}$	r^2	SMD, nm	VMD, nm
	10	16	50	84	90	99						
1	37.	39.	43.	49.	50.	56.5	137,58	1.12	0.03	0.98	43,61	44,15
	8	2	9	2	9							
2	16.	16.	17.	17.	18.	18.8	349,96	1.04	0.06	0.97	17,14	17,16
	5	6	1	7	1							
3	37.	39.	44.	53.	53.	60.9	135.05	1.19	0.03	0.96	44.43	45.22
	6	2	8	3	4							

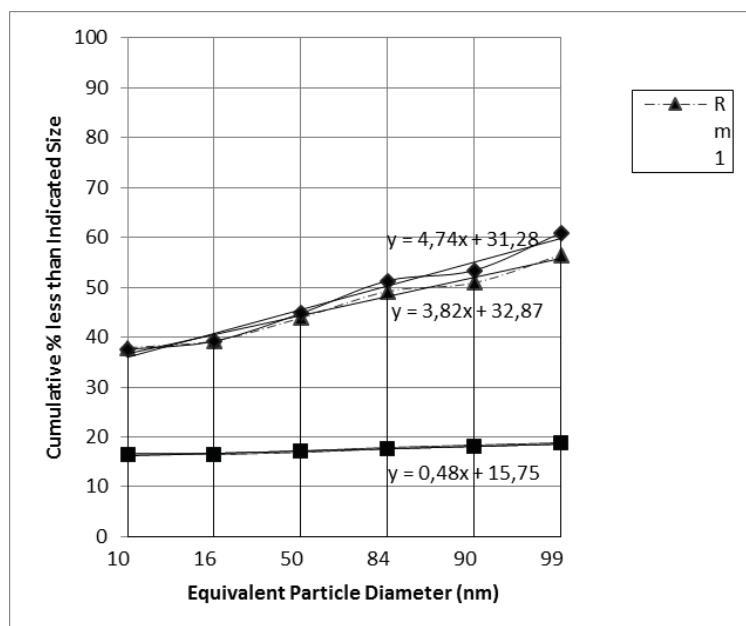


Figure 4. Colloidal silica particles' distribution statistical curve by cumulative percent

The mass median diameter as D_{50} were for $R_m1=43.9\text{nm}$, $R_m2=17.1\text{nm}$, $R_m3=44.8\text{nm}$ as shown at Fig.4 & Table 5. Concerning the influence of the solid content, pH and salt concentration results were declared that minimal average size of colloidal silica the area of specific surface were as $349.96\text{m}^2/\text{cm}^3$ at R_m2 . So the molar optimal ratio to produce colloidal SiO_2 particles was concluded to 2 when use sodium carbonate to process the natural silica stone minerals.

Conclusion

Colloidal silica was produced by pyro chemical of silica stone as an abundant mineral of Mongolia with molar different ratios of sodium ash at 1100°C . The synthesis parameters, such as molar ratio of mixing, fluid density and size of colloid particles were optimized.

X-ray powder diffraction of colloidal silica was disappeared the crystal peak of quartz peak at $2\theta = 31.8^\circ$ and UV-vis. spectrum the band gap vibration of electronic transition was observed at the widest value of $\lambda=361$ nm area for R_m2 type soluble silica suspension.

Colloid silica nanoparticles at the optimized parameters of R_m2 were confirmed by PCCS inspection with the area of specific surface of up to $349.96\text{m}^2/\text{cm}^3$. The average size of the colloidal silica particles was 17.6 nm at $D_{50}\%$ value and coefficient of regression for linear equation as 0.97 and with 1.04 slope.

These findings seems to be extremely important for the industry to produce colloidal SiO_2 particles by using that silica stone and sodium ash minerals in practice at given area.

Acknowledgement

The authors kindly appreciate the support of National University of Mongolia, to fund of advanced technology promotion for the project as P2016-1218, “*Getting method of soluble silica for leather processing industry from abundant silicate minerals of Mongolia*” and the colleagues of Laboratory for New Materials at Dept. of Chemistry & Biological Engineering, School of Engineering & Applied Sciences.

References

1. F. Neville, A. Mohd. Zin, G. J. Jameson, and E. J. Wanless, ‘Preparation and Characterization of Colloidal Silica Particles under Mild Conditions’, *J. Chem. Educ.*, vol. 89, no. 7, pp. 940–942, Jun. 2012.
2. Y. Kobayashi *et al.*, ‘Fabrication of quantum dot/silica core–shell particles immobilizing Au nanoparticles and their dual imaging functions’, *Appl. Nanosci.*, vol. 6, no. 3, pp. 301–307, Mar. 2016.
3. J. L. Bitter, G. A. Duncan, D. J. Beltran-Villegas, D. H. Fairbrother, and M. A. Bevan, ‘Anomalous Silica Colloid Stability and Gel Layer Mediated Interactions’, *Langmuir*, vol. 29, no. 28, pp. 8835–8844, Jul. 2013.
4. A. M. Buckley and M. Greenblatt, ‘The Sol-Gel Preparation of Silica Gels’, *J. Chem. Educ.*, vol. 71, no. 7, p. 599, Jul. 1994.
5. Y. Hoshikawa, H. Yabe, A. Nomura, T. Yamaki, A. Shimojima, and T. Okubo, ‘Mesoporous Silica Nanoparticles with Remarkable Stability and Dispersibility for Antireflective Coatings’, *Chem. Mater.*, vol. 22, no. 1, pp. 12–14, Jan. 2010.
6. P. K. Sekhar and S. Bhansali, ‘Growth of Silica Nanowires’, in *Encyclopedia of Nanotechnology*, Dordrecht: Springer Netherlands, 2016, pp. 1404–1427.
7. R. Mondragon, J. E. Julia, A. Barba, and J. C. Jarque, ‘Characterization of silica–water nanofluids dispersed with an ultrasound probe: A study of their physical properties and stability’, *Powder Technol.*, vol. 224, pp. 138–146, Jul. 2012.
8. J. A. Serrano-Ruz *et al.*, ‘Synthesis of colloidal silicon and germanium nanoparticles by laser ablation of solid Si and Ge targets in ethanol’, *Mater. Res. Express*, vol. 5, no. 1, p. 015038, Jan. 2018.
9. GOST 18481-81, ‘ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия (с Изменениями N 1, 2, 3, 4), ГОСТ от 02 июня 1981 года №18481-81’. [Online]. Available: <http://docs.cntd.ru/document/1200003855>. [Accessed: 25-Jun-2019].
10. GOST 10028-81, ‘ГОСТ 10028-81 Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия (с Изменениями N 1, 2), ГОСТ от 19 мая 1981 года №10028-81’.
11. MNS:ISO 13321, ‘LIST OF STANDARDS CLASSIFIED BY SUBJECT - PDF Free Download’. p. 131, 2017.
12. B. Tang, C. Wu, M. Qiu, X. Zhang, and S. Zhang, ‘PEG/SiO₂–Al₂O₃ hybrid form-stable phase change materials with enhanced thermal conductivity’, *Mater. Chem. Phys.*, vol. 144, no. 1–2, pp. 162–167, Mar. 2014.

Study on physical properties of dispersed silica

E Tserenjav¹, V Jigmeddorj², B D Lygdenov³, U Bayraa⁴ and D D Tsevelmaa⁵

¹ Department of Chemical and Biological Engineering, School of Applied Science & Engineering, National University of Mongolia, 1 Ikh Surguuliin Gudamj, Ulaanbaatar 14201, Mongolia

² Department of Physics, School of Art & Sciences, National University of Mongolia, 1 Ikh Surguuliin Gudamj, Ulaanbaatar 14201, Mongolia

³ Wuhan Textile University, 1 Sunshine Avenue, Wuhan 430073, China

⁴ National University of Mongolia, 1 Ikh Surguuliin Gudamj, Ulaanbaatar 14201, Mongolia

⁵ Mongolian University of Science and Technology, 34 Baga toiruu, 8th khoroo, Sukhbaatar district, Ulaanbaatar 14191, Mongolia

e-mail: erdenebatt@seas.num.edu.mn

Abstract. The paper deals with the physical properties of colloidal silica dispersed system such as distribution width (Q_x , %) and density (q_x , %) defined by photon cross correlation spectroscopy (PCCS) at an average size of 17.06 nm for D_{50} % and the area of specific surface of $349.96 \text{ m}^2 \text{ cm}^{-3}$ depending on molar (R_{m2}) optimal ratio of silica stone mineral to alkali ash powder. The change of crystal structure to amorphous state was determined by X-ray diffraction analysis. The results of their kinematic viscosity, liquid density, UV light adsorption inspections show possibility to produce the colloidal silica by using the wetting and ultrasonic vibration method for that fusible alloy.

1. Introduction

Silicon dioxide (SiO_2) nanoparticles aqueous dispersion is used in a wide range of environmentally friendly products in a large variety of industries: biomedicine, food and beverages field. Within this study dispersed silica particles are produced by the direct fusion of precisely determined ratios of soda ash (Na_2CO_3) and natural silica stone in electric muffle furnace at approximately 1100 °C and then it is not well dispersed typically after wetting [1–3].

But for most silica applications especially when being used in coatings to improve scratch resistance, the silica particles need to be smaller than 40 nm to fulfill this requirement and that particle agglomeration hinders each individual silica particle to interact with the surrounding media. So, the stability and agglomeration state of this aqueous dispersion nanofluids are the key parameters for their use [4–6].

Experimentally ultrasonic processing has been used to get more effective colloid size, stable and non-agglomerated dispersion system. The dispersed silica colloid particles were measured by using photon cross correlation spectrometer. The minimal particle size was reduced to 17.06 nanometers at D_{50} % of the test. The area of specific surface (S_v) for R_{m2} was obtained $349.9 \text{ m}^2 \text{ cm}^{-3}$ at molar optimal ratio of 2 for silica to sodium oxide weight.

2. Experimental procedure

2.1. Material and method

Dispersed silica nanoparticles were prepared by melting process of mixes by certain ratio of grinded powder of local silica stone from Tuv province, Seregen soum located at 47°65'03.72"N, 107°25'22.47"E area with the utilization license N.21101 and sodium oxide as from sodium ash, CAS 497-19-8, Sigma Aldrich, Na₂CO₃. The physical and chemical properties were designed according to molecule ratio of acid to alkali as silica to sodium oxide weight which is shown in tables 1 and 2.

Table 1. Molar mixing designed ratio (R_m) of silica to sodium ash & oxide.

Sample no.	SiO ₂	Na ₂ CO ₃	Na ₂ O	$R_m = \text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$
1	10.1	8.1	3.4	3.0
2	10.1	12.2	5.1	2.0
3	6.0	14.5	6.0	1.0

Dispersed silica sols as yield content, density and formula for nanofluids etc. were prepared under their molar ratio (R_m) of the weight as shown in table 2.

Table 2. Physical and chemical characterization for obtained dispersed silica materials from Na₂SiO₃.

R_m	Yield (%)	Density (kg l ⁻¹)	Formula
3.0–3.2	25–40	1.26–1.45	Na ₂ O · xSiO ₂ + H ₂ O (3.0 < x < 3.2)
2.0–2.6	35–46	1.38–1.53	Na ₂ O · xSiO ₂ + H ₂ O (2.0 < x < 2.6)
1.0–1.6	35–55	1.38–1.70	Na ₂ O · xSiO ₂ + H ₂ O (1.0 < x < 1.6)

Chemical composition of the silica stone used in the experiment was shown in the table 3 by comparing the test results of certified reference material (CRM.N40 testing) and its certified data of CRM.N40 according to the certificate. Mineral composition of the silica stone was studied by powder X-Ray Diffraction Analysis (XRDA) with the Siemens Diffractometer D5000 equipment, the results described in figure 1.

Table 3. Chemical composition of the silicastone.

Sample	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe _{tot}	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	P ₂ O ₅	LOI
Silicastone	98.56	0.15	< 0.005	1.13	< 0.01	< 0.01	< 0.01	0.03	0.012	< 0.005	0.28
CRM.N40 test	87.98	6.15	0.057	0.27	0.08	0.16	0.04	4.51	0.008	0.076	0.57
CRM.N40 cert	88.20	6.18	0.058	0.261	0.11	0.15	—	4.23	—	0.077	—

The dispersed colloidal silica was prepared in the following steps [7]: mixing initial components, fusing them to temperature influence as approximately 1000 °C and wetting by distilled water to transform it into liquid state. The cleaning & non-agglomeration was done using centrifugal and ultrasonic method [8] with 800D Centrifuge equipment at 2000–2500 rpm speed and SK – 120 DTH Ultrasonic with 900-watt capacity for 15 min each sample. Value of pH for synthesized sol was defined with the laboratory PH5011 pH-meter. Liquid density of colloidal silica was determined by the aerometric method described in GOST 18481-81 [9] and kinematic viscosity was done by viscos meter described in GOST 10028-81 [10]. Absorptivity of UV light for dispersed nanoparticles in distilled water was determined by spectroscopic method using Shimadzu, UV-Vis Recording Spectrophotometer, UV-2401PC. The size and the value of average suspended sol, and the width of particle size distributions etc. were defined by photon cross correlation spectroscopic (PCCS) method using Shimadzu, STMPA

Nanophox as described in MNS:ISO 13321:2014 standard [11]. This equipment determines the particle size from few nanometers to value 10 mkm at the initial step of precipitation. Test results were calculated by using WINDOX 5 program.

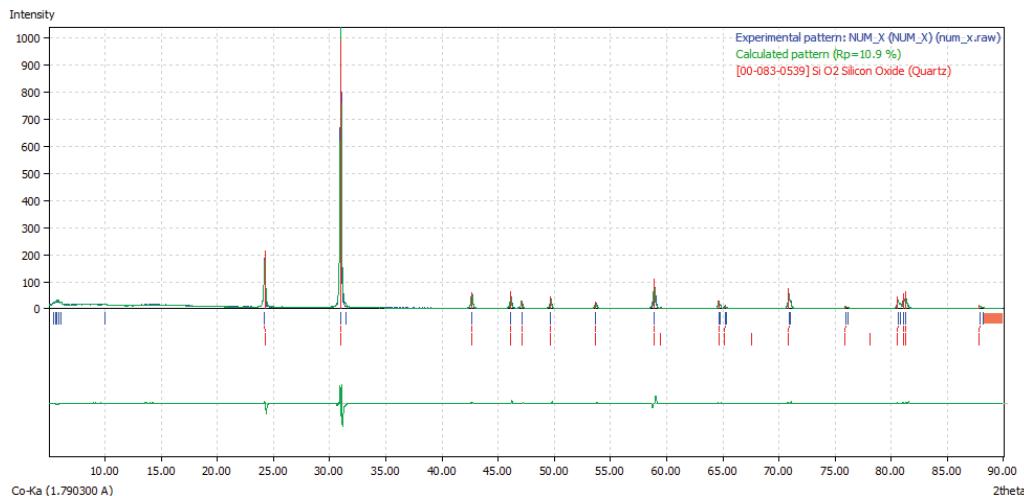


Figure 1. X-ray powder pattern of the silica stone.

