

Влияние ультразвуковой деагломерации на морфологию и параметры кристаллической структуры порошковых систем “Al – углеродные нанотрубки”

С. А. Ворожцов, А. А. Козулин, С. С. Кульков, С. Н. Кульков, У. Тайпель

Проведен комплекс исследований нанопорошка алюминия, многослойных углеродных нанотрубок (МУНТ) и смеси Al + МУНТ после ультразвуковой деагломерации в жидкой среде, включающий микроструктурный, рентгеноструктурный, термогравиметрический, калориметрический анализы и анализ удельной поверхности. Показаны перспективы выбранного метода деагломерации порошков при подготовке смесей для производства многокомпонентных композиционных материалов.

Ключевые слова: нанотрубки, наноалюминий, деагломерация, ультразвук, рентгеноструктурный анализ.

Введение

Открытие методов получения углеродных нанотрубок в последнее время привело к появлению нового перспективно направления в материаловедении — создание нового класса композитов на полимерной и металлической основе с включениями в виде многослойных углеродных нанотрубок (МУНТ) [1 – 4]. Выдающиеся характеристики углеродных нанотрубок включают высокие физико-механические свойства: их прочность достигает 7 ГПа, а модуль упругости — 1,5 ТПа [4]. Кроме того, углеродные нанотрубки обладают отличными показателями тепло- и электропроводности, низкие пороги перколяции и высокое отношение длины к диаметру обеспечивают нанотрубкам дополнительное преимущество перед сферическими наполнителями для получения новых высокопрочных композитов. Однако, также как и другие перспективные нанопорошки, углеродные нанотрубки имеют тенденцию агломерироваться в процессе их производства и транспортировки, в то время как создание перспективных наноматериалов требует эффективного диспергирования и получения гомогенного распределения компонент включений в материале матрицы. Агломе-

рация порошков приводит к нерегулярности структуры материалов и, как следствие, к нестабильности их физико-механических свойств. Для преодоления силы связей между частицами в порошках и смесях необходимы эффективные способы деагломерации. Поэтому актуальным вопросом является разработка и совершенствование существующих методов деагломерации порошковых систем.

Одним из современных способов деагломерации на сегодняшний день является ультразвуковая обработка [5]. Ультразвуковая дезинтеграция агломератов в водных и безводных суспензиях позволяет полностью использовать потенциал наноматериалов. Исследования на разных агломератах наночастиц с различным содержанием твердой части демонстрируют значительные преимущества ультразвука по сравнению с другими технологиями, такими как роторные мешалки, поршневые гомогенизаторы, шаровые и коллоидные мельницы. Использование ультразвука при деагломерации — эффективный метод для получения порошковых и смесевых систем, состоящих из отдельных нанотрубок за короткий временной интервал.

Существующие стандартные методики деагломерации не являются универсальными, требуют

отдельных подходов для различных материалов и учета акустических и реологических свойств порошковых систем различных составов. Для каждого вида эксперимента по деагломерации предварительно должны подбираться условия для более эффективного проведения эксперимента. Развитие данного подхода способствует более глубокому пониманию процессов деагломерации сложных наноструктурных порошковых систем ультразвуком и позволит существенно расширить существующие представления о возможности синтеза различных (в том числе неравновесных) структурно-фазовых состояний и композиций.

Цель работы — исследование физических свойств порошка алюминия, многослойных углеродных нанотрубок и порошковых смесей на их основе при ультразвуковой деагломерации.

Материалы и методы

Исследования по деагломерации проведены на порошках алюминия, многослойных углеродных нанотрубках и смесях на их основе:

- 1) нанопорошок алюминия марки “Аlex”, полученный электрическим взрывом проводников [6];
- 2) МУНТ, синтезированные по технологии химического осаждения [7];
- 3) порошковая смесь Al – 1 масс. % МУНТ;
- 4) порошковая смесь Al – 10 масс. % МУНТ.

Методы деагломерации и современное оборудование с оригинальной оснасткой, применяемые в экспериментах, разработаны в Университете приклад-

ных наук имени Георга Симона Ома г. Нюрнберг. Схема экспериментальной установки представлена на рис. 1 [8].

Суть метода состоит в том, что деагломерация порошков и смесей с применением ультразвуковых воздействий проходит в жидкой фазе, для чего, первоначально, готовится суспензия на основе специального растворителя и смеси. Деагломерация в подготовленных суспензиях проходит в двустенном стеклянном контейнере объемом 250 мл оснащенном контуром охлаждения. Система охлаждения контейнера подсоединена к термостату. Устройство Ultra-Turrax T25 типа ротор-статор с регулируемой мощностью служит в качестве источника ультразвуковых колебаний.

