

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт _____ физики высоких технологий
Направление подготовки _____ Материаловедение и технологии материалов
Кафедра _____ Материаловедение в машиностроении

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Исследование электрического взрыва Pt-Rh и Ta проводников и свойств получаемых нанопорошков

УДК 621.762.27.002.2

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ4А	Власюк Михаил Николаевич		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор, кафедра ОХХТ ИФВТ	А. В. Коршунов	Д. Х. Н		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель , кафедра МЕН ИСГТ	Н. А. Гаврикова			

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор, кафедра ЭБЖ ИНК	Ю. М. Федорчук	Д. Т. Н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Материаловедение в машиностроении	В. Е. Панин	д. ф.-м.н., акад. СО РАН		

Планируемые результаты обучения по ООП 22.04.01 Материаловедение и технологии материалов (магистратура)

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
P1	Осуществлять сбор, анализ и обобщение научно-технической информации в области материаловедения и технологии материалов с использованием современных информационно-коммуникационных технологий, глобальных информационных ресурсов
P2	Работать с патентным законодательством и авторским правом при подготовке документов к патентованию и оформлению ноу-хау
P3	Выполнять маркетинговые исследования и анализировать технологический процесс как объекта управления, разрабатывать технико-экономическое обоснование инновационных решений в профессиональной деятельности
P4	Руководить коллективом в сфере своей профессиональной деятельности, толерантно воспринимая социальные, этнические, конфессиональные и культурные различия
P5	Внедрять в производство технологии получения керамических, металлических материалов и изделий, в том числе наноматериалов, быть готовым к профессиональной эксплуатации современного оборудования и приборов, позволяющих получать и диагностировать материалы и изделия различного назначения.
P6	Разрабатывать новые и модернизировать существующие технологии получения керамических, металлических материалов и изделий, в том числе наноматериалов
P7	Внедрять системы управления качеством продукции в области материаловедения, эксплуатировать оборудование, позволяющее диагностировать материалы и изделия из них, в том числе наноматериалы
P8	Действовать в нестандартных ситуациях, нести социальную и этическую ответственность за принятые решения, выбирать наиболее рациональные способы защиты и порядка в действиях малого коллектива в чрезвычайных ситуациях
P9	Общаться в устной и письменной формах на государственном языке РФ и иностранном языке для решения задач профессиональной деятельности, подготавливать и представлять презентации планов и результатов собственной и командной деятельности, формировать и отстаивать собственные суждения и научные позиции
P10	Самостоятельно осваивать новые методы исследования, изменять научный, научно-педагогический и производственный профиль своей профессиональной деятельности
P11	Применять принципы рационального использования природных ресурсов, основные положения и методы социальные, гуманитарные и экономические подходы при решении профессиональных задач с учетом последствий для общества, экономики и экологии.
P12	Использовать основные категории и понятия общего и производственного менеджмента в профессиональной деятельности

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт _____ физики высоких технологий _____
Направление подготовки _____ материаловедение и технологии материалов _____
Кафедра _____ материаловедение в машиностроении _____

УТВЕРЖДАЮ:

Зав. кафедрой

_____ В.Е. Панин

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

магистерской диссертации

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

Группа	ФИО
4БМ4А	Власюк Михаил Николаевич

Тема работы:

Исследование электрического взрыва Pt-Rh и Ta проводников и свойств получаемых нанопорошков

Утверждена приказом директора ИФВТ

Приказ № _____ от _____

Срок сдачи студентом выполненной работы:

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе

(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).

В работе проводили исследование возможности получения нанопорошков тантала и платины методом электрического взрыва проводников. Изучали морфологию, дисперсность, фазовый состав и физико-химические свойства танталовых и платиновых нанопорошков.

Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов <i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i>	1. Литературный обзор, включающий сравнительный анализ методов получения металлических нанопорошков и их применение, а также. 2. Объект и методы исследования. 3. Получение нанопорошков тантала и платины методом электрического взрыва проводника. 4. Исследование электрического взрыва и физико-химических свойств полученных танталовых и платиновых нанопорошков. Дополнительные разделы: «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение», «Социальная ответственность».
Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>	Презентация ВКР в Power Point

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы <i>(с указанием разделов)</i>	
Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Н. А. Гаврикова
Социальная ответственность	Ю. М. Федорчук, профессор, кафедра ЭБЖ ИНК
Раздел ВКР на иностранном языке	О. Н. Игна
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
Реферат	
Приложение	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	
--	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор, кафедра ОХХТ ИФВТ	А. В. Коршунов	Д. Х. Н		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ4А	М.Н. Власюк		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа состоит из 110 страниц, 23 рисунков, 25 таблиц, 35 источников, 1 приложения.

Ключевые слова: электрический взрыв проводника, нанопорошок тантала, нанопорошок платины, дисперсность.

Объектом исследования является нанопорошки тантала и платино-родиевого сплава полученные методом электрического взрыва проводника.

Цель работы – изучить возможность получения нанопорошков тантала и платино-родиевого сплава методом электрического взрыва проводника (ЭВП) и их физико-химические свойства.

В процессе исследования проводились эксперименты по получению нанопорошков платины и тантала методом электрического взрыва.

