



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **128244** (13) **U**

(51) МПК (2018.01)

C30B 7/08 (2006.01)

C01B 17/20 (2006.01)

C01B 19/04 (2006.01)

C01G 11/00

МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**(21) Номер заявки: **u 2018 02847**(22) Дата подання заявки: **21.03.2018**(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **10.09.2018**(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **10.09.2018, Бюл.№ 17**

(72) Винахідник(и):

**Дремлюженко Ксенія Сергіївна (UA),
Капуш Ольга Анатоліївна (UA),
Борук Олена Сергіївна (UA),
Борук Сергій Дмитрович (UA),
Дремлюженко Сергій Григорович (UA),
Будзуляк Сергій Іванович (UA),
Корбутяк Дмитро Васильович (UA),
Демчина Любомир Андрійович (UA),
Єрмаков Валерій Миколайович (UA),
Косінов Олександр Генріхович (UA),
Кульчицький Богдан Несторович (UA),
Кладько Василь Петрович (UA),
Гудименко Олександр Йосипович (UA)**

(73) Власник(и):

**ІНСТИТУТ ФІЗИКИ НАПІВПРОВІДНИКІВ
ІМ. В.Є. ЛАШКАРЬОВА НАЦІОНАЛЬНОЇ
АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ,
просп. Науки, 41, м. Київ-28, 03028 (UA)**

(74) Представник:

Солнцев В'ячеслав Сергійович**(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ВИСОКОДИСПЕРСНИХ ПОРОШКІВ НЕОРГАНІЧНИХ МАТЕРІАЛІВ**

(57) Реферат:

Спосіб отримання високодисперсних порошків неорганічних матеріалів електродуговим розрядом під дією постійної напруги між катодом та анодом з необхідного матеріалу. Розряд здійснюють при прикладанні постійної напруги 30-50 В впродовж 29-32 с і відстанню між електродами 1-1,5 мм один від одного, які занурюють в 0,01-0,02 % розчин тіогліколевої кислоти.

UA 128244 U

Корисна модель належить до порошкової металургії та мікро- і оптоелектроніки, а саме до процесів отримання високодисперсних порошків металів та напівпровідникових сполук за допомогою електрохімічного методу, і може бути використана при розробці нових композиційних матеріалів на основі кадмію, телуру та кадмій телуриду, а також при створенні малоінерційних ефективних оптоелектронних приладів для наноелектроніки та при виготовленні люмінофорів, оптичних і люмінесцентних біологічних сенсорів.

Унікальні властивості високодисперсних і нанорозмірних систем зумовили їх широке застосування в ряді галузей науки і техніки. При переході розмірів частинок в наномасштаби починають проявлятися квантоворозмірні ефекти, не характерні для об'ємних зразків. Проте головною проблемою нанохімії залишається розробка методів отримання монодисперсних систем стабільних в умовах експлуатації приладів на їх основі. В даний час інтенсивно проводяться дослідження з синтезу і вивчення властивостей різних класів наночастинок і наноструктурованих композитів.

Нанопорошки - невід'ємний елемент успішного розвитку і конкурентоспроможності багатьох галузей, від наноелектроніки до медицини. Нанопорошки можуть замінити платину в каталізі, на їх основі можна отримати більш яскраві кольори на дисплеях та ін.

При переході від крупнокристалічних до нанокристалічних структур змінюються їх властивості: електричні (робота виходу електронів, електричний опір), магнітні, механічні (твердість, щільність), оптичні (зміна електромагнітних спектрів випромінювання, поглинання і розсіяння), хімічні (зниження температур реакцій), каталітичні та ін. Отримання порошків з регульованою дисперсністю представляє великий інтерес, тому що дозволяє в широкому діапазоні регулювати властивості матеріалів різного функціонального призначення на їх основі.

Наноструктурні стани в порошках металів та напівпровідників дозволяють істотно прискорювати і інтенсифікувати технологічні процеси консолідації порошкових тіл, знижувати температури спікання, сплавоутворення та синтезу нових сполук. При обробці тиском заготовок з порошків сплавів, отриманих методом солідифікації при швидкому охолодженні, реалізуються ефекти надпластичності, що дозволяють знизити температуру прокатки або екструзії і зменшити навантаження на інструмент. Механічна активація дозволяє здійснювати механохімічний синтез сполук за рахунок екзотермічної реакції без додаткового підігріву.

Зацікавленість до вивчення напівпровідникових наночастинок халькогенідів металів обумовлений різко вираженою відмінністю їх оптичних властивостей від властивостей об'ємного матеріалу, зокрема залежністю їх спектрів поглинання та люмінесценції від розмірів.

Відомий спосіб отримання високодисперсних порошків металів, заснований на подачі на електроди електричних імпульсів і створення примусової вібрації розрядної камери уздовж вектора сили її тяжіння, при цьому вібрація розрядної камери створюється в трьох взаємно перпендикулярних напрямках [1].

