



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **108556** (13) **C2**  
(51) МПК (2015.01)  
**B22F 9/14** (2006.01)  
**B22F 9/00**

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД**

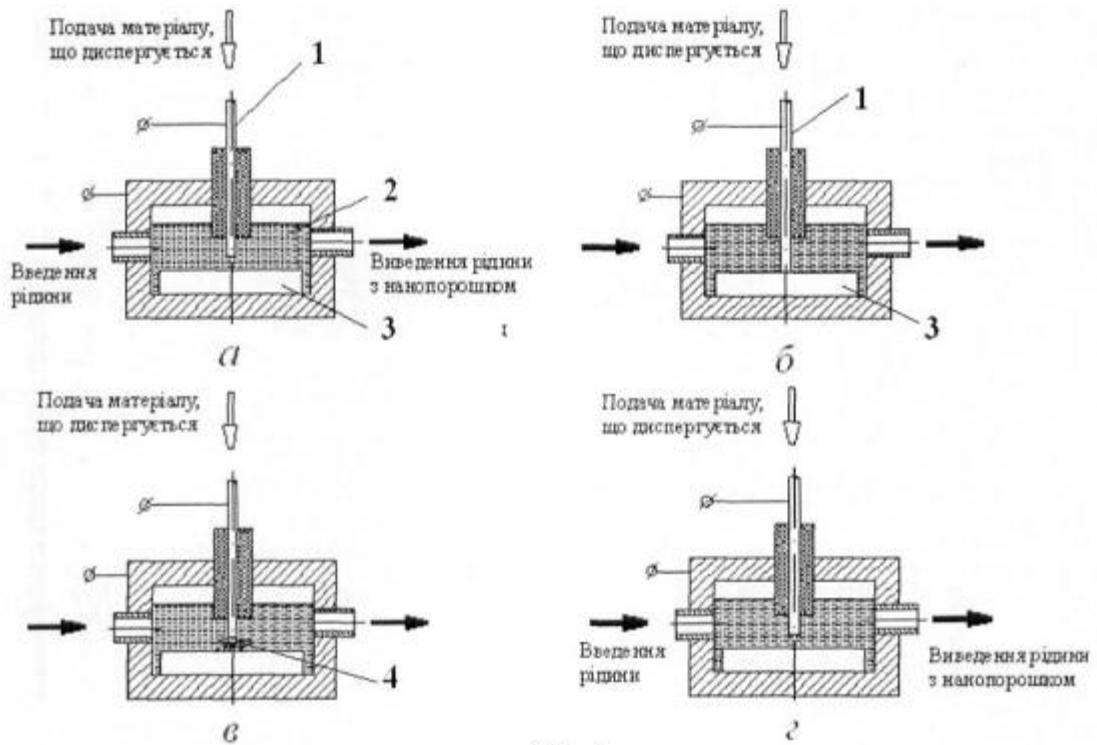
<p>(21) Номер заявки: <b>а 2013 12518</b></p> <p>(22) Дата подання заявки: <b>25.10.2013</b></p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: <b>12.05.2015</b></p> <p>(41) Публікація відомостей про заяву: <b>27.04.2015, Бюл.№ 8</b></p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: <b>12.05.2015, Бюл.№ 9</b></p>	<p>(72) Винахідник(и): <b>Патон Борис Євгенович (UA), Калеко Давид Михайлович (UA)</b></p> <p>(73) Власник(и): <b>ІНСТИТУТ ЕЛЕКТРОЗВАРЮВАННЯ ІМ. Є.О. ПАТОНА НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ,</b> вул. Боженка, 11, м. Київ-150, 03680 (UA)</p> <p>(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: RU 2 272 691 C1, 27.03.2006 RU 94 492 U1, 27.05.2010 RU 2 417 862 C1, 10.05.2011 RU 2 437 741 C1, 27.12.2011 WO 2012147334 A1, 01.11.2012 KR 20120027776 A, 22.03.2012 JP 2010-077458 A, 08.04.2010 US 2002/0053557 A1, 09.05.2002 US 2010/0089759 A1, 15.04.2010 Назаренко О.Б. Процессы получения нанодисперсных тугоплавких неметаллических соединений и металлов методом электрического взрыва проводников. Автореф. дис. докт. техн. наук. – Томск, ТГУ, 2006. – С. 1-33</p>
--	---