В качестве растворителя использован додекан (органическое соединение класса алканов с химической формулой $C_{12}H_{26}$). Выбранное в качестве растворителя вещество инертно по отношению к химическим веществам смесей, поэтому были исключены химические реакции и выделение водорода при воздействии ультразвука на алюминий и порошковые смеси. Время ультразвуковой обработки порошков составляло 10 минут. После ультразвуковой деагломерации порошков и смесей применяли интенсивное перемешивание механической мешалкой. Далее порошки и смеси отфильтровывали от жидкой фазы и высушивали.

Морфологические исследования и энерго-дисперсионный микроанализ порошковых смесей до и после деагломерации проводили методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопе Carl Zeiss EVO50 с приставкой EDS X-Act (Oxford Instruments).

Рентгеноструктурные исследования порошков до и после деагломерации, осуществляли с помощью дифрактометра ДРОН 3 с фильтрованным CuK_{α} -излучением. Съемку проводили по точкам с шагом $0,05^{\circ}$. Параметры решетки определяли по отражениям в интервале углов $20^{\circ} < 2\theta < 150^{\circ}$. Разделение перекрывающихся рентгеновских максимумов осуществляли с помощью компьютерной программы на основе минимизации отклонения суммарного аппроксимирующего профиля от экспериментального. Идентификацию фаз проводили, сопоставляя пики рентгенограммы с картотеккой ASTM. Размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) определяли по уширению наиболее интенсивного отражения на малых углах дифракции, а микроискажения кристаллической решетки $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ рассчитывали по уширению рефлекса на дальних углах дифракции [9] и по методу Холла – Вильямсона, с учетом уширения всех рефлексов на рентгенограмме [10].

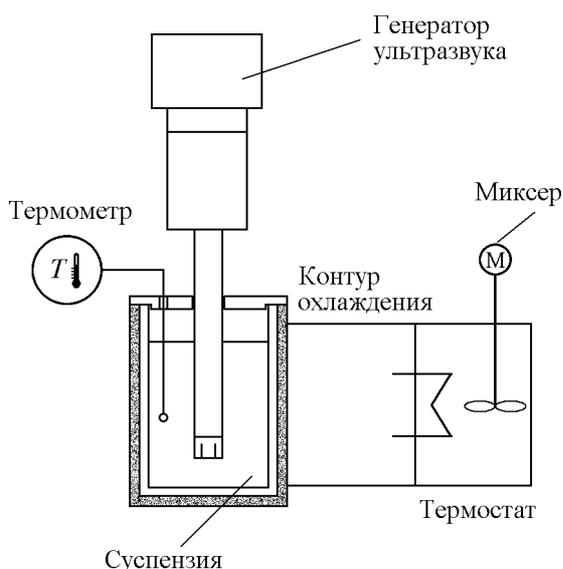


Рис. 1. Схема ультразвуковой установки для проведения деагломерации в суспензиях.

Дифференциальный термический анализ (ДТА), термогравиметрический анализ (ТГ) и дифференциально-сканирующую калориметрию (ДСК) исследуемых смесей проводили на приборе синхронного термического анализа STA 409 PC Luxx (изготовитель Netzsch, Германия) в керамических тиглях Al_2O_3 без крышек при постоянной скорости нагрева 10 град./мин в среде воздуха (расход 190 мл/мин). Через термовесы продувался защитный газ аргон (расход 12 мл/мин).

Удельные поверхности и пористости порошков определяли на автоматизированной сорбционной установке TriStar II (3020) производства Micromeritics (США). Использован объемный вариант сорбционного метода, а удельную поверхность рассчитывали по изотерме низкотемпературной сорбции паров азота. Был определен суммарный объем пор и их средний размер в порошковых системах, что соответствует межчастичным пустотам в агломератах порошков и дефектам в частицах.

Результаты и обсуждение

Порошок алюминия марки “Аlex” в исходном состоянии представляет собой агломераты частиц сферической формы со средним размером 47 мкм, при этом средний размер частиц в агломератах равен 100 нм [6]. Методом рентгенофазового анализа установлено, что порошок содержит около 10 масс.% Al_2O_3 в виде оксидной пленки, покрывающей алюминийевые частицы, причем толщина этой пленки составляет около 3 нм.

Углеродные нанотрубки в исходном состоянии представлены плотными агломератами. При этом нанотрубки в агломератах характеризуются значительным разбросом диаметров (от 10 до 150 нм) при средней длине 5 мкм [11].

