



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 086 355** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁶ **B 22 F 1/00**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 95114669/02, 06.09.1995

(46) Дата публикации: 10.08.1997

(56) Ссылки: Доклады Академии наук. 1984, т. 275,
N 4, с. 873 - 875.

(71) Заявитель:

Институт химии нефти СО РАН

(72) Изобретатель: Иванов Г.В.

(73) Патентообладатель:

Институт химии нефти СО РАН

(54) СПОСОБ АКТИВАЦИИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к технике, где используют порошки металлов: например порошковая металлургия, производство металлокерамики и композиционных материалов, неорганические синтезы,

пиротехника. Сущность изобретения: металлические порошки, полученные электрическим взрывом проводников, выдерживают в органических растворителях в течение 5-24 ч. 10 ил.

RU 2 0 8 6 3 5 5 C 1

RU 2 0 8 6 3 5 5 C 1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 086 355** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁶ **B 22 F 1/00**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 95114669/02, 06.09.1995

(46) Date of publication: 10.08.1997

(71) Applicant:
Institut khimii nefli SO RAN

(72) Inventor: Ivanov G.V.

(73) Proprietor:
Institut khimii nefli SO RAN

(54) **METHOD OF ACTIVATION OF METAL POWDERS**

(57) Abstract:

FIELD: powder metallurgy, production of cermet and composite materials, inorganic synthesis, pyrotechnics. SUBSTANCE: metal

powders produced by electric blasting of conductors are held in organic solvents for 5-24 h. EFFECT: higher efficiency. 10 dwg

RU 2 086 355 C1

RU 2 086 355 C1

Изобретение относится к областям техники, где используют порошки металлов: изготовление деталей из них прессованием и спеканием (порошковая металлургия), производство металлокерамик и композиционных материалов теми же способами, металлизация поверхностей, неорганические синтезы, пиротехника.

Недостатком известных порошков является то, что их частицы достаточно крупные, диаметром 1-100 мк, они, как правило, имеют защитные оксидные пленки, поэтому их реакционная способность низкая, для проведения реакций требуется длительное прогревание при высоких температурах, иногда до температур, близких к плавлению металлов.

Известны порошки металлов и методы их получения с ультрамалыми размерами частиц (0,1-0,01 мкм), не имеющие защитной оксидной пленки, но они при контакте с воздухом воспламеняются или быстро окисляются, что препятствует их практическому применению в ряде технологий.

Известны ультрадисперсные порошки алюминия и других металлов, получаемые методом электрического взрыва проволок в среде водорода, гелия, аргона. При размерах частей 0,1-0,01 мкм они отличаются от всех известных стабильностью при хранении на воздухе и высоким уровнем запасенной энергии, которая выделяется в режиме тепловых волн и тепловых взрывов при нагревании образцов до 450-550°C, при этом происходит их саморазогревание до 900°C и выше с одновременным самоспеканием. Известно также, что частицы ультрадисперсных порошков металлов, полученные электрическим взрывом проволок, имеют структуру фракталов, т. е. они представляют собой слипшиеся агрегаты более мелких фрагментов. Самоспекание, т. е. слияние ультрамалых частиц в крупные (до 0,5 мм) агрегаты, в ряде случаев резко снижает реакционную способность данных порошков и является их недостатком.

Целью изобретения является устранение указанного недостатка.

Поставленная цель достигается тем, что порошки металлов, например алюминия, полученные методом электрического взрыва проволок, погружают в органические растворители и выдерживают в них в течение 5-24 ч. Молекулы последних проникают в объемы частиц и разрушают их до субфрагментов, которые вследствие этого имеют более высокую химическую активность, но их способность к самоспеканию в значительной степени блокирована адсорбированными молекулами органических растворителей.

Предлагаемый способ поясняется фиг.1-10.

Пример 1а. 100 мг порошка алюминия, полученного электрическим взрывом проволок в атмосфере водорода, помещают в платиновый тигель и нагревают на воздухе в приборе термогравиметрического анализа (ТГА) до 1000°C (фиг.1, кривая 1). Увеличение веса, т. е. окисление порошка начинается при температуре примерно 520-530°C (кривая 2), однако выделение тепла (саморазогревом) прибор фиксирует уже примерно при 400°C (кривая 3), что

соответствует протеканию процесса самоспекания. Эндотик при 688°C плавление спекшегося алюминия, экзотика при 772-800°C выделение тепла за счет окисления. При изучении прогретого образца с помощью микроскопа отчетливо видны блестящие шарики спекшегося алюминия и небольшое количество белого порошка оксида. Согласно данным химического анализа степень окисления образца на уровне 10-20%

Пример 1б. Навески порошка алюминия (1-2 г), полученного электрическим взрывом проволок в атмосфере водорода, заливают в пробирке произвольным количеством органического растворителя гексана, выдерживают 5 ч, затем растворитель сливают, а порошок высушивают в вакуумном шкафу. 100 мг сухого порошка нагревают до 1000°C на воздухе, как в примере 1а. Из фиг.2, кривая 2, видно, что окисление начинается при температуре примерно 400°C (кривая 2), но тепловыделение уже примерно при 354°C. После плавления (635°C, кривая 3) начинается мощный процесс выделения тепла, связанный с интенсивным окислением порошка (кривые 2, 3). Изучение образца с помощью микроскопа показало, что прогретый образец почти на 100% белый мелкодисперсный порошок оксида.