**(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ НАНОЧАСТИНОК**

**(57) Реферат:**

Винахід належить до галузі порошкової металургії, а саме - до способу одержання металевих або оксидних частинок. Спосіб отримання наночастинок струмопровідних матеріалів шляхом диспергування дроту з матеріалу наночастинок, що виробляються, в рідкому середовищі при дуговому розряді конденсаторів між торцем дроту, що подається в об'єм рідини, і контрелектродом, дріт подається в рідке середовище безперервно, і електричний розряд збуджується при торканні дроту і контрелектрода, а закінчується при зниженні напруги конденсаторів до напруги горіння дуги. Швидкість подачі дроту в робочу зону менша, ніж швидкість його випаровування при дуговому розряді конденсаторів. Розміром наночастинок управляють варіюванням напругою і ємністю конденсаторів, а також складом рідкого середовища. Винахід забезпечує підвищення продуктивності процесу, спрощення конструкції обладнання та створення можливості управління розмірами наночастинок.

UA 108556 C2



Фиг. 1

Винахід належить до галузі порошкової металургії, тобто - до способів одержання металевих або оксидних частинок.

5 Наночастинки металів (розміром до 100 нм) останнім часом знайшли помітне вживання в електронній промисловості, медицині, виготовленні наноструктурованого матеріалу і ряду інших застосувань.

Способи отримання наночастинок грубо можна розділити на фізичні і хімічні. Синтез наночастинок хімічних сполук відбувається при комбінації процесів.

До фізичних способів належить випаровування матеріалу з наступною конденсацією парів, а також механічне подрібнення твердого матеріалу.

10 Відомий спосіб отримання наночастинок [заявка на патент США № 2007/ 0101823 А, 10.05.2007 "Process and apparatus for production metal nanoparticles" P.Sen, Ghosh J., Kumar P. та інші, кл. МПК В22F 9/00] при електричному вибуху дроту. Згідно з винаходом, дріт і пластина з одного матеріалу розміщуються в щільному середовищі, переважно у воді. Після контактування до них прикладається напруга 12-50 В і відбувається електричний вибух дроту з утворенням ультрадисперсного порошку.

15 Недоліком способу з цього винаходу є низька напруга заряду конденсаторів, що обумовлює необхідність застосування дуже тонкого дроту (за даними авторів винаходу діаметром не більше 0,05 мм) для забезпечення щільності струму мінімум  $0,96 \cdot 10^6$  А/м<sup>2</sup>, необхідного для надійного електричного вибуху дроту. Відсутність, до того ж, механізму подачі дроту призводить до низької продуктивності процесу.

20 Згідно з винаходом, "Method for manufacturing nanostructured powder by wire explosion in liquid and device for manufacturing the same » [заявка на патент США № 2008/ 0216604 А, 11.09.2008 Chu Hyun Cho, Byung Geol Kim, Geun Hie Rim, Hong Sik Lee, кл МПК В22F 9/14] наноструктурований порошок виробляється при вибуху дроту в рідині. У цьому способі електрод заземлення розміщується безпосередньо в простір з рідиною на деякій відстані від високовольтного електрода для забезпечення електричного вибуху дроту, який подається роликками через розподільвальний ізолятор.

25 Недоліком цього винаходу є утворення при електричному вибуху дроту частинок різного розміру, що зажадало включити в процес селекцію частинок за розмірами для виділення нанорозмірної фракції.