На рис. 2 представлена порошковая смесь Al + МУНТ и распределение по размерам агломератов в порошке алюминия до деагломерации. В смеси хорошо прослеживаются отдельные агломераты порошка алюминия с размерами более 10 мкм и нанотрубок с размерами до 900 мкм. При этом 90 % агломератов в порошке алюминия имеют размеры менее 200 мкм и немного (около 10 %) крупных агломератов частиц — 200 – 500 мкм, средний размер агломератов в порошке алюминия в исходном состоянии составил 47 мкм.

Элементный микроанализ, проведенный методом РЭМ, показал, что спектр 1 (крупный агломерат алюминия) содержит 93 масс.% алюминия и 7 масс.% кислорода из-за оксида алюминия, окружающей частицы. Спектр 2 — крупный агломерат, состоящий

из нанотрубок, содержит 98 масс. % углерода, остальное — малые содержания Al, O, Fe, Co (по-видимому остатки катализатора, на котором происходит рост трубок).

На рис. 3 представлено РЭМ изображение порошка алюминия после ультразвуковой деагломерации. Из распределения агломератов по размерам видно, что их средний размер уменьшается до 9 мкм. При этом если в исходном состоянии средний размер агломератов частиц составлял 47 мкм, и имелись агломераты с размерами до 500 мкм, то ультразвуковая обработка позволила уменьшить средний размер агломератов почти в пять раз и, как видно из рис. 3, после обработки отсутствуют агломераты, размер которых превышает 40 мкм.

На рис. 4 представлены РЭМ изображения смеси 10% Al + МУНТ при разных увеличениях после 10 минутной ультразвуковой деагломерации. Видно, что нет больших агломератов частиц, с размерами более 100 мкм (как до деагломерации). В этом случае средний размер агломератов составил 18 мкм, а присутствие агломератов нанотрубок не зафиксировано.

Нанотрубки окутывают частицы алюминия в виде отдельных рыхлых скоплений. Присутствие алюминия в смеси повлияло на деагломерацию МУНТ, в этом случае агломераты алюминия в совокупности с ультразвуковым воздействием выступали в качестве мелочных частиц.

Результаты термоанализа представлены на рис. 5. Из результатов анализа видно, что алюминий при нагревании в атмосфере кислорода при температуре до 600 °С стабилен, после чего начинает окисляться и поэтому происходит резкий рост массы.

Смесь из нанотрубок начинает заметно терять массу при достижении 500 °С, это обусловлено началом горения, а к 620 °С остаточная масса нанотрубок достигает 9 % от начальной, что говорит о полном выгорании смеси.

Присутствие углеродных нанотрубок в алюминии изменяет поведение смеси при нагревании, однако, энергии, выделенные при нагревании одинаковы, судя по данным ДСК, которые для чистого Al и смеси Al + МУНТ равны 3900 и 3800 Дж/г, соответственно. Как и в случае с чистым алюминием при нагреве до 600 °С происходит резкий скачок увеличения массовых характеристик за счет присоединения кислорода. Кроме того, причиной увеличения массы порошковой пробы при температуре более 600 °С может быть химическая реакция между алюминием и углеродом с образованием карбида алюминия (Al_4C_3) [12, 13], но, вероятно, образовавшийся карбид имеет дисперсную структуру и его количество

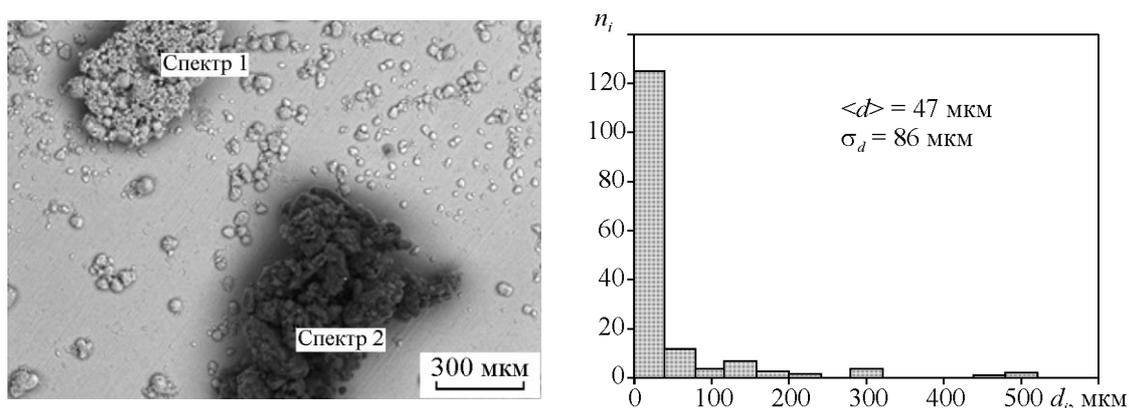


Рис. 2. РЭМ изображение порошковой смеси Al + МУНТ до ультразвуковой деагломерации и распределение агломератов алюминия по размерам.