Недоліками цього способу є його складність, великі енерговитрати на вібрацію, а також низька продуктивність і дуже мала частка високодисперсних частинок у порошку, що зумовлено неефективною вібрацією гранул. Причиною неефективної вібрації гранул є установка вібраторів безпосередньо на двох суміжних стінках розрядної камери і на її днище. Це призводить до придушення вищих гармонік вібрації і зміщення спектра частот в найбільш неефективну низькочастотну область. З цієї причини, по мірі зменшення розмірів гранул при їх диспергуванні, відбувається погіршення умов диспергування, і, як наслідок, знижується якість порошку з причини широкого розподілу одержуваних часток за розмірами і великої долі частинок великого розміру.

Відомий спосіб отримання металевого порошку електродуговим розрядом між катодом і анодом з необхідного металу в потоці інертного газу (аналог) [2]. У даному способі величина струму (260 А) достатня для плавлення і диспергування металу. Щільність струму складає близько 100 А/мм², і утворюються великі частки.

Відомий спосіб отримання високодисперсних порошків металів шляхом електроерозійного диспергування металів у середовищі робочої рідини (води) в реакторі, виготовленому у вигляді тіла обертання, з можливістю обертання навколо горизонтальної осі (аналог) [3]. Недоліком цього способу є його складність, низька продуктивність і широка крива розподілу часток порошку за розмірами.

Найбільш близьким до запропонованої корисної моделі є патент США (прототип) [4], в якому отримують металеві порошки в потоці інертного газу за допомогою електродугового розряду між двома електродами діаметром 0,65-2,54 мм під дією напруги 15-42 В, але і в цьому способі утворюється порошок з широким розкидом за розмірами, а сама установка є досить складною та високовартісною у реалізації, вимагає наявності балонів з інертним газом, насосів для їх нагнітання, а також проведення додаткових операцій для його охолодження.

Таким чином ні один з розглянутих способів не може повністю вирішити такі проблеми при виробництві нанопорошків, як можливість отримання високочистих порошків заданої форми та розміру, а також великих витрат виробництва та складності обладнання, що використовується.

Задачею корисної моделі є виготовлення порошкового матеріалу, що має менші, ніж у прототипі розміри частинок і при цьому зберігає високу чистоту вихідних неорганічних матеріалів, необхідну для використання в порошковій металургії та при розробці нових композиційних матеріалів на основі кадмію, телуру та кадмій телуриду і створенні малоінерційних ефективних оптоелектронних приладів для наноелектроніки та при виготовленні люмінофорів, оптичних і люмінесцентних біологічних сенсорів.

Вказана задача вирішується завдяки тому, що вискодисперсні порошки неорганічних матеріалів отримують електродуговим розрядом під дією постійної напруги між катодом та анодом з необхідного матеріалу, який відрізняється тим, що розряд здійснюють при прикладанні постійної напруги 30-50 В впродовж 29-32 с і відстанню між електродами 1-1,5 мм один від одного, які занурюють в 0,01-0,02 % розчин тіогліколевої кислоти.

Приклад конкретного виконання

Формування мікро- та нанокристалів речовин проводять в установці для отримання вискодисперсних систем, яка складається з джерела струму та двох електродів занурених у 0,015 % водний розчин стабілізатора (тіогліколевої кислоти) на відстань 1,3 мм один від одного, на які подається напруга постійного струму 40 В. При виготовленні електродів використовували напівпровідникові матеріали високої чистоти (кадмій КД0000, телур марки ТВ4 зонноочищений, кадмій телурид вирощений методом Бріджмена з високочистих матеріалів). Як середовище для створення дисперсних порошків електрохімічним руйнуванням анода електродуговим розрядом використовували 0,015 % водний розчин стабілізатора - тіогліколевої кислоти ($\text{HS-CH}_2\text{-COOH}$).

Наші дослідження показали, що при різниці потенціалів 40 В на відстані 1-1,5 мм виникає електрична дуга. Після 29 секунд процесу пропускання струму на аноді візуально спостерігаються сліди електроерозійного руйнування. У випадку використання кадмієвих електродів спостерігається опалесценція розчину, в системах телур (катод) - кадмій (анод); кадмій (катод) - телур (анод); телур (катод) - телур (анод) змінюється колір розчину на жовто-коричневий.

Наявність наночастинок в одержаних системах можна довести за допомогою ефекту Тіндалля, який полягає у світінні оптичнонеоднорідного середовища внаслідок розсіювання світла, яке через нього проходить. Спостерігається у вигляді світлого конуса на темному фоні (конус Тіндалля) при розгляданні дисперсної системи під кутом 90° до напрямку проходження через неї сфокусованого пучка світла.

Проведені спектральні дослідження одержаних систем також підтвердили утворення більш вискодисперсних, ніж у прототипі, частинок у всіх досліджуваних системах. В спектрах поглинання отриманих дисперсних систем спостерігається смуга поглинання в області довжин хвилі 230-260 нм. Це свідчить про те, що в даних системах присутні вискодисперсні частинки.