3. Results and discussion

The chemical composition of silica stone was used in this study, as shown in table 3. X-ray diffraction analysis was performed for both untreated silica stone (figure 1) and the dispersed silica, either treated by different ratio for sodium ash at 1100 °C for 1 h (figure 2).

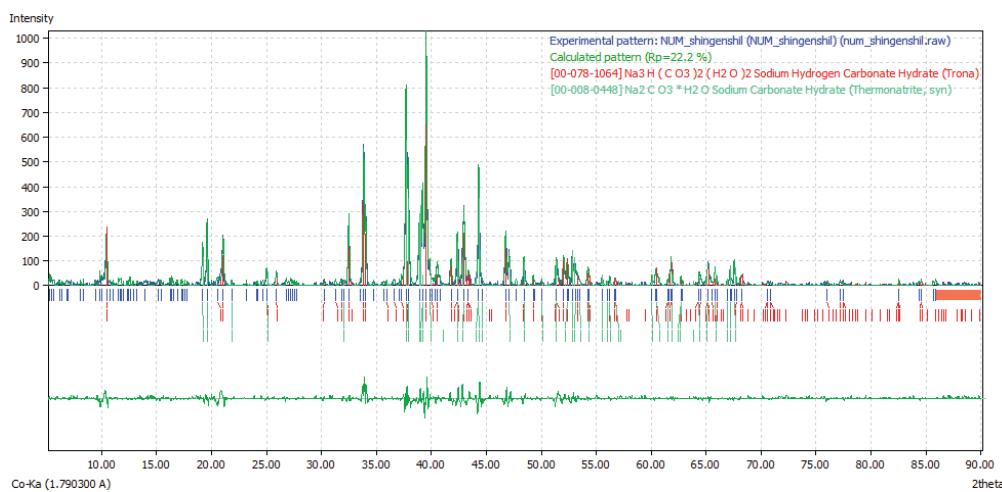


Figure 2. X-ray pattern of colloidal silica sol with sodium ash.

Measurement of all these properties provides information about the colloidal state of nanofluids. Hence the most important variable was the solid content. As it is shown in figure 1, X-ray diffraction intensive peaks corresponding to quartz crystal of silica disappeared and decreased their reflection intensity in figure 2, because of that at x-ray pattern with sodium carbonate phase after drying this low melting alloy was dispersed from the surface of colloidal amorphous silica phase at a higher temperature by distilled water (see figure 2).

By X-ray diffraction analysis the crystal structure of quartz crystal disappeared at $2\theta = 31.8^\circ$, having confirmed its complete transition to amorphous state for this pyro chemically prepared colloidal silica

particles. Behind it, pH value of the medium can be used as an important factor for the stability of system to control it and as a driving force in electric chemistry [12]. So, the value of pH and density (ρ , g ml⁻¹), kinematic viscosity (μ), absorbed spectroscopy investigations for UV light were measured on all synthesized colloidal silica samples and shown in table 4 and figure 3.

Table 4. Study on molar ratio dependence of pH, density, viscosity and UVabs for colloidal nanofluids.

R_m	pH	ρ (g ml ⁻¹)	μ (Pa s)	UVabs (nm)
1	13.53	1.08	226.62	303
2	12.94	1.09	307.85	361
3	12.3	1.035	576.08	333

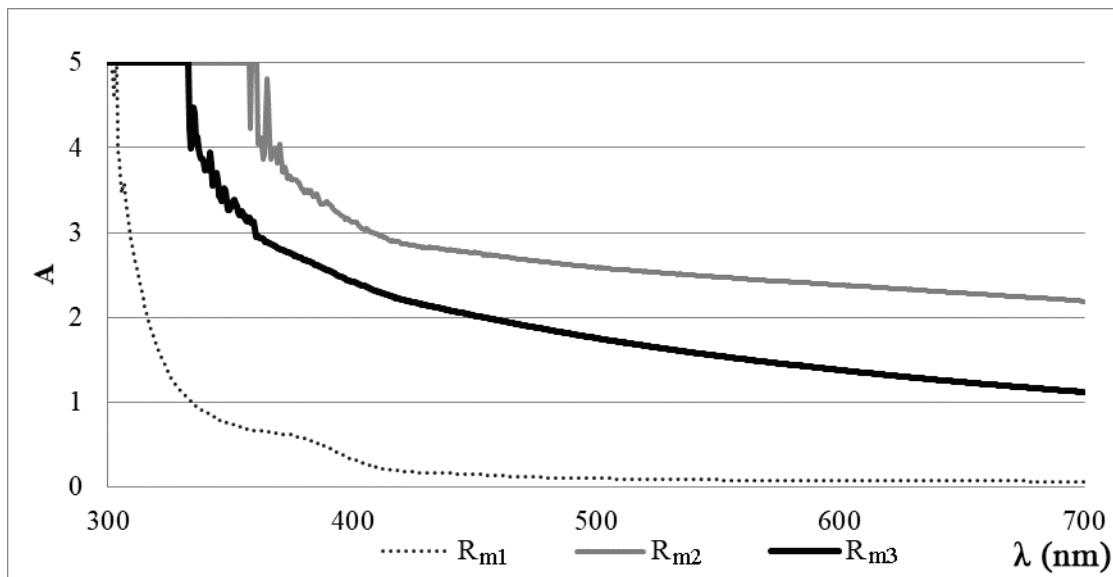


Figure 3. Absorbed UV spectrum of colloidal silica sol.

The band gap of electronic transition of vibrational fine structure for the absorptivity of UV-Vis spectra at the widest value of $l = 361$ nm area was observed for R_{m2} type soluble silica suspension. These results showed that dispersions can be used or diluted with suitable (compatible) solvents such as suspensions of nanoparticles in water. These dispersions of nanoparticles can sometimes settle while storage, in this case they can be mixed (shaken up) before use and that colloidal silica is used as a raw material for water glass production optimal at molar ratio R_{m2} for silica to alkali metal oxide. In addition, this dispersed phase could not dissolve in the dispersion medium of water with negative charges observed while their aging time and dispersion was controlled with the photon cross correlation spectroscopy to achieve ultrasonic treatment. Table 5 presents in detail the experimental results of the particles with the size of the dispersed silica sol depending on its distribution width (Q_x , %) and density of colloidal suspension (q_x , %), and coefficient of regression (r_2) for linear equation for all samples, this also shown in figure 4.

The mass median diameter as D_{50} for $R_{m1} = 43.9$ nm, $R_{m2} = 17.1$ nm, $R_{m3} = 44.8$ nm was shown in figure 4 and in table 5. Concerning the influence of the solid content, pH and salt concentration results declared that minimal average size of colloidal silica from the area of specific surface was $349.96 \text{ m}^2 \text{ cm}^{-3}$ at R_{m2} . So, to produce colloidal SiO₂ particles the molar optimal ratio was concluded to be 2 when using sodium carbonate to process the natural silica stone minerals.

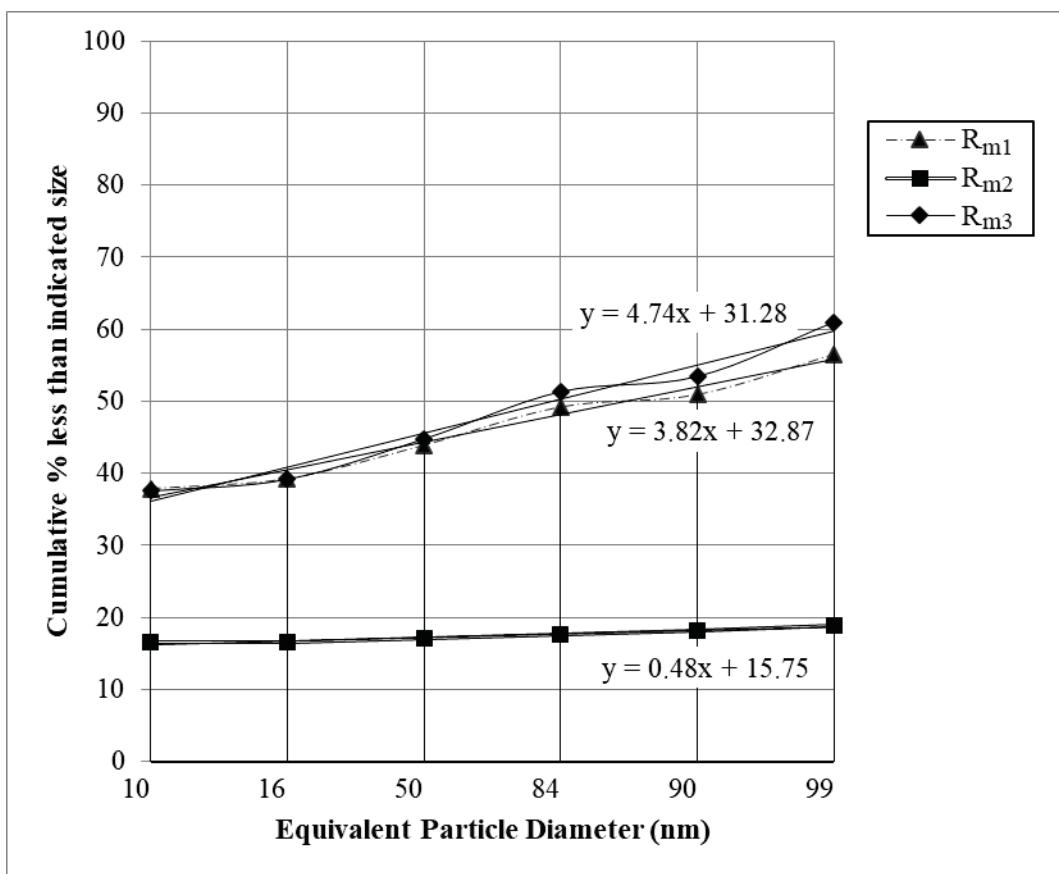


Figure 4. Colloidal silica particles distribution statistical curve by cumulative percent.

Table 5. Average size (X_{nm} , %), density (ρ_x), area (Q_x , %) and regression (r_2) coefficient of particle size distribution width for nano dispersed colloidal silica.

R_m	D_{nm} , %						SV (m^2 cm^{-3})	Slope $\sigma_g = x84 \times 10^{-1}$	$\alpha = \sigma_g \times 50^{-1}$	r_2	SMD (nm)	VMD (nm)
	10	16	50	84	90	99						
1	37.8	39.2	43.9	49.2	50.9	56.5	137.58	1.12	0.03	0.98	43.61	44.15
2	16.5	16.6	17.1	17.7	18.1	18.8	349.96	1.04	0.06	0.97	17.14	17.16
3	37.6	39.2	44.8	53.3	53.4	60.9	135.05	1.19	0.03	0.96	44.43	45.22

4. Conclusion

Colloidal silica was produced by pyro chemical of silica stone, being an abundant mineral in Mongolia with molar different ratios of sodium ash at 1100 °C. The synthesis parameters, such as molar ratio of mixing, fluid density and size of colloid particles were optimized.

X-ray powder diffraction of colloidal silica disappeared at the crystal peak of quartz peak at $2\theta = 31.8^\circ$ and UV-vis. Spectrum. The band gap vibration of electronic transition was observed at the widest value of $l = 361$ nm area for R_{m2} type soluble silica suspension.

Colloid silica nanoparticles were confirmed at the optimized parameters of R_{m2} by PCCS inspection with the area of specific surface of up to $349.96 \text{ m}^2 \text{ cm}^{-3}$. The average size of the colloidal silica particles was 17.6 nm at D_{50} % value, coefficient of regression for linear equation being 0.97 and with 1.04 slope.

These findings seem to be extremely important for the industry to produce colloidal SiO_2 particles by using silica stone and sodium ash minerals in practice in areas given.

Acknowledgments

The authors kindly appreciate the support of National University of Mongolia for their funding advanced technology promotion of the P2016-1218 project “Getting the method of soluble silica for leather processing industry from abundant silicate minerals of Mongolia” and the colleagues of Laboratory for New Materials at Dept. of Chemistry & Biological Engineering, School of Engineering & Applied Sciences.

References

- [1] Neville F, Mohd Zin A, Jameson G J and Wanless E J 2012 Preparation and characterization of colloidal silica particles under mild conditions *J. Chem. Educ.* **89**(7) 940–2
- [2] Kobayashi Y et al. 2016 Fabrication of quantum dot/silica core–shell particles immobilizing Au nanoparticles and their dual imaging functions *Appl. Nanosci.* **6**(3) 301–7
- [3] Bitter J L, Duncan G A, Beltran-Villegas D J, Fairbrother D H and Bevan M A 2013 Anomalous silica colloid stability and gel layer mediated interactions *Langmuir* **29**(28) 8835–44
- [4] Buckley A M and Greenblatt M 1994 The sol-gel preparation of silica gels *J. Chem. Educ.* **71**(7) 599
- [5] Hoshikawa Y, Yabe H, Nomura A, Yamaki T, Shimojima A and Okubo T 2010 Mesoporous silica nanoparticles with remarkable stability and dispersibility for antireflective coatings *Chem. Mater.* **22**(1) 12–4
- [6] Sekhar P K and Bhansali S 2016 Growth of silica nanowires *Encyclopedia of Nanotechnology* (Dordrecht: Springer Netherlands) 1404–27
- [7] Mondragon R, Julia J E, Barba A and Jarque J C 2012 Characterization of silica–water nanofluids dispersed with an ultrasound probe: a study of their physical properties and stability *Powder Technol.* **224** 138–46
- [8] Serrano-Ruz J A et al. 2018 Synthesis of colloidal silicon and germanium nanoparticles by laser ablation of solid Si and Ge targets in ethanol *Mater. Res. Express* **5**(1) 015038
- [9] 2007 *GOST 18481-81 Glass Hydrometers and Cylinders. General Specifications* (Moscow: Standartinform)
- [10] 2005 *GOST 10028-81 Glass Capillary Viscosimeters. Specifications* (Moscow: Standartinform)
- [11] 2017 *Mongolian Standards Catalogue. List of Standards Classified by Subject* p 131
- [12] Tang B, Wu C, Qiu M, Zhang X and Zhang S 2014 PEG/SiO₂–Al₂O₃ hybrid form-stable phase change materials with enhanced thermal conductivity *Mater. Chem. Phys.* **144**(1–2) 162–7

XRD Quantitative Analysis of Cathode Deposition Formed by DC Arc-Discharge in Water

BAYANJARGAL Erdene^{1,a*}, VANCHINKHUU Jigmeddorj^{2,b*},
ERDENEBAAT Tserenjav³, OTGONBAATAR Myagmar²

¹Analytic Laboratory, Institute of Physics and Technology, Mongolian Academy of Science,
Ulaanbaatar, Mongolia

²Department of Physics, School of Science, National University of Mongolia, Ulaanbaatar,
Mongolia

³Laboratory of New Materials, School of Applied Science and Engineering, National University of
Mongolia, Ulaanbaatar, Mongolia

^{a*}e.bayanjargal@yahoo.com, ^{b*}j.vanchinkhuu@num.edu.mn

Keywords: weight fraction of crystalline phase, cathode deposition, carbon product, graphitic carbon, DC arc-discharge, 2H hexagonal stacking, 3R rhombohedral stacking, random shift and stacking faults, Shi model, coherent length, X-ray diffraction (XRD)

Abstract. In this study, we aimed to estimate the weight fraction of crystalline phases in a cathode deposition formed by DC arc-discharge between graphite electrodes in water via the XRD method and CARBON XS program based on Shi model, which takes into account disorder and stacking faults in a graphite structure. The structural computation of graphitic carbon materials for comparison was done by using CARBON XS according to Shi model. From the study, we observed that the total weight fraction of 2H hexagonal and 3R rhombohedral ordered structures of graphitic carbon decreases from 77.69% to 48.98%, whereas the weight fraction of random shift and stacking faults increases from 22.31% to 51.02% as compared to these parameters belonging to pure graphite structure during the arc-discharge process.