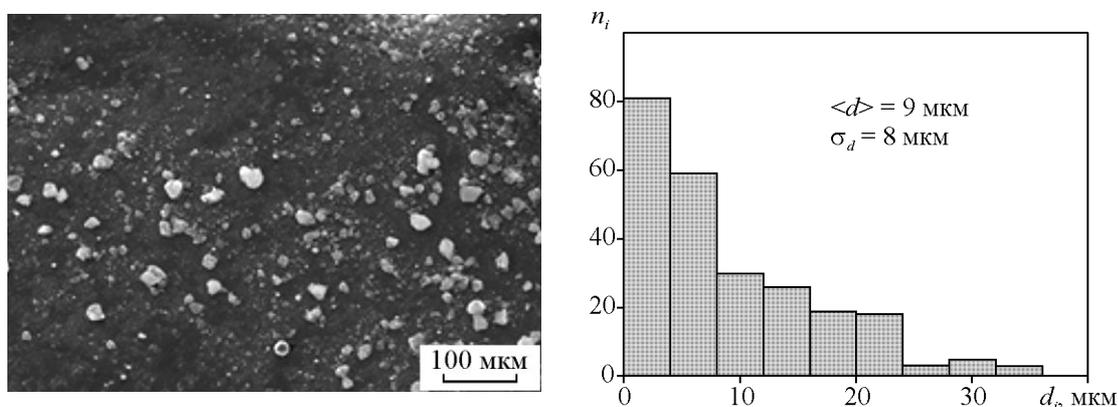


Рис. 3. РЭМ изображение порошка алюминия после ультразвуковой обработки и распределение агломератов по размерам.

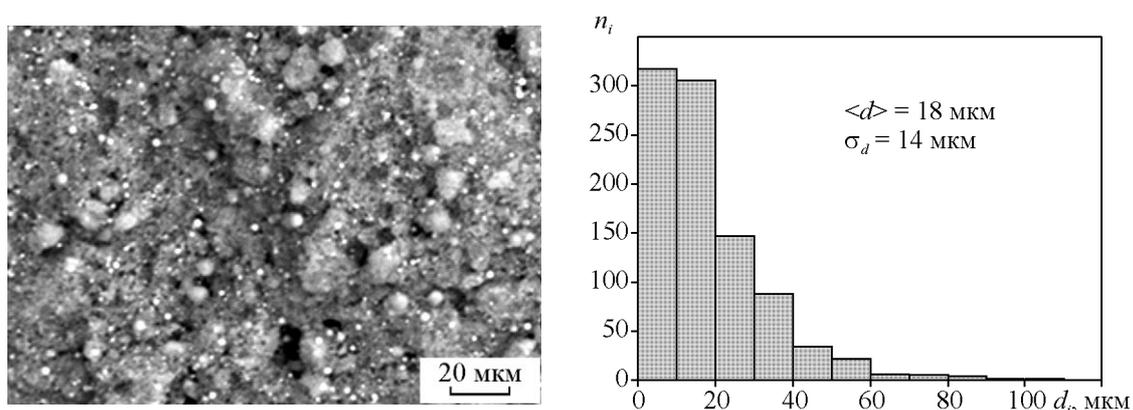


Рис. 4. РЭМ изображение порошковой смеси Al – 10% МУНТ и гистограмма распределения агломератов по размерам.

настолько мало, что рентгенофазовым анализом его обнаружить сложно. При этом, для однозначного утверждения того, что в смесях Al – МУНТ при нагреве формируется фаза Al_4C_3 , необходимы дополнительные исследования.