Пример 1в. Эксперимент, как в примере 1б, повторили с использованием органического растворителя толуола. Результаты представлены на фиг.3, из которого видно, что обработка порошка алюминия толуолом дает аналогичные результаты: после саморазогревания, самоспекания и плавления частиц наблюдается сильный экзотермический эффект окисления отличие состоит только в том, что потеря веса образца (кривая 2 на фиг.2) в случае гексана на уровне 0,08% а в случае толуола на уровне 0,8% что, очевидно, связано с десорбцией растворителя большего удельного веса.

Пример 2а. 100 мг порошка алюминия, полученного электрическим взрывом проволок в атмосфере гелия, помещают в платиновый тигель и нагревают на воздухе в приборе термогравиметрического анализа (ТГА) (как в примере 1а). Из фиг.4 видно, что степень окисления (кривая 2) и тепловые эффекты заметно ниже, чем в случае порошка, полученного взрывом проволок в водородной среде.

Пример 2б. Навески порошка алюминия, полученного электрическим взрывом проволок в атмосфере гелия, заливают в пробирке произвольным количеством органического растворителя толуола, выдерживают 24 ч, затем растворитель сливают, а порошок высушивают в вакуумном шкафу. 100 мг сухого порошка нагревают до 1000°C на воздухе, как в примере 2а. На фиг.5 представлены данные ТГА, из которых видно, что обработка толуолом обеспечивает существенное повышение тепловых эффектов как самоспекания (365-489°C), так и окисления (839°C).

Пример 3а. 100 мг порошка алюминия, полученного электрическим взрывом проволок в атмосфере аргона, помещают в платиновый тигель и нагревают на воздухе до 1000°C, как в примерах 1а, 2а. Из данных

ТГА (фиг.6) видно, что тепловые эффекты самоспекания и окисления данного порошка выражены более ярко, чем в случае порошков, полученных электрическим взрывом в атмосфере водорода и гелия.

Пример 3б. Навеску порошка алюминия, полученного электрическим взрывом проволоки в атмосфере аргона, заливают в пробирке произвольным количеством органического растворителя толуола, выдерживают 12 ч, затем растворитель сливают, а порошок высушивают. 100 мг сухого порошка нагревают до 1000°C на воздухе в приборе ТГА, как в примере 3а. На фиг.7 представлены данные ТГА, из которых видно, что тепловые эффекты как самоспекание, так и окисление стали существенно более ярко выражены.

Таким образом, порошок алюминия, полученный электрическим взрывом проволоки в среде водорода, гелия, аргона, после обработки органическими растворителями приобретает повышенную активность.

Пример 4. 0,5 г порошка активированного алюминия помещают в тигель стандартной установки для определения теплоты сгорания различных порошков в кислороде, но калориметрическую бомбу заполняют не кислородом (давление 40 атм), а чистым азотом до давления также 40 атм. После воспламенения порошка проволокой, нагреваемой электрическим током, прибор регистрирует быстрое тепловыделение, как и в случае кислородной атмосферы.

После вскрытия бомбы в тигле обнаруживают белый порошок. Химические и рентгеноструктурные анализы показали, что это чистый нитрид алюминия. Таким образом, активированный порошок алюминия способен реагировать с азотом в режиме горения со 100% выходом целевого продукта нитрида.

Обычно для синтеза нитрида алюминия промышленные порошки металла прогревают в атмосфере азота в течение нескольких часов при температурах до 1000°C.

Пример 5. 2,7 г активированного порошка алюминия смешивают с 2,2 г порошка бора промышленного производства, что соответствует стехиометрической смеси для синтеза AlB_2 . Из смеси прессуют таблетки диаметром 10 мм и высотой 10 мм, помещают в камеру, заполненную аргоном, и нагревают электрической спиралью. Наблюдают саморазогревание таблетки со свечением. После остывания материал таблетки подвергают химическому и рентгеноструктурному анализам, которые показали, что полученный продукт диборид алюминия. Для его синтеза в промышленности, как в примере 4, требуется длительное прогревание смеси порошков при 800-900°C.

Пример 6. Порошок олова, полученный электрическим взрывом проволоки в среде аргона, активируют выдерживанием в толуоле 6 ч и высушивают. Навеску активированного порошка (0,1 г) помещают в стеклянную чашку и нагревают. При 170-215°C наблюдается плавление порошка и растекание расплава. После остывания пленку металлического олова не удается отделить от стекла соскабливанием скальпелем.

Пример 7. Порошок активированной меди помещают в сосуд с водой и добавляют 0,5-1% пленкообразующего водорастворимого

полимера (поливиниловый спирт, полиакриламид). Полученную суспензию наносят кистью на пластины стекла и гетинакса. Нагретым до 450-500°C стальным трафаретом в течение нескольких секунд прогревают пластины. После удаления трафарета на пластинах остаются рисунки из пленки металлической меди. Порошок активированной меди с непрогретых участков пластин смывают водой, и его можно использовать вторично. Таким образом, использование активированных порошков меди позволяет проводить негальванические процессы металлизации стекла и пластмасс.