В результате исследования получены нанопорошки тантала и платины обладающие уникальными свойствами.

Степень внедрения: проведен эксперимент.

Область применения: полученный нанопорошок платины применяется в создании композиционных материалов из которых изготавливаются фильеры, которые служат для производства стекловолокна; нанопорошок тантала возможно применять для создания высокочастотных танталовых конденсаторов.

Экономическая эффективность/значимость работы фильеры изготовленные из композиционных материалов в состав которых входит нанопорошок платины, отличаются повышенной износостойкостью и термостойкостью, что во много раз продлевает срок службы фильер; применение в электронике танталовых конденсаторов с большой емкостью уменьшает размеры приборов в которых они применяются и на порядок дешевле.

THE ABSTRACT

Graduate work consists of 110 pages, 22 figures, 24 tables, 35 sources, applications 1.

Keywords: electrical explosion of wires, nanopowder tantalum, platinum nanopowder, dispersion.

The object of the research is nanopowders tantalum and platinum-rhodium alloy obtained by electric explosion of wires.

The purpose of work - to explore the possibility of obtaining nanopowders of tantalum and platinum-rhodium alloy by electric explosion of wire (EEW) and their physical and chemical properties.

The study carried out experiments on the production of platinum and tantalum nanopowder using electric explosion.

The study obtained nanopowders tantalum and platinum have unique properties properties.

Degree of implementation: an experiment.

Scope: the resulting platinum nanopowder is used in the creation of composites on Materials of construction for the die, which are used for production of glass fiber; tantalum nanopowder may be used to create high-capacity tantalum capacitors.

Cost-effectiveness / value of the work of the die made of composite materials which include platinum nanopowder, characterized by high wear and heat resistance, which is many times prolongs the service life of dies; application in electronics tantalum capacitors with high capacity reduces the size of the instrument to which they apply, and much cheaper.

Определения, обозначения, сокращения, нормативные ссылки

В настоящей работе использовались следующие сокращения:

ЭВП – электрический взрыв проводника.

ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия.

РЭМ – растровая электронная микроскопия.

СЭМ – сканирующая электронная микроскопия.

ДТА – дифференциальный термический анализ.

РФА – рентгенофазовый анализ.

В представленной работе применялись следующие термины:

нанопорошок: твердое порошкообразное вещество искусственного происхождения, содержащее нанообъекты, агрегаты или агломераты нанообъектов либо их смесь.

электрический взрыв проводника: Метод получения тонкодисперсных металлических, оксидных, нитридных и карбидных порошков с помощью электрического взрыва проводника (металлической проволоки диаметром 0,1-1,0 мм) при прохождении по нему мощного импульса тока длительностью 10^{-5} - 10^{-7} с и плотностью 10^4 - 10^6 А·мм⁻².

пассивация: Переход поверхности в неактивное, пассивное состояние, связанное с образованием тонких поверхностных слоёв соединений, препятствующих коррозии.

наноматериалы: Материалы, созданные с использованием наночастиц и/или посредством нанотехнологий, обладающие какими-либо уникальными свойствами, обусловленными присутствием этих частиц в материале.

Перечень нормативных документов, используемых при написании работы:

1) СТО ТПУ 2.5.01-2006 «Система образовательных стандартов. Работы выпускные квалифицированные, проекты и работы курсовые. Структура и правила оформления».

- 2) ГН 2.2.5.1313-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
- 3) СанПиН: 2.2.2/2.4.1340-03 "Гигиенические требования к персональным вычислительным машинам и организации работы".
- 4) ГОСТ Р 52084-2003. Приборы электрические бытовые. Общие технические условия.
- 5) СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.
- 6) СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03. Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий.
- 7) ГОСТ 14837-79. Требования безопасности при работе с порошками платины и тантала.
- 8) ГОСТ Р 12.1.019-2009. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
- 9) ГОСТ 12.1.004-91. Пожарная безопасность. Общие требования.
- 10) ГОСТ 12.2.037-78. Техника пожарная. Требования безопасности
- 11) СНиП 21-01-97. Противопожарные нормы.
- 12) СНиП 23-05-95 "Естественное и искусственное освещение"

Содержание

Введение.....	12
1 Литературный обзор	15
1.1 Нанотехнология: история и развитие.....	15
1.2 Методы получения нанопорошков и сфера их применения.....	19
1.2.1 Механические методы	21
1.2.2 Физические методы	24
1.2.3 Химические методы.....	25
1.2.3.1 Механохимический синтез.....	25
1.2.3.2 Электрохимическое окисление металлов	26
1.2.3.3 Химический синтез	27
1.2.3.4 Плазмохимический синтез	28
1.2.4 Физико-химические методы	29
1.2.5 Применение нанопорошков	31
1.3 Получение металлических порошков методом ЭВП	35
1.4 ЭВП как метод получения нанопорошков	37
1.5 Области применения электровзрывных нанопорошков	39
1.5.1 Структура рынка нанопорошков по странам	41
1.5.2 Особенности потребления нанопорошков	42
2 Методика исследований	44
2.1 Получение нанопорошков Ta и Pt методом ЭВП	44
2.1.1 Схема установки и принцип её работы.....	44
2.1.2 Параметры ЭВП Pt-Rh сплава и Ta	46
2.2 Методика изучения физико-химических свойств порошков	47
2.2.1 Определение удельной поверхности. Метод БЭТ	47
2.2.2 Сканирующая электронная микроскопия.....	47
2.2.3 Просвечивающая электронная микроскопия	48
2.2.4 Дифференциально-термический анализ	48
2.2.5 Рентгенофазовый анализ	49