На рис. 6 представлены фрагменты рентгеновских дифрактограмм порошка алюминия до и после деагломерации и порошковых смесей Al + 1% МУНТ и Al + 10% МУНТ. Видно, что ультразвуковая обработка порошковых систем привела к появлению

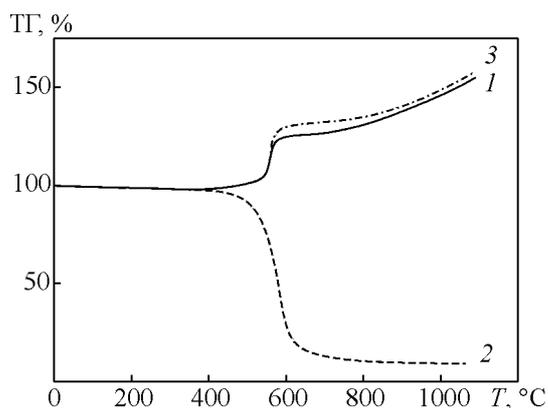


Рис. 5. Результаты ДСК анализа смесей: 1 – Al, 2 – МУНТ, 3 – Al + МУНТ при нагревании.

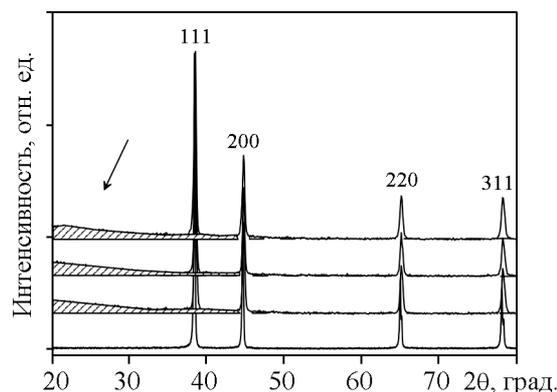


Рис. 6. Фрагменты рентгеновских дифрактограмм исходного порошка алюминия и порошков после ультразвукового диспергирования.

малоугловой составляющей на ближних углах дифракции (обозначено стрелкой), то есть после ультразвуковой обработки порошка алюминия и смесей Al – МУНТ появляется рентгено-аморфная фаза, количество которой увеличивается до 5% при увеличении содержания нанотрубок в смеси с алюминием.

Количество рентгено-аморфной фазы было рассчитано путем сопоставления площади малоугловой составляющей (обозначено штрихом) с площадями всех рефлексов на рентгенограмме. Таким образом, можно предположить, что углеродные нанотрубки воздействуют на алюминий с образованием аморфного состояния.

Кроме того, после ультразвуковой обработки порошковых систем появилось уширение дифрак-

ционных линий, принадлежащих алюминию (табл. 1) и можно принять уширение линии (111) за размер ОКР (размер кристаллитов) фазы алюминия, а уширение линии (311) — за величину микродисторсии кристаллической решетки алюминия [9]. В таком случае, из табл. 1 видно, что деагломерация приводит к дроблению кристаллитов алюминия, при этом возрастают микрорискажения кристаллической решетки алюминия. Параметр кристаллической решетки алюминия изменяется от 4,0487 до 4,0516 Å и близок к табличному значению (4,0494 Å).

В табл. 2 представлены параметры поровой структуры и удельной поверхности порошковых материалов до и после ультразвуковой деагломерации. Установлено, что удельная поверхность $S_{уд}$ порошка алюминия в исходном состоянии и деагломе-

Таблица 1

Фазовый состав и микроструктурные параметры порошков

Образец	Ширина рефлекса (111), град.	ОКР, нм	Ширина рефлекса (311), град.	Микродисторсия кристаллической решетки $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$	Параметр решетки, a , Å	Рентгено-аморфная фаза, масс. %
Al исходный	0,114	110	0,125	$0,93 \cdot 10^{-4}$	4,0487	0
Al	0,133	50	0,202	$0,97 \cdot 10^{-4}$	4,0511	2%
Al + 1% МУНТ	0,142	59	0,285	$0,73 \cdot 10^{-3}$	4,0499	3%
Al + 10% МУНТ	0,189	70	0,342	$0,47 \cdot 10^{-3}$	4,0516	5%

Таблица 2

Пористость и удельная поверхность порошковых материалов до и после ультразвуковой деагломерации

Образец	Дегазация вакуум	Удельная поверхность, $S_{уд}^*$, м ² /г	Суммарный объем пор, см ³ /г	Средний размер пор, нм
Al исходный	2 ч 200 °С	13	0,04	12
МУНТ исходный	2 ч 200 °С	218	1,33	24
МУНТ	2 ч 200 °С	190	1,15	24
Al+1% МУНТ	2 ч 200 °С	13	0,05	16
Al+10% МУНТ	2 ч 200 °С	12	0,06	19

* — определено методом Брунауэра, Эммета и Теллера (БЕТ) с относительной погрешностью $\Delta \pm 10\%$.

