

ность высокотехнологичных промышленных предприятий, научный и образовательный потенциал региона, высокая квалификация трудовых ресурсов;

– специализация кластера на территории республики сформировалась на основе приоритетов научно-технологического развития страны. В соответствии с этим в кластере в первую очередь представлены такие высокотехнологичные отрасли экономики, как микроэлектроника и точное приборостроение, производство нано- и композитных материалов и информационно-коммуникационные технологии.

Совершенствование кластерной политики на федеральном уровне должно осуществляться одновременно по двум направлениям: во-первых, увеличение количества организаций, учебных, научных заведений и инновационно-активных предприятий прежде всего малого и среднего бизнеса, а также увеличение числа занятых в кластерах, во-вторых, усиление технологических, организационно-производственных связей внутри инновационных территориальных кластеров и при взаимодействии с другими кластерами. Данные меры позволят повысить уровень конкурентности кластеров, что является главной движущей силой их дальнейшего развития. Это требует диверсификации всех компонентов кластерных структур в направлении усиления прикладных аспектов исследовательской деятельности в соответствии с приоритетами научно-технологического развития страны на современном этапе. Главные направления проводимой кластерной политики на региональном уровне должны быть основаны на решении следующих практических вопросов объективного процесса формирования и развития кластеров: совершенствование соответствующей нормативно-правовой базы; формирование эффективной маркетинговой системы коммерциализации инноваций; трансформация системы высшего образования в направлении усиления роли инновационного менеджмента и навыков управления технико-технологическими проектами. Это обусловлено тем, что дальнейшее развитие экономики страны во многом связано с нарастанием уровня кластеризации высокотехнологичных отраслей производства, что является важной предпосылкой научно-технологической конкурентоспособности страны на мировом рынке высокотехнологической продукции.

УДК 666.9-127+537.533.35

## **ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

**Марван Ф. С. Х. Аль-Камали, А. А. Бойко**

*Учреждение образования «Гомельский государственный технический университет имени П. О. Сухого», Республика Беларусь*

*Проведены исследования особенностей структурообразования композиционных неорганических материалов, формируемых на основе диоксида кремния, а именно – пирогенного кремнезема марки А-300 (техническое название – аэросил). Отдельно рассмотрена возможность получения металлокерамических материалов состава  $SiO_2 : Cu^0$ . Основной целью проводимых исследований являлось изучение возможности улучшения однородности распределения вводимых веществ-допантов по поверхности  $SiO_2$ -глобул, образующих каркас ксерогеля. Указанная цель достигалась за счет однородности распределения легирующих солей (на примере нитрата меди) еще на стадии формирования золя, который переводился в состояние ксерогеля в результате последовательной термообработки в контролируемой газовой среде (на воздухе или осушенном водороде). Конечная форма образцов представляла*

собой или микропорошки, или таблетированные заготовки, полученные на их основе – диаметром около 12,5 мм и фазового состава  $\text{SiO}_2 : \text{CuO}$  и  $\text{SiO}_2 : \text{Cu}^\circ$ .

**Ключевые слова:** ксерогель, микропорошки, термообработка, газовая среда, восстановление, морфология поверхности.

## USE OF SOL-GEL METHOD FOR PRODUCTION OF NANOSTRUCTURED FUNCTIONAL MATERIALS

Marwan F. S. H. AL-Kamali, Andrei A. Boika

*Sukhoi State Technical University of Gomel, the Republic Belarus*

*Studies of the structure formation features of composite inorganic materials formed on the basis of silicon dioxide, namely, pyrogenic silica of the A-300 brand (technical name – aerosil). The possibility of obtaining metal-ceramic materials of  $\text{SiO}_2 : \text{Cu}^\circ$  composition is considered separately. The main purpose of the research was to study the possibility of improving the uniformity of the distribution of injected dopants on the surface of  $\text{SiO}_2$  globules forming the xerogel framework. This goal was achieved due to the uniformity of the distribution of alloying salts (for example, copper nitrate) at the stage of sol formation, which was converted to the state of xerogel as a result of sequential heat treatment in a controlled gas environment (air or dried hydrogen). The final shape of the samples was either micro-powders or tablet-shaped blanks obtained on their basis - with a diameter of about 12.5 mm and a phase composition of  $\text{SiO}_2 : \text{CuO}$  and  $\text{SiO}_2 : \text{Cu}^\circ$ .*

**Keywords:** xerogel, micro-powders, heat treatment, gas medium, restoration, surface morphology.

В настоящее время для создания и синтеза наночастиц используют множество способов, включая золь-гель метод (метод раствора), метод газовой фазы осаждения, лазерной эпитаксии, электрохимического осаждения и т. д. Несмотря на то, что все изложенные способы могут генерировать огромное количество наноматериала, золь-гель синтез используется наиболее часто, поскольку имеет более широкий диапазон применений [1].