Успешные результаты были получены также при обработке поверхностей, покрытых суспензией активированной меди и алюминия, лучом лазера.

Для изучения закономерностей горения пиротехнических составов, содержащих активированный порошок ультрадисперсного алюминия, используют стандартные методики. Смеси порошков металлов и порошков известных окислителей-перхлоратов и нитратов в различных пропорциях прессуют в таблетки диаметром 8 мм, высотой 16 мм до максимальной плотности и помещают в толстостенный сосуд, который заполняют азотом из баллонов до давления 40 атм. Таблетки воспламеняют нагреваемой электрическим током проволокой, скорость их горения измеряют методом кино съемки через прозрачные окна сосуда.

Пример 8. Берут порошок штатного окислителя ракетных топлив перхлората аммония и смешивают его с порошком промышленного алюминия марки АСД-4 в разных пропорциях: 5% 7% 10% и далее. Из смесей прессуют таблетки и сжигают их под давлением азота 40 атм. На фиг.8, кривая 1, представлена зависимость скорости горения смеси от процентного содержания АСД-4. Видно, что в диапазоне 5-20% -ного содержания металла в смеси уровень скоростей горения 6-8 мм/с, затем она снижается и при 40% металла смесь не горит. Это типичный случай: все пиротехнические смеси с большим избытком металла выше стехиометрического соотношения компонентов не воспламеняются и к горению неспособны.

В смесях перхлората аммония с активированным алюминием при содержании последнего выше 40% скорость горения резко возрастает и достигает 160 мм/с. При содержании 60% металла в смеси (кривая 2). Скорость горения остается высокой (85-90 мм/с) при содержании металла 80% а процесс перемещения тепловой волны наблюдается при 95% и 100% металла, но это уже не горение алюминия, а процесс выделения запасенной в частицах порошка энергии.

Пример 9. Берут порошок перхлората калия и смешивают его с порошком алюминия марки АСД-4. Результаты экспериментов представлены на фиг.9, кривая 1, из которого видно, что смесь, содержащая 20% металла, горит со скоростью около 20 мм/с. Скорость горения смеси 50:50% около 70 мм, при содержании металла выше 60% горение прекращается.

Скорость горения смеси перхлората калия с 20% активированного ультрадисперсного алюминия 180 мм/с и, как в примере 4,

процесс не затухает при содержании 80% 90% 100% металла в таблетке.

Пример 10. Берут порошок нитрата калия и смешивают его с порошком алюминия марки АСД-4. Результаты экспериментов представлены на фиг.10, кривая 1, из которого видно, что в интервале содержания металла 20-50% скорость горения образцов ниже 10 мм/с, а при содержании металла более 60% горение прекращается.

Аналогичные смеси с активированным ультрадисперсным порошком алюминия при содержании 60% металла имеют скорость горения выше 800 мм/с (фиг.10, кривая 2).

Таким образом, использование порошков ультрадисперсного активированного алюминия в пиротехнических составах в десятки раз повышает скорость горения

последних и кардинально меняет сам механизм горения за счет выделения запасенной в частицах энергии.

Активированные предлагаемым способом порошки могут быть использованы в порошковой металлургии, в производстве металлокерамик и композиционных материалов, для металлизации поверхностей, для создания особо низкотемпературных припоев для пайки в радиоэлектронике и в пиротехнике.

Формула изобретения:

Способ активации металлических порошков, полученных электрическим взрывом проволоки, отличающийся тем, что порошки дополнительно выдерживают в органических растворителях в течение 5 24 ч.

