

УПРАВЛЕНИЕ ПРОЦЕССОМ СИНТЕЗА НАНОЧАСТИЦ МЕТОДОМ ИСКРОВОГО РАЗРЯДА

Докладчик: Максимов Артем
Дмитриевич

Научный руководитель: к.т.н.
Бекетов И. В.

Российская академия наук
Уральское отделение



Метод искрового разряда



Преимущества метода:

- Высокая удельная поверхность получаемых нанопорошков с низким геометрическим стандартным отклонением ($GSD < 1.3$)
- Возможность синтеза комплексных наночастиц
- Высокая чистота получаемых образцов
- Низкая стоимость и компактность

Ограничения:

- Низкая производительность.
- Высокие затраты энергии

Цели и задачи

Цель:

Проанализировать влияние различных рабочих параметров установки на характер синтезируемых наночастиц и производительность метода

Задачи:

- Провести экспериментальное наблюдение влияния рабочих параметров установки на морфологию наночастиц и массу получаемых нанопорошков за единицу времени.
- Проанализировать энергетические параметры экспериментальной установки и оценить количество энергии затрачиваемое на получение весовой единицы наночастиц.
- Разработать методику анализа характера эрозии электродов под действием искровых разрядов, в целях исследования влияния конфигурации разрядного контура на параметры синтеза.

1 Экспериментальный синтез нанопорошков



2 Исследование энергетических



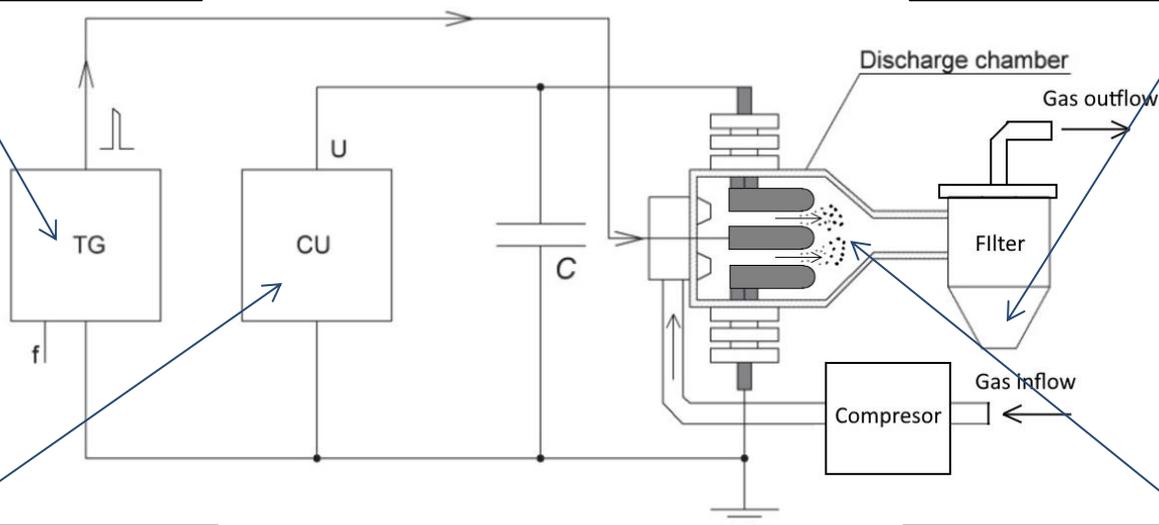
3 Исследование характера эрозии

1 Экспериментальный синтез нанопорошков

Экспериментальная установка

Генератор запускающих импульсов (ГЗИ)