Introduction

The attention to the strictly ordered structures of carbon atoms such as nanotube, nanowire and nanorods has been increasing day to day because of their potential usage [1-2]. These structures are synthesized easily by using several methods. Although the arc-discharge between graphite electrodes in water [3,4], one of mentioned methods is efficiently used to produce single-walled and multi-walled carbon nanotubes and nanorods, the carbon product taken by the method is not pure in their microscopic structure, and they may contain a lot of unwanted by products such as amorphous carbon, macro particulates of great sizes. The structures of the products are studied by quite lot of methods including scanning electron microscope, tunneling electron microscope, X-ray powder diffraction, energy dispersive X-ray spectroscopy and etc. The X-ray diffraction method is basic method to reveal the structural feature in carbon products [5].

The possible structures of atomic packing in graphite are 2H hexagonal and 3R rhombohedral ordered structure. In 2H hexagonal stacking of graphite, the carbon atoms form adjacent layers in which atoms are placed on the corners of hexagon on a plane. However, the layers can be shifted compared to each other and the shifts can lead to 3R rhombohedral stacking by assembled atoms in different layers. These layers might be stacked either in the ABAB sequence for the 2H hexagonal stacking or in the ABCABC sequence for the 3R rhombohedral stacking. The adjacent carbon layers in the graphite structure have random shifts and orientations, and the corresponding structure is called a turbostratic stacking faults [6]. The X-ray diffraction analysis for graphite structure is based on Rietveld refinement. However, the conventional Rietveld refinement cannot reveal the reliable structural information due to combination of several parameters such as the penetration depth of X-ray, fluctuation of lattice constants, random shifts and stacking faults between adjacent carbon layers resulting in anisotropy broadening and asymmetric profile of Bragg's peak. For this

reason, H.Shi and co-workers introduced a structural model that incorporates the disorder and stacking faults of the adjacent carbon layers [6, 7]. This article is addressed to estimate the weight fraction of crystalline phases in a cathode deposition produced by DC arc-discharge between graphite electrodes in water via XRD method and CARBON XS program based on the Shi model. The structural parameters of the sample are compared to pure graphite rod of 99.9% of purity, which is used in atomic spectroscopy.

Experiment and Calculation Model

The sample studied in the present paper was taken by DC arc-discharge in distilled water at the current of 90A [4]. For the XRD analysis, the cathode deposition was ground into a fine powder using agate pestle. The powder sample was mounted on a glass holder with a dimension of 16 × 2mm in obtaining XRD pattern. The recording XRD pattern was taken in the range of 15° – 110° of Bragg's angle with a scanning speed of 0.25 deg/min by diffractometer equipped with X-ray tube of Cu anode operating at 30mA and 40kV. Besides the graphite rod for comparison was directly ground into a fine powder by agate pestle and then it was measured in the similar condition of the XRD analysis with the sample. The XRD pattern of each sample was refined with CARBON XS program according to two layer stacking model of Shi.

Disordered graphite model and CARBON XS. We consider repeatedly the Shi's model given Ref. [6]. An ideal and rigid AB stacking sequence forms a primary building block of the structure as illustrated by Fig. 1. Also, blocks are stacked in a few form as follows: (i) a random shift between adjacent blocks with probability P_{RS} , accounting for the stacking faults with a random translational component in basal plane; (ii) a registered shift between adjacent blocks leading to a local 3R rhombohedral order with probability P_{3R} , describing the ABC stacking faults with a fixed translational component; (iii) no shift between adjacent blocks with probability $P_{2H} = 1 - P_{3R} - P_{RS}$, giving ABAB stacking sequence for perfect 2H hexagonal order.

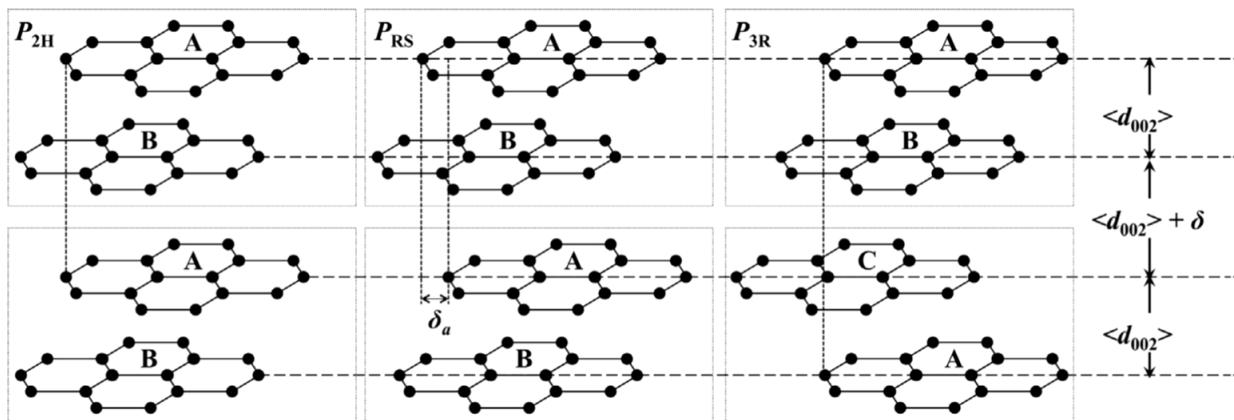


Fig. 1 Schematic drawing of three stacking sequences of hexagonal carbon planes of graphite structure. The dotted squares illustrate the two-layer units assumed by the model of Shi et al., (1993). The parameter δ is defined as $\delta = d_{002} - \langle d_{002} \rangle$ and can take positive or negative values. δ_a is related to the probability of random shift and stacking faults P_{RS} [6].

This model gives a perfect 2H hexagonal order in graphite structure when $P_{RS} = 0$, $P_{3R} = 0$, $P_{2H} = 1$, whereas a perfect 3R rhombohedral order is obtained, when $P_{RS} = 0$, $P_{2H} = 0$, $P_{3R} = 1$. The stacking faults result in strains in the graphite structure and thus fluctuations of interlayer spacing, which lead to a broadening of all peaks belonging to planes (00l). In the model, the probabilities were assumed as the Gaussian distribution with corresponding parameters [6]. The influence of the penetration depth of X-ray on both the peak position and width is corrected by the effect found for standard powder silicon. The details of the method are provided by Ref. [6, 7].

Result and Discussion

The XRD pattern of the graphite rod refined by the CARBON XS program was shown in Fig. 2a. The agreement factor, which indicates the quality of refinement, has sufficiently small value. This tells us that the computation result was reliable. This is also confirmed by the intensity difference given in Fig. 2b.

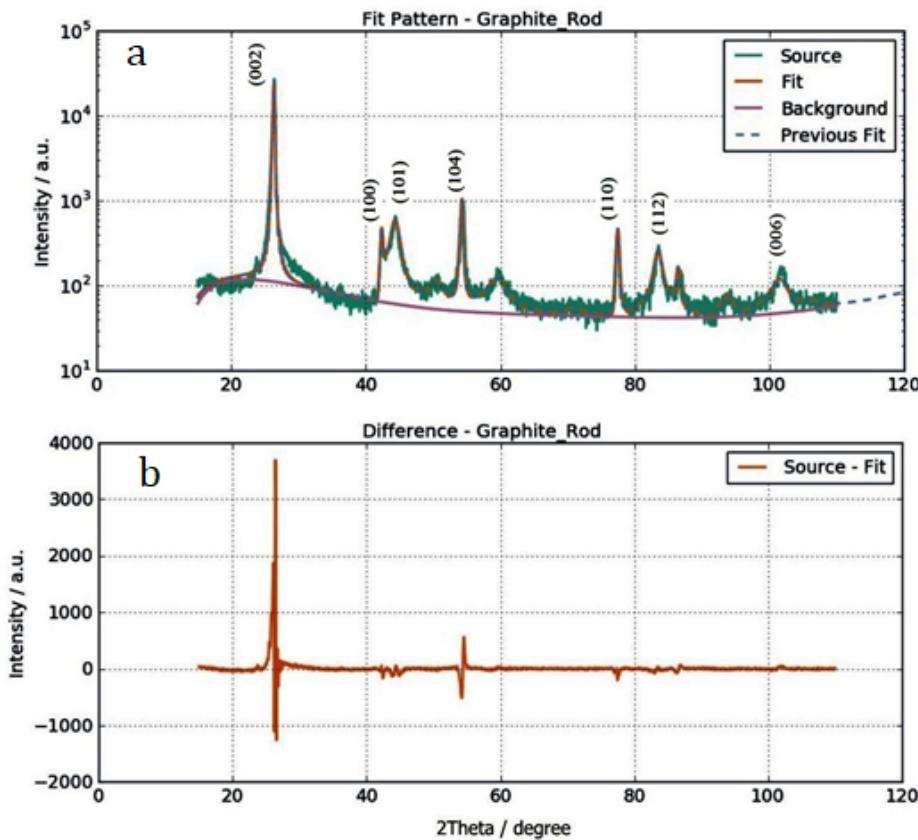


Fig. 2 The XRD pattern of the graphite rod refined by CARBON XS.

The values of structural parameters for graphite rod and carbon product from discharge taken in result of computation by using the Shi model, which was given briefly above, and the agreement factor for the computation were given in Table 1.

Table 1 Structural parameters and stacking model considered in the study.

Structural parameters	Pure graphite rod	Carbon product
Stacking model (1 layer or 2 layer)	2 layer	2 layer
a [Å], (basal plane lattice constant)	2.4615	2.4615
d ₍₀₀₂₎ [Å], (interlayer spacing)	3.3733	3.4044
L(a) [Å], (coherence length in basal plane)	232.4560	107.9540
M (total number of layers)	91.5957	33.2124
$\langle \delta^2 \rangle^{1/2}$ [Å], (width of M distribution)	2	2
DAB (basal plane strain)	0	0
del (inter plane strain)	0.0244	0.0244
Probability of random shift and stacking fault, P _{RS} (for 2 layer model)	0.2231	0.5102
Probability of 3R stacking, P _{3R} (for 2 layer model)	0.0482	0.0052
B [Å ²], (Debye-Waller's temperature factor)	1.3708	1.3708
PO (preferred orientation factor)	0.3780	0.5357
L(c) [Å], (coherence length along c axis)	309.0	113.1
Probability of 2H stacking, (P _{2H} =1- P _{3R} - P _{RS})	0.7287	0.4846
χ^2 (Agreement factor)	10.2840	11.2970

In the structural computation, we have taken into account the basal plane lattice parameter of perfect crystalline graphite (2.461\AA) as a constant value because the average basal plane lattice parameter cannot fluctuate too much due to strong covalent bonding in the basal plane as introduced in Ref. [6]. The average interlayer spacing in adjacent carbon layers of carbon products was found to be slightly smaller than extreme value which belongs to the spacing in a fully disoriented structure (3.440\AA) introduced in the same reference. The coherent lengths L_a and L_c were decreased as compared to the lengths of pure graphite. The size of L_c decreases faster than L_a . This might be explained by anisotropy properties of a graphite structure [6]. From the result of XRD analysis, it is observed that the total weight fraction of 2H hexagonal and 3R rhombohedral stacking in the structure of carbon product decreases from 77.69% to 48.98%, whereas the weight fraction of random shift and stacking faults increases from 22.31% to 51.02% as compared to these parameters belonging to the structure of pure graphite rod during the arc-discharge process. The earlier study introduced that the artificial graphite crystallized by the arcing process includes around 14% of 3R rhombohedral order and 6% of random shifts and stacking faults [8].

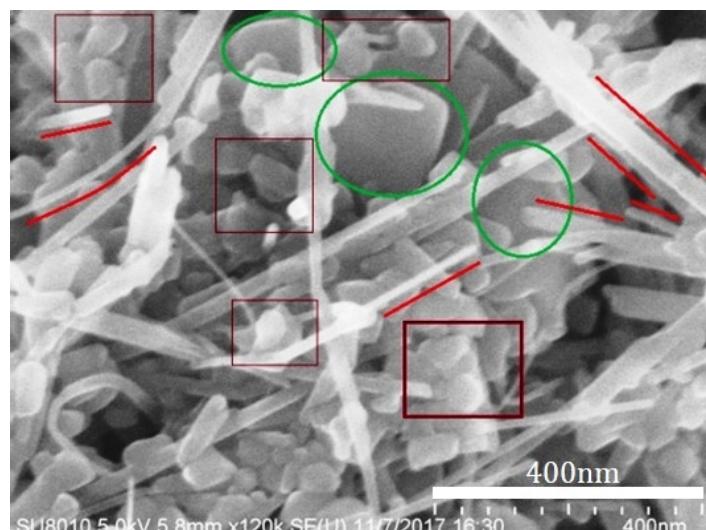


Fig. 3 The internal structure of the deposition material on the cathode (the tiny particulates are in brown rectangles, linear parts are along the red lines, and the gigantic parts are in green ellipses) [4].

The present study showed that ordinary graphite, which is used in moderator of nuclear reactor, contains about 7% of 3R rhombohedral order and 15-25% of random shifts and stacking faults [6]. The previous results given in Ref. [4] revealed that the internal structure of the cathode deposition is composed of three main structural parts of carbon products, particularly (i) almost spherical tiny particulates, the linear size of which ranges 50-100nm, (ii) long narrow linear parts, the length of which reaches several hundred nanometers and the width measuring less than a dozen nanometers, (iii) gigantic parts, the size of which ranges from several hundred nanometers to micrometers, as shown in Fig. 3. This study also determined that the number fraction of these parts in unit volume is 5% for the gigantic parts, 36% for the linear parts and 59% for the tiny particulates, respectively.