30 Найбільш близьким до пропонованого є "Спосіб отримання наночастинок струмопровідних матеріалів" за патентом Росії № 2417862 С1, 10.05.2011 Бабкіна Е.А., Голубева В.М., Коленкова І.А. та ін..., кл МПК В22F 9/14, в якому електроди з матеріалів наночастинок, що одержуються, розміщуються в робочій рідині і між ними здійснюються імпульсні електричні розряди з утворенням дуги при утриманні міжелектродного проміжку постійним. При цьому імпульсні електричні розряди модулюють високочастотним сигналом, який формують розрядним конденсатором, зв'язаним з електродами через індуктивність коливального контуру, що регулюється.

40 Недоліком цього винаходу є необхідність наявності складного механізму для переміщення електродів відносно один одного в площині, перпендикулярній міжелектродному проміжку, обертанням і/або реверсивним рухом з метою узгодження частоти модулюючого високочастотного сигналу з частотою власних гідромеханічних коливань робочої рідини в міжелектродному проміжку.

45 В основу винаходу, що заявляється, поставлена задача удосконалення способу отримання наночастинок (нанопорошків) струмопровідного матеріалу.

50 Поставлена задача вирішується таким чином, що для отримання наночастинок струмопровідних матеріалів шляхом диспергування дроту з матеріалу наночастинок, що одержуються, у рідкому середовищі при дуговому розряді конденсаторів між торцем дроту, який подають в рідке середовище, і контрелектродом, дріт подається в рідке середовище безперервно, і розряд конденсаторів збуджується при торканні дроту і контрелектрода, а закінчується при зниженні напруги заряду конденсаторів до напруги горіння дуги. При цьому швидкість подачі дроту в рідке середовище повинна бути менше за швидкість її випаровування при дуговому розряді конденсаторів. У способі, що пропонується, розмір наночастинок залежить від енергетичних параметрів джерела розрядного струму (ємності і напруги зарядки конденсаторів), а також складу рідини, що визначає швидкість охолодження частинок і перешкоджає їх агломерації.

55 Відмінністю запропонованого способу від відомих способів отримання наночастинок є безперервна подача дроту, що диспергується, в рідке середовище, в якому відбувається дуговий розряд конденсаторів, і пов'язана з цим необхідність дотримання умови обмеження

швидкості подачі дроту швидкістю його випаровування, а також можливість керування розміром наночастинок варіюванням параметрами джерела розрядного струму і/або складом рідини.

Позитивний ефект, що досягається при виконанні запропонованого способу отримання наночастинок, полягає у підвищенні продуктивності процесу, спрощенні обладнання та

5 можливості управління розмірами наночастинок.

На Фіг. 1 показана послідовність операцій при виконанні способу.

На Фіг. 2 показана осцилограма розряду конденсаторів при диспергуванні: I - розрядний струм; U - дугова напруга.

10 На Фіг. 3 показана залежність кількості диспергованого металу від напруги зарядки конденсаторів в накопичувачі енергії та роду металу при ємності накопичувача 40 мкФ.

На Фіг. 4 показані електронно-мікроскопні знімки частинок, отриманих запропонованим способом.

На Фіг. 5 показаний розподіл часток за розмірами.

15 Процес диспергування починається з подачі матеріалу 1 в реактивну зону 2, заповнену рідким середовищем, що грає подвійну роль - охолоджувача та збірника частинок матеріалу, що випарувався (Фіг. 1а). Матеріал 1, що диспергується, у вигляді тонкого дроту (діаметр дроту, що допускається, визначається потужністю конденсаторного накопичувача енергії), постійно підключений до конденсаторного накопичувача енергії (на кресленні не показаний), і в момент торкання дроту з контрелектродом 3 (Фіг. 1б) починається розряд конденсаторів, який в частці

20 мікросекунди (Фіг. 2) переходить в дугову стадію 4 (Фіг. 1в).