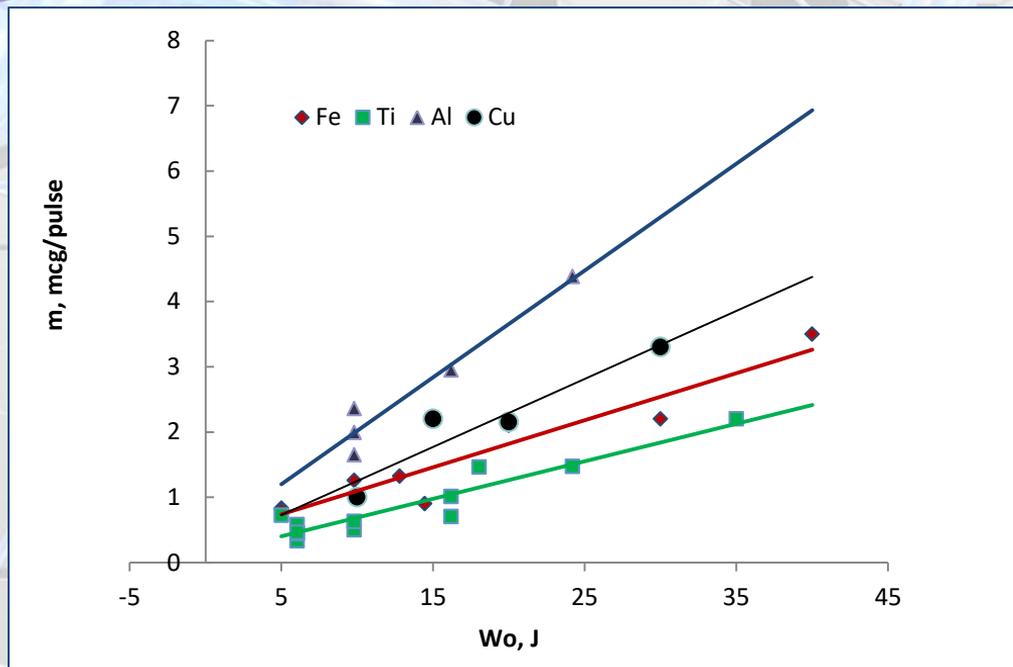
Воздушный фильтр для сбора нанопорошка



Высоковольтный блок питания (ВВБП) ВИП-50

Испарительно - конденсационная камера

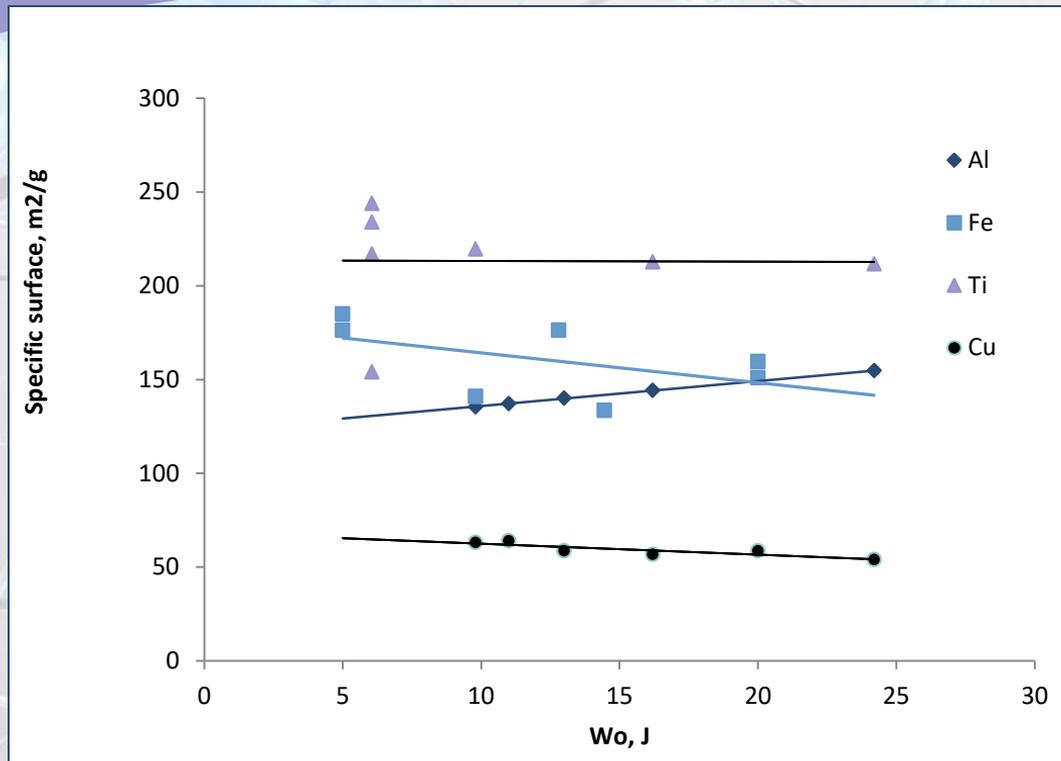
Влияние значения энергии накопителя на производительность установки



Условия получения оксидов металлов

$C = 100$ нФ; длина разрядного промежутка – 3 мм; частота разрядов – 33 Гц. Энергия W_0 изменялась за счет изменения напряжения заряда емкостного накопителя U от 8 до 22 кВ. Среда синтеза – воздух.

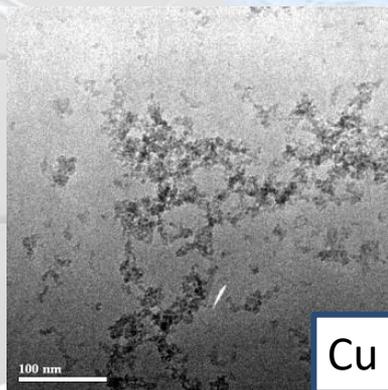
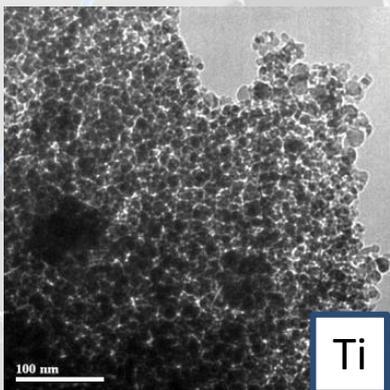
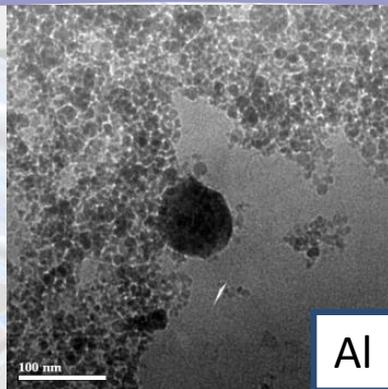
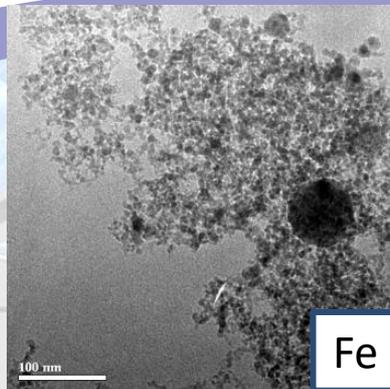
Влияние значения энергии накопителя на удельную поверхность получаемых образцов