20

25

30

35

40

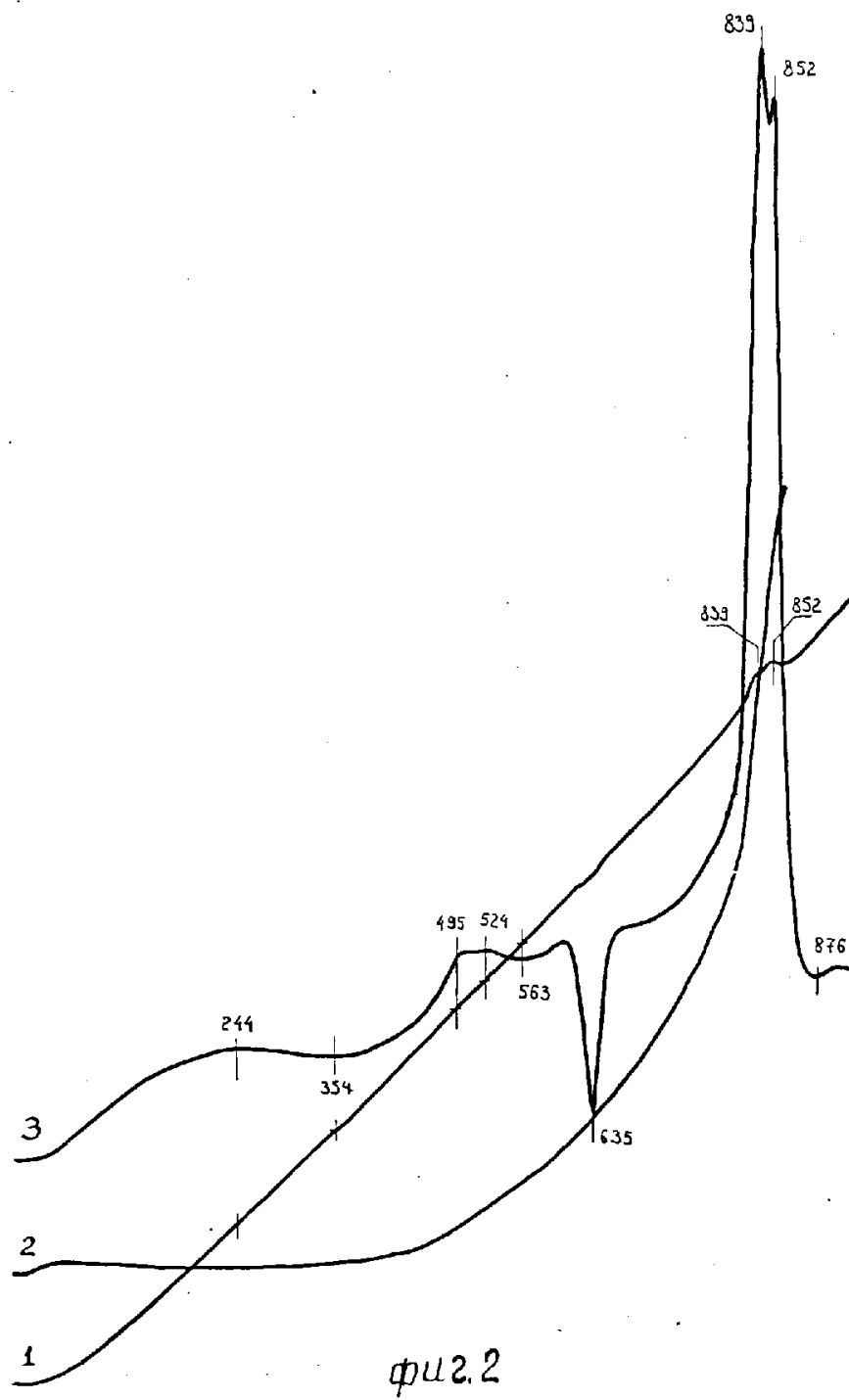
45

50

55

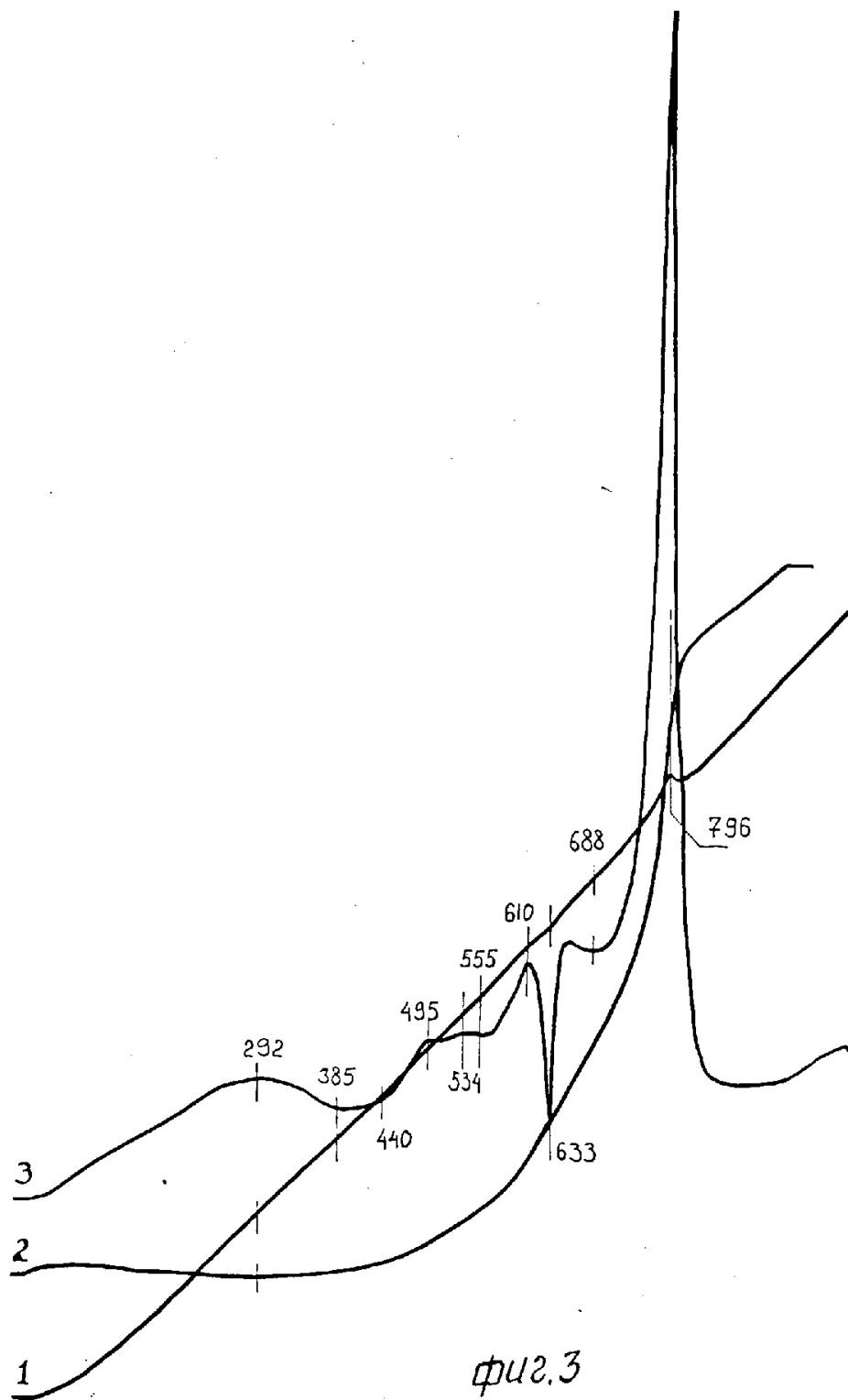
