

04;05;12

## Получение высокодисперсных металлических порошков методом электрического взрыва в азоте пониженного давления

© В.С. Седой, В.В. Валевиц

Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск  
Томский государственный университет  
систем управления и радиоэлектроники

Поступило в Редакцию 7 апреля 1999 г.

Для получения высокодисперсных порошков чистых металлов в качестве окружающей среды предлагается использовать азот, который при пониженном давлении химически инертен и имеет по сравнению с благородными газами более высокую электрическую прочность. Понижение плотности газа уменьшает размер частиц порошка чистого металла до нанометрового диапазона.

1. Метод электрического взрыва проволочек позволяет получать порошки различных металлов. Их дисперсность и свойства зависят от многих факторов, наиболее значимыми из которых являются плотность введенной в вещество проволочки энергии [1,2], плотность окружающего газа [3–5] и его химическая активность [2,4,6]. Традиционно для получения порошков чистого металла взрыв осуществляют в благородных газах (Ar, Xe) [3] при повышенном давлении. В настоящей работе предлагается использовать электрический взрыв в азоте при пониженном давлении. Энергия активации образования нитридов достаточно велика, и азот может проявлять свойства инертного газа.

2. Исследовались получение и некоторые характеристики порошков алюминия, меди, кобальта, индия. При наработке образцов контролировались параметры разрядного LC-контура и ток, по которым определялась плотность введенной в вещество энергии  $w$ . Режим электрического взрыва был близок к согласованному, когда практически вся первоначально запасенная в емкости  $C$  энергия выделяется в проволочке. В каждом случае давление  $P$  газа (Ar, Xe, N<sub>2</sub>) устанавливалось минимально возможным (или несколько выше), чтобы взрыв осуществлялся с

паузой тока [7]. В этих условиях проволочка не шунтируется рязрядом в окружающей среде.

Для анализа образцов использовались следующие методы и приборы. Методом низкотемпературной адсорбции азота определялась площадь  $S$  удельной поверхности порошка. Фазовый анализ образцов проводился на рентгеновском аппарате ДРОН-УМ1. Количественное содержание связанного азота определялось также разложением образцов в кипящей серной кислоте методом Кьельдаля и в кипящей концентрированной щелочи.

Использовался дифференциальный термический анализ окисления порошков на воздухе для сравнения их химической активности. При этом анализе сопоставлялись значения температуры  $T$  начала интенсивного окисления и значения прироста массы  $\Delta m$  при окислении. Результаты приведены в табл. 1 и 2.

**Таблица 1.** Результаты анализа медных порошков

№ п/п	$w/w_s$	$E$ , kV/cm	$\tau$ , $10^{-6}$ s	Газ	$P$ , mm Hg	$S$ , $m^2/g$	$T$ , $^{\circ}C$	$\Delta m$ , %
1	0.8	1.2	1.9	N <sub>2</sub>	30	3.7	120	21
2	0.8	1.2	1.9	Ar	450	2.2	130	22
3	1.0	0.9	3.0	N <sub>2</sub>	120	8.9	188	11
4	1.0	0.9	3.0	Ar + He	225 + 435	6.2	111	13
5	1.0	0.9	3.0	Xe + He	225 + 165	5.8	159	12

**Таблица 2.** Результаты анализа алюминиевых порошков

№ п/п	$w/w_s$	$E$ , kV/cm	$\tau$ , $10^{-6}$ s	Газ	$P$ , mm Hg	$S$ , $m^2/g$	$T$ , $^{\circ}C$	$\Delta m$ , %
1	0.75	1.0	1.8	N <sub>2</sub>	105	22	289	5.2
2	0.75	1.0	1.8	Ar	510	18	355	9.4
3	0.75	1.0	1.8	Xe	330	9.3	375	13.3
4	1.0	1.4	1.8	N <sub>2</sub>	150	24	350	18.0
5	1.0	1.4	1.8	Ar + He	100 + 466	—	293	14.8
6	1.0	1.4	1.8	Xe	450	16.1	293	5.2

3. Эксперименты показали, что молекулярный азот при пониженном давлении химически инертен. Нитриды в порошках исследованных металлов обнаружены не были. Это подтверждают как химические, так и рентгеновские методы анализов. Химические анализы показывают, что при взрыве в азоте алюминия, считающегося легко образующим нитриды металлом [8], заметное (более 2% mass) количество AlN синтезируется при давлении, превышающем 350 mm Hg. Энергия диссоциации молекулы азота (53.7 kJ/mol) намного превосходит энергию сублимации металла  $w_s$ , которая для алюминия составляет 18.8 kJ/mol и близка к плотности энергии, предварительно запасенной в электрическом контуре. Синтез нитрида требует дополнительной активации. Существенную роль также могут играть нарушение стехиометрического содержания азота в зоне реакции при понижении давления и кратковременность процесса.