Условия получения оксидов металлов

В диапазоне энергий W_0 (5-25 Дж) наибольшей дисперсностью обладают нанопорошки оксида титана. Зависимость дисперсности (удельной поверхности) от энергии W_0 очень слабая. Однако, для оксидов железа, меди и титана увеличение энергии W_0 приводит к небольшому уменьшению удельной поверхности (укрупнению частиц порошка). При получении порошка оксида алюминия получена обратная зависимость.

ТЕМ изображения полученных порошков



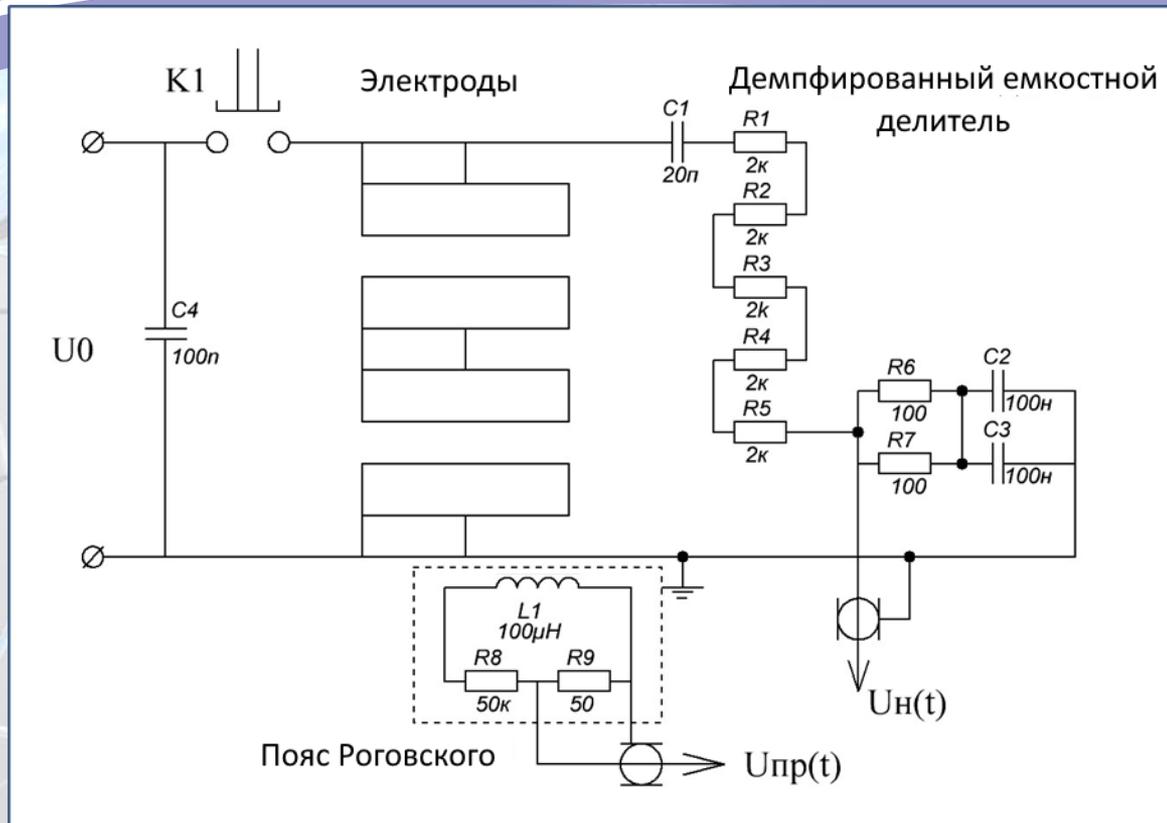
Основные кристаллические фазы образцов. Результаты РФА

Материал электродов	Кристаллическая фаза
Al	$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
Cu	tenorite cub-CuO
Fe	magnetite cub- Fe_3O_4
Ti	Brookite TiO_2