3 Практическая часть	50
3.1 Получение Pt-Rh нанопорошка методом ЭВП.....	50
3.1.1 Изучение процесса протекания ЭВП Pt-Rh сплава	50
3.1.2 Свойства полученного порошка Pt-Rh сплава	53
3.2 Получение нанопорошка Ta методом ЭВП.....	55
3.2.1 Изучение процесса протекания ЭВП Ta.....	55
3.2.2 Свойства полученного порошка Ta.....	59
4 Финансовый менеджмент.....	64
4.1 Предпроектный анализ. Потенциальные потребители результатов исследования.....	64
4.1.1 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.....	65
4.1.2 SWOT-анализ.....	67
4.2 Инициация проекта	69
4.3 Планирование управления научно-техническим проектом.....	72
4.3.1 Иерархическая структура работ проекта	72
4.3.2 Контрольные события проекта	72
4.3.3 План проекта.....	73
4.3.4 Бюджет научного исследования	75
5 Социальная ответственность	83
5.1 Описание рабочего места	83
5.2 Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды.....	84
5.2.1 Метеоусловия и микроклимат на рабочем месте	84
5.2.2 Вредные вещества и работа с нанопорошками	86
5.2.2.1 Работа с нанопорошком тантала	87
5.2.2.2 Работа с нанопорошком платины	88
5.2.3 Пожарная безопасность.....	88
5.2.3.1 Классификация огнетушителей.....	89

5.2.3.2 Нормы пожарной безопасности НПБ 105-03 «Определение категорий помещений, зданий и наружных установок по взрывопожарной и пожарной опасности»	92
5.2.3.3 Категории помещений по взрывопожарной и пожарной опасности	92
5.3 Электробезопасность	94
5.4 Освещенность	97
5.5 Шум и вибрация	100
5.6 Охрана окружающей среды	102
5.7 Защита в ЧС	102
5.8 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	103
Заключение	105
Список публикаций студента.....	106
Список использованных источников	108

Введение

Развитие нанотехнологий является одним из наиболее важных, востребованных приоритетных направлений в развитии технологии и техники во всем мире и в частности Российской Федерации.

К приоритетным направлениям нанотехнологий относится получение объектов в нанометровом масштабе и в особенности, нанопорошков металлов. В процессе перехода от массивных металлов к нанопорошкам и наночастицам кардинально изменяются большое число основных фундаментальных свойств материала таких как (температура плавления, работа выхода электронов, химическая активность, электропроводность магнитные свойства и др.). Что в свою очередь позволяет получать новые металлические и композиционные материалы с улучшенными механическими, электрофизическими, магнитными, физико-химическими характеристиками.

Одним из методов получения металлических нанопорошков является электрический взрыв проводников (ЭВП). Возможность регулирования параметров ЭВП позволяет получать нанопорошки в заданном интервале распределения частиц по размерам, что способствует контролю над характеристиками конечного продукта. Метода электрического взрыва проводников характерен низкой энергозатратностью, связанной с импульсным подводом энергии к проводнику, большой производительностью простотой технологии, доступностью исходного сырья.

Нанопорошки тантала и платины находят широкое применение в электронике, косметологии, при создании восстанавливающих смазочных материалов, в качестве катализаторов, фильтрующих материалов и др.

Так как наблюдается большая востребованность в танталовых и платиновых нанопорошках, а метод электрического взрыва проводников является производительным и мало энергозатратным, исследование получения нанопорошков методом ЭВП является **актуальной** задачей.

Цель работы – изучить возможность получения нанопорошков тантала и платино-родиевого сплава методом электрического взрыва проводника (ЭВП) и их физико-химические свойства.

Согласно поставленной цели были решены следующие **задачи**:

- 1) Найти оптимальные режимы электрического взрыва для танталовых и платино-родиевых проводников.
- 2) Исследование фазового состава, дисперсности и морфологии полученных танталовых и платиновых нанопорошков.
- 3) Исследование физико-химических свойства танталовых и платиновых нанопорошков.

Объект исследования – нанопорошки тантала и платино-родиевого сплава полученные методом электрического взрыва проводника.

Предмет исследования – процесс электрического взрыва танталовых и платино-родиевых проводников.

Новизна работы заключается в следующем

- 1) Исследована возможность получения танталовых и платино-родиевых нанопорошков методом электрического взрыва проводников.
- 2) Экспериментально установлено, что увеличение вводимой энергии в проводник приводит к уменьшения среднего размера частиц танталового нанопорошка.
- 3) Установлено что порошок тантала состоит из двух фракций: микронной и нано фракции.

Практическая ценность работы:

- 1) На основании работы рассчитаны начальные параметры процесса электрического взрыва (ёмкость конденсаторных батарей, начальное напряжение, индуктивность контура, длина и диаметр проводника) получения нанопорошков из платинородиевого сплава в инертной атмосфере аргона.
- 2) Рассчитаны параметры оптимального режима взрыва танталовых проводников с максимальной энергией, вводимой в проводник.