Дугова стадія розряду продовжується доти, поки напруга на конденсаторах, що знижується, не стане рівною напрузі на дузі. Дуга 4 гасне, а рідке середовище 2 охолоджує нанорозмірні краплі матеріалу, що витрачається, і передає частинки до збірника, де вони осідають і підготовляються до використання (Фіг. 1г).

25 Між дротом 1 з матеріалу, який диспергується, і контрелектродом утворюється зазор, величина якого стає більше довжини пробійного проміжку для вибраної напруги заряду конденсаторів (з урахуванням діелектричних характеристик рідкого середовища 2). Оскільки при цьому дріт 1 продовжує свій неперервний поступальний рух з постійною швидкістю, яка повинна бути менше швидкості його випаровування на стадії дугового розряду, як тільки відстань між

30 дротом 1 і контрелектродом 3 скоротиться до довжини пробійного проміжку, збудиться дуговий розряд, і процес повториться знову.

Диспергування матеріалу відбувається в результаті випаровування металу на активній поверхні дроту. Рідка фракція, практично, не виникає внаслідок високої швидкості нагрівання. При охолодженні молекули пари коагулюють в ультрадисперсні частинки.

35 Швидкість диспергування істотно залежить від параметрів конденсаторного накопичувача енергії і матеріалу дроту. Криві на фіг. 3 показують, що чим більше напруга зарядки конденсаторів, тим, природно, більше кількість металу, що переходить у рідке середовище. З порівняння кривих видно істотна роль як температури кипіння металу, так і його електропровідності.

40 На величину частинок після диспергування значно впливає рідке охолоджуюче середовище. На Фіг. 4а показана електронно-мікроскопна фотографія частинок, охолоджених у бідистильованій воді, а на Фіг.4б - охолоджених в ацетоні. Видно, що частинки, отримані в ацетоні, дрібніше частинок, охолоджених водою.

45 Основна маса частинок, одержаних запропонованим способом, має діаметр від 10 до 30 нм (Фіг.5), що повністю відповідає сучасним вимогам.

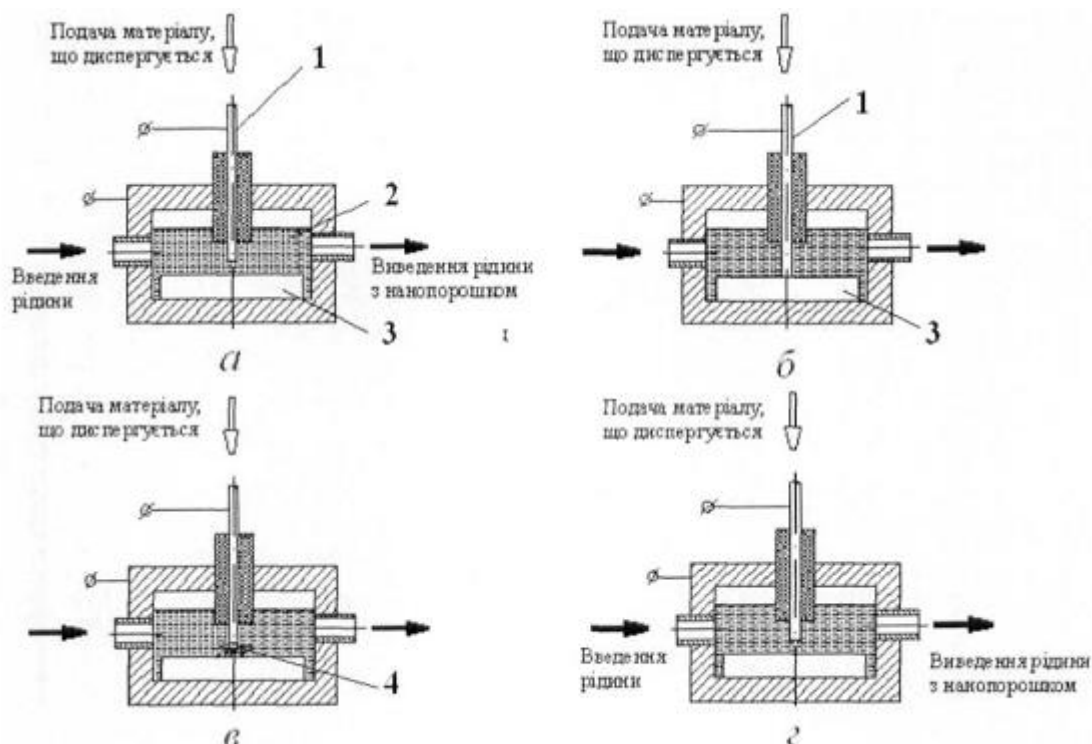
Позитивний ефект застосування способу отримання наночастинок, що заявляється, полягає у високій продуктивності. Як видно з Фіг. 2, тривалість одиничного розряду не перевищує 50 мкс. При цьому можна отримати до 70 мг нанопорошку (розрахунок з даних Фіг. 3 при виході 70 %). При реальній швидкості подачі дроту 1 см/с і швидкості випаровуванні 1 мм/розряд частота розрядів може досягати 10 1/с, що припустимо для високовольтичних металопаперових конденсаторів з урахуванням неповного їх розряду. Таким чином спосіб, що пропонується, дозволяє одержувати більш 200 г нанопорошку на годину.