2 Исследование энергетических

Измерения производной тока и напряжения разрядной цепи

10

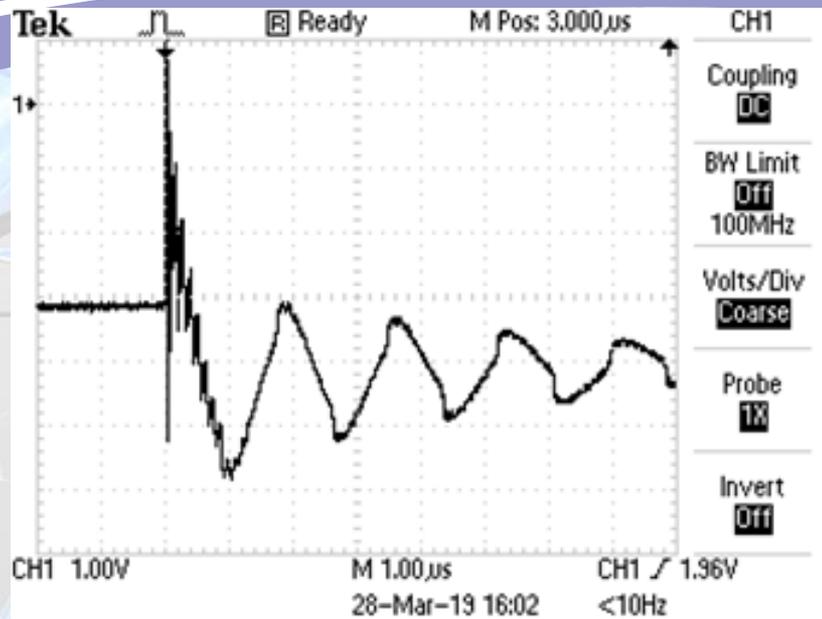


Условия получения осциллограмм производной тока и напряжения на электродах

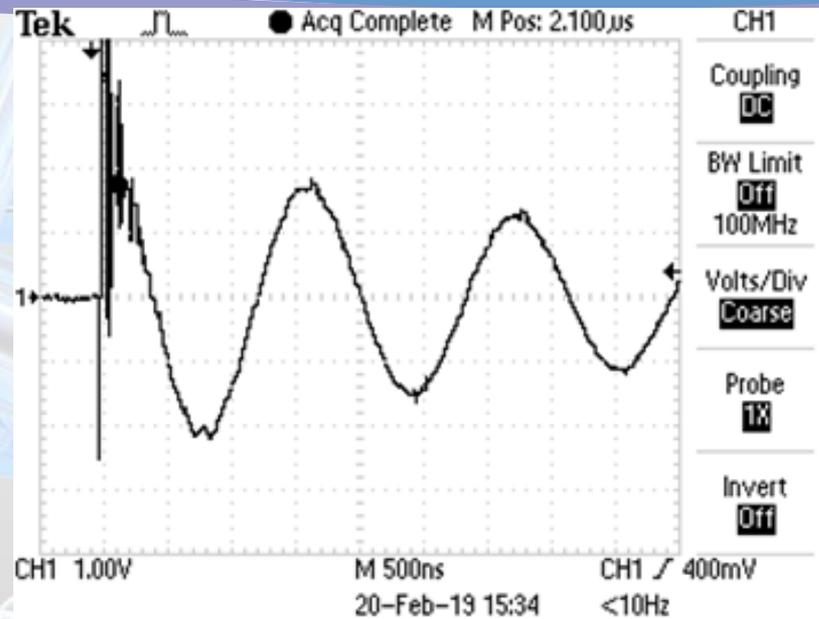
Измерение производной тока и напряжения на электродах проводилось при разных значениях зарядного напряжения конденсатора $C4$, диапазон которого варьировался от 8 до 12 кВ. Суммарное расстояние между электродами составляло 3 мм. Снятие осциллограмм производилось на осциллографе Tektronix 1012

