

Preparation of Carbon Nano-Materials by Electrical Explosion Method

Yang Gao, Yun-xia Zhang, Zhi-mao Yang

Xi'an Jiaotong University, Xi'an, China

Email: rryddff658@126.com,

Abstract: By the self-built underwater-electrical explosion experimental platform, a strong current can be generated in the carbon fiber through high-voltage discharge, what make the carbon fiber exploded underwater. Then the carbon nanopowders are observed by scanning electron microscope (SEM) and transmission electron microscope (TEM). It's found that many kinds of shape like tube, sheet and so on. Finally, the formation mechanism of carbon nanopowders prepared by this method is discussed simply.

Keywords: Electrical Exploding Wire; Carbon Nanopowders; SRP; Underwater Discharge

水下电爆炸法制备碳纳米材料

高扬, 张云霞, 杨志懋

西安交通大学, 西安, 中国, 710049

Email: rryddff658@126.com

摘要: 采用自行搭建的水下电爆炸实验平台, 以碳纤维为原料, 通过高电压瞬间放电的方法制备出碳纳米材料。利用扫描电子显微镜、透射电子显微镜等对产物的结构形貌进行表征分析, 发现水下电爆炸生成的碳纳米材料有片层状、球状颗粒、管状等不同形貌。对水下电爆炸制备碳纳米材料的形成机理进行初步的探讨。

关键词: 导线电爆炸; 水下放电; 碳纤维

1 引言

电爆炸方法是制备纳米粉末的一种新型方法, 这种技术是利用强电流在极短时间内(微秒量级)通过导体使其蒸发, 进而金属蒸汽通过冷却形成纳米粉末。由于其所具有能量转换率高, 易于实现工业化, 产物均匀程度高, 且污染较小等诸多优点而受到广泛关注。近年来, 采用电爆炸的方法已经成功制备出 Al、Fe、Cu、Mo 和 Pb 等金属纳米粉末[1], 以及 Al_2O_3 、 TiO_2 、 Fe_2O_3 和 SnO_2 等纳米金属氧化物粉末[2][3]。传统的电爆炸方法是在封闭腔体中操作实现, 具有反应装置及操作程序复杂化等缺点。本文将采用简单的水下电爆炸的方法, 以碳纤维做原料, 去离子水做放电介质, 制备出不同形貌的碳纳米材料。对所得产物进行表征分析, 进而探讨水下电爆炸制备碳纳米材料的形成机理。

2 试验

2.1 实验平台

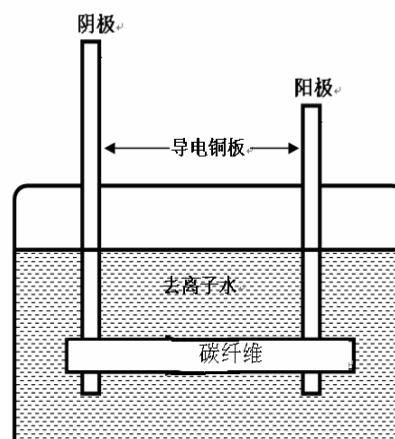


Fig 1, illustration of the reaction equipment
图 1, 反应装置示意图

图 1 为实验装置示意图, 主要设备为高压供电电源和反应室(水槽)。爆炸材料采用直径为 $10\ \mu\text{m}$, 长度为 250mm 的较高纯度的石墨纤维。为了便于观察, 且能承受电爆炸产生的较大冲击波, 反应室选用

有机玻璃作为材料按预先设置的尺寸粘结而成。此外为了消除溶液中粒子对导电性能的影响，选用去离子水作为反应介质。

2.2 实验电路

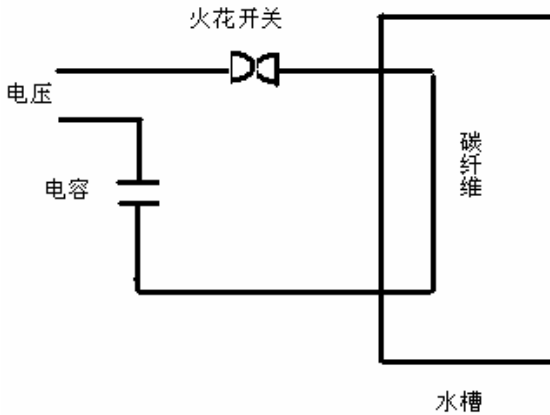


Fig 2, Circuit of electrical explosion by Carbon Fiber
图 2, 碳纤维电爆炸电路图

图 2 为电爆炸电路示意图。电容器作为储能元件，电容器充电完成后，利用火花开关，接通原料所在的放电回路，在电容器放电产生的大电流脉冲作用下，原料丝被自身的电阻热熔化、气化，形成蒸气（或进一步形成等离子体）膨胀，冷凝产生纳米粉末。