The XRD pattern of cathode deposition includes the X-ray scattering contribution from each allotrope of carbon, which has been shown by SEM-EDX analysis. The compared XRD peaks of the samples with pure graphite were shown by Fig. 4. This indicates that both the pure graphite rod and carbon products have a considerable difference in their microscopic structure.

When an X-ray beam coherently scatters from a carbon nanotube, it may produce a mean characteristic peak of XRD belonging to a plane (002) along with several peaks, Miller index of which are (100)/(101), (110) and (112) [5]. The plane (002) refers to single carbon layer rolled to form the structure of carbon nanotube. In the XRD pattern of the carbon product, the peak, which

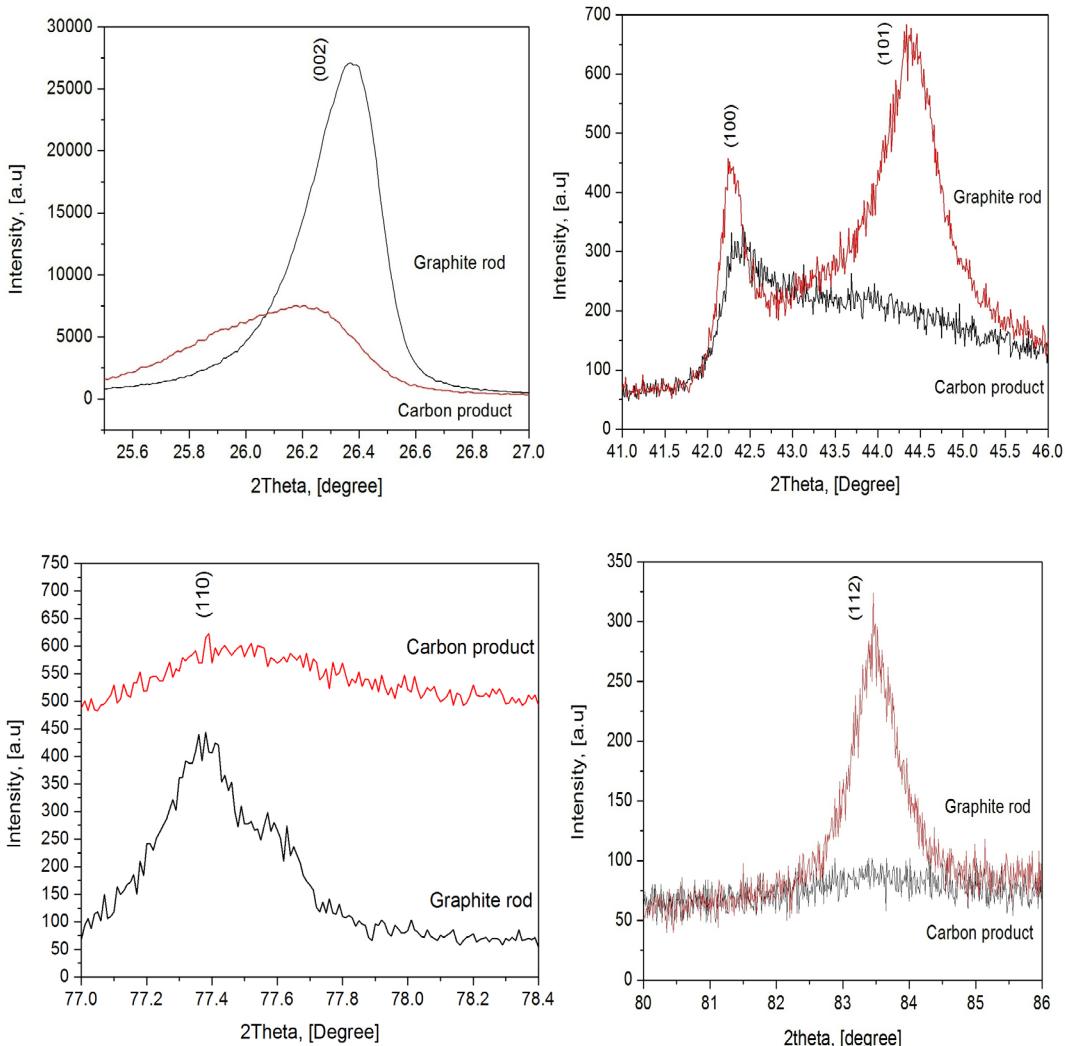


Fig. 4 Characteristic peaks of graphite compared with carbon product.

arises from the plane (002) was broadened and shifted to low side of diffraction angle. From the structural computation, the interlayer spacing belongs to the plane (002) was found to be larger than graphite structure. Also, the peak shift reveals that it resulted in uniform strain along the normal of the plane (002). The planes (100)/(101) and (112) corresponds to 3R rhombohedral and turbostratic stacking faults of adjacent carbon layers in graphite structure, respectively [6]. When all walls of the carbon nanotube is parallel to the plane (002), the intensity of peaks with Miller index (100)/(101) and (112) often decreases or vanishes [5]. This effect was really observed in the XRD pattern of the carbon product compared to graphite. The peak corresponds to the plane (110) generates from the arrangement in hexagonal network of carbon atoms [5]. In our case, the intensity of the peak belonging to the plane (110) was almost vanished due to strain in the basal plane of the structure of the carbon product. The particles, linear size of which is smaller than 10 Å results in peak broadening in XRD pattern [9]. The peak broadening can be related to the average crystallite size of the particles via the Scherrer equation:

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{FWHM_i \cdot \cos\vartheta_i},$$

where, λ - X-ray characteristic wavelength used in the experiment, k -shape factor, which takes 0.9 for cubic symmetry. $FWHM_i$ is full width at half maximum of an i th peak, ϑ_i is Bragg's position of the peak. The profile analysis of peak with Miller index (002) was carried out by the Le Bail fitting method, which implements in Fullprof program. From the result of the analysis, the average crystallite size was found to be 117 Å for cathode deposition via the Scherrer equation. This result agrees with the average coherent length computed by the Shi model.

Conclusion

In this study, we used the Shi model to calculate the weight fraction of crystalline phases in carbon products, which is obtained by the arc-discharge method. From the result of computation done by the Shi model, it was observed that the total weight fraction of 2H hexagonal and 3R rhombohedral stacking decreases in the structure of carbon products whereas the weight fraction of turbostratic stacking faults increases as compared to these parameters of pure graphite rod during the arc-discharge process. Also, we can conclude that the deposition produces a different XRD pattern as compared to perfect graphite structure and the broadening and shift of the mean characteristic peak belonging to the plane (002) reveals the CNT and tiny particles existence in the deposition. Decreasing the intensity of peaks with Miller index (100)/(101) and (112) reveals that the CNT existence in the microscopic structure of the carbon product.

Acknowledgements

This work is supported by the fundamental research project titled “Study of materials from discharging processes” (No. ScFr 2019/18), financed by the Mongolian Foundation for Science and Technology.

References

- [1] M. Sharon, et al., Defence Science Journal, 58 (2008) 460-485.
- [2] Z.Yanyan et al., ACS Omega, 3 (8) (2018) 9126-9145.
- [3] Y.Ando et al., New diamond and frontier carbon technology, 16 (2006) 123-137.
- [4] J. Vanchinkhuu et al., Solid State Phenomena, 288 (2019) 71-78.
- [5] Rasel Das et al., Current Nanoscience, 11, (2015) 23-35.
- [6] Z. Zhou, et al., Carbon 69 (2014) 17-24.
- [7] Hang Shi et al., J. Appl. Cryst. 26 (1993) 827-836.
- [8] H. Lipson, A. R. Stokes, Proc. Roy. Soc., A, 181 (1942) 101-105.
- [9] Ron Jenkins, Robert L. Snyder, Introduction to X-ray Powder Diffractometry, Vol.138, Ch. 3, 1996, pp. 89-91.

9th International Conference on Materials Science (ICMS2020)

September 10-13, 2020

Abstracts

Edited by Dr. N. Tuvjargal, Prof. J.Davaasambuu

*Department of Physics, Faculty of Arts and Sciences,
National University of Mongolia*

Ulaanbaatar

2020

POSTER SESSION

P1. Gd₃Al₄GaO₁₂:Cr³⁺ Phosphors for Far-Red Light Emitting Diodes

Xiang Li, Dahai Hu, Yizhi Ma, Xinran Wan, Fengxiang Wan, Zhiqiang Song, Qier Sa, Kefu Chao

P2. Bonding effects on the crystal structure, magnetic and mechanical properties of Fe₂P-based Mn-Fe-P-Si compound

Jiaying Zhang, Dan Zhao, Zhiqiang Ou

P3. Dynamic potential deposition of CuGa oxides

Linrui Zhang, Bingqing Zhou

P4. XRD and EXAFS Study on Preparation Process of the Mn₁₂₅Fe₇₀P₅₀Si₅₀ Compound

Yingjie Li, Yuanjie Hao, Zhiqiang Ou, O Tegus, Ikuo Nakai

P5. Solubility and aggregation behavior of alanine magnesium complexes

Naren Gerile, Yifeng Shi, Ying Zhang, Tana Bao, O. Tegus

P6. Structure and magnetocaloric effect of Mn_{1.25}Fe_{0.75}P_{0.50}Si_{0.50}B_x alloys

Shouyuan Xing, Jiaying Zhang, Lin Song, and Zhiqiang Ou

P7. An Analysis of Some Bronzes Excavated from the Xindianzi Cemetery in Inner Mongolia

Song Zhiqiang, Sun Jinsong, Yong Mei, Cao Jianen, O Tegus

P8. Magnetostriiction and microstructure of Fe_{100-x}Al_x alloys

Rui Wang, Xiao Tian, Zhanquan Yao

P9. Preparation of the efficient Inverted Perovskite Solar cells with NiO as hole transport layer

Wenbing Meng, Yali Zhu, Xiaoyu Lv, Jun Ning, Alata Hexig, Bingqin Zhou, O.Tegus

P10. Effects of different polar groups on the Liquid Crystal properties of the yttrium (III) Acyl –Alaninate Complexes

Zhang Ying, Naren Gerile, Zhang Jinkang, Shi Yifeng, Alatan Bolag, O.Tegus

P11. Preparation and spectrial studies of silicon nitride thin films containing amorphous silicon quantum dots

Zhou Bingqing, Gu Xin, Sun Jiaxin

P12. Synthesis of nitrogen-doped hierarchical porous carbon materials and its catalytic ability in hydrogen evolution reaction

Li Jinhao, Zhang wunengerile, Wu Yun, Muschin Tegshi, Jia Jingchun, Bao Agula

P13. Magnetic Properties of MnFe_{0.6}Ni_{0.4}Si_{1-x}Al_x Alloys

Nuendute, Ou Zhiqiang, H. Yibole, Siqin Bator, O.Tegus

P14. Receiving, Modeling of Formation, Properties of Composite Metal/Semiconductor Nanoparticles

A.V. Nomoev, N.V.Yumozhapova, E.Ch. Khartaeva

P15. Aggregations of Fullerenes (C₆₀) in Water and NMP: A Molecular Dynamic Study

M.Chagdarjav, N.Jargalan, B.Batgerel, B.Mijiddorj

P16. Biocompatibility of Mg_{0.8}Ni_{0.2}Fe₂O₄ ferrite nanoparticles evaluated by in vitro cytotoxicity assays using HeLa cells

I.Khishigdemberel, N.Nomin, Gantulga, E.Uyanga, B.Enkhmend, Ts.Oyunsuren, D.Sangaa

P17. Antioxidant activity of blueberry peel

B. Khongor, B. Davaasuren, R. Khoroljav, D. Naidan, J. Erdenetogtokh

P18. Study on catalytic activity of citrate-stabilized silver nanoparticles

Bayasgalan Ulambayar, Nomin-Erdene Battulga, Ikhbayar Batsukh, Khaliun Nomin-Erdene, Ninjbadgar Tsedev, Rentsenmyadag Dashzeveg, Galbadrakh Ragchaa, Erdene-Ochir Ganbold

P19. Synthesis of Fe₂Co/Al₂O₃ by the Pechini method for use as catalyst in CNT preparation

Enkhtur Sukhbaatar, Tsog-Ochir Tsendsuren, Galbadrakh Ragchaa, Bayasgalan Ulambayar, Nomin-Erdene Battulga, Rentsenmyadag Dashzeveg, Erdene-Ochir Ganbold

P20. Solubility of Baganuur coal in imidazolium based ionic liquid as ([Bmim]Cl) by FTIR spectroscopic study

S.Munkhtsetseg, G.Erdene-Ochir, R.Galbadrakh, S.Enkhtur, A.N.Oleshkevich, N. M. Lapchuk

P21. Electrical properties of titanium-fullerene films

P.Tuvshintur, D.Ulam-Orgikh, M.Otgonbaatar, S.Munkhtsetseg, E.M.Shpilevsky, G.Shilagardi

P22. Results of research on discharge products

J.Vanchinkhuu, B.Duurenbuyan, M.Anand, E.Bayanjargal

P23. Dielectrophoretic force application in separating powder materials

J.Vanchinkhuu, J.Erdenetogtokh, B.Duurenbuyan, B.Anand

P24. Method for decreasing erosion of technical tools in a condition of dry and friction

Oidov Jamyan, Purevjal Bayasgalan

P25. Electrophysical properties of Janus-like silver nanoparticles

T.A. Chimyтов, A.V. Nomoev

P26. Solid-State [2+2] Photodemirization of *trans*-Cinnamic Acid

Derivatives: *trans*-4-(trifluoromethyl)cinnamic acid

Chantsalnyam Bariashir, Nergui Uranbileg, Khongorzul Batchuluun, Jargalsaikhan Lkhasuren, Tuvjargal Norovsambuu and Davaasambuu Jav

P27. Poisson's ratio and ultimate deformation of the interatomic bond of amorphous polymers

S.Sh. Sangadiev; M.V. Darmaev, D.S. Sanditov

P28. A new approach to criterion of the liquid-glass transition

D.S. Sanditov, A.A. Mashanov, S.S. Badmaev

Results of research on discharge products

J.Vanchinkhuu¹, B.Duurenbuyan², M.Anand¹, E.Bayanjargal³

¹*Department of Physics, School of Science, National University of Mongolia*

²*Laboratory of Biophysics, Division of Material Science, Institute of Physics and Technology, Mongolian Academy of Science*

³*Analytical laboratory, Division of Material Science, Institute of Physics and Technology, Mongolian Academy of Science*

j.vanchinkhuu@num.edu.mn

Abstract: Products from arc discharge between various conducting materials (copper-copper, aluminum-aluminum, graphite-graphite, natural graphite and their cross combination) in water and air have been studied. The SEM and SEM EDS analysis of products from metallic electrodes was done as well their size distribution. There are two essential types of product taken in investigation as (i) pure metallic particulates, and (ii) specific structures of materials. The nano-sized products taken in two media at different current are compared [1,2]. In products obtained in air, tiny spherical particulates of size in nano-order are observed repeatedly, as well ordinary nanosized particulates as ones in water. The main visual feature of the particulates in air is their existence in deposition in which they are separated by itself. The individual scrolling sheets of graphite encounter in soot on electrodes. Main characteristics of products were determined.