60

RU 2086355 C1



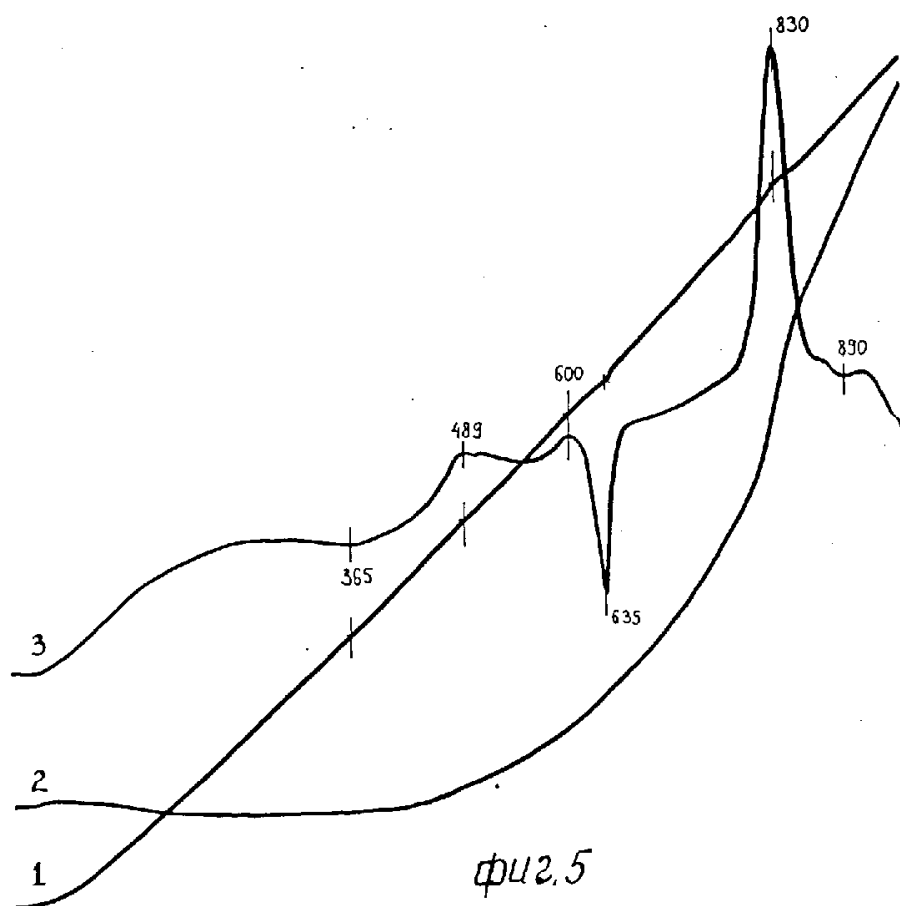
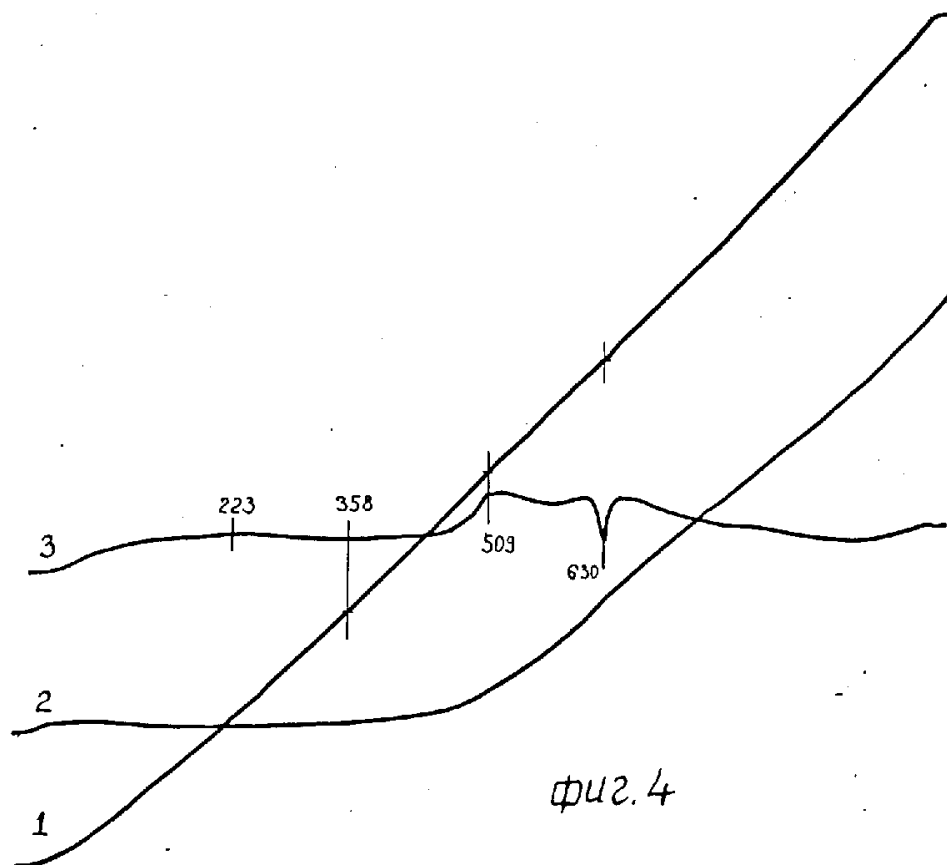
RU 2086355 C1