3) Изучены морфология, дисперсность, фазовый состав и физико-химические свойства танталовых и платино-родиевых нанопорошков полученных методом электрического взрыва проводника.

Апробация работы

Основные результаты по теме диссертационной работы представлены на следующих конференциях:

1) XII Международной конференции студентов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» (г. Томск, Россия).

2) IV Международная научно-техническая конференция молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике» (г. Томск, Россия).

3) 3rd International School and Conference "Saint-Petersburg OPEN 2016" which is chaired by Nobel Prize Laureate in Physics (2000), academician Zhores I. Alferov. (г. Санкт-Петербург, Россия).

4) XIII Международной конференции студентов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» (г. Томск, Россия).

5) Международной конференции и молодежной школе «Материалы и технологии новых поколений в современном материаловедении» (г. Томск, Россия)

1 Литературный обзор

1.1 Нанотехнология: история и развитие

Нанотехнологии связаны с миром частиц, которые нельзя пронаблюдать не вооруженным глазом, им присуще такие физико-химические свойства, которые не могут быть применены на макромасштабном уровне.

Нанотехнологии становятся ключевым направлением развития современной промышленности и науки [1]. С начала 1990-х годов наука в области наноматериалов стремительно набирает обороты в развитие своего поля деятельности. Первоначально наноматериалы применялись в исследовательской деятельности, в области синтеза и обработки. Ученые, работающие в этой сфере, смогли достичь колоссальных результатов в создании новых материалов, относительно ученых работающих в других областях.

Коммерческий потенциал нанотехнологий присущ большинству высокотехнологичных производств, а также некоторым отраслям, которые традиционно не рассматриваются как высокие технологии (такие как текстиль). Большой рост коммерческого потенциала произошел за счет изобретений физиков и химиков в различных областях производства, связанных с получением наноматериалов, имеющих напрямую взаимосвязь с обществом в нанометровом масштабе.

Нанотехнологи предлагают передовые направления, которые будут революционизировать в лечении заболеваний, мониторинга и защиты окружающей среды, в построение комплексных структур в виде небольших размеров, как электронная схема, или больших как самолет [2].

Есть три основных класса материалов, которые классифицируются на основе типа атомарной связи и молекулярной структуры – это металлы, керамика и полимеры [3].

Характер полимеров, как правило, определяется взаимодействием большого числа длинноцепочечных молекул наноматериалов (протяженностью больше, чем 100 нм). Существует несколько дискретных наноматериалов и

наноструктурных материалов на основе полимеров, в том числе микросфер и полых микросфер, а так же некоторые двумерные структуры (например, пластин), которые могут быть использованы для создания трехмерных объемных наноструктурных материалов [3].

Способы получения наноматериалов широко варьироваться, в связи с этим, необходимо понимать некоторые особенности процессов, используемых в синтезе наноматериалов, так как вид применяемой обработки часто доминирует в поведении материала в определенный момент [4].

Основной проблемой, связанной с изготовления наноматериалов является управление структурой материала на очень мелком масштабе. Иными словами, осуществляются попытки уменьшить плотность энтропии всего материала. Попытка уменьшить локальную плотность энтропии имеет два прямых следствия.

Во-первых, такие процессы требуют затрат значительного количества энергии и, следовательно, несут существенные расходы. Во-вторых, материал, который генерируется, часто термодинамически нестабилен, и способен вернуться к более высокой энтропии. Некоторые методы обработки используют этот факт в своих целях: создается чрезвычайно неупорядоченные состояния, которые генерируя, уравниваются в нужное наноструктурное состояние [5].

В широком смысле, подходы, используемые для создания материалов, имеют две категории:

- 1) подходы сверху вниз, начинающиеся с объемного материала, который преобразуется в наноматериал;
- 2) подходы снизу вверх, в которых наноматериал получен из атомов и молекул.

Очевидно, что подходы «снизу – вверх» требуют контроля процессов при очень мелких масштабах, но это не так сложно, как это звучит, поскольку химические реакции протекают в основном на молекулярном уровне [5].

На практике, оба метода, как «сверху – вниз» так и «снизу – вверх» полезны и активно используются на наноуровне. Тем не менее, конечная цель

строительных изделий с атомарной точностью потребует использования метода «снизу – вверх» [3].

Первые наблюдения и измерения наноразмерных частиц проведены в течение первого десятилетия 20-го века. Они в основном связаны с именем Зигмонди, который сделал детальные исследования зольей золота и других наноматериалов с размерами до 10 нм и менее. В 1914 Зигмонди публикует книгу под названием «Коллоиды и Ультрамикроскоп».

Есть традиционные методы, разработанные в период 20-го века, в интерфейс и коллоидной науке для характеристики наноматериалов. Они широко используются для пассивных наноматериалов первого поколения (наноразмерные порошки добавляемые в различные материалы). Эти методы включают в себя различные технологии для характеристики распределения частиц по размерам, некоторые методы основываются на светорассеивании (на рисунке 1 представлен сравнительный масштаб классической и квантовой механики со шкалой нанотехнологий).

