

## Исследование водорода в нановолокнах и нанотрубках

В отличие от наноматериалов на подложке нановолокна и нанотрубки без подложки представляют собой порошок. Исследование порошков затруднено тем, что проба не является твердым телом. Нет возможности использовать стандартные для анализа содержания водорода способы загрузки и выгрузки образцов в экстракционно-загрузочном узле.

Для решения этой проблемы предлагается использовать железные закрытые тигли. Эскиз такого тигля приведен на рис. 1.

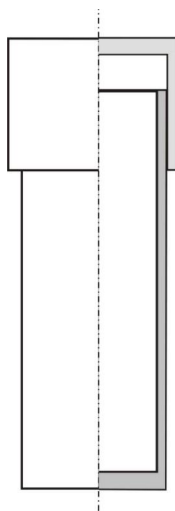


Рис. 1. Тигель для анализа содержания водорода в сыпучих материалах

Диаметр тигля 8 мм, высота 20 мм, толщина стенки 0,1 мм. Предварительно промытые тигли отжигают в вакууме при температуре 900 °С в течение 1 часа. За это время происходит полная дегазация тигля.

Затем в тигель засыпается предварительно взвешенная порция сыпучего материала. Дальнейший анализ содержания производится по стандартной методике, как со сплошным образцом. Крышка тигля выточена с допуском 0,05 мм плотно и надежно закрывает тигель. Вместе с тем имеющийся зазор и само железо позволяют пропустить сквозь себя выделяющийся из пробы водород.

Анализ содержания водорода в отожженном тигле показал содержание 0,3 [млн<sup>-1</sup>], что при массе пробы менее 1 г позволяет проводить анализ даже малых содержаний водорода.

С применением этих контейнеров были проведены анализы содержания водорода в углеродных нанотрубках.

Определение содержания водорода производилось методом вакуум-нагрева при температуре экстракции 530°С, 650°С, 750°С. Измерения проводились с помощью анализатора водорода АВ-1. Подготовка прибора производилась в соответствии с требованиями ГОСТ 21132.1-98. Это связано с тем, что этот ГОСТ позволяет добиться максимальной чувствительности при анализе содержания водорода.

Результаты анализа приведены в таблице 1.

Таблица 1.

Результаты анализа содержания водорода в образцах углеродных нанотрубок

Номер образца	Масса образца [мг]	Температура экстракции	Содержание водорода [млн <sup>-1</sup> ]
1	3,52	530°С	254,4
2	11,55	530°С	126,1
3	2,30	650°С	1212,0
4	2,57	650°С	1457,7
5	2,22	750°С	2484,9
6	0,7	750°С	3606,1

По результатам экспериментов можно сделать следующие выводы:

1. В нанотрубках также наблюдается большое содержание водорода.
2. Энергия связи как минимум половины всего содержания водорода составляет более 1 эВ. Этот факт не позволяет в частности извлечь водород из нанотрубок при относительно низких температурах 200-300 °С.