2.3 样品表征

电爆炸产物形貌的分析用日本电子公司的 JSM-7000F 场发射扫描电镜，其结构分析用日本电子公司 JEM-2100 透射电子显微镜，样品分散在乙醇介质中，在铜网上进行测定分析。

3 结果与讨论

3.1 产物能谱分析

图 3 (a) 为所获产物的 SEM 照片，图 3 (b) 为 (a) 中选定区域的能谱分析图。从能谱中可以看出，检测到的元素只有 C 和 Si 两种，又因为样品是放到 Si 上进行检测的，因此可以判定产物为纯碳材料而没有氧化物等杂质。

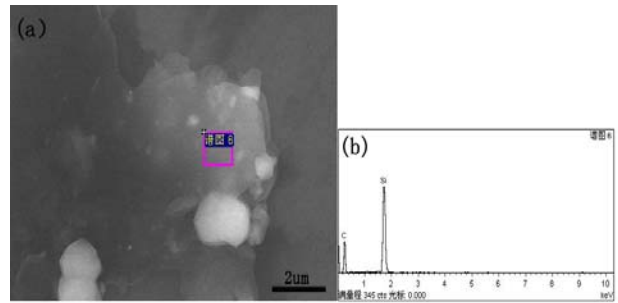


Fig 3, SEM image and ED pattern of product
图 3 产物的 SEM 照片和能谱图

3.2 电爆炸产物结构形貌分析

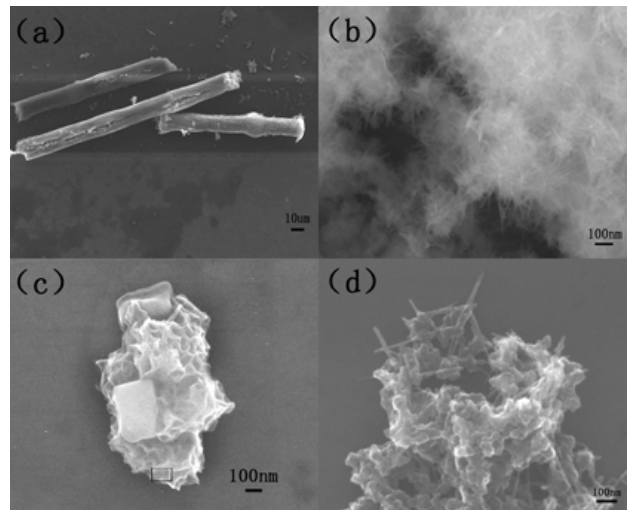


Fig 4, SEM images of the product
图 4 产物的 SEM 照片

图 4 为通过水下电爆炸法所得产物的几种主要形貌的 SEM 照片。图 (a) 为原材料的 SEM 照片，从图中可以看出碳纤维的直径大约为 25 微米。(b)(c)(d) 三幅图分别给出了产物中的针状、片层状、管状以及片层状的显微照片。从图 (b) 中可以看到许多针状产物聚集在一起直径为 10nm 左右；图 (c) 中出现了片层结构堆积的现象；图 (d) 中同时存在管状和球状颗粒产物，管状的直径为 20nm 左右，球形颗粒的大小为 100nm 左右。

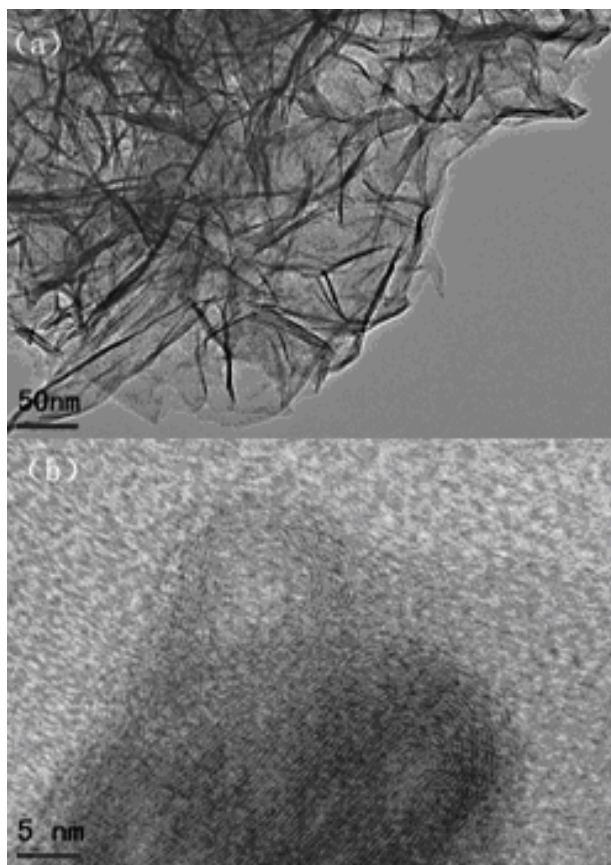


Fig 5, TEM images of the product
图 5 产物的 TEM 照片

图 5 给出了产物在透射电镜下的形貌结构。其中图 5(a)所示为片层状产物，从图中可以看出片状产物的厚度很小，为几个 nm 左右并且片层区域很大。从图 5(b)中可看到由薄片层卷曲而形成得管状产物，其直径大小约在 20nm 左右。