50 Перевагою способу, що пропонується, є також можливість управляти величиною наночастинок шляхом вибору напруги заряду конденсаторів, що обумовлює розрядний струм, ємності конденсаторів, від якої залежить швидкість наростання струму, і складу рідкого середовища в реактивній зоні. Останнє наочно демонструється фотографіями на Фіг.4.

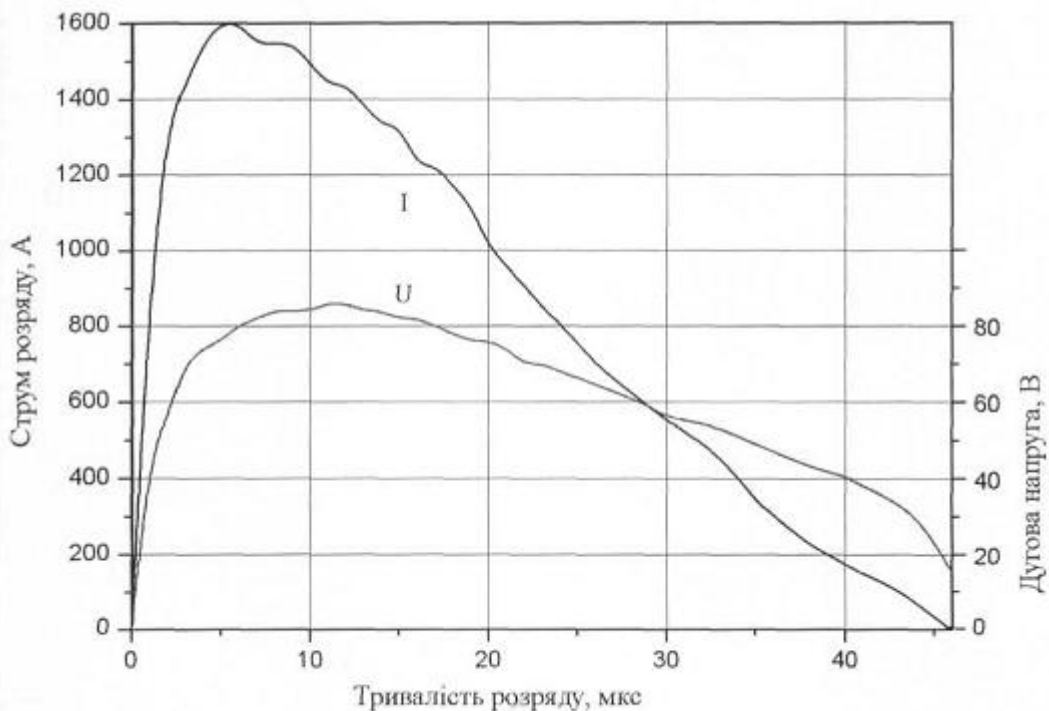
55

## ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

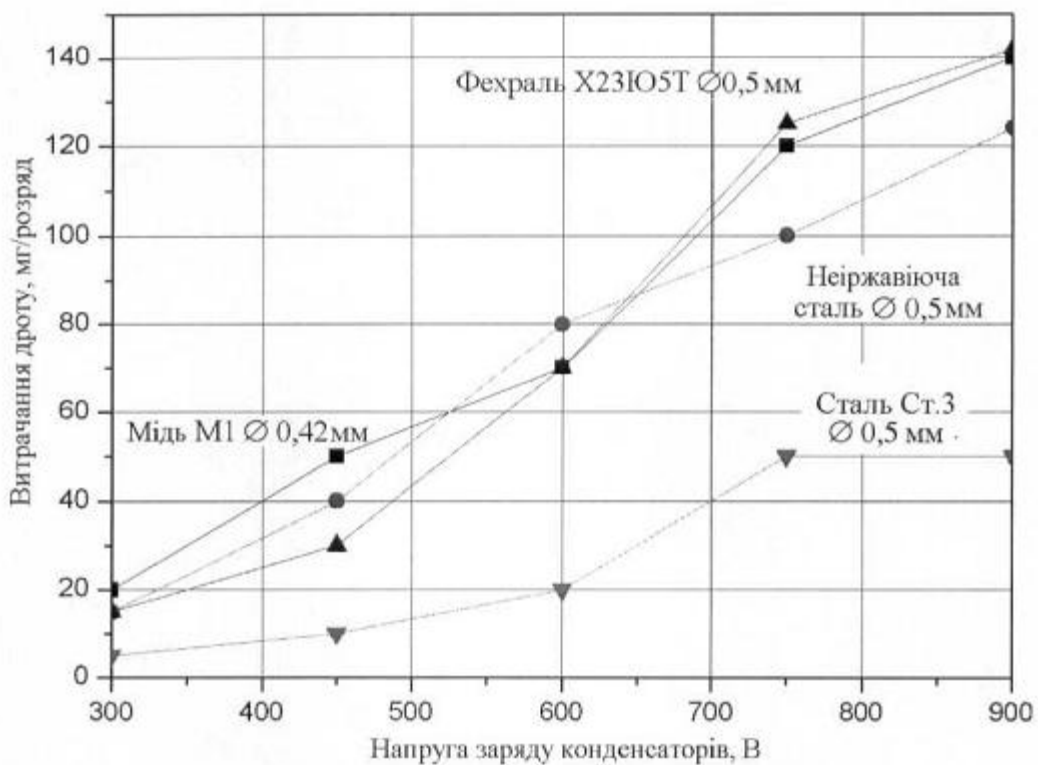
1. Спосіб отримання наночастинок струмопровідних матеріалів шляхом диспергування дроту з матеріалу наночастинок, що виробляються, в рідкому середовищі при дуговому розряді конденсаторів між торцем дроту, що подається в об'єм рідини, і контрелектродом, який **відрізняється** тим, що дріт подається в рідке середовище безперервно, і розряд конденсаторів збуджується при торканні дроту і контрелектрода, а закінчується при зниженні напруги заряду конденсаторів до напруги горіння дуги.
- 10 2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що дріт в рідке середовище подається зі швидкістю меншою, ніж швидкість його випаровування при дуговому розряді конденсаторів.
3. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що розміром наночастинок управляють варіюванням напругою і ємністю конденсаторів, а також складом рідкого середовища.