Преимущество золь-гель метода синтеза высококремнеземных композиционных материалов (золь-гель метод) состоит в том, что он позволяет получать как тонкопленочные, так и монолитные объемные диэлектрические среды, в которых удается получать отдельно локализованные наночастицы восстановленных металлов различной дисперсии размеров и фазового состава без применения энергозатратных технологических приемов, а также сложного в эксплуатации и дорогостоящего научного оборудования [2–4].

Проведены исследования структурных и фазовых изменений композиционных материалов в процессе термообработки как на воздухе, так и в условиях контролируемой газовой атмосферы. Цель работы – разработка технологических режимов получения пористых матриц  $\text{SiO}_2$  с использованием пирогенного диоксида кремния (аэросила) золь-гель методом.

**Материалы и методика синтеза.** В качестве исходных компонент для синтеза высококремнеземистых мишеней использовали следующие химические реактивы: аэросила Марки А-380 (средний размер частиц 5–15 нм), вода двойной перегонки  $\text{H}_2\text{O}$  (бидистиллят); медь азотнокислая трехводная ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), чда, ГОСТ 4163–68; временную связку на основе водного раствора поливинилового спирта (ПВС) с концентрацией 1,5 мас. %.

Технологическая схема синтеза приведена на рис. 1.

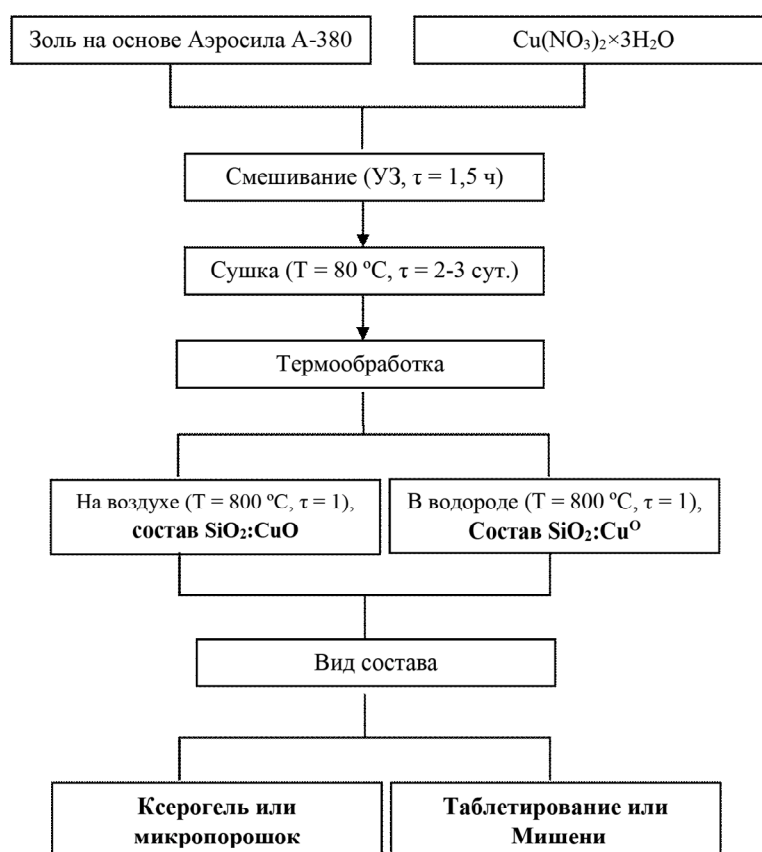


Рис 1. Технологическая схема синтеза композитных наночастиц  $\text{SiO}_2 : \text{CuO}$ , полученных золь-гель методом