Keywords: discharge in water and air, soot, ash, individual sheet of layer, shape of particulates, size distribution, particulate analysis.

References

- [1]. J.Vanchinkhuu et al., (2017). Solid State Phenomena, Vol. 288, pp 71-78.
- [2]. F.Liu, et al., (2010). Morphology Study by Using Scanning Electron Microscopy. Microscopy: Science, Technology, Applications and Education.

Dielectrophoretic force application in separating powder materials

J.Vanchinkhuu¹, J.Erdenetogtokh², B.Duurenbuyan², B.Anand¹

¹*Department of Physics, School of Science, National University of Mongolia*

²*Biophysics laboratory, Division of Material Science, Institute of Physics and Technology, Mongolian Academy of Science*

j.vanchinkhuu@num.edu.mn

Abstract: One of the ways producing long carbon nanotubes, nanowires and nanorods is the arc discharge in water and their electrode evaporation. In this process, nano- and micro sized particulates are produced and got into surrounding water. In practice, these particulates are taken in study by floating separation and drying methods. However, this is not the only way to separate the particulates in the water, discharge was maintained [1,2]. One can use the electrophoresis and electrokinetics in separation and fractioning of particulates. The materials, formed from arc discharge between graphite electrodes, are in powder form as well it is grown on electrode. Either form of products contains micro or nano sized particulates, the linear size of which ranges 16-1600nm, in various shapes [3]. Most of these particulates are in elongated form and this feature is the key factor for separation of particulates in size because the electrical multipole momentum of conducting ellipsoid dielectric particulates depends on its shape and size. The elongated particulates can be treated in calculation as ellipsoid in shape. When non-conducting particulates in dielectric medium are in an electric field, a dielectrophoretic force acts on the particulates. As for conducting particulates in electrical field, the force acting on them tends to deform their shapes. When the particulates are charged they are under the electrophoretic force. There are several mechanisms for charging of particulates in discharge region. We have considered separation and fractioning of particulates (i) departing the discharge region, (ii) formed on electrode by using electrophoretic actions.

References

- [1]. Sandor B, Advances in Colloid and Interface Science, vol. 147–148, pp 36–43, 2009.
- [2]. Bashar Y, Sensors, vol. 14, pp 6356-6369, 2014.
- [3]. Vanchinkhuu J, et al., Solid State Phenomena, vol. 288, pp 71-78, 2018.

Physical Properties of Dispersed Silica: A Recent Study

E. Tserenjav^{1*}, V. Jigmeddorj², B. D. Lygdenov³, U. Bayaraa¹ and U. Magvan¹

DOI: 10.9734/bpi/aaer/v13/8437D

ABSTRACT

In this paper physical properties as distribution width ($Q_x, \%$) and density ($\rho_x, \%$) of colloidal dispersed system were defined photon cross correlation spectroscopy (PCCS) at average size as 17.06nm for D_{50} , % and area of specific surface as $349.96 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ depending on molar ($R_m 2$) optimal ratio of silica stone mineral to alkali ash powder. By X-ray diffraction analysis was determined its change of crystal structure to amorphous state. The results of their kinematic viscosity, liquid density, UV light adsorption inspection show that possibility to produce that colloidal silica by using the wetting and ultrasonic vibration method for that fusible alloy.

Keywords: *X-ray diffraction; dispersed silica; physical properties; photon cross correlation spectroscopy (PCCS).*

1. INTRODUCTION

Silicon dioxide (SiO_2) nanoparticles aqueous dispersion is used in broad range of environmental friendly performance products as large variety of industries for bio medicine, food and beverage field. Within this study to produce this dispersed silica particles by the direct fusion of precisely determined ratios of soda ash (Na_2CO_3) and natural silica stone in electric muffle furnace at approx. 1100°C and then it isn't well dispersed typically after wetting [1–3]. But for most silica applications especially when being used in coatings to improve scratch resistance, the silica particles need to be smaller than 40 nm to fulfil this requirement and that particle agglomeration hinders each individual silica particle to interact with the surrounding media. So the stability and agglomeration state of this aqueous dispersion nanofluids are key parameters for their use [4–6].

Ultrasonic processing has been used in this experiment to get more effective colloid size, stable and non-agglomerated dispersion system. The dispersed silica colloid particles were measured by using photon cross correlation spectrometer. The minimal particle size was reduced to 17.06 manometers at D_{50} , % of the test. The area of specific surface (S_v) for $R_m 2$ as molar optimal ratio of 2 for silica to sodium oxide weight was obtained $349.9 \text{ m}^2/\text{cm}^3$.

2. EXPERIMENTAL

2.1 Materials and Methods

Dispersed silica nanoparticles were prepared by melting process of mixes by certain ratio of grinded powder of local silica stone from Tuv province, Sereglen soum which is located at $47^\circ 65' 03.72''\text{N}$, $107^\circ 25' 22.47''\text{E}$ area with utilization license N.21101 and sodium oxide as from sodium ash, CAS 497-19-8, Sigma Aldrich, Na_2CO_3 . The physics chemical properties were designed as shown at Tables 1 & 2 according to molecule ratio of acid to alkali as silica to sodium oxide weight.

¹Laboratory for New Materials, School of Engineering and Applied Sciences, National University of Mongolia, Mongolia.

²Department of Physics, School of Art and Sciences, National University of Mongolia, Mongolia.

³Department of Metallurgy, East Siberian University of Technology and Management, Russia.

*Corresponding author: E-mail: erdenebatt@seas.num.edu.mn;

Table 1. Molar mixing designed ratio (R_m) of silica to sodium ash & oxide

Sample N.	SiO_2	Na_2CO_3	Na_2O	$R_m = \text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$
1	10.1	8.1	3.4	3.0
2	10.1	12.2	5.1	2.0
3	6.0	14.5	6.0	1.0

Dispersed silica sols as yield content, density and formula for nanofluids etc. were prepared under their molar ratio (R_m) of the weight as shown in Table 2.

Table 2. Physics chemical characterization for obtained dispersed silica materials from Na_2SiO_3

R_m	Yield (%)	Density (kg/l)	Formula
3.0 – 3.2	25 – 40	1.26 – 1.45	$\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ (3.0< x <3.2)
2.0 – 2.6	35 – 46	1.38 – 1.53	$\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ (2.0< x <2.6)
1.0 – 1.6	35 – 55	1.38 – 1.70	$\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ (1.0< x <1.6)

Chemical composition of the silica stone used in the experiment was shown at the Table 3 by comparing to test results of certified reference material (CRM.N40 testing) and its certified data of CRM.N40 at certificate. Mineral composition of the silica stone was studied by powder X-Ray Diffraction Analysis (XRDA) with an equipment as Siemens, Diffractometer D5000 and results described at Fig. 1.

The dispersed colloidal silica was prepared by following steps [7]: as mixing initial components and fusing them to temperature influence as approx.1000°C and wetting by distilled water to transform into liquid state. The cleaning & non-agglomeration and was done by centrifugal and ultrasonic method [8] with an equipment as 800D Centrifuge at 2000-2500rpm speed and SK – 120DTH Ultrasonic with 900 watt capacity for 15 min each sample. Value of pH for synthesized sol were defined by laboratory pH-meter PH5011. Liquid density of colloidal silica was determined by aerometric method as described at GOST18481-81 [9] and kinematic viscosity done by viscos meter as described at GOST 10028-81[10]. Absorbtivity of UV light for the dispersed nanoparticles in distilled water was determined by spectroscopic method using Shimadzu, UV-Vis Recording Spectrophotometer, UV-2401PC, the size, the value of average suspended sol, and the width of particle size distributions etc were defined by photon cross correlation spectroscopic (PCCS) method using Shimadzu, STMPA Nanophox as described at MNS:ISO 13321:2014 standard [11]. This equipment determines the particle size from few nanometer to value of 10mkm at the initial step of precipitation. Test results were calculated by using WINDOX 5 program.

3. RESULTS AND DISCUSSION

The chemical composition of silica stone which was used in this study shown at the Table 3. X-ray diffraction analysis was performed for both untreated silica stone (Fig. 1) and the dispersed silica, which were treated by different ratio for sodium ash at 1100°C for 1h (Fig. 2).

Table 3. Chemical composition of the silicastone

Sample	SiO_2	Al_2O_3	TiO_2	Fe_{tot}	CaO	MgO	Na_2O	K_2O	MnO	P_2O_5	LOI
Silicastone	98.56	0.15	<0.005	1.13	<0.01	<0.01	<0.01	0.03	0.012	<0.005	0.28
CRM.N40test	87.98	6.15	0.057	0.27	0.08	0.16	0.04	4.51	0.008	0.076	0.57
CRM.N40cert	88.20	6.18	0.058	0.261	0.11	0.15	-	4.23	-	0.077	-

Measurement of all these properties provides information about the colloidal state of nanofluids. Here the most important variable was the solid content. X-ray diffraction intensive peaks at Fig. 1 as corresponding to quartz crystal of silica were disappeared and decreased their reflection intensity at Fig. 2 because of that dispersed from the surface of colloidal amorphous silica phase at x-ray pattern with sodium carbonate phase after drying this low melting alloy at elevated temperature by distilled water (see Fig. 2).

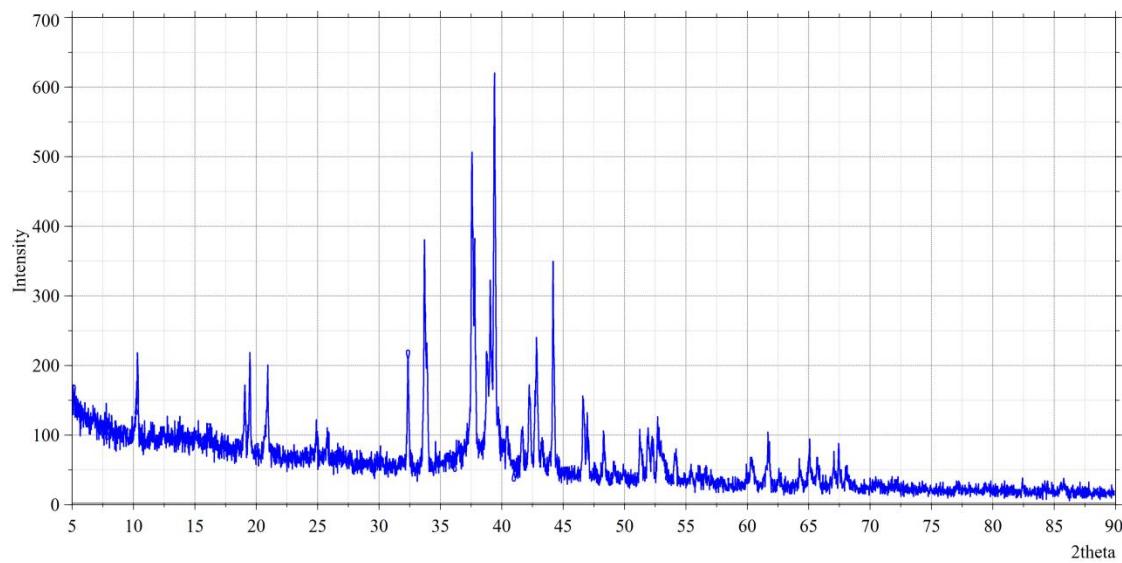


Fig. 1. X-ray powder pattern of the natural silica stone

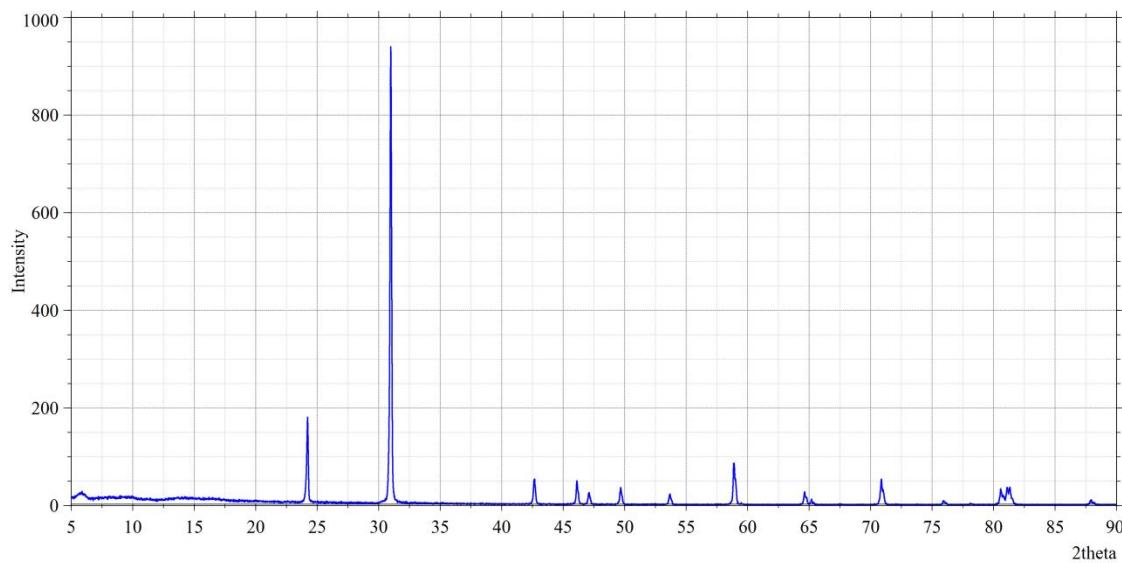


Fig. 2. X-ray pattern of colloidal silica sol with of sodium ash

By X-ray diffraction analysis at the Fig. 2, the strong peak of quartz crystal was disappeared at $2\theta = 31.8^\circ$ except the pattern of sodium ash and that confirmed its complete transition to amorphous state for this pyro chemically prepared colloidal silica particles. Behind it, pH value of the medium can be used as important factor for the stability of system to control it and as a driving force in electric chemistry [12]. So value of pH and density (ρ , g/ml), kinematic viscosity (μ), absorbed spectroscopy investigations for UV light on synthesized each colloidal silica samples was measured and shown at Table 4 and Fig. 3.