Осциллограммы производной тока и напряжения на электродах

11

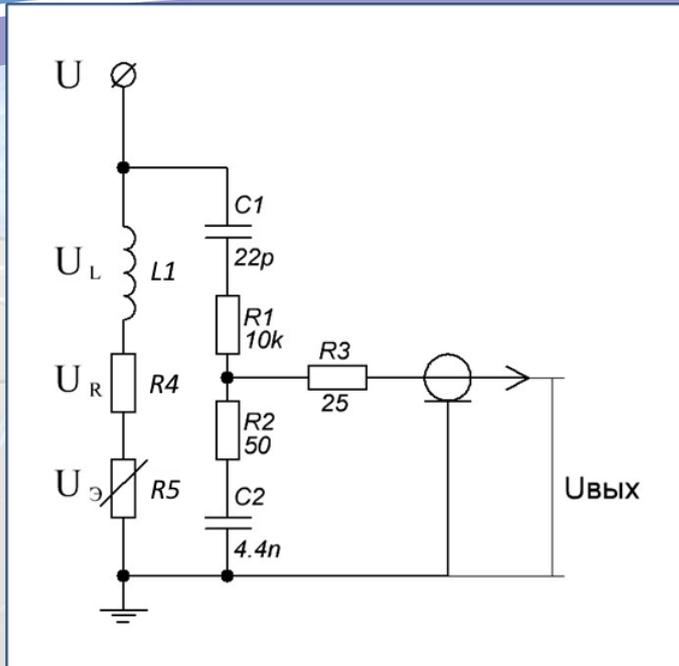


Осциллограмма напряжения на
электродном промежутке



Осциллограмма производной тока

Математическая модель разрядного промежутка



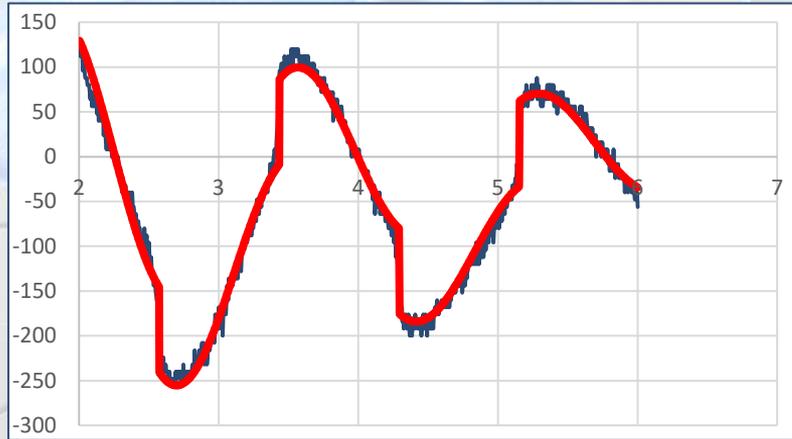
Схематичное представление разрядного промежутка с подключенным демпфированным емкостным делителем

Представление канала разряда как электрическую цепь

Падение напряжения на разрядном канале, условно, можно разделить на три составляющие: индуктивную, активную и приэлектродное падение потенциала. Наибольший интерес представляют последние два составляющие, поскольку от их параметров зависит выделяемое при разряде тепло

$$\begin{aligned}
 KU(t)_{\text{ВЫХ}} &= U_L(t) + U_R(t) + U_{\text{Э}}(t) \\
 &= L \frac{dI}{dt} + RI(t) \\
 &\quad + U_{\text{Э}} \operatorname{sgn}(I)
 \end{aligned}$$

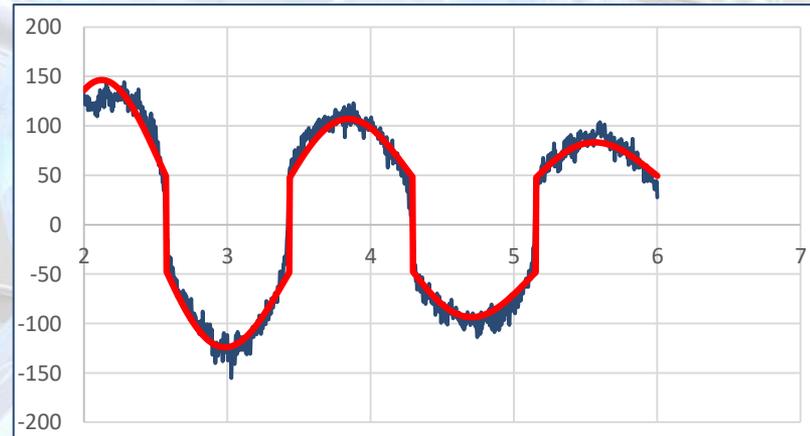
Математическая модель напряжения на электродах разрядного контура



$$KU(t)_{\text{ВЫХ}} = L \frac{dI}{dt} + RI(t) + U_{\text{э}} \text{sgn}(I) + Y_0 + kt$$

$-U_L(t)$

$$KU(t)_{\text{ВЫХ}} = RI(t) + U_{\text{э}} \text{sgn}(I) + Y_0 + kt$$



Вычисление значения энергии в разрядном канале

$$W = \int_0^t U_A(t) I(t) dt = R \int_0^t I^2 dt + U_0 \int_0^t |I| dt$$

Решение первого интеграла:

$$\int_0^{\infty} R_K I^2(t) dt = W_0 = \frac{CU^2}{2} \Rightarrow \int_0^{\infty} I^2(t) dt = \frac{W_0}{R_K}$$

Решение второго интеграла:

$$\int_0^{\infty} R_K I(t) dt = Q = \sum_k Q_k; \quad Q_1 = \int_0^{T/2} I(t) dt = CU_0(1 + D^{1/2}) \quad Q = \sum_k Q_k = \frac{Q_1}{1 - D^{-1/2}} = CU_0 \frac{D^{1/2} + 1}{D^{1/2} - 1}$$

$$W = W_0 \frac{R}{R_K} + CU_0 U_0 \frac{D^{1/2} + 1}{D^{1/2} - 1}$$

Отношение введенной энергии в разряд к начальной

- Емкость накопителя, $C=107$ нФ.
- Сопротивление разрядной цепи, $R_k=0,359$ Ом.
- Сопротивление канала, $R=39,82$ мОм.
- Напряжение зарядки накопителя, $U_0=8$ кВ.
- Напряжение приэлектродного падения потенциала, $U_0=47,25$ В.
- Декремент затухания, $D=1,55$.