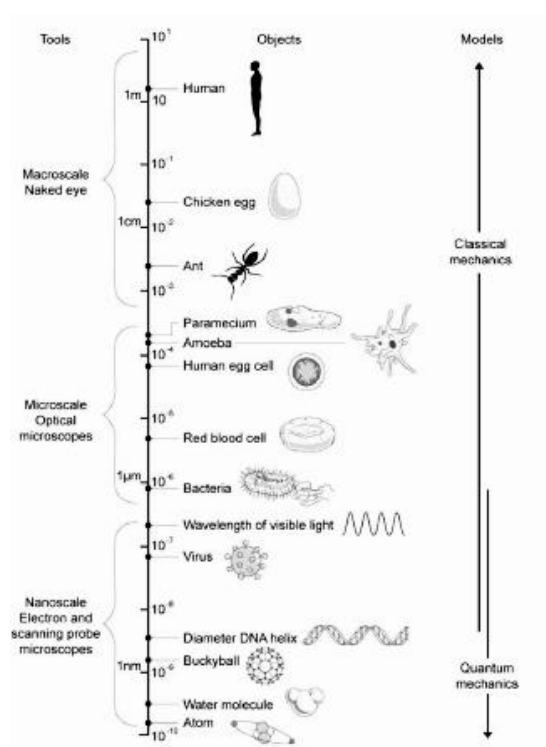


Рисунок 1 – Масштаб различных объектов

Существует также группа традиционных методов, характеризующих поверхностный заряд или дзета-потенциал наночастиц в растворах. Эта информация необходима для правильной стабилизации системы, предотвращая её агрегации или флокуляции [6].

Как и другие материалы, наноструктурированные материалы имеют разную структуру, форму, свойства. Так, Зигель [7] классифицирует наноструктурированные материалы на четыре категории в зависимости от их размерности: 0D-нуль-мерные; 1D-одномерные; 2D-двумерные; 3D-объемные (рисунок 2).

По характеру распределения, форме и химическому составу кристаллитов, из которых состоят наноразмерные элементы, определяются свойства наноматериалов.



Рисунок 2 – Классификация наноструктурированных материалов по Зигелю

Глайтер [8] классифицирует наноструктурированные материалы по составу, морфологии и распределению нанокристаллического компонента, как показано на рисунке 3.

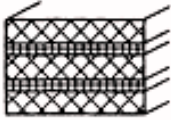
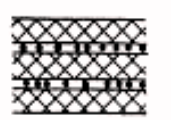
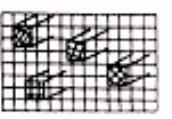
Характер распределения	кристаллитное			матричное
Химический состав	состав кристаллитов и границ одинаковый	состав кристаллитов различен при одинаковом составе границ	состав и кристаллитов и границ различный	кристаллиты распределены в матрице другого состава
Форма кристаллитов:				
Слоистая				
Волокнистая				
Равноосная				

Рисунок 3 – Схема классификации наноструктурированных материалов в соответствии с их химическим составом и их размерности кристаллитов, образующих наноструктуру.

1.2 Методы получения нанопорошков и сфера их применения

Нанотехнологии играет все более важную роль во многих ключевых технологиях нового поколения. Применение наноразмерных материалов и структур, как правило, в пределах от 1 до 100 нм, является новой областью нанонауки и нанотехнологии [9]. Наночастицы показывают уникальные свойства по сравнению с объёмными материалами поэтому много исследовательской работы было опубликовано для синтеза и применения наночастиц металлов [10].

Некоторые из этих металлов широко используются в составах энергетического материала. Нанопорошки металлов представляют интерес для различных областей, включая пиротехническую, область ракетного топлива и взрывчатую промышленность. Металлический порошок был добавлен в диапазоне этих композиций для повышения их производительности за счет повышения энергии реакции, температуры пламени, а также увеличение

скорости взрыва. Наночастицы являются более благоприятными, из-за их высокой энтальпий сгорания и быстрой кинетики, которые увеличивают свойства реакции [11]. Известно, что наноразмерные частицы некоторых металлов являются новыми энергетическими материалами с очень высокой реакционной способностью из-за большой удельной площади поверхности, и как ожидается, будет применяться к следующему поколения пропеллента в области авиационно-космической промышленности. Реакционная способность наночастиц зависит от диаметра частиц. Сообщается, что в диапазоне 30-50 нм наночастицы являются наиболее чувствительными [4].

Физические и химические свойства нанопорошков, являются достаточно благоприятным для применения их в различных направлениях, в таких как порошковая металлургия, изготовление частей для автомобилей и летательных аппаратов, теплозащиты покрытий летательных аппаратов, коррозионностойкие покрытия, проводящие и теплоотражающие краски, проводящие и декоративные пластмассы, пайки и термитной сварки, катализаторов, фильтрационных материалов пиротехники и военного применения (ракетного топлива,) [12-15].

В последние годы наблюдается чрезвычайно быстрый рост в области нанонауки и технологии, в основном за счет как разработки новых методов синтеза наноматериалов так и доступности инструментов для создания наночастиц [16]. Производство наночастиц требует понимания основ химии и физики. Существуют два подхода к производству наночастиц: сверху вниз и снизу вверх. В первом случае происходит уменьшение от крупных размеров до наноуровня, во втором случае происходит получение наноматериалов, начиная с атомного уровня [15].