Table 4. Study on molar ratio dependence of pH, density, viscosity and UV_{abs} for colloidal nanofluids

R_m	pH	ρ, g/ml	μ, Pa^*c	UV_{abs}, HM
1	13.53	1.08	226.62	303
2	12.94	1.09	307.85	361
3	12.3	1.035	576.08	333

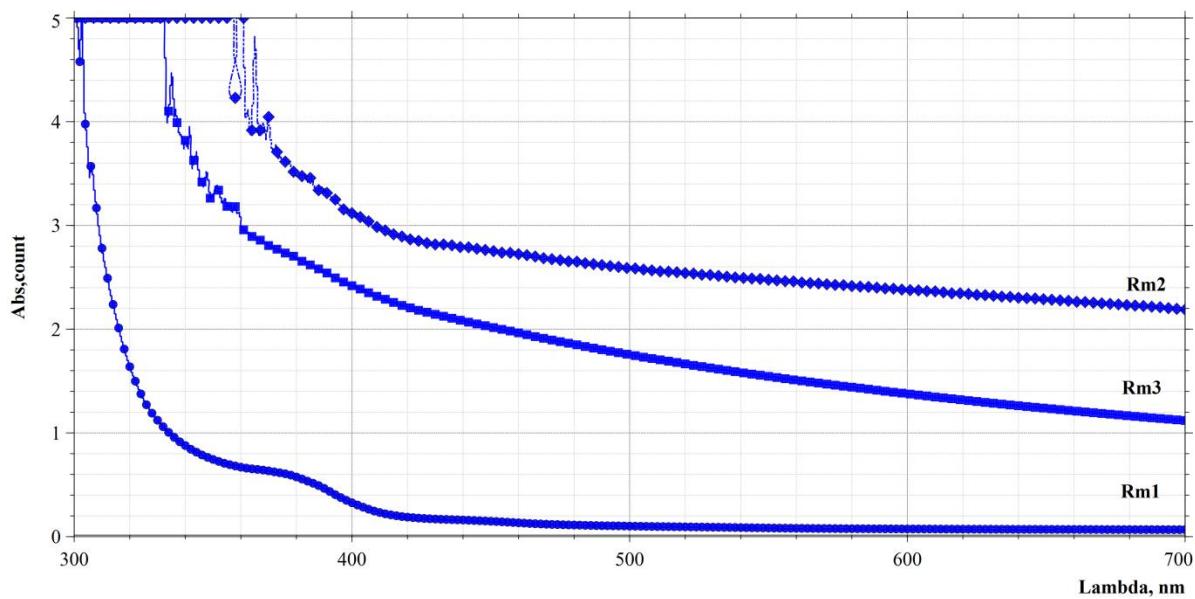


Fig. 3. Absorbed UV spectrum of colloidal silica sol for R_m 1-3

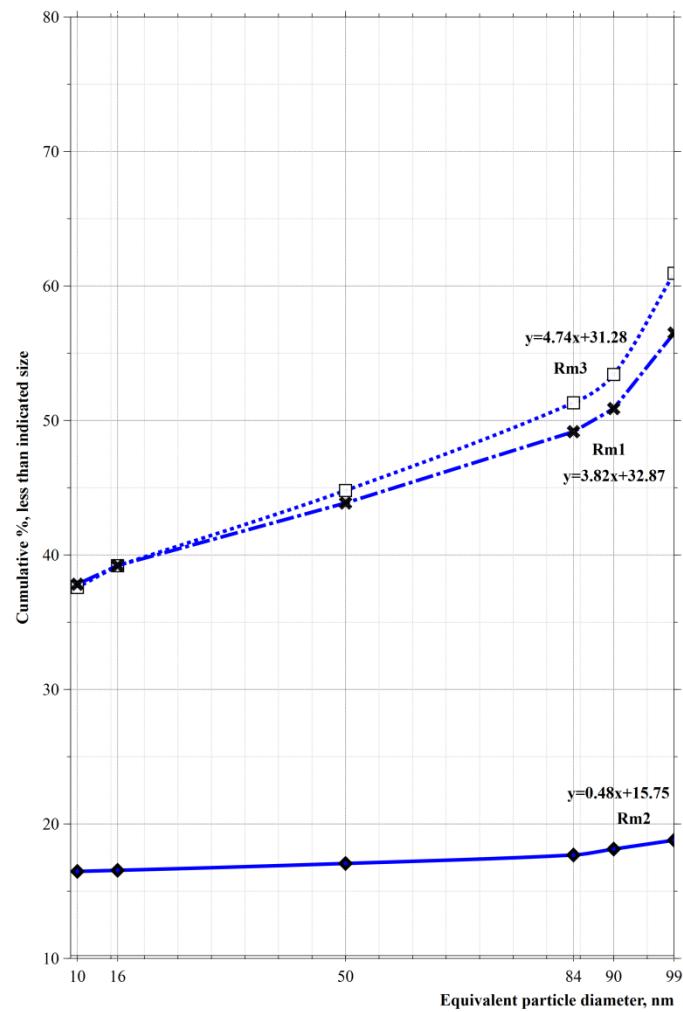


Fig. 4. Colloidal silica particles' distribution statistical curve by cumulative percent

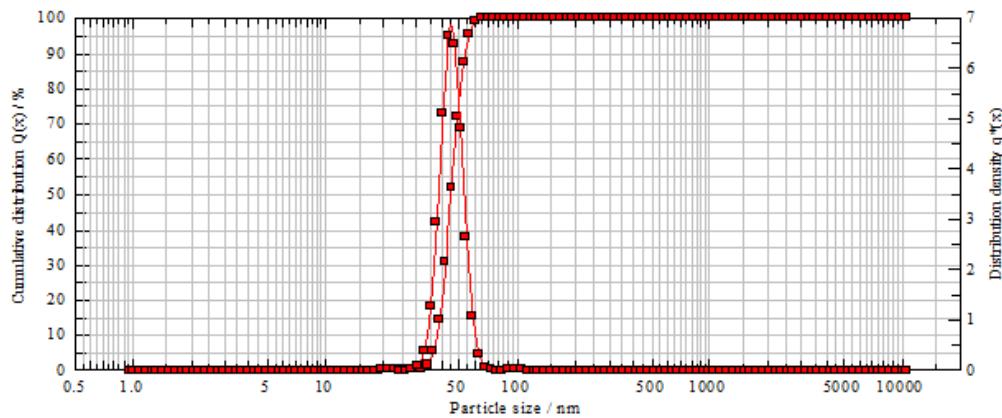


Fig. 4a. Particle size of dispersed silica sol in $R_m=1$ sample, depending on its distribution width (Q_x , %) and density of the suspension (q_x , %),

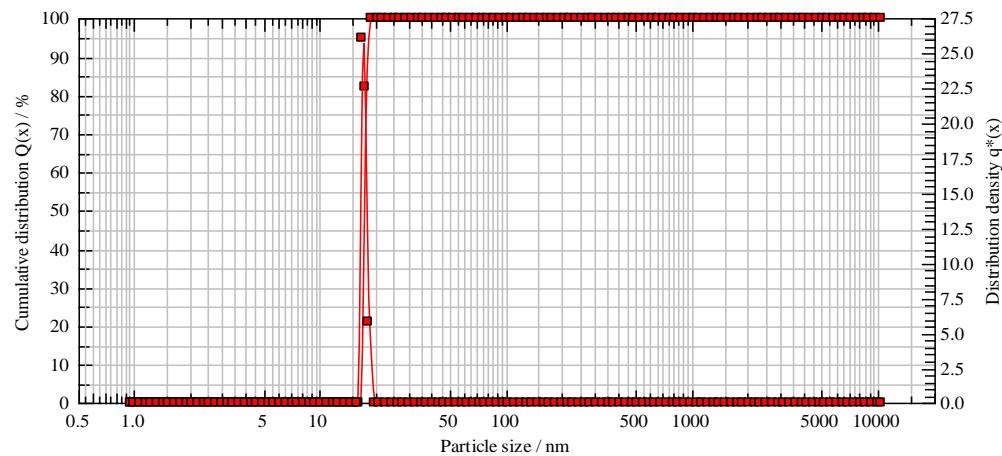


Fig. 4b. Particle size of dispersed silica sol in $R_m=2$ sample, depending on its distribution width (Q_x , %) and density of the suspension (q_x , %)

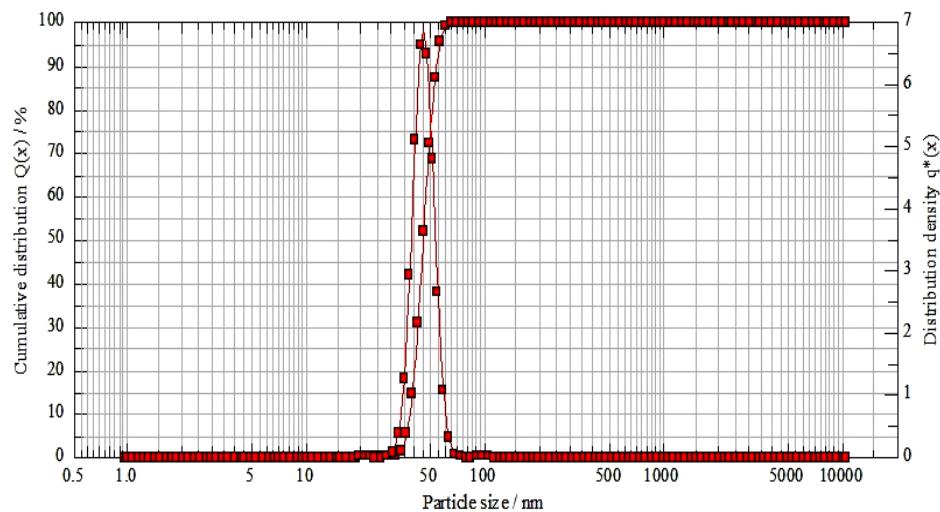


Fig. 4c. Particle size of dispersed silica sol in $R_m=3$ sample, depending on its distribution width (Q_x , %) and density of the suspension (q_x , %),

The band gap of electronic transition vibrational fine structure for the absorptivity of UV-Vis spectra at widest value of $\lambda=361$ nm area was observed for R_m2 type soluble silica suspension. These results were shown that dispersions can be used as is, or diluted with suitable (compatible) solvents as suspensions of nanoparticles in water. These dispersions of nanoparticles in can sometimes settle upon storage, in which case they can be mixed (shake up) before use and that colloidal silica as raw material for water glass production as optimal at molar ratio R_m2 for silica to alkali metal oxide. In addition this dispersed phase cannot dissolve in dispersion medium of water therefore negative charges were observed while their aging time and dispersion was controlled photon cross correlation spectroscopy for achieved by ultrasonic treatment. The experimental results for particle size of the dispersed silica sol depending on its distribution width (Q_x , %) and density of colloidal suspension (q_x , %), and coefficient of regression (r^2) for linear equation for all samples shown in Fig. 4 were described at Table 5 in detail.

Table 5. Average size (X , nm, %), density (q_x), area (Q_x , %) and coefficient of regression (r^2) of particle size distribution width for nano dispersed colloidal silica

R_m	D _{nm} , %						S _v , m ² /cm ³	Slope, $\sigma_g=x_{84}/x_{50}$	$\alpha=\sigma_g/X_{50}$	r^2	SMD, nm	VMD, nm
	10	16	50	84	90	99						
1	37.8	39.2	43.9	49.2	50.9	56.5	137,58	1.12	0.03	0.98	43,61	44,15
2	16.5	16.6	17.1	17.7	18.1	18.8	349,96	1.04	0.06	0.97	17,14	17,16
3	37.6	39.2	44.8	53.3	53.4	60.9	135.05	1.19	0.03	0.96	44.43	45.22

The mass median diameter as D_{50} were for $R_m1=43.9$ nm, $R_m2=17.1$ nm, $R_m3=44.8$ nm as shown at Fig. 4 & Table 5. Concerning the influence of the solid content, pH and salt concentration results were declared that minimal average size of colloidal silica the area of specific surface were as 349.96m²/cm³ at R_m2 . So the molar optimal ratio to produce colloidal SiO₂ particles was concluded to 2 when use sodium carbonate to process the natural silica stone minerals.

4. CONCLUSION

Colloidal silica was produced by pyro chemical of silica stone as an abundant mineral of Mongolia with molar different ratios of sodium ash at 1100°C. The synthesis parameters, such as molar ratio of mixing, fluid density and size of colloid particles were optimized.

- X-ray powder diffraction of colloidal silica was disappeared the crystal peak of quartz peak at $2\theta = 31.8^\circ$ and UV-vis. spectrum the band gap vibration of electronic transition was observed at the widest value of $\lambda=361$ nm area for R_m2 type soluble silica suspension.
- Colloid silica nanoparticles at the optimized parameters of R_m2 were confirmed by PCCS inspection with the area of specific surface of up to 349.96m²/cm³. The average size of the colloidal silica particles was 17.6 nm at $D_{50},\%$ value and coefficient of regression for linear equation as 0.97 and with 1.04 slope.
- These findings seems to be extremely important for the industry to produce colloidal SiO₂ particles by using that silica stone and sodium ash minerals in practice at given area.

ACKNOWLEDGEMENT

The authors kindly appreciate the support of Division of Research and Innovation,NUM and Mongolian Foundation of Science and Technology (MFST) to fund of Advanced technology promotion" for the project N.P2016-1218, "Getting method of soluble silica for leather processing industry from abundant silicate minerals of Mongolia" and the colleagues of Laboratory for New Materials at Dept. of Chemistry & Biological Engineering, School of Engineering & Applied Sciences (SEAS) at National University of Mongolia (NUM).

COMPETING INTERESTS

Authors have declared that no competing interests exist.

REFERENCES

1. Neville F, Mohd. Zin A, Jameson GJ, Wanless EJ. Preparation and characterization of colloidal silica particles under mild conditions. *J. Chem. Educ.* 2012;89(7):940–942.
2. Kobayashi Y, et al. Fabrication of quantum dot/silica core–shell particles immobilizing Au nanoparticles and their dual imaging functions. *Appl. Nanosci.* 2016;6(3):301–307.
3. Bitter JL, Duncan GA, Beltran-Villegas DJ, Fairbrother DH, Bevan MA. Anomalous silica colloid stability and gel layer mediated interactions. *Langmuir.* 2013;29(28):8835–8844.
4. Buckley AM, Greenblatt M. The sol-gel preparation of silica gels. *J. Chem. Educ.* 1994;71(7):599.
5. Hoshikawa Y, Yabe H, Nomura A, Yamaki T, Shimojima A, Okubo T. Mesoporous silica nanoparticles with remarkable stability and dispersibility for antireflective coatings. *Chem. Mater.* 2010;22(1):12–14.
6. Sekhar PK, Bhansali S. Growth of silica nanowires', in encyclopedia of nanotechnology, Dordrecht: Springer Netherlands. 2016;1404–1427.
7. Mondragon R, Julia JE, Barba A, Jarque JC. Characterization of silica–water nanofluids dispersed with an ultrasound probe: A study of their physical properties and stability. *Powder Technol.* 2012;224:138–146.
8. Serrano-Ruz JA et al. Synthesis of colloidal silicon and germanium nanoparticles by laser ablation of solid Si and Ge targets in ethanol. *Mater. Res. Express.* 2018;5(1):015038.
9. GOST 18481-81, Aerometers and cylinders glasses. General technical condition (Updated N 1, 2, 3, 4); 1981, №18481-81'. [Online]. Available:<http://docs.cntd.ru/document/1200003855>.
10. GOST 10028-81, Viscos meters capillary glasses. Technical condition, (Updated N 1, 2), GOST May 19, 1981, №10028-81'.
11. MNS:ISO 13321, ISO 22412:2017, Particle size analysis-Dynamic light scattering (DLS)
12. Tang B, Wu C, Qiu M, Zhang X, Zhang S. PEG/SiO₂–Al₂O₃ hybrid form-stable phase change materials with enhanced thermal conductivity. *Mater. Chem. Phys.* 2014;144(1–2):162–167.