На кресленні представлені дифрактограми диспергованих зразків систем K:Cd A:Te(a), K:Te A:Cd(b), K, A:CdTe(v). Рентгенофазовий аналіз показав, що отримані в окремих випадках порошки існують в двох поліморфних модифікаціях. Особливістю дифрактограми від зразка отриманого при використанні як електродів металевого кадмію (креслення а) є відсутність дифракційних піків. Наявність 2-х дифузних гало однозначно свідчить про наявність областей когерентного розсіювання з розмірами не більше 1 нм, тобто про утворення вискодисперсних порошків. При використанні як анода елементарного телуру хімічні реакції не відбуваються, а відбувається розпорошення анода (креслення б). У разі коли обидва електроди були виготовлені з кадмій телуриду в дисперсній фазі присутні дві поліморфні модифікації кадмій телуриду - тетрагональна і кубічна (креслення в).

За даними рентгеноструктурного аналізу по дифрактограмі можна стверджувати, що запропонованим нами методом електродугового розряду можна отримати вискодисперсні системи як на основі металів (кадмій, телур), так і на основі напівпровідникових матеріалів (кадмій телурид). Матеріал катода практично не відіграє ролі.

Тому запропонований спосіб, на відміну від прототипу, дозволяє отримувати вискодисперсні порошки неорганічних матеріалів менших розмірів і є набагато простішим та дешевшим.

Запропонований спосіб, на відміну від прототипу, дає змогу виготовляти та забезпечувати порошкову металургію вискодисперсним матеріалом, що має менші, ніж у прототипі розміри частинок, зберігає високу чистоту вихідного матеріалу, є набагато простішим та дешевшим і може знайти практичне застосування при розробці нових композиційних матеріалів на основі кадмію, телуру та кадмій телуриду, а також при створенні малоінерційних ефективних

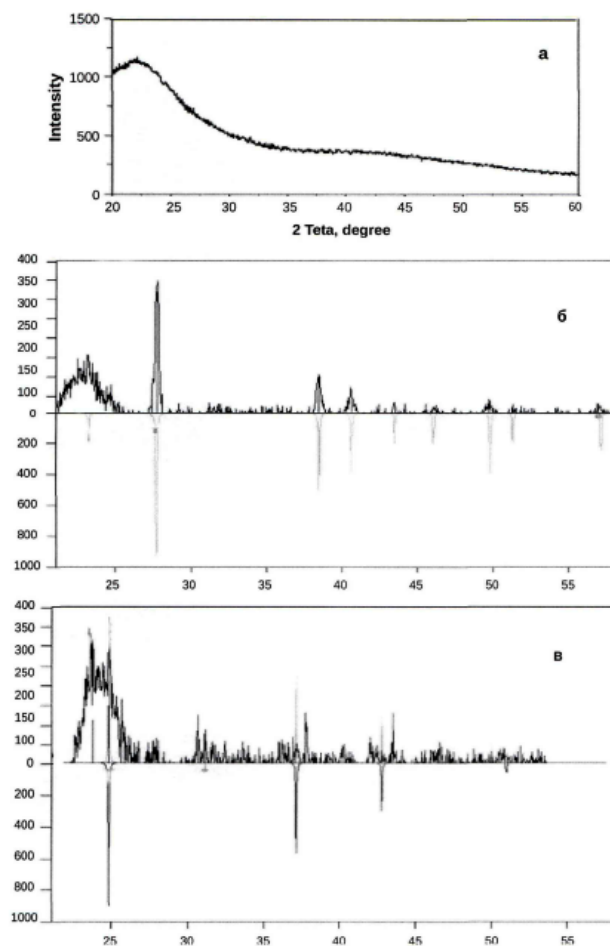
оптоелектронних приладів для наноелектроніки та при виготовленні люмінофорів, оптичних і люмінесцентних біологічних сенсорів.

Джерела інформації:

1. Спосіб отримання ультрадисперсного порошку / Щерба А.А., Нікітенко Ю.С., Захарченко С.М., Лопатько К.Г., Афтандіянц Є.Г. // Патент на корисну модель № 45509, 10.11.2009, бюл. №21.
2. Apparatus for the preparation of metal powder / Erwin A Lezberg, Albert M Lord //патент США 2795819, 3.08.1954.
3. Установка для электроерозийного диспергування / Мірошніченко О.В., Каплуненко В.Г., Монастирьов М.К. / Патент на корисну модель № 2516, Опубліковано 17.05.2004, бюл. № 5.
4. Method for making metal powders / Zbigniew Zurecki, Kerry B. Berger, Robert B. Swan // патент США US07770060, 30.09.1991.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 15 Спосіб отримання високодисперсних порошків неорганічних матеріалів, який виконують електродуговим розрядом під дією постійної напруги між катодом та анодом з необхідного матеріалу, який **відрізняється** тим, що розряд здійснюють при прикладанні постійної напруги 30-50 В впродовж 29-32 с і відстанню між електродами 1-1,5 мм один від одного, які занурюють
- 20 в 0,01-0,02 % розчин тіогліколевої кислоти.



Комп'ютерна верстка С. Чулій

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

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