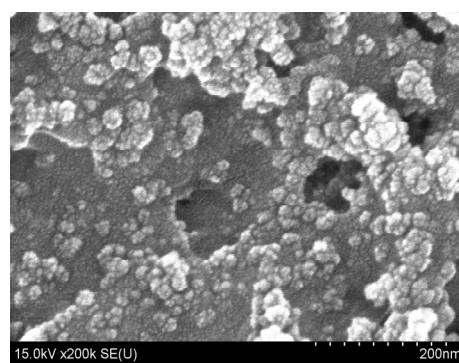
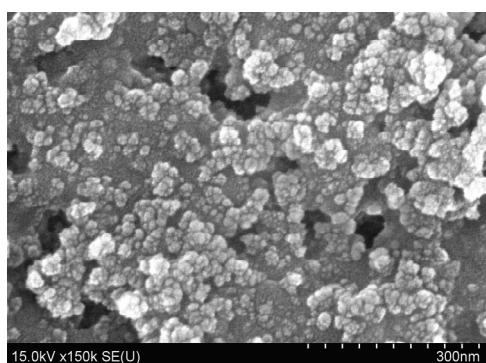
Вначале готовился золь на основе аэросила А-380. Затем в жидкий золь вводили легирующие примеси в виде водорастворимых солей определенной концентрации (в данном случае использовали нитрат меди). Проводили гелирование в формах. После этого полученные гели сушили при  $80\text{ }^\circ\text{C}$  на воздухе в термощкафу. Для создания композитного  $\text{SiO}_2 : \text{CuO}$  полученные ксерогели подвергали термообработке с выдержкой при температуре  $T = 800\text{ }^\circ\text{C}$  в течение 1 часа. При получении композитов  $\text{SiO}_2 : \text{Cu}^\circ$  термообработку проводили в среде водорода при температуре  $T = 800\text{ }^\circ\text{C}$  в течение 1 часа.

В результате были синтезированы композиционные материалы (ксерогели) составов  $\text{SiO}_2 : \text{CuO}$  и  $\text{SiO}_2 : \text{Cu}^\circ$ . Полученные ксерогели затем измельчались в высокодисперсные микророшки в шаровой мельнице. Полученные микророшки формовали в таблетки путем одноосного прессования. В качестве временного связующего использовали водный раствор поливинилового спирта концентрацией 3–6 мас. %. Получены мишени в виде таблеток диаметром от 12,5 до 80 мм и толщиной 5 мм (варьировалась от 3 до 10 мм).

Морфологию материалов исследовали на электронном сканирующем микроскопе модели S-4800 (производства фирмы Hitachi, Япония) при ускоряющем напряжении 15 кВ и с разрешением 1 нм.

**Результаты и обсуждение.** С целью изучения характера взаимодействия веществ-допантов с поверхностью глобул  $\text{SiO}_2$ -каркаса ксерогеля были приготовлены три типа образцов, предназначенных для исследования морфологии их поверхности

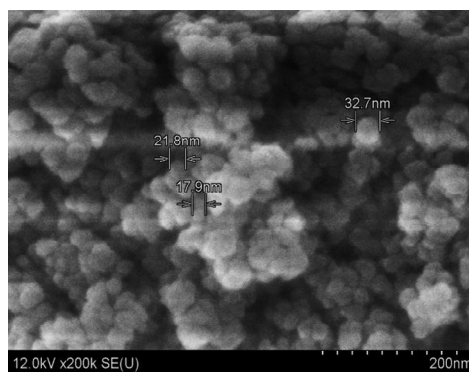
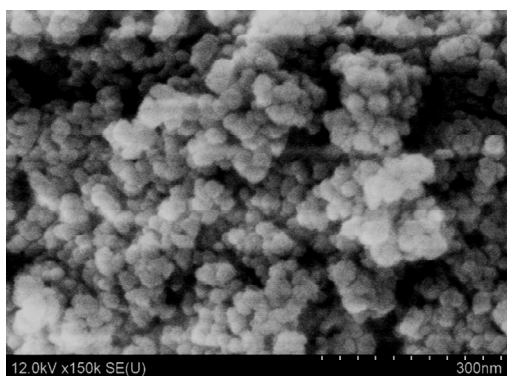
методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ):  $\text{SiO}_2 : \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ;  $\text{SiO}_2 : \text{CuO}$  и  $\text{SiO}_2 : \text{Cu}^\circ$  (рис. 2).



а)



б)



в)

Рис. 2. СЭМ-изображения поверхности ксерогеля, сформированного на основе водной дисперсии аэросила А-380 и нитрата меди (концентрация нитрата меди относительно содержания 1 моля  $\text{SiO}_2$  в 79 мл золя, 0,40 мол. % нитрата меди): а – сушка в течение 7 дней при температуре  $T = 80^\circ\text{C}$ . Фазовый состав ксерогеля –  $\text{SiO}_2 : \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ; б – отжиг на воздухе при  $T = 800^\circ\text{C}$  в течение 1 ч. Фазовый состав ксерогеля –  $\text{SiO}_2 : \text{CuO}$ ; в – отжиг в среде водорода при  $T = 800^\circ\text{C}$  в течение 1 ч. Фазовый состав ксерогеля  $\text{SiO}_2 : \text{Cu}^\circ$

Анализ СЭМ-изображений выявил глобулярность структуры ксерогелей и высокую однородность их исходной морфологии, при этом крупные глобулярные агре-

