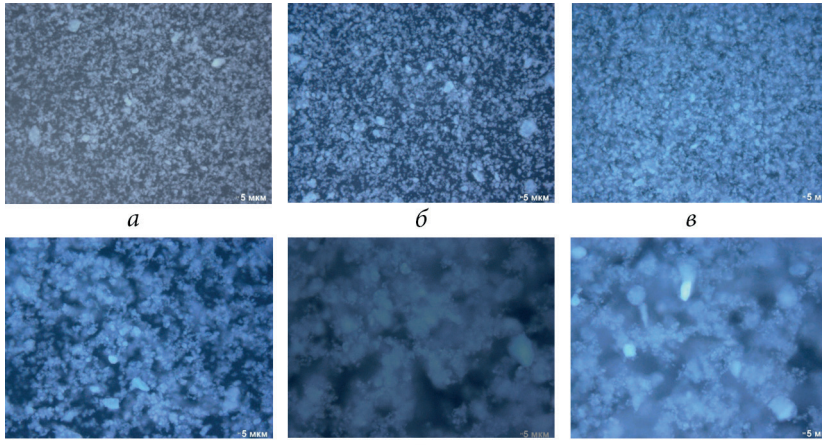

Рис. 2. Оптические фотографии образцов
pH3-S (*а*); pH4-S (*б*); pH5-S (*в*); pH6-S (*г*); pH7-S (*д*); pH8-S (*е*)

Список источников

1. Высокоогнеупорные материалы из диоксида циркония / Д. С. Рутман, Ю. С. Торопов, С. Ю. Плинер и др. М. : Металлургия, 1985. 136 с.

Электросинтез электрокаталитических материалов на основе нанокомпозитов карбида вольфрама и углерода из галогенидно-карбонатно-вольфраматной расплавленной системы

Р. Х. Карацукова, Х. Б. Кушхов
Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х. М. Бербекова

Нанокомпозиты карбида вольфрама и углерода могут заменить платину и использоваться в качестве электродных материалов в различных электрохимических устройствах (электролизерах, топливных элементах). Ранее в работах [1; 2] были разработаны

© Карацукова Р. Х., Кушхов Х. Б., 2023

физико-химические основы высокотемпературного электрохимического синтеза высокодисперсных (нано-, субмикро-, микродисперсных) порошков карбидов вольфрама в оксидно-вольфраматно-карбонатных расплавах. Однако эти расплавленные электролиты содержат до 85 мол. % дорогостоящего Na_2WO_4. С целью упрощения и удешевления процесса электрохимического синтеза высокодисперсных порошков нанокомпозитов карбида вольфрама и углерода, нами в настоящей работе изучена возможность осуществления совместного электровосстановления металлокомплексов вольфрамат- и карбонат-ионов с катионами лития на фоне хлоридного расплава KCl и реализация на их основе электрохимического синтеза фазы чистого карбида вольфрама WC, нанокомпозитов WC–C, WC-W_2C, WC-W_2C–C.

Электрохимический синтез нанокомпозитов карбида вольфрама и углерода осуществляли в галогенидно-карбонатно-вольфраматном расплаве KCl-K_2CO_3-Li_2WO_4 при температурах 800–900 °C. Была проведена серия электролизов с варьированием параметров: температуры, плотности тока, продолжительности синтеза и концентрационных соотношений карбоната калия K_2CO_3 и вольфрамата лития Li_2WO_4. В таблице 1 представлены состав электролизной ванны, условие проведения электролиза (плотность тока, температура), продолжительность электролиза, фазовый состав катодного осадка.

Из результатов, представленных в табл. 1, можно сделать вывод, что, меняя соотношения концентрации карбоната калия и вольфрамата лития, плотность тока, а также продолжительность электролиза, можно получать фазы практически чистого монокарбида вольфрама, композиты монокарбида вольфрама, содержащие наночастицы свободного углерода, а также нанокомпозиты монокарбид вольфрама-полукарбид вольфрама-наночастицы углерода.

На рис. 1 и 2 приводятся результаты гранулометрического состава частиц синтезированного порошка карбида вольфрама. Данный образец состоит из трех фракций. Первая фракция находится в диапазоне от 10 до 40 нм, вторая фракция — от 60 нм до 2 мкм, третья фракция — от 7 до 40 мкм.