3.3 电爆炸机理的探讨

图 6 显示了碳纤维在电爆炸过程中的电压、电流曲线，电压峰值为 3.24kV, 电流峰值为 0.16kA。图中电流下降沿的 2/5 处为碳纤维气化时刻，此时刻碳纤维形成蒸汽并向四周扩散，电阻增大，电流减少，碳纤维两端电压增大。其具体过程可以概括如下：首先，导线丝加热到其熔点阶段；当导线丝处在电极间时，高压电源使导线丝通电，从而使其吸收能量，被加热熔化。而导线丝表面并没有熔化，这是周围气氛的冷却及压力抑制作用造成的[4]。在此阶段中，导线丝两端的电压不断的升高，而电流也随之升高。然后，随

着导电丝的熔化，导线丝内部产生过加热现象，并出现汽化现象，电弧就是在此阶段产生的。导线丝的内部沸腾产生极高的压力。在此阶段中，电压继续升高，但是电流却降低。最后，导线丝内部的高压蒸气和液滴快速膨胀，导致导线丝最终爆炸，使小液滴和蒸气高速向周围飞溅，并与此同时产生冲击波[5]。经过能量交换和周围介质的冷却，最终得到纳米级的粉末。由于导线丝形成的蒸气和液滴向四周扩散，电阻突然增大，电流骤减，原料丝两端电压陡增。当达到电压的最大值时，即刻产生爆炸。

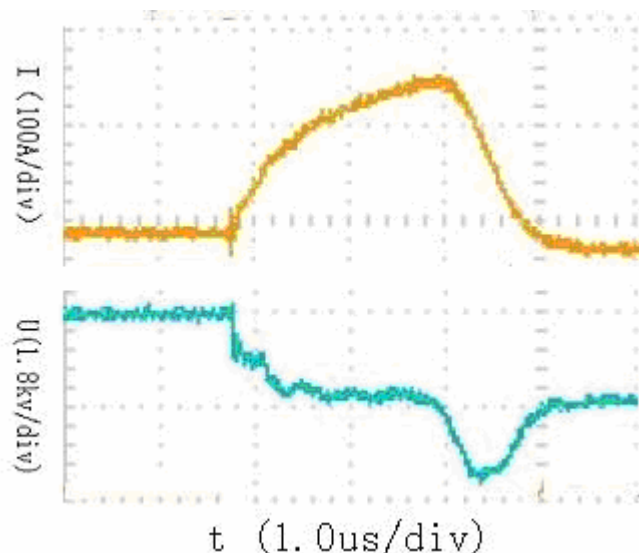


Fig 6, Voltage and current In the process of electrical explosion
图 6 碳纤维电爆炸的电压、电流曲线

4 结论

以碳纤维为原材料，通过水下电爆炸的方法可以生成碳纳米材料，其形貌有片层状、管状、球状颗粒。片层状产物大而很薄，管状产物直径可达 20nm, 球状颗粒的平均直径在 50-100nm 之间。碳纳米材料的形成依赖于电路中的电流，只有当电容器放电在回路中的电流很高，以至于碳纤维两端的电能大于其升华能时，才会产生碳纳米材料；反之，大电流只引起碳纤维的熔融。

References (参考文献)

- [1] Y.A. Kotov, I.V. Beketov. Synthesis of Al₂O₃, TiO₂ and ZrO₂ Nanopowders by Electrical Explosion of Wire[J]. Materials Science Forum, 1996, 225:913-916.

- [2] W.Jiang, K.Yatsui. Pulsed Wire Discharge for Nanosize Powder Synthesis[J]. IEEE Transactions on Plasma Science, 1998, 26(5): 1498 – 1501.
- [3] Yu A, Kotov. Electric Explosion of Wires as a Method for Preparation of Nanopowders[J]. Journal of Nanoparticle Research, 2003, 5(5-6): 539-550.
- [4] Qing Guo, The Research of Metallic Nanopowder Prepared by electrical explosion method[D]. jilin: jilin University, 2007. 34-38.
- [5] O.B.Nazarenko, Energy Systems Engineering-an Integrated Approach for the Energy Systems of the Future[J]. European Congress of Chemical Engineering Copenhagen, 2007, 6: 16-20