Как правило, металлические наночастицы могут быть получены и стабилизированы с помощью химических, физических и биологических методов.

Существуют химические, механические и физические методы получения нанопорошков. К химическим методам относятся: химическое восстановление,

электрохимический метод, фотохимическое восстановление и пиролиз. К физическим методам относятся такие, как дуговой разряд и физическая конденсация из паровой фазы [17-19].

Тем не менее высоко чистые порошки и нанопорошки активных металлов, таких как Al, не легко синтезировать с высокой скоростью, что связано с их окислением [20]. Небольшие размеры наночастиц активных металлов делают их особенно чувствительными к чрезмерному окислению при длительном хранении. Как правило, толщина оксидного покрытия нанопорошков в диапазоне от 1,7 до 6,0 нм, независимо от размера частицы.

Исследования показали, что размер, морфология, стабильность и физико-химические свойства металлических наночастиц сильно зависят от условий получения. Следовательно, изучение новых методов получения нанопорошков при которых возможно контролировать размер, морфологию, и стабильность свойств нанопорошков является приоритетным направлением.

Синтез наноматериалов простым способом с низкой стоимостью и высокой производительностью было большой проблемой с самого раннего развития нанонауки [21].

1.2.1 Механические методы

Измельчение материалов механическим методом в мельницах различного типа обширно применялся с давних времен еще до наступления эпохи нанотехнологий.

Механическое измельчение в шаровой мельнице.

Механическое фрезерование как твердотельного синтеза обычно осуществляется с использованием оборудования таких как, шаровые мельницы, которые обычно делятся на «низко энергетические» и «высоко энергетические» на основе значения наведенной механической энергии к порошковой смеси [21]. Основной целью является размол для уменьшения размера частиц и смешивание частиц в новые фазы [22].

Высокоэнергетические шаровые мельницы являются удобным оборудованием для получения наноразмерных порошков. Это наиболее распространенный метод в литературе для синтеза интерметаллидных наночастиц. Перед началом проведения механического измельчения в контейнер загружают порошок вместе с несколькими тяжелыми шарами (сталь или карбид вольфрама). При сильном встряхивании или высокоскоростном вращении, высокая механическая энергия воздействует на порошки из-за столкновения с тяжелыми шарами [23]. Тип шаровой мельницы показан на рисунке 4 [3].



Рисунок 4 – Высокоэнергетическая шаровая мельница

Емкость барабанов в устройствах данных типов достигает от 400 до 600 литров.

Путем механического дробления чаще всего измельчают металлы, керамику, полимеры, оксиды и хрупкие материалы. Степень измельчения зависит главным образом от вида материала. Для оксидов таких металлов как вольфрама и молибдена получают крупность частиц порядка 5 нм, а для железа – порядка 10...20 нм.

Одним из подвидов механических методов является *детонационный синтез* или взрывной метод получения. Методом детонационного синтеза наночастицы получают в плазме, образованной в процессе взрыва бризантных взрывчатых веществ (ВВ) во взрывной камере (детонационной трубе) [23].

От мощности и типа взрывного устройства зависит ударно-волновое взаимодействие на материал осуществляемое за очень короткий временной промежуток (десятые доли микросекунд) при температуре превышающей 3000 К и при давлении в несколько десятков гектопаскалей. При таких условиях возможен фазовый переход в веществах с образованием упорядоченных диссипативных наноразмерных структур [24].

Наиболее эффективно ударно-волновой метод применяется для получения порошков алмаза, кубического нитрата бора и других для синтеза которых используется высокое давление [25].

При воздействии на пористые структуры разных металлов и их солей, ударной волны от взрывчатых веществ можно получать нанопорошки оксидов алюминия, магния, титана, цинка, кремния и других материалов.

Главным достоинством метода ударно-волнового синтеза является возможность получения нанопорошков различных соединений не только обычных фаз, но и фаз высокого давления. Вместе с тем практическое применение способа требует специальных помещений и технологического оборудования для проведения взрывных работ.

Еще одним достоинством способа является то, что за счет взаимодиффузии в твердом состоянии здесь возможно получение «сплавов» таких элементов, взаимная растворимость которых при использовании жидкофазных методов пренебрежимо мала. В качестве примера можно отметить сплавы железа и меди [26].

К недостаткам данных методов можно отнести загрязнение измельчаемого компонента примесями от истирающих материалов, а также невозможность получения нанопорошков в узком интервале распределением

частиц по размерам и сложному процессу регулирования составом конечного продукта после измельчения.

Все нанопорошки полученные различными методами проявляют одну особенность, такую как склонность к объединению или группированию частиц.. Такие объединения называют агрегатами и агломератами.

Еще одним наиболее распространённым механическим методом предназначенный для получения нанопорошков является диспергирование расплавов потоком жидкости или газа. Данный процесс очень производительный, его легко автоматизировать и наладить бесперебойное производство, что делает данный процесс экономичным и экологичным. Методом диспергирования расплавов потоком жидкости или газа можно получать нанопорошки металлов и сплавов такие как медь, железо, алюминий, свинец, цинк, титан, вольфрам и много других.