RU 2086355 C1



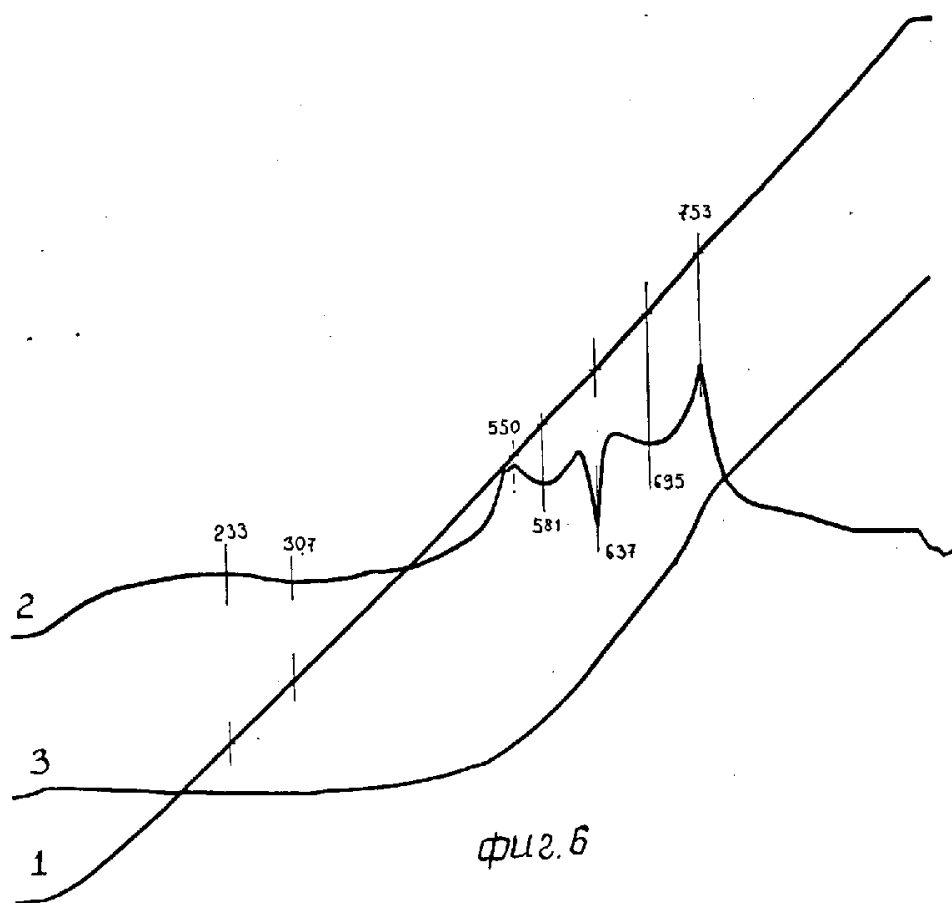
RU 2086355 C1

RU 2086355 C1



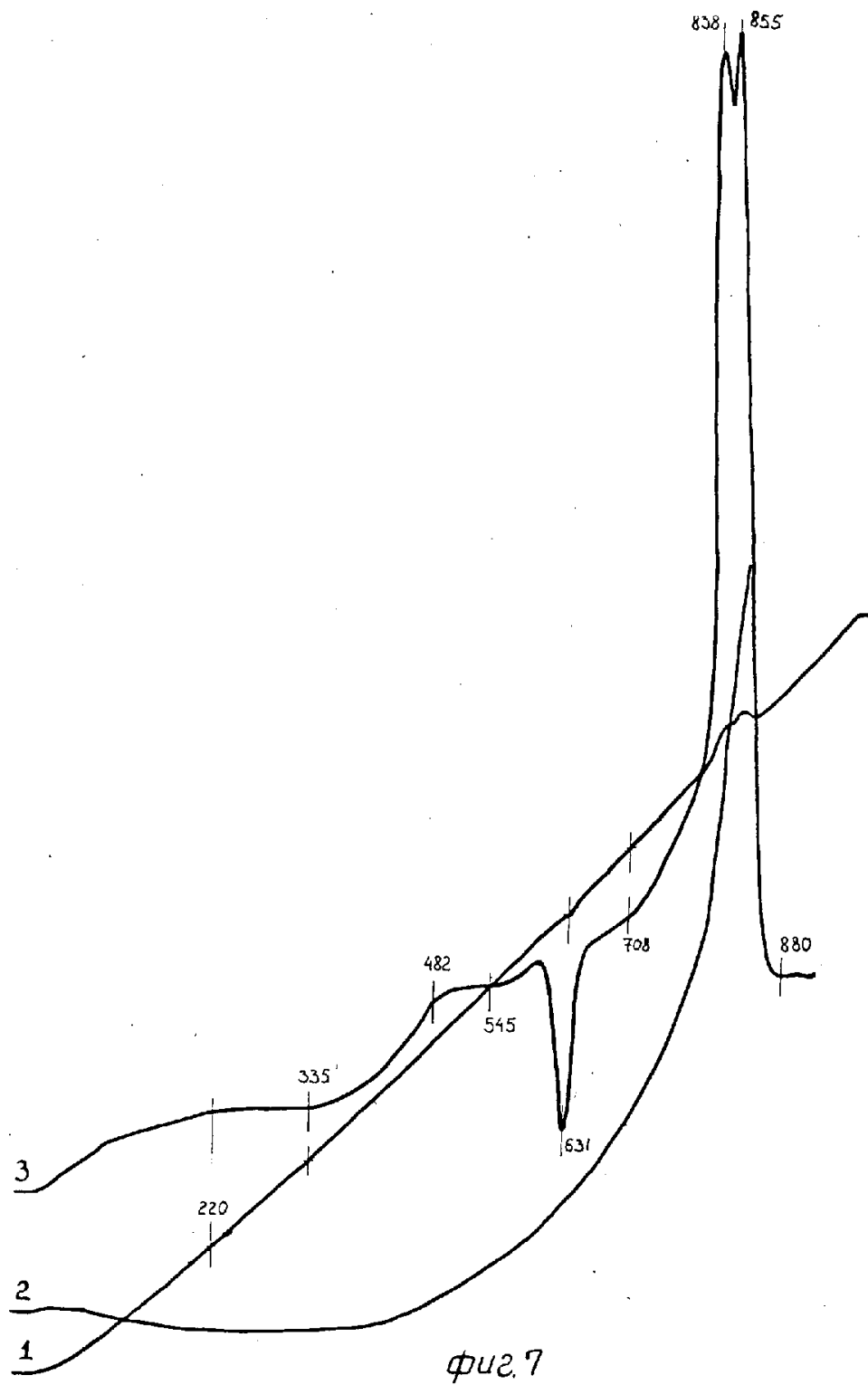