рированной смеси Al + 1% МУНТ составляет 13 м²/г, а для системы Al + 10% МУНТ — $S_{уд} = 12$ м²/г. Кроме этого незначительно увеличивается объем и средний размер пор от 0,04 до 0,06 и от 12 до 19 нм, соответственно, то есть происходит накопление дефектов в частицах и растет объем пустот в агломератах. Удельная поверхность МУНТ после обработки снижается от 218 до 190 м²/г. Предполагая, что форма частиц сферическая, и зная величину удельной поверхности можно рассчитать их размер. В таком случае размер частиц алюминия в исходном состоянии и в смеси Al + 1% МУНТ составляет 0,17 мкм, а в смеси Al + 10% МУНТ — незначительно увеличивается до 0,19 мкм, что свидетельствует о сложном строении порошинок, состоящих из субзерен. При этом определенный размер ОКР близок к полученной оценке из удельной поверхности, то есть измеренные значения ОКР являются размерами кристаллитов в данных материалах.

Заключение

Установлено, что ультразвуковая деагломерация в жидкой фазе порошковых систем Al-углеродные нанотрубки приводит к дроблению агломератов частиц.

Рентгенофазовым анализом установлено, что после ультразвуковой обработки порошков образовалась рентгено-аморфная фаза, количество которой увеличивается до 5% при увеличении содержания нанотрубок в смеси с алюминием, при этом не происходит окисления компонент смеси в процессе ультразвуковой деагломерации в среде додекана.

Результаты рентгеноструктурных исследований свидетельствуют о том, что произошло дробление структурных элементов порошковых материалов.

Результаты ТГ-ДТА/ДСК анализа в атмосфере кислорода показали, что алюминий при температурах близких к 600 °С начинает окисляться и поэтому происходит резкий рост массы, а углеродные нанотрубки начинают интенсивное горение и теряют значительную массу.

Установлено, что удельная поверхность порошка алюминия снижается от 13 до 12 м²/г после ультразвуковой обработки. Кроме этого незначительно увеличивается объем и средний размер пор от 0,04 до 0,06 и от 12 до 19 нм, соответственно. Удельная поверхность МУНТ после обработки снижается от 218 до 190 м²/г. Определенный размер ОКР рентгеноструктурным анализом, близок к полученной оценке из удельной поверхности, то есть измеренные значения ОКР являются размерами кристаллитов в данных материалах.

Работа проводилась по программе повышения конкурентоспособности Томского государственного университета, при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках Федеральной целевой программы "Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы", соглашение № 14.578.21.0025 и при поддержке гранта компании ОПТЭК.

Литература

1. Breton Y., Desarmot G., Salvétat J.P., Delpoux S., Sinturel C., Beguin F., Bonnamy S. Mechanical properties of multiwall carbon nanotubes/epoxy composites: influence of network morphology. *Carbon*, 2004, v. 42, iss. 5 – 6, p. 1027–1030.
2. Козулин А.А., Кульков С.С., Кинеловский С.А., Кедринский В.К., Веселов С.В., Руктуев А.А., Кульков С.Н. Особенности формирования структуры при кумулятивном нанесении покрытий, содержащих многослойные углеродные нанотрубки, на титановые подложки. *Обработка металлов: технология, оборудование, инструменты*. 2012, № 3, с. 80 – 83.
3. Miranda A., Alba-Baena N., McKay B.J., Eskin D.G., Ko S.H., Shin J.S. Study of mechanical properties of an LM24 composite alloy reinforced with Cu-CNT nanofillers, processed using ultrasonic cavitation. *Materials Science Forum*. 2013, v. 765, p. 245 – 249.
4. Хрусталева А.П., Ворожцов С.А. Синтез и свойства композиционных материалов на основе алюминия с углеродными нанотрубками. "Высокие технологии в современной науке и технике": Сборник научных трудов II Всероссийской научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов с международным участием. 27 – 29 марта 2013 года, Томск. Под ред. В.В. Лопатина и А.Н. Яковлева. Томск: Изд-во ТПУ, 2013, т. 1, с. 271 – 274.
5. Teipel U., Leisinger K., Mikonsaari I. Comminution of crystalline material by ultrasonic's. *Int. J. Miner. Process.* 2004, v. 74, p. 183 – 190.
6. Лернер М.И., Шаманский В.В. Формирование наночастиц при воздействии на металлический проводник импульса тока большой мощности. *Журнал структурной химии*, 2004, т. 45, с. 112 – 115.
7. Su M., Zheng B., Liu J. A scalable CVD method for the synthesis of single-walled carbon nanotubes with high catalyst productivity. *Chemical physics letters*, 2000, v. 322, iss. 5, p. 321 – 326.
8. Teipel U. *Energetic Materials. Particle Processing and Characterization. Properties and Application of Ultrafine Diamond Particles*. Edited by Ulrich Teipel. Weinheim ; [Cambridge] : Wiley-VCH, 2005, 621 p.
9. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982, 632 с.