Диспергирование перегретых расплавов, в которых межатомные связи ослаблены, приводит к образованию достаточно однородных как по составу, так и по размерам частиц, степень кристалличности которых можно менять, варьируя скорость охлаждения данных частиц. Обычно скорость охлаждения колеблется от 10³ до 10⁸ градусов в секунду в зависимости от конкретного метода и нужных характеристик для частиц. Если при распылении металлов скорость охлаждения превышает 10⁶ градусов в секунду, то образуются быстрозакаленные полностью аморфные порошки, из которых в дальнейшем изготавливают уникальные материалы.

1.2.2 Физические методы

Физические методы получения нанопорошков основаны на испарении металлов, сплавов или оксидов с последующей их конденсацией при контролируемых температуре и атмосфере. Фазовые переходы пар - жидкость - твердое тело или пар - твердое тело происходят в объеме реактора или на охлаждаемой подложке (стенках). Исходное вещество испаряется посредством

интенсивного нагрева и с помощью газа-носителя подается в реакционное пространство, где подвергается быстрому охлаждению. Нагрев осуществляется с помощью плазмы, лазерного излучения, электрической дуги, печей сопротивления, индукционными токами и т.д. [27-30].

Среду испарения и конденсации, вакуум поток инертного газа или плазмы выбирают исходя из вида исходных материалов и получаемого продукта. Главными параметрами, влияющими на размер и форму частиц, являются температура процесса, состав атмосферы и давление в пространстве реакции. Например, частицы полученные в атмосфере гелия будут иметь меньший размер чем частицы полученные в атмосфере аргона, который более плотный. Данным методом можно получать нанопорошки никеля, молибдена, железа, титана, алюминия со средним размером частиц 10-50 нм [31].

1.2.3 Химические методы

1.2.3.1 Механохимический синтез

Механохимическим является взаимодействие механических и химических явлений на молекулярном уровне и включает в себя механическую поломку и химическое поведение механически нагруженных твердых тел. Механохимический синтез отличается от стандартной шаровой мельницы. Стандартный процесс помола на шаровой мельнице в инертной атмосфере приводит к умеренному уменьшению размера частиц порошка и в конечном счете к образованию нанопорошков. Механохимический способ заключается в инициирование реакции твердотельного смещения во время процесса измельчения шара, который может привести к образованию наноразмерных частиц (вплоть до ~ 5 нм по размеру), вложенной в большей побочный продукт частицы фазы [30].

В механохимических процессах, которые используют, чтобы изменить химический состав прекурсоров, как правило, используются высокоэнергетические шаровые мельницы [32]. Процесс механохимического

синтеза ранее использовался, для получения широкого спектра наночастиц металлов (например, Ag, Co, Cr, Cu, ...), а также других соединений, таких как оксиды и сульфиды. Контроль размера частиц осуществляется путем корректировки таких факторов, как: объемной доли фазы побочного продукта, образующегося при измельчении, время измельчения, энергии удара (соотношение массы и размера шара и порошка), температуры размола, а также использование управления технологическими процессами агентов.

1.2.3.2 Электрохимическое окисление металлов

В настоящее время широкое развитие получили новые и перспективные направления получения нанопорошков оксидов металлов, одним из которых стал электрохимический способ получения нанопорошков. Одним из преимуществ электрохимического метода является возможность синтеза чистых гидроксидов и оксидов и возможность регулирования электрических параметров процесса электролиза позволяет получать порошки с нужными размерами в узком диапазоне, что повышает их практическую значимость и позволяет применять данные нанопорошки в более широких областях и сферах.

При соответствующих условиях пропускания электрического тока на катоде электролитной ванны обычно удается получить металл или оксид в виде порошка или измельченной губки [32].

Изменяя условия электролиза и температуру обработки, можно управлять характеристиками пористой структуры продуктов и получать наноматериалы с нужными определенными свойствами.

Электрохимический метод получения нанопорошков оксидов металлов основанный на переменном токе дает возможность производить оксиды металлов с заданным размером частиц нанометрового масштаба. Продукты процесса электролиза таких материалов как алюминии, никель и титан имеют гидратированный характер, с примерным диаметром частиц примерно 6 – 12 нм. Первичные частицы образуют скопления, не имеющих определенной формы,

число частиц в агрегатах достигает 2000–3200 [18]. Высушенные продукты электрохимического окисления алюминия, никеля, титана и молибдена представляют собой аморфные порошки, а кадмия и цинка кристаллические соединения гидратированного характера. Продуктами окисления меди, олова, железа и свинца являются смеси оксидов различной степени окисления. Синтезированные оксиды металлов имеют высокую удельную площадь поверхности (более 500 м²/г для γ -Al₂O₃) и преимущественный размер пористых включений в интервале 8 – 25 нм. При температуре прогрева в диапазоне 110 – 800°С для продуктов электролиза алюминия, титана и цинка наблюдается незначительное уменьшение удельной площади поверхности. При температуре выше 500°С все продукты представляют собой оксиды.