RU 2086355 C1

RU 2086355 C1

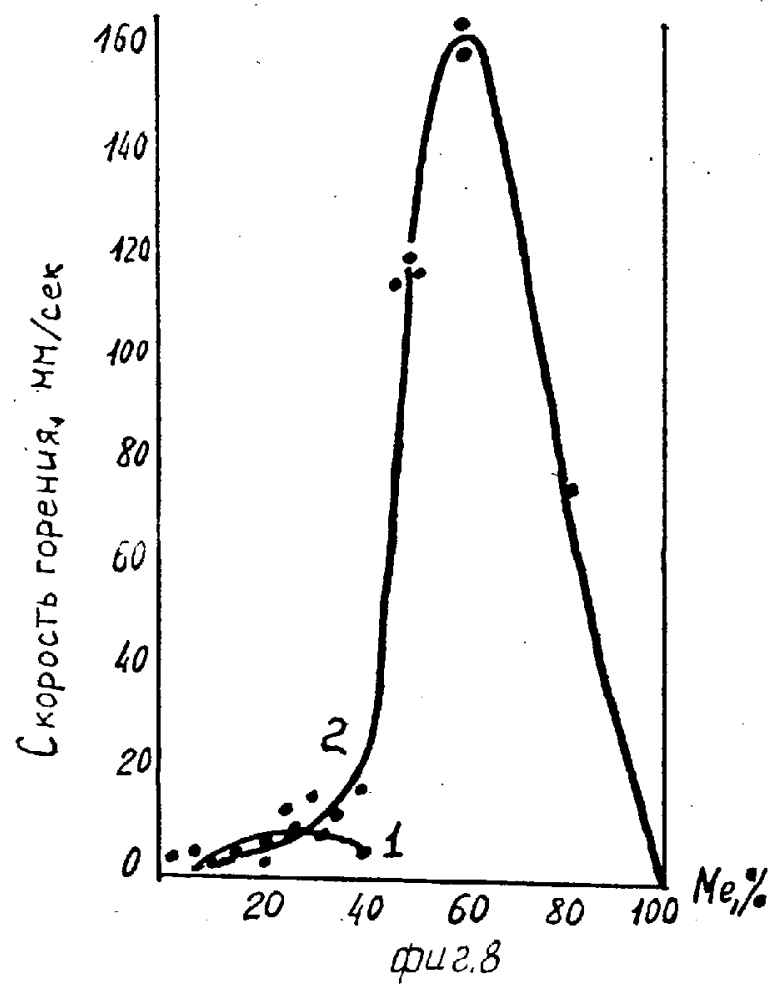


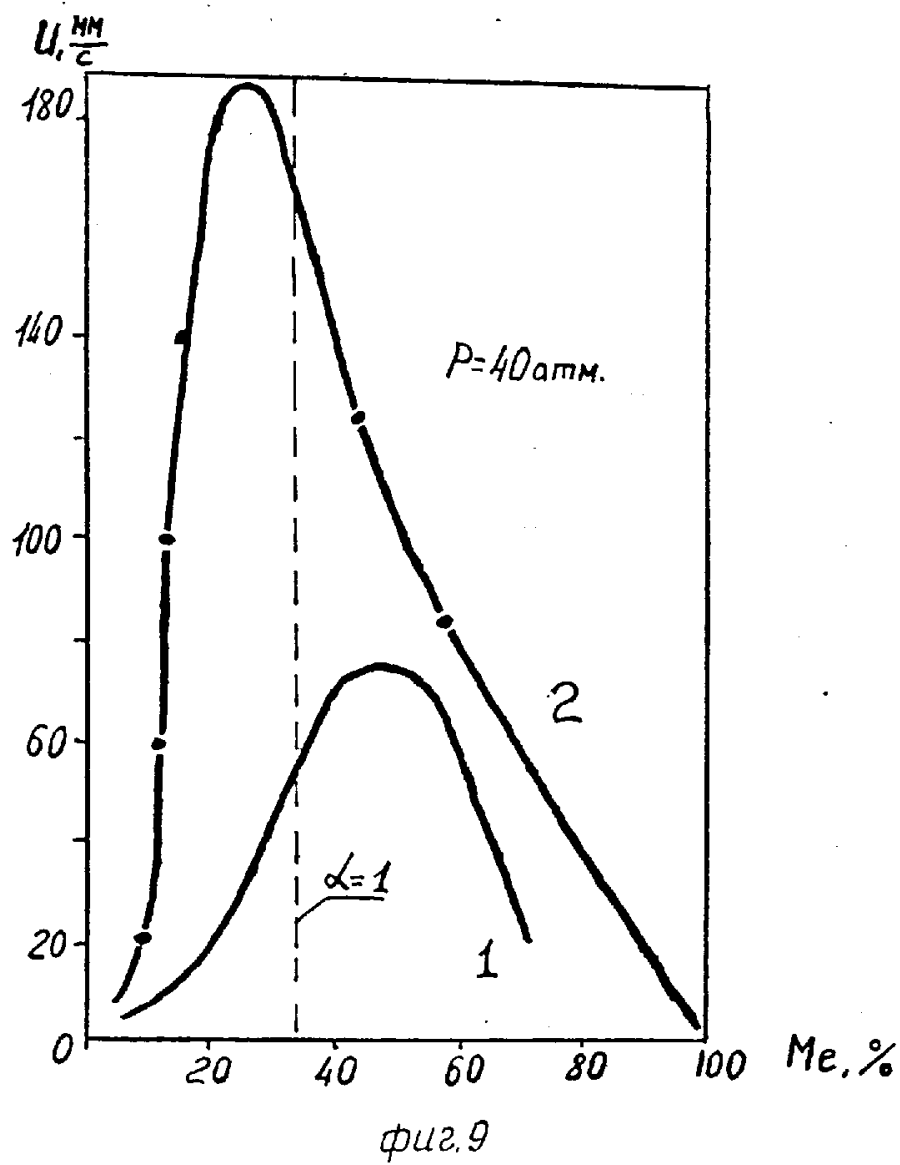