- Williamson G. K., Hall W. H. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram. *Acta Metall.*, 1953, v. 1, iss. 1, p. 22 – 31.
- Огнев А.Ю., Варенцов В.К., Кудашов А.Г. и др. Влияние поверхностной модификации углеродных нанотрубок на прочность полимерного нанокompозита в условиях сжатия. *Научный вестник НГТУ*, 2010, № 4 (41), с. 98 – 103.
- Ворожцов С.А., Буякова С.П., Кульков С.Н. Синтез, структура и фазовый состав наноструктурных материалов Al-Al₄C₃. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2011, № 1, с. 52 – 57.
- Кульков С.Н., Ворожцов С.А. Структура и механические свойства композитов Al – Al₄C₃. *Известия вузов. Физика*. 2010, т. 53, № 11, с. 44 – 48.
- rentsii [Proc. II All-Russia conf. 27 – 29 March 2013, Tomsk, Russia, TPU Publ., 2013, vol. 1, pp. 271 – 274.
- Teipel U., Leisinger K., Mikonsaari I. Comminution of crystalline material by ultrasonic's. *Int. J. Miner. Process.* 2004, vol. 74, pp. 183 – 190.
- Lerner M.I., Shamansky V.V. Formirovaniye nanochastits pri vozdeystvii na metallichesky provodnik impulsa toka bolshoy moshchnosti [Formation of nanoparticles under effect of high-power electric pulse on metal conductor]. *Zhurnal strukturnoy khimii — Journal of structural chemistry*. 2004, vol. 45, pp. 112 – 115.
- Su M., Zheng B., Liu J. A scalable CVD method for the synthesis of single-walled carbon nanotubes with high catalyst productivity. *Chemical physics letters*. 2000, vol. 322, iss. 5, pp. 321 – 326.
- Teipel U. *Energetic Materials. Particle Processing and Characterization. Properties and application of ultrafine diamond particles*. 2005, 621 p.
- Umansky Ya.S., Skakov Yu.A., Ivanov A.N., Rastorguyev L.N. *Kristallografiya, rentgenografiya i elektronnaya mikroskopiya [Crystallography, X-ray analysis and electron microscopy]*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1982, 632 p.
- Williamson G. K., Hall W. H. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram. *Acta Metall.* 1953, vol. 1, pp. 22 – 31.
- Ognev A.Yu., Varentsov V.K., Kudashov A.G. i dr. Vliyaniye poverkhnostnoy modifikatsii uglerodnykh nanotrubok na prochnost polimernogo nanokompозита v usloviyakh szhatiya [Effect of carbon tubes surface modification on polymer compound strength under compression]. *Nauchny vestnik NGTU — Science bulletin of the Novosibirsk State technical Univercity*. 2010, vol. 41, no. 4, pp. 98 – 103.
- Vorozhtsov S.A., Buyakova S.P., Kulkov S.N. Sintez, struktura i fazovy sostav nanostrukturnykh materialov Al – Al₄C₃ [Synthesis, structure and phase composition of Al – Al₄C₃ nanostructured materials]. *Izvestiya vuzov. Poroshkovaya metallurgiya i funktsionalnye pokrytiya — Russian journal of non-ferrous metals*. 2011, no. 1, pp. 52 – 57.
- Kulkov S.N., Vorozhtsov S.A. Struktura i mekhanicheskiye svoystva kompozitov Al – Al₄C₃ [Structure and mechanical properties of Al – Al₄C₃ compounds]. *Izvestiya vuzov. Fizika — Russian Physics Journal*. 2010, vol. 53, no. 11, pp. 44 – 48.