Biography of author(s)



E. Tserenjav

Laboratory for New Materials, School of Engineering and Applied Sciences, National University of Mongolia, Mongolia.

She has graduated from National University of Mongolia (NUM) in Chemistry in 1989, worked as a researcher at Centre for Chemistry and Technology for New Materials (CCTNM), NUM and Lecturer and Associate Professor at Faculty of Chemistry, NUM. After she has received her PhD in Physical and Colloidal Chemistry at the NUM in 2004, worked as a Research Fellow (2004) at Regional Centre for Natural Resource, Department of Chemistry, Myong-Ji University, Yongin, Korea and was invited as Analytical Expert for FTIR and PIXE study of silicate minerals (2005) at Environmental and Energy Resource Research Center, Tokyo Institute of Technology, Tokyo, O-Okayama, Japan, and Visiting Scientist (2010-11) at Institute of Inorganic Chemistry and Material Science, University of Vienna, Austria. She is presently working as a Head of Laboratory for New Materials (2016-Recent) at Department of Chemistry and Biological Engineering (DCBE), School of Applied Sciences and Engineering (SEAS), NUM. She is serving as a Member and Board Member (since 2008/17-recent) of Asia-Pacific Academy of Material Science (APAM); and a member of Mongolian Physics Association (since 2018 to recent); Assessor & Lead Assessor (2007&13-recent) at Mongolian Agency of Standard and Metrology. She has authored and co-authored on approx. 30 research papers in Google Scholar, Scopus with H-index database, 5 books with ISBN and scientific innovations are used in cement industries and railway transportation & engineering of construction materials in Mongolia. Her research interests mainly focused on chemistry of Solid State, Silica Nano Particles (SNP), Cement Chemistry, Material Science, Thermodynamics of ternary and binary for Copper-Tin-Lithium system.



V. Jigmeddorj, Prof. PhD.

Department of Physics, School of Art and Sciences, National University of Mongolia, Mongolia.

Research and Academic Experience:

2013-2021: Assoc. prof., Physics Department, NUM, Mongolia
2007-2013: President of Khovd University, Mongolia
2006-2007: Guest professor, Physics Department, NCU, Taiwan
2003-2007: Professor, Dean of Physics Department, NUM
2002-2003: Assoc. prof., Physics Department, NUM
2001-2002: Researcher (assoc. prof.), Physics Department, METU, Turkey
1990-1995: Lecturer, Department of General Physics, Faculty of Physics, NUM

Research Area: Air pollution, meteorological phenomena, dispersed system and multiphase medium, Particulate formation in weakly ionized medium, physics of micro sized particulates, dusty plasma, charging of dusts and particulates in weakly ionized plasma, Laser plasma interaction, Plasma based laser accelerator, especially LWFA, General theory of plasma, Discharge plasma, Atomic and molecular spectroscopy.

Number of Published papers: 90



B. D. Lygdenov

Department of Metallurgy, East Siberian University of Technology and Management, Russia.

He was graduated from Buryat State University (BSU) in Pedagogy in 1980. He was a Head of laboratory in East-Siberian State University of Technology and Management (ESSUTM). Then he studied in 1986 to 1990 and received his Doctorate (PhD) degree in Technical Sciences from Polytechnic Institute of Belorussia (BPI) in 1990. Then he worked as a lecturer and associate professor for over two decades at ESSUTM. He has received his Science Doctor Degree in Technical Sciences from Altai State University of Technics named I. I. Polzunov in 2009 on Mechanical Engineering and returned as a professor and a Head of the Department for Metal Science and Processing Technologies of Materials at ESSUTM. He is now serving as a full member of the Russian Academy of Natural Sciences (RAN) since 2018 till current day, a "visiting professor" at Wuhan Textile University (WTU), in Wuhan, China since 2013-recent and an honorary citizen of Shaoxing city, China. He has more than 200 publications, 5 monographs, 10 copyright certificates and patents in the field of chemical and thermal treating methods on surface hardening of solid state as machine parts and mechanisms by using concentrated energy sources, scientific innovations are published in such international editions as Fundamental Issues on Modern Material Sciences (in Russian), journals in Russia and China and utilized in textile engineering, aircraft construction, automobile industries and railway transportation etc. His research interests mainly focused on surface hardening of solid state as machine parts and mechanisms by using chemical and thermal treatment methods from concentrated energy sources.



U. Bayaraa

Laboratory for New Materials, School of Engineering and Applied Sciences, National University of Mongolia, Mongolia.

Research and Academic Experience:

2020-2021 Officer, Mineral Resources and Authority of Mongolia, Department of Geology
2019-2020 Researcher, KIGAM, Korea
2012-2018 Executive Director at CAREER LLC

Research Area: Silica, physical and chemical properties of dispersed silica.
Comparative study for physics, mechanical property aggregate minerals, & Concrete mortars.

Number of Published papers: 3

Special Award: International Quality Crown Award London 2014
Innovation and Efficiency.

Any other remarkable point(s): KIGAM award, 2020



U. Magvan

Laboratory for New Materials, School of Engineering and Applied Sciences, National University of Mongolia, Mongolia.

Research and Academic Experience:

2016-current day, Chemical analyst, Moncement Plant, Laboratory of Chemistry

2012-2016, Student for B.Sc at National University of Mongolia, School of Applied Science & Engineering, Dept.Chemical & Biological Engineering

Research Area: Material science, physics-chemical & mechanical property natural alumo-silicates minerals, cement raw materials.

Number of Published papers: 2

© Copyright (2021): Author(s). The licensee is the publisher (B P International).

DISCLAIMER

This chapter is an extended version of the article published by the same author(s) in the following journal.
Materials Science and Engineering, 684, 2019, 012011.



МОНГОЛ УЛС ШИНЭ БҮТЭЭЛИЙН ПАТЕНТ

МОНГОЛ УЛСЫН ОЮУНЫ ӨМЧИЙН ГАЗРЫН ДАРГЫН
ДАРГЫН АДМИНИСТРАЦИИ
ШИНЭ БҮТЭЭЛИЙН ПАТЕНТЫН
ДАВААТААР

Монгол Улсын Оюуны өмчийн газрын даргын **2021 оны 4 сарын 1-ний** өдрийн A/33 тоот тушаалаар шинэ бүтээлийн эзэмших онцгой эрхийг зөвшөөрч патент олгов.

Шинэ бүтээлийн нэр:

Утааны бөөмцөрийн цэнэг ба тодорхойлох төхөөрөмж ба арга

Улсын бүртгэлийн дугаар : 10-0005014

Мэдүүлгийн бүртгэлийн дугаар : 10-2017-0006043

Анхдагч огноо : 2017.04.12

Давамгайлах огноо:

Зохиогчийн нэр : Ж.Ванчинхүү

Эзэмшигчийн нэр: Ж.Ванчинхүү

Хүчинтэй хугацаа: 2037.04.12



ШИНЭ БҮТЭЭЛИЙН ТОМЬЁОЛОЛ

Олон улсын ангилал: G 01N 21/53(2006.01)

Research Results of Discharge Products

VANCHINKHUU Jigmeddorj^{1,a*}, DUURENBUYAN Baatar^{2,b},
ERDENETOGTOKH Jamsranjav^{2,c}, BAYANJARGAL Erdene^{3,d},
SONG Zhi Qiang^{4,e}

¹Department of Physics, School of Science, National University of Mongolia, Mongolia

²Laboratory of Biophysics, Division of Material Science, Institute of Physics and Technology,
Mongolian Academy of Science, Mongolia

³Inner Mongolia Key Laboratory for Physics and Chemistry of Functional Materials at Inner
Mongolia Normal University, China.

⁴Analytical laboratory, Division of Material Science, Institute of Physics and Technology, Mongolian
Academy of Science, Mongolia

^aj.vanchinkhuu@num.edu.mn, ^bduurenbuyanb@mas.ac.mn, ^cerdenetogtokhj@mas.ac.mn,
^de.bayanjargal@ipt.ac.mn, ^esongzhiqiang@126.com

Keywords: discharge product, air arc discharge, arc in water, nanowire, individual carbon sheet, carbon flakes, size distribution, shape and size of particulates, pores in particulates.

Abstract. Products from an arc discharge between various conducting materials (copper-copper, graphite-graphite, natural graphite and their combination) in water and air have been studied. The SEM and SEM-EDS analysis, and the BET analysis on products from discharges were done as well identifying their size distribution. There are two essential types of product taken in investigation as (i) pure metallic particulates, and (ii) specific structures of materials. The visual properties of nano-sized products formed in two media at different current are compared. In products obtained in air, tiny spherical particulates of size in nano-order are observed repeatedly, as well ordinary nano-sized particulates as ones in water. The main visual feature of the particulates formed in air is their existence in deposition in which they are separated by itself. Plenty of individual scrolling sheets of graphite layer of enormous size frequently encounter in soot on electrodes.

Introduction

There are many plasma-based methods for processing nanomaterials [1]. Typically, arc discharges were commonly used for producing special nanosized materials such as nanorods and nanotubes [2,3]. One of them is the DC water arc between carbon electrodes and during this discharging process, many interesting products can emerge [3]. The methods to produce and synthesize the products by using arc discharge in various environments were studied by many authors [2-4]. The studies of the properties and characteristics of products have mainly concentrated on physical, electrical and chemical behaviors of products, as well their morphology and structures [5-6]. These products are created in two distinct ways, one of which is formed by the erosion of electrode material as a result of heat action in the discharge region. Products formed in this way directly enter into the water environment in powder form and sink down or else float, however, they spread out surrounding in case of the air arc. The other production channel is the deposition on the cathode. We used spectrally pure graphite rods designated for atomic emission spectroscopy, natural graphite, and copper of 98% purity as electrodes for the sustainable DC arc as well their combination. The cathode depositions from the arc between these materials were taken in the structural investigation. Since the main investigation technique in this study is based on SEM imaging and SEM-EDS (Scanning electron microscopy with energy-dispersive X-ray analysis) which demands conducting materials without magnetic properties, these materials were chosen as electrodes. The arc was sustained in air and distilled water. The tap water is not preferable because it increases the unwanted impurities in the sample. This article addresses some mechanical properties of products formed in the deposition of

DC arc in the air. The properties of products were identified by comparison to the properties of the same products obtained from a water arc.

Experiment, Instrumentation and Technique

The arrangement for producing the samples from arc discharge was depicted in Fig. 1. This arrangement includes measuring devices for voltage and current, a high current generator of 30-280A, movable and fixed holders for electrodes and thermostable glass, as well the metallic surface for collecting soot from discharge in air. The current and voltage of arc discharge are controlled by corresponding devices for identifying the effective condition of material production. The metallic plane positioned near the discharge region was intended to collect the evaporated products from the arc region in the air. The metallic surface is positioned at 3-5cm from the discharge channel preventing from that the soot burns off the surface by heat action of discharge. We used thermostable glasses to getting the arc in distilled water. A sustainable arc is maintained between two electrodes at a distance of less than 2mm. The current of the arc discharge in the air is not almost restricted by arc sustainability. A welding power supply is used for a high current generator for arc discharge. The movable holder is used for providing a sustainable arc. The average applied voltage is between 20-30V.

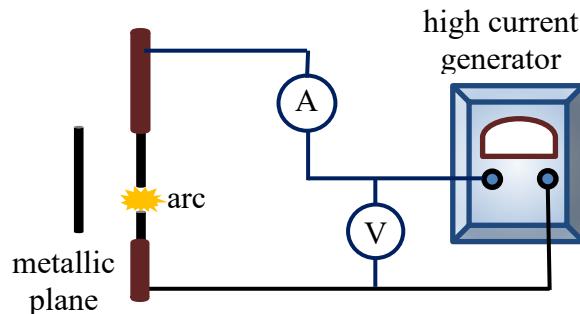


Fig. 1. The arrangement used in producing samples.

We used SEM and SEM-EDS for recognizing and analyzing individual particulates besides taking their morphological characteristics. The images taken on this device provide useful information on the morphology, elemental composition, porosity, and number density of particulates under investigation and also enable us a better insight about the particulates. The measurements for porosity and surface analysis of samples were carried out using the apparatus Porosimeter ASAP 2020 V3.01 H (adsorptive porosimetry) at temperature 77K. For plotting the graphs, we used the Mathematica functional software. The data from the SEM images for morphological analysis and size distributions were taken by using the ImageJ (FIGI), a public domain Java image processing program on the Windows 10 platform. The quantitative results of the morphological analysis were also calculated by using the Mathematica software.

Features of Products

From the arc discharge between metallic electrodes (copper, also aluminum) in distilled water, small metallic spheres fall in the water. These particles were formed by the erosion of electrodes with heat action and become to have a spherical form. When these particulates enter the discharge region, they melt and obtain a spherical form. We showed the SEM image of these sank particles for copper and the EDS spectrum of the individual particle right above in Fig. 2. Although the surface of the spherical particles is clean and smooth enough, in some cases nanosized impurities can be connected to their surface. The size of spherical shaped particulates is in the range of 0.2-500nm. The size distribution of these spherical residual particulates is shown in Fig. 3a. We considered the circularity and the roundness of particulates as shape descriptors. These give valuable information about the morphological properties of particulates under consideration. The circularity is determined by the

area and perimeter of a particulate as the ratio $4\pi \times$ area/perimeter, whereas the roundness is defined as $4 \times$ area/[major axis]².

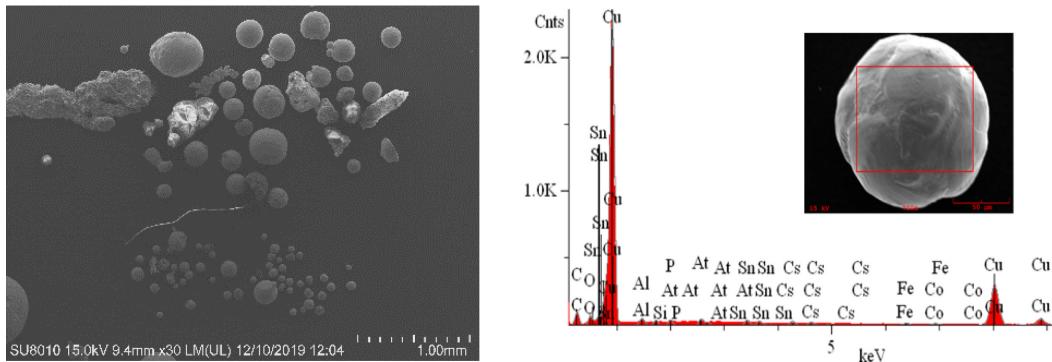


Fig.2 The metallic spheres and corresponding EDS spectrum

The probability densities for shape descriptors of samples were shown in Fig. 3b. This result shows that metallic particles are almost spherical and their roundness and circularity increases on size decrease. This result reveals that one can get the perfect spherical particles of small size in the micron range by using arc discharge in water. These can be used in various studies requiring objects of known size and perfect shape.