RU 2086355 C1

RU 2086355 C1

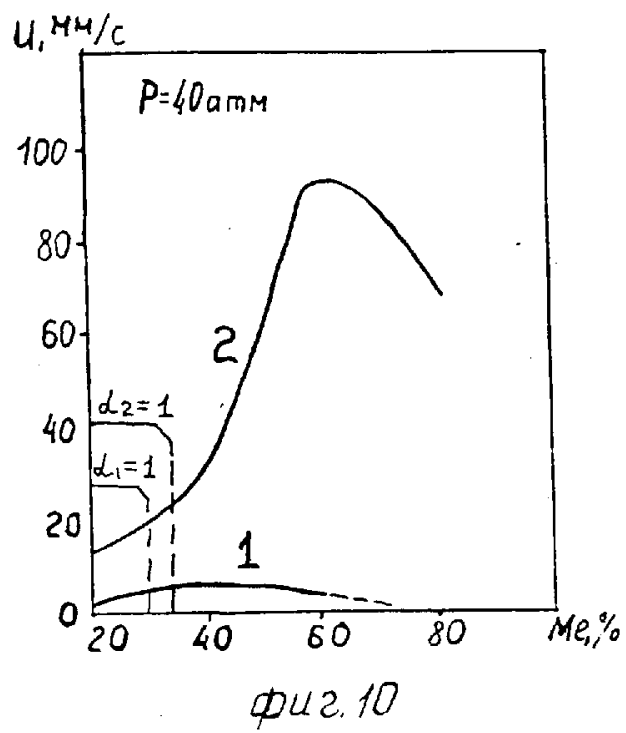


RU 2086355 C1





RU 2086355 C1



RU 2086355 C1