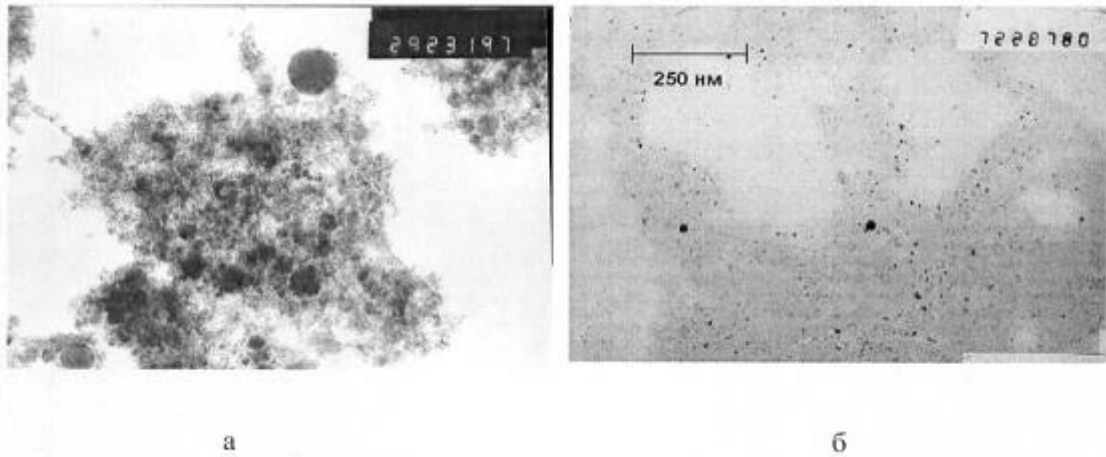
Фіг. 1



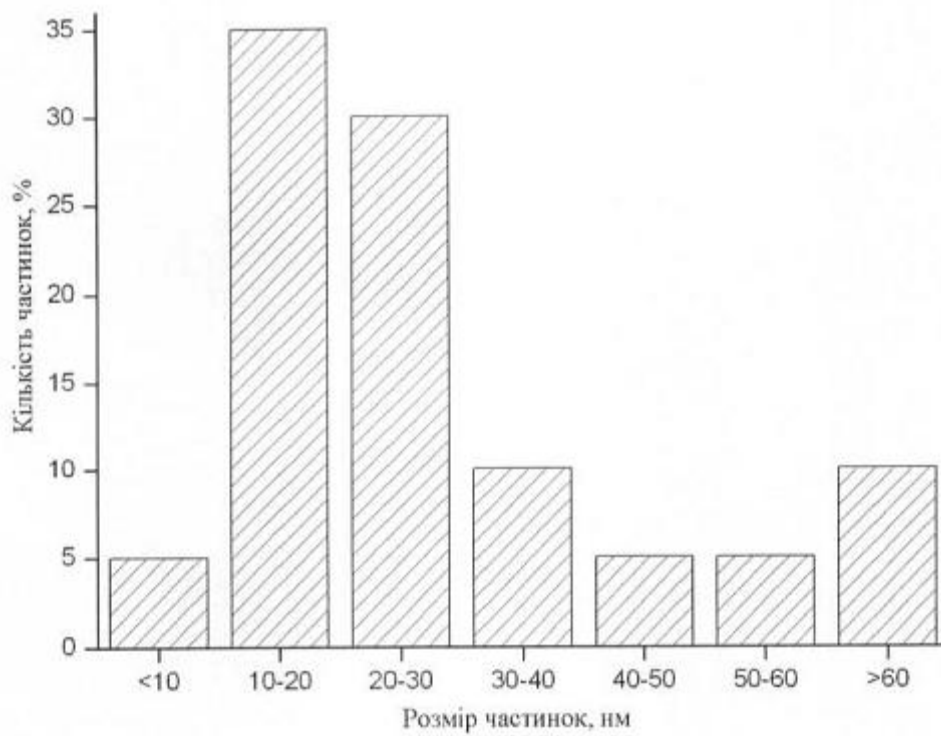
Фіг. 2



Фіг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5

---

Комп'ютерна верстка М. Мацело

---

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

---

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601