$$W_0 = 3,42 \text{ Дж}$$

$$W = 0,75 \text{ Дж}$$



$$\frac{W}{W_0} = 0,22$$

Экспериментальные значения энергии на разрядном промежутке

№	Напряжение U_0 , кВ	Энергия на промежутке W , Дж	Энергия накопителя W_0 , Дж	Соотношен ие энергий W/W_0
1	8	0,51	3,42	0,15
2	10	0,86	5,35	0,16
3	12	1,21	7,7	0,15

3 Исследование характера эрозии

Условия экспериментов

Колебательный разряд



S1 S2 S3 S4

Апериодический разряд (Катод)



S1 S2 S3 S4

Напряжение: 10, 13, 16, 19 кВ

1^я Серия:

Разряд - колебательный.

Пятна наносились на
«заземленный» электрод

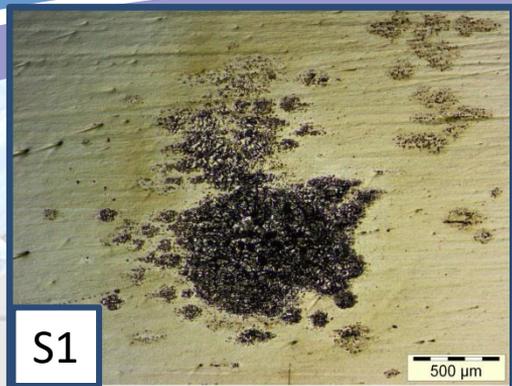
2^я Серия:

Разряд - апериодический.

Пятна наносились как на
катод, так и на анод.

Разрядные пятна колебательного разряда

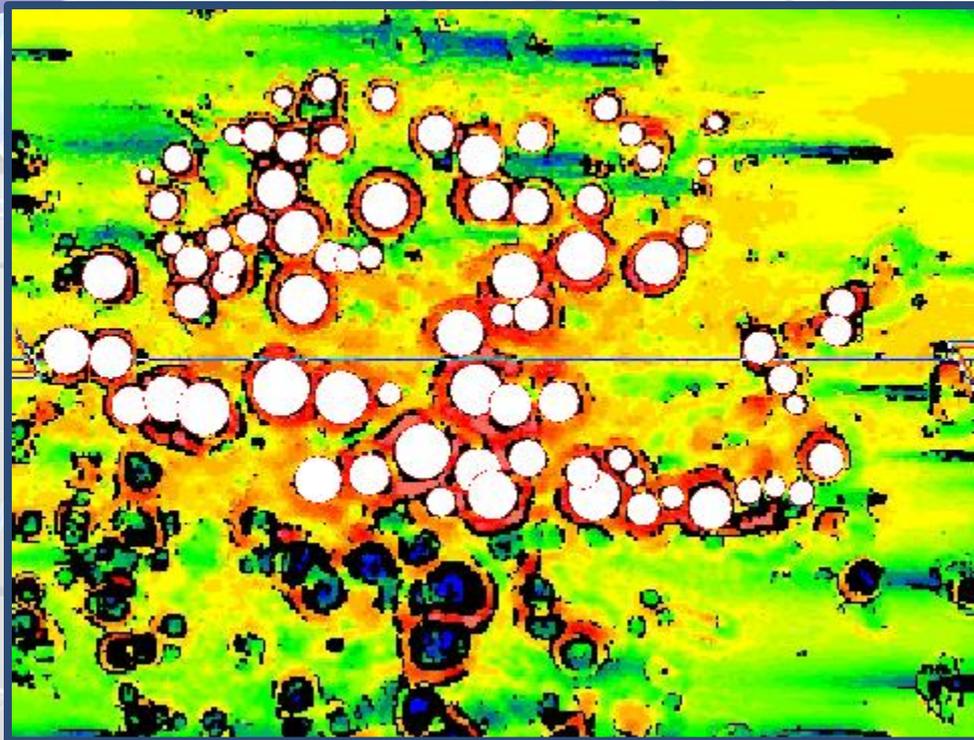
20



Номер пятна	Напряжение разряда, кВ	Площадь пятна, мм ²	Плотность тока, кА/мм ²
S1	10	1.13	3.17
S2	13	1.31	3.56
S3	16	1.75	3.28
S4	19	2.12	3.22