Сравнение представленных в таблицах результатов дает следующие основные закономерности.

Азот обладает наиболее высокой электрической прочностью, затем следуют ксенон и аргон, что на качественном уровне вполне соответствует известным кривым Пашена в их правой области. Промежуток с азотом выдерживает то же напряжение при более низком давлении. В данном случае давление зависит не только от напряженности электрического поля и рода окружающего газа, но и от вещества проволоочки, количества выделившейся энергии в ней и времени воздействия напряжения. Для оценки последнего в табл. 1 и 2 приведены значения характерных времен  $\tau = (LC)^{0.5}$ .

Дисперсность порошка увеличивается с ростом плотности введенной энергии. При прочих равных условиях повышение плотности введенной энергии осуществляется за счет повышения напряженности электрического поля вдоль проволоочки, и это требует увеличения электрической прочности окружающего газа — повышения давления. С увеличением давления окружающего газа дисперсность порошка уменьшается. Тем не менее увеличение дисперсности с ростом плотности введенной энергии остается заметным. Поскольку размер частиц зависит от плотности окружающего газа, то при одинаковой плотности введенной энергии наиболее высокую дисперсность имеют порошки, полученные в азоте.

Дифференциальный термический анализ окисления порошков, полученных в различных газах, позволяет сопоставить активность образцов. Образцы, полученные в азоте при низкой плотности введенной энергии

(№ 1 в табл. 1 и 2), начинают интенсивно окисляться при более низкой температуре, чем образцы, полученные в инертных газах при той же плотности введенной энергии. С другой стороны, в образцах, полученных в азоте при более высокой введенной энергии, наблюдается их пассивация. Особенно сильно это проявляется на алюминиевых порошках (табл. 2), у которых температура начала интенсивного окисления становится выше (289 и 350°С соответственно для № 1 и 4 табл. 2) и увеличивается прирост массы при окислении. Порошки, полученные в азоте, проявляют высокую активность и не требуют дополнительной пассивации.

4. Таким образом, в настоящей работе показано, что перспективным является получение порошков чистого металла в азоте при пониженном давлении. Азот имеет более высокую электрическую прочность и низкую массовую плотность по сравнению с благородными газами, и это позволяет повысить дисперсность порошка. В то же время металлические порошки, полученные в азоте, проявляют достаточно высокую химическую активность в тестовой реакции окисления.

Авторы признательны сотрудникам Института химии нефти СО РАН и Института физики прочности и материаловедения СО РАН за проведение анализов.

Работа проводилась при финансовой поддержке гранта ИГ № 20 СО РАН.

## Список литературы

- [1] Котов Ю.А., Яворский Н.А. // ФиХОМ. 1978. № 6. С. 24–29.
- [2] Валевиц В.В., Седой В.С. // Изв. вузов. Физика. 1998. № 6. С. 70–76.
- [3] Глазунов Г.П., Канцедал В.П., Корниенко Л.А. и др. // Вопросы атомн. науки и техники. Сер. Атомн. материаловедение. 1978. В. 1(1). С. 21–24.
- [4] Sedoi V.S., Valevich V.V., Katz J.D. // Aerosols. 1998. V. 4e. N 2. P. 48–54.
- [5] Jiang W., Yatsui K. // IEEE Transactions on Plasma Sci. 1998. V. 26. N 5. P. 1498–1501.
- [6] Котов Ю.А., Саматов О.М. // Поверхность. 1994. В. 10–11. С. 90–94.
- [7] Азаркевич Е.И., Котов Ю.А., Седой В.С. // ЖТФ. 1975. В. 1. С. 175–177.
- [8] Самсонов Г.В., Кулик О.П., Полищук В.С. // Получение и методы анализа нитридов. Киев: Наук. думка, 1978. 317 с.