гаты, формирующие каркас ксерогеля, образованы первичными частицами аэросила, имеющими гораздо меньший размер (для А-380 – около 5–15 нм, согласно имеющимся паспортным данным). Имея высокую степень гидратации, соль нитрата меди буквально «забивает» межглобулярное и межпоровое пространство ксерогеля (рис. 2, а). Формирование на основе таких ксерогелей матриц состава  $\text{SiO}_2 : \text{CuO}$  снова возвращает «рельеф» к структуре ксерогеля, что говорит о взаимной химической инертности фаз  $\text{SiO}_2$  и  $\text{CuO}$  (рис. 2, б). Трансформация оксида меди  $\text{Cu}$  (II) в состояние восстановленного металла «выравнивает» общую структуру ксерогеля (рис. 2, в, микрофотография для шкалы увеличения в 0,3 мкм).

В общем случае как для оксида меди, так и для восстановленной меди до металлического состояния наблюдалась достаточно однородная картина распределения веществ-допантов по внутренней структуре  $\text{SiO}_2$ -каркаса ксерогеля. Необходимо отметить, что отдельного образования микро- и наночастиц при указанном разрешении исследования морфологии поверхности ксерогелей методом СЭМ не обнаружено, однако восстановленная медь формирует 2D-покрытие по всей внутренней поверхности ксерогеля. Так, авторами работы [5] продемонстрирована возможность управления химическими связями на поверхности наночастиц благородного металла (для  $\text{Ag}^\circ$ ). Нельзя исключать, что это покрытие может иметь структуру, сформировавшуюся из агрегатов частиц металла нанометрового размера.

Разработана методика формирования композиционных микропорошков золь-гель методом состава  $\text{SiO}_2 : \text{CuO}$  и  $\text{SiO}_2 : \text{Cu}^\circ$ , содержащих медь в атомном отношении  $\text{Si} : \text{Cu} = 1 : 0,05; 1 : 0,1; 1 : 0,15 \dots 1 : 1$  для получения таблетированных мишеней, предназначенных для высокоэнергетического распыления, в том числе мишеней, содержащих комбинации  $\text{Cu}$ , что позволило формировать материалы заданного стехиометрического состава.

Разработана методика, позволяющая гомогенно распределять вещества-допанты в структуре  $\text{SiO}_2$ -матрицы (путем ее размола до состояния микродисперсных порошков) и методы формирования композиционных заготовок заданной геометрической формы и состава. Установлен механизм распределения соединений меди в структуре формируемых ксерогелей, включающий условия сушки и последующей термообработки  $\text{SiO}_2$ -матрицы в контролируемой газовой среде, что позволило перераспределять концентрацию вводимой меди по объему ксерогельной заготовки. Показано, что фазовый состав композита сохраняет  $\text{SiO}_2$ -матрицу в аморфном состоянии, а  $\text{CuO}$  и  $\text{Cu}^\circ$  представляют соответствующие кристаллические модификации.

#### Л и т е р а т у р а

1. Подденежный, Е. Н. Золь-гель синтез оптического кварцевого стекла / Е. Н. Подденежный, А. А. Бойко. – Гомель. – ГГТУ им. П. О. Сухого, 2002. – 210 с.
2. Аль-Камали, М. Ф. С. Х. Мишени  $\text{SiO}_2 : \text{CuO}$  ( $\text{Cu}^\circ$ ) для нанесения тонких пленок ионно-лучевого распыления, полученные золь-гель методом / М. Ф. С. Х. Аль-Камали, А. А. Бойко, Хамдан А. С. Аль-Шаамири // Докл. Нац. акад. наук Беларуси. – 2022. – Т. 66, № 3. – С. 348–355.
3. Аль-Камали, М. Ф. С. Х. Структурообразование  $\text{SiO}_2$ -ксерогелей, содержащих соединения меди различного фазового состава / М. Ф. С. Х. Аль-Камали, А. А. Алексеенко, О. А. Титенков // Проблемы физики, математики и техники. – 2020. – № 3(44). – С. 7–12.
4. Evolution of copper ions in high-silica thin films / M. F. S. H AL-Kamali [et al.] // Al-Andalus Journal of Applied Sciences. – 2022. – I. Vol. 9, – N 16. The Thirteenth year (July-Dec.). – ISSN: 2410-7727 – P. 07–30. Mode of access: <http://www.andalusuniv.net/AUSTNEW/contentCustom.php?pid=515&menu=showNumM&page=1>. – Date of access: 03.08.2022.
5. Оленин, А. Ю. Химическое модифицирование поверхности наночастиц серебра. Получение частиц-янусов / А. Ю. Оленин // Рос. нанотехнологии. – 2014. – Т. 9, № 9–10. – С. 19–24.