***Изображения получены с помощью оптического микроскопа Olympus BX41M-LED с увеличением x10**

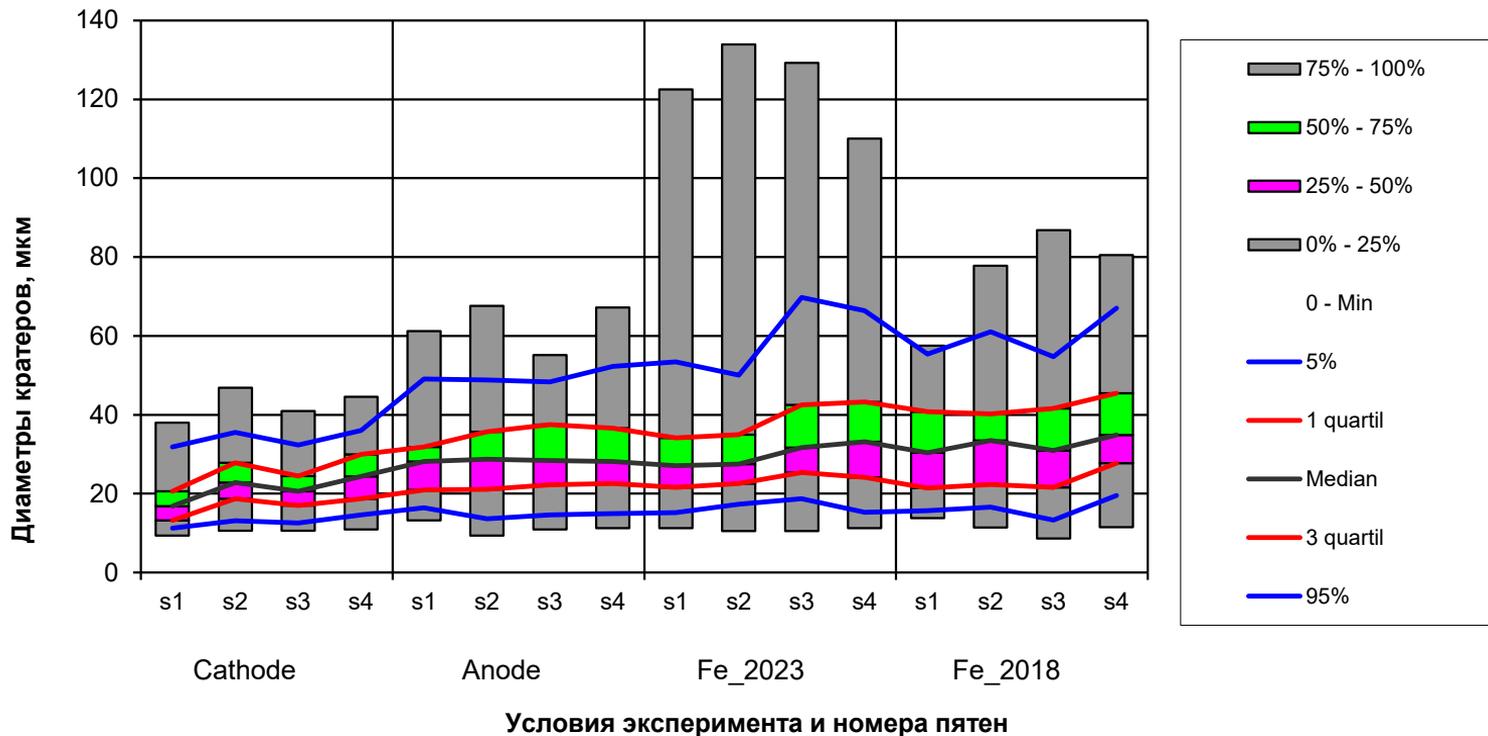
Получение выборок диаметров кратеров по карте рельефа поверхности пятен



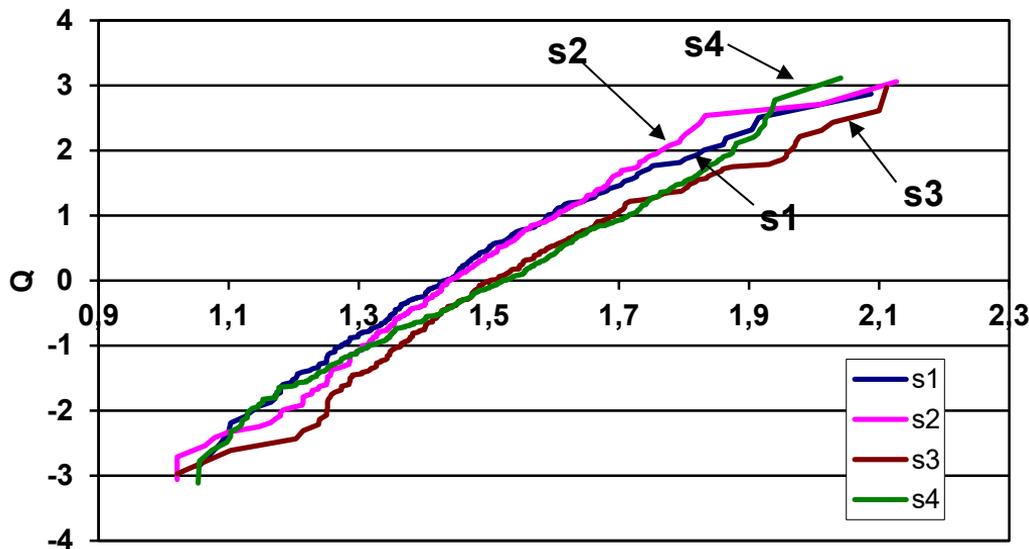
Получение выборок

Карта рельефа поверхности получена в программе MetroPro. Для получения выборки применена программа анализа распределения круглых частиц по снимкам микроскопии. Всего обработано 60 изображений для 12 пятен разрядов. Каждое пятно содержало от 81 до 547 кратеров. Общее число кратеров составило 2250.