References

- Breton Y., Desarmot G., Salvetat J.P., Delpoux S., Sinturel C., Beguin F., Bonnamy S. Mechanical properties of multiwall carbon nanotubes/epoxy composites: influence of network morphology. *Carbon* 42. Elsevier, 2004, pp. 1027 – 1030.
- Kozulin A.A., Kulkov S.S., Kinelovsky S.A., Kedrinsky V.K., Veselov S.V., Ruktuyev A.A., Kulkov S.N. Osobennosti formirovaniya struktury pri kumulyativnom nanesenii pokryty, sodержashchikh mnogoslonye uglerodnye nanotrubki, na titanovye podlozhki [Peculiarities of structure formation under deposition of cumulative coatings, obtained multi-layered carbon nanotubes, on titanium substrates]. *Obrabotka metallov: tekhnologiya, oborudovaniye, instrumenty — Obrabotka Metallov: Technology, Equipment, Instruments*. 2012, no. 3, pp. 80 – 83.
- Miranda A., Alba-Baena N., McKay B.J., Eskin D.G., Ko S.H., Shin J.S. Study of mechanical properties of an LM24 composite alloy reinforced with Cu-CNT nanofillers, processed using ultrasonic cavitation. *Materials science forum*. 2013, vol. 765, pp. 245 – 249.
- Khrustalev A.P., Vorozhtsov S.A. Sintez i svoystva kompozitsionnykh materialov na osnove alyuminiya s uglerodnymi nanotrubkami. Vysokiye tekhnologii v sovremennoy nauke i tekhnike [Synthesis and properties of compound materials on base of aluminum with carbon nanotubes. High technologies in R&D]. *Sbornik nauchnykh trudov II Vserossyskoy nauchno-tekhnicheskoy konfe-*

Статья поступила в редакцию 04.08.2014 г.

Ворожцов Сергей Александрович — Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования “Национальный исследовательский Томский государственный университет” (ТГУ, НИ ТГУ), заведующий лабораторией, ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), кандидат технических наук, младший научный сотрудник, специалист в области порошковой металлургии и обработки сплавов. E-mail: vorn1985@gmail.com.

Козулин Александр Анатольевич — Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования “Национальный исследовательский Томский государственный университет” (ТГУ, НИ ТГУ), доцент, ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), кандидат физико-математических наук, инженер, специалист в области механики деформируемого твердого тела. E-mail: kozulyn@ftf.tsu.ru.

Кульков Сергей Сергеевич — Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования “Национальный исследовательский Томский государственный университет” (ТГУ, НИ ТГУ), доцент, ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), кандидат физико-математических наук, инженер, специалист в области наноматериаловедения. E-mail: kulkov@academ.tsc.ru.

Кульков Сергей Николаевич — ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск), доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией, специалист в области материаловедения металлических и керамических композитов со структурными превращениями. E-mail: kulkov@ms.tsc.ru.

Тайпель Ульрих — Университет прикладных наук им. Георга Симона Ома (г. Нюрнберг, Германия), заведующий отделом, Инженерный факультет, профессор, доктор инженерных наук, специалист в области порошковой металлургии. E-mail: ulrich.teipel@th-nuernberg.de.

Effect of ultrasonic de-agglomeration on morphology and crystal structure parameters of Al – carbon nanotubes powder systems

S. A. Vorozhtsov, A. A. Kozulin, S. S. Kulkov, S. N. Kulkov, U. Teipel

The paper presents the results of studies of aluminum nanopowder, multi-walled carbon nanotubes and Al + MWCNTs mixtures after ultrasonic de-agglomeration in the liquid medium. Was carried out the complex studies of mixtures, comprising microstructural, X-ray diffraction, thermo-gravimetric and calorimetric analysis and specific surface area measurements. Was shown the prospects for the selected method de-agglomeration of powders with preparation of mixtures for production of multicomponent composite materials.

Key words: nanotubes, nanoaluminium, de-agglomeration, ultrasound, X-ray analysis.

Vorozhtsov Sergey — National Research Tomsk State University, head of laboratory of nanotechnology for metallurgy, Institute of strength physics and materials science of Siberian branch Russian Academy of sciences (ISPMS SB RAS), Ph.D., researcher, E-mail: vorn1985@gmail.com.

Kozulin Alexander — National Research Tomsk State University, associate professor, Institute of strength physics and materials science of SB RAS, engineer, PhD, e-mail: kozulyn@ftf.tsu.ru.

Kulkov Sergey — National Research Tomsk State University, associate professor, Institute of strength physics and materials science of SB RAS, engineer, PhD, e-mail: kulkov@academ.tsc.ru.

Kulkov Sergei — Institute of strength physics and materials science of SB RAS, Dr.Sci., professor, head of a laboratory of physics of nanostructured function materials. E-mail: kulkov@ms.tsc.ru.

Teipel Ulrich — Georg Simon Ohm Hochschule, Nürnberg, Germany, Mechanical process engineering, particle technology, faculty of process engineering, professor, Dr.-Ing. E-mail: ulrich.teipel@th-nuernberg.de.