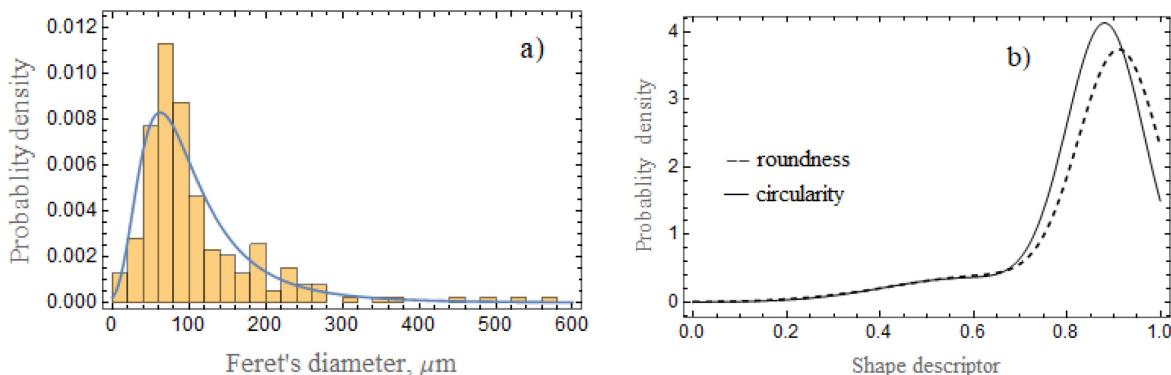


Fig. 3 Size distribution (a) and shape descriptors (b) of metallic particulates sank down water

The experiment result confirms the possibility of carbon nanostructure formation in the usual DC air arc. We produced these structures with the DC arc between graphite (natural and purified) electrodes and graphite-metal electrodes in air. We identified visual features of these nanosized structures comparing to the same structures formed by DC arc in water. First of all, the deposition formed on the cathode in the air arc is weakly bonded to cathode material compared to that formed in water [3]. This reminds us that dispersed parts in deposition interact with each other via the Van der Waals type force. The products from the arc between graphite and copper give really clear images on SEM and this is caused by the staining of structures with conducting metal atoms. The outer view and internal structure of the deposit on the cathode are shown in Fig. 4. From these images, it is seen that the sample is composed of two main parts; (i) tiny particulates of 50-100 nm in linear size; (ii) long narrow linear parts, the length of which reaches several hundred nanometers or even microns and the width measuring dozens of nanometers. The lower range of aspect ratio of linear parts corresponds to the aspect ratio for nanorods. In contrast to the deposition formed in water, this deposition includes macro particulates rarely or doesn't contain any more of them. As well, the deposition is easily divided into thin sheets. Besides, the nanowires and rods in deposition are oriented mostly along the cross-sectional plane perpendicular to its growing axis and this explains the weak bond between sheets.

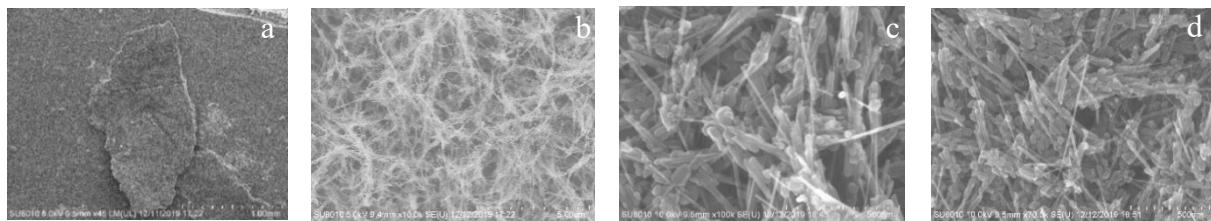


Fig.4 a) The outer view, b) internal structure in lower magnification, c) internal structure in higher magnification and d) orientation of linear parts in the deposition

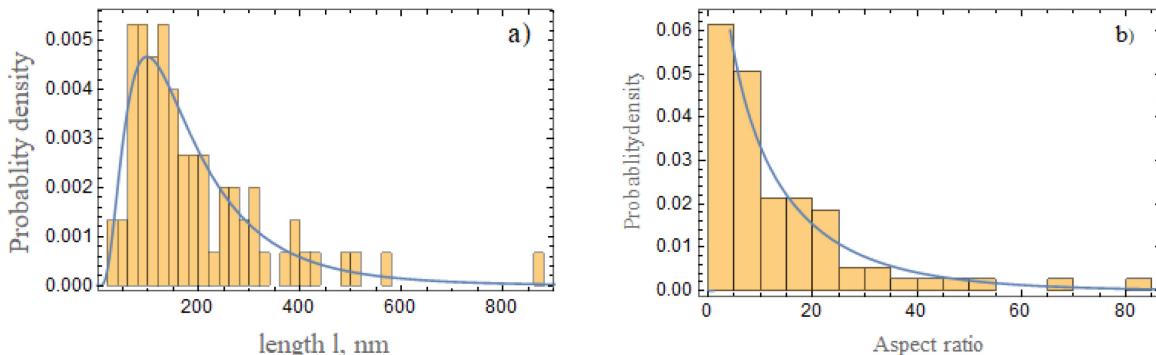


Fig. 5 a) Length distribution of nanowires, b) distribution of aspect ratio for linear parts.

The linear parts have no clear inner space seen as well they are wide with respect to nanotubes. In this manner, we can call them as nanowire. The essential feature of nanowires formed in the air arc is their irregular cross-section along the length that has thin and wide sections. But they can be very long as 1-2 μ m. The distribution by length for wires is shown in Fig. 5a and this is clearly lognormal. The aspect ratio of nanowires is governed by the Weibull distribution (Fig. 5b). Since most of them fall in the range of 5-25 value, the products are wider than that in water. The peripheral edge of deposition has the same shape as the one formed in a water arc [3]. Since the edge of these products is covered by atoms of the evaporated anode, their visibility (brightness and contrast) increases significantly as shown in Fig. 6. This implies that one can use copper evaporation in SEM analysis of a poor conducting sample.

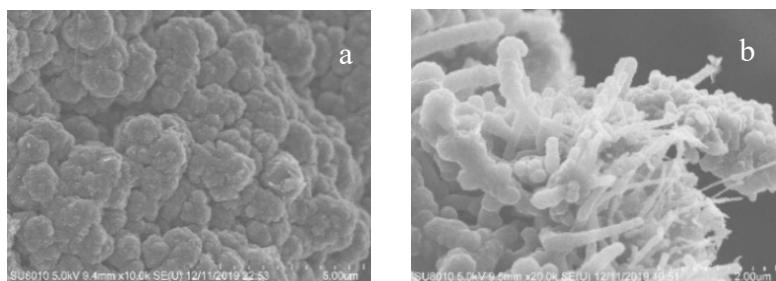


Fig. 6 The peripheral edge of deposition from arc between a) graphite electrodes and b) graphite and copper

Although individual wires can be found on the anode in very few numbers, their diameter can reach tens of nanometers (Fig. 7). One can observe that the probability of finding a nanowire on the anode increases with discharge current. The soot from the air arc discharge contains plenty of carbon flakes. We also notice that almost all individual large carbon sheets are encountered repeatedly in flakes of the sample taken by air arc (Fig. 7). This tells us that an air arc can be a possible way to get individual carbon sheets of desired size and layers of graphene planes which is one of the perspective materials for technology. Accounting for the thickness of layers and the separation distance between layers in the calculation, we can conclude that layers are peeled off in a sheet of few graphene layers in a comparatively low-pressure arc.

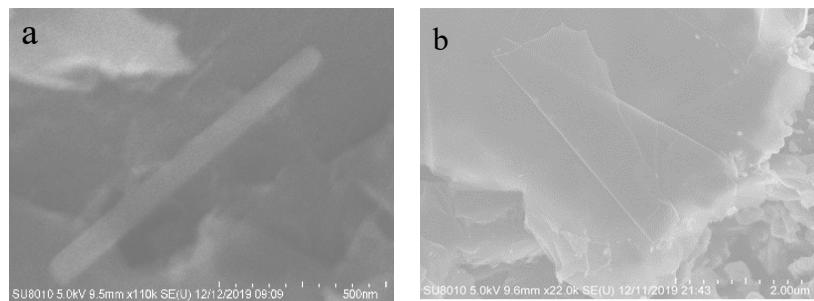


Fig.7 a) Individual nanowire on anode and b) large carbon sheet in flakes

The DC arc in air produces soot of very thin dispersed parts (Fig. 8) as well it contains regular bulk graphite parts of the layered structure. The EDS survey shows that these are a pure carbon precursor. The air arc gives the possibility to disperse particulates by their size and shape. All thinner parts free from gigantic parts are separated on the deposition.

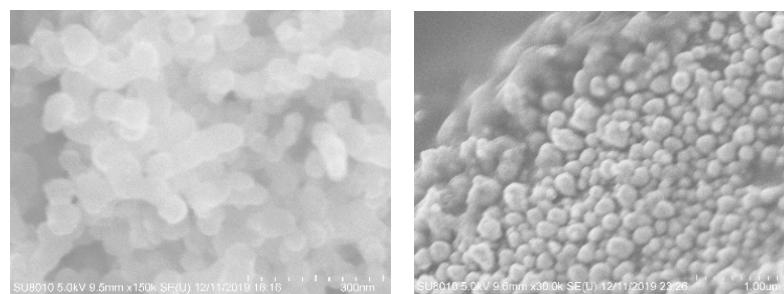


Fig. 8 Separated tiny particulates in deposition.

Also, the thin spherical parts are pulled out of deposition and placed on edge (Fig. 8). This means that the mixing of nanosized parts in a deposition is caused by pressure influence as well as the electric field. The separation of particulates in the deposition can be explained by the action of the inner Coulomb interaction between particulates. The electric field in the discharge region, even around electrodes (namely, cathode) is highly non-uniform and sharply changed in the differential distance. Moreover, the particulates are charged in the discharge region intensively and quickly, so this leads to the separation of particulates in the deposition. The morphological analysis of the particulates shows that they are almost spherical and have no inner spaces.

Their inner structure of deposition has many empty spaces between particulates. We performed a porosity analysis of the samples. The specific surface area and pore distribution of particles are important physical properties for particulate matter. The specific surface area and pore volume could significantly affect their adsorption properties and toxicity, vice versa on elemental composition. The plot of the pore area versus particle size in logarithm scale was presented in Fig. 9. From this figure, it is evident that most of the pore area resulted from pores of diameters between 2 and 50 nm. This indicates that small particulates are more porous than bigger ones. The deposition gives unimodal pore size distribution. The pore volumes versus pore diameter are presented in Fig. 10.

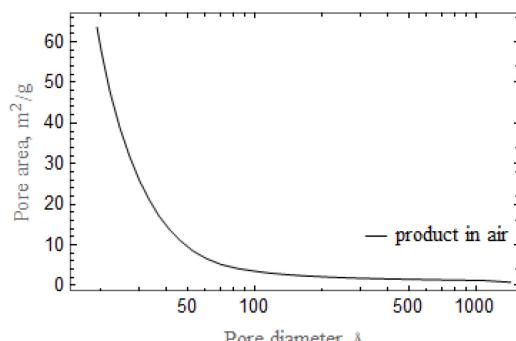


Fig 9. BJH Adsorption Cumulative Pore Area versus pore diameter

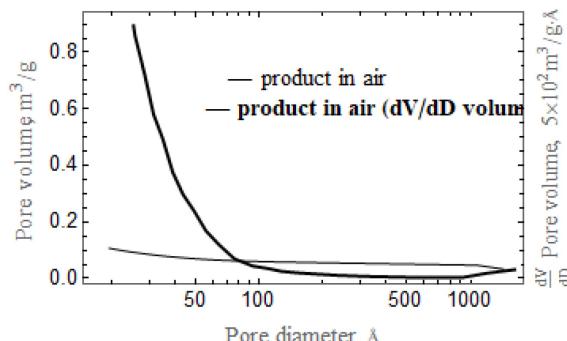


Fig 10. BJH Adsorption Cumulative Pore volume versus pore diameter

This shows that the deposition is composed of regular shaped particulates. This also confirms that there are not large particulates in the deposition, so the deposition includes only small particles. The measurement results of pore sizes and volumes indicate that pores are created by the arrangement of particulates, the size of which ranges in tens of nanometers.

Conclusion

The research result indicates that nanosized elongated products such as nanowires or multiwalled nanotubes and nanorods just as well carbon flakes can be easily produced by using DC arc discharge in air. The nanosized elongated forms of products formed in the air have wide diameters concerning the same products in water. This is confirmed by the measurement result done for the aspect ratio of wires. The result shows that the short ones tend to have less aspect ratio. There are no clearly observed inner cores on the products. Even so, we suppose them as wire. Because the image brightness and contrast for an SEM image depend on the conductivity of a sample, their weakness for products in the air indicates that the air increases the non-conducting impurities in the sample. The production effectiveness of the products is apparently dependent on the discharge current so does the temperature of the discharge region. According to the present results, the products are formed at 80-90A of discharge currents. The research result on flakes shows that the possible way of obtaining individual layers of graphite is the DC arc in the air. The size of individual graphene sheets reaches several microns which is the size possible for studying by touching. The separation of particulates in the deposition is possible by applying an appropriate electric field configuration.

Acknowledgements

This work was financed by the Mongolian Foundation for Science and Technology (project No. ScFr 2019/18). One of the authors (J. V) gratefully acknowledges the valuable technical support from the Inner Mongolia Key Laboratory for Physics and Chemistry of Functional Materials at Inner Mongolia Normal University, China.

References

- [1] Keidar M, Journal of Physics D: Applied Physics, 40 (8) (2007) 2388.
- [2] A.Venkataraman et al. Nanoscale Research Letters, (2019) 14:220
- [3] J.Vanchinkhuu et al., Solid State Phenomena, 288, (2019) 71–78.
- [4] R.M.Sankaran (editor), “Plasma processing of nanomaterials” CRC Press, 2012.
- [5] E.Bayanjargal, J.Vanchinkhuu et al. Solid State Phenomena, 310, (2020) 118–123.
- [6] Hou, Peng-Xiang & Liu, Chang & Cheng, Hui-Ming, Carbon, 46, (2008) 2003-2025.