Квантильное распределение диаметров кратеров в зависимости от условий экспериментов



Тест на логнормальность распределения диаметров кратеров

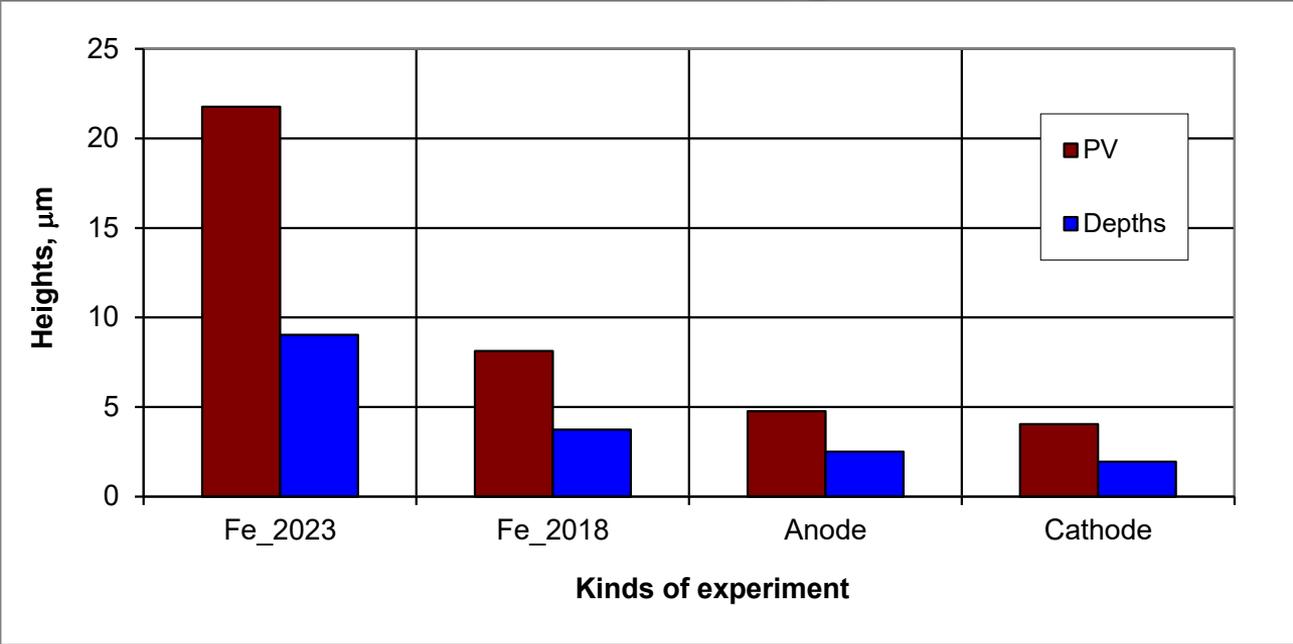


Логарифмы диаметров (мкм) кратеров

График распределения логарифмов диаметров в вероятностных координатах

График распределения логарифмов диаметров по вероятностным координатам демонстрирует нормальное распределение. Кроме того, тесты на нормальность распределения с использованием критериев Колмагорова-Смирнова и Омега квадрат также показывают положительные результаты для большинства изученных пятен. Некоторую погрешность в результат вносят диаметры кратеров, расположенных по краям распределений.

Высотные характеристики пятен



- Средняя разность высот
- Средняя глубина кратеров

- Нарботка образцов при различных рабочих параметров, показала, что выход нанопорошков линейно увеличивается с энергией разряда. Более тугоплавкие металлы, такие как Ti и Fe, дают более низкие выходы, чем Al или Cu. Размеры частиц 5-10 нм, с малым GSD
- Измерения энергетических параметров показали, что только 15-20% энергии накопителя затрачивается в разрядном канале, что является одной из причин ограничивающих производительность. Тем не менее, полученные результаты не отменяют возможность повышения производительности метода, за счет поиска более эффективного решения подвода энергии к разрядному каналу.
- Статистический анализ топографических карт поверхности пятен разрядов показал, что логарифмы диаметров кратеров подчиняются нормальному распределению, что подтвердили тесты по критериям Колмогорова - Смирнова, а также Омега квадрат. Кроме того определено, что диаметры кратеров в значительной степени зависят от режима разряда и полярности электрода, чем от вводимой энергии в разрядный канал.



**Спасибо за
внимание!**

a.d.maksimov1415@gmail.com