Таблица 1

Зависимость фазового состава катодного осадка от состава электролита, плотности тока и температуры

№	Состав электролита, мол. %	*T*, K	*i*, А/см^2	Продолжит. электролиза, мин	Фазовый состав катодного осадка
1.	KCl-K_2CO_3-Li_2WO_4 86 % 4 % 10 %	1173	1,0	30	WC, примеси C
2.	KCl-K_2CO_3-Li_2WO_4 86 % 4 % 10 %	1173	0,5	30	WC, C
3.	KCl-K_2CO_3-Li_2WO_4 86 % 4 % 10 %	1173	2,0	30	WC, примеси C
4.	KCl-K_2CO_3-Li_2WO_4 84 % 4 % 12 %	1073	0,5	30	C, WC
5.	KCl-K_2CO_3-Li_2WO_4 88 % 2 % 10 %	1073	1,0	30	WC, C, примеси W_2C
6.	KCl-K_2CO_3-Li_2WO_4 82 % 4 % 14 %	1173	1,0	30	W, W_2C, WC примеси C
7.	KCl-K_2CO_3-Li_2WO_4 86 % 4 % 10 %	1173	1,0	60	WC, C, примеси W_2C
8.	KCl-K_2CO_3-Li_2WO_4 86 % 4 % 10 %	1073	1,0	60	WC, W_2C, W, C
9.	KCl-K_2CO_3-Li_2WO_4 82 % 8 % 10 %	1173	1,0	30	WC, примеси C

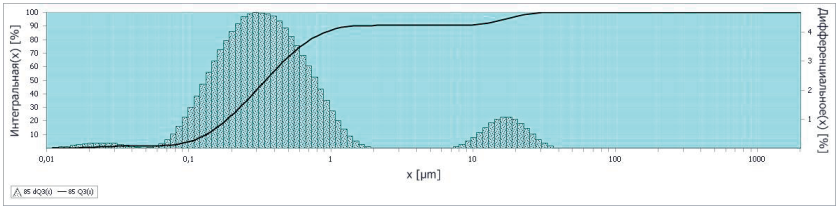

Рис. 1. Исследование гранулометрического состава образца, полученного из системы KCl-K_2CO_3-Li_2WO_4. Концентрации карбоната калия K_2CO_3 — 8 мол. % и вольфрамата лития Li_2WO_4 — 10 мол. %, при плотности тока *i* = 1,0 А/см^2 и продолжительности электролиза 30 мин

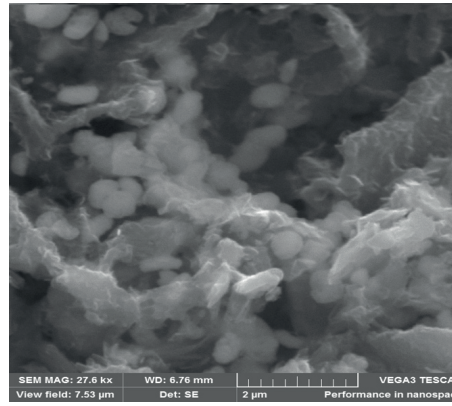

Рис. 2. Микрофотография поверхности катодного осадка, полученного из системы KCl-K_2CO_3-Li_2WO_4. Концентрации карбоната калия K_2CO_3 — 8 мол. % и вольфрамата лития Li_2WO_4 10 мол. %, при плотности тока i = 1,0 А/см^2 и продолжительности электролиза 30 мин

Опираясь на результаты, приведенных на рис. 1 и 2, можно сделать вывод о том, что размер частиц карбида вольфрама, полученного методом электрохимического синтеза, находится в нано-, ультра-, микродиапазоне.

Список источников

1. *Malyshev V. V., Kushkhov Kh.B, Shapoval V. J.* High-temperature electrochemical synthesis of carbides, silicides and borides of IV-group metals in ionic melts // Journal of Applied Electrochemistry. 2002. Vol. 32, № 5. P. 573–279.

2. *Малышев В. В., Кушхов Х. Б.* Успехи высокотемпературного электрохимического синтеза в ионных расплавах // Журнал общей химии. 2004. Т. 74, вып. 8. С. 1233–1240.