1.2.3.3 Химический синтез

Основными химическими методами получения нанопорошка металлов, являются термические и фотохимическое разложение соединений металлов и восстановление в растворе в присутствии стабилизаторов [19]. Изменяя природу восстановителя, методы стабилизации и начальные условия процесса получения, можно в широких пределах регулировать размер и форму частиц, что позволяет изменять их свойства в нужном направлении. При разложении солей металлов получают частицы округлой формы со средним размером 100 – 200 нм для меди, а для Ni и Co - порошок в виде губки с размерами частиц 50 – 100 и 35 – 80 нм, соответственно [13].

При термическом разложении металлоорганических соединений чаще всего нет возможности получения чистых нанопорошков металлов так как в них присутствуют оксиды, карбиды, а в ряде случаев еще и углерод.

1.2.3.4 Плазмохимический синтез

На сегодняшний день широко применяют химический способ производства ультрадисперсных материалов, который носит название плазмохимического синтеза и является активно используемой технологией для получения нанопорошков таких веществ, как нитриды, карбиды, оксиды и ряд других. Получение ультрадисперсных частиц методом плазмохимического синтеза в реальных условиях становится возможным благодаря увеличению скорости охлаждения потока плазмы, в котором происходит процесс конденсации из газовой фазы. Этот процесс позволяет достигать желаемой дисперсности при синтезе частиц.

Высокотемпературная плазма имеет в своем составе нейтральные частицы, радикалы, ионы и электроны, которые находятся в возбужденном состоянии. Благодаря этому факту становится возможным достигать высоких скоростей взаимодействия [20]. Эта технология без труда позволяет синтезировать многокомпонентные порошки, которые представляют собой смеси нитридов с различными элементами.

Параметры получаемых порошков зависят от технологии синтеза, используемого сырья и типа плазматрона. При синтезе плазмохимическим методом задействуется низкотемпературная аргоновая, углеводородная, аммиачная или азотная плазма различных по типу разрядов (дугового, тлеющего, высокочастотного и сверхвысокочастотного), параметры которой находятся в диапазоне 4000-8000 К.

Частицы, синтезируемые плазмохимическим методом, монокристаллические (однородные) и имеют размеры от 10 до 100-200 нм. Благодаря внедрению этой технологии получения порошков удалось обеспечить высокую скорость конденсации и образования нужных частиц с высокой производительностью.

Наличие высокой температуры в процессе синтеза позволяет изменять агрегатное состояние практически всех исходных продуктов до газообразной фазы с последующей обработкой, которая включает несколько стадий.

Процесс плазмохимического синтеза в электродуговом разряде осуществляется в результате испарения металла и последующего окисления частиц в кислородсодержащей плазме. Для образования ультрадисперсных порошков оксида алюминия с размером частиц 10-30 нм достаточно создать процесс взаимодействия паров металлов с кислородом воздуха при резком снижении температуры. Стремительное охлаждение позволяет не только затормозить рост частиц, но и повысить скорость образования частиц конденсированной фазы.

1.2.4 Физико-химические методы

Вакуумное осаждение один из часто применяемых методов для получения нанопорошков. Процесс получения нанопорошков данным методом протекает в три этапа, которые следуют друг за другом. Изначально происходит испарение вещества, затем его транспортировка к подложке и в конце происходит его конденсация. Тигель с расплавом материала, нагретого до высокой температуры одним из возможных источников таких как: лазерное излучение, пучком электронов, постоянный или вихревой ток, помещается в полностью отвакуумированный сосуд или контейнер.

Материал испаряющийся при температуре 600-1200 °С при попадании на охлажденную поверхность начинает на ней конденсироваться в виде наночастиц порошка. Чтобы снизить кинетическую энергию испарившихся атомов и сделать процесс конденсации более быстрым и облегченным осаждение проводят в среде инертных газов таких как гелий или аргон

Лазерная абляция

Импульсное лазерное осаждение является приоритетным методом получения благодаря своей способности производить наночастицы с узким распределением по размерам и низким уровнем примесей [19, 20]. Наночастицы металлов с диаметром от 10 до 500 нм различной формы могут быть получены с помощью облучения металлической фольги лазерным лучом [21].

В методе синтеза лазерной абляции образования наночастиц из мишени, погруженной в жидкость происходит в три основных этапа. Изначально лазерным импульсом нагревается поверхность мишени до температуры кипения, и таким образом, образуется плазма, содержащая пары атомов мишени. Затем плазма расширяется адиабатически и затем при конденсации происходит образование наночастиц. Параметры синтеза, такие как длины волны лазерного излучения, лазерной энергии, длительности импульса, жидкого типа носителя, и время абляции может заметно влиять на характеристики продукта.

Одной из проблем данного метода является то, что в больших временах абляции, скорость абляции уменьшается.

Методом лазерной абляции в жидкости возможно получать наночастицы и порошки таких благородных металлов их сплавов и оксидов как титан, цинк, медь, кобальт, никель. и других веществ.

Для получения нанопорошков тугоплавких металлов и их соединений часто применяют плазмохимический метод, который представляет собой процесс восстановления под действие газов металлов из их соединений. При помощи высоко интенсивной электрической дуги в устройстве плазматрон создается плазма с температурой примерно 5000-10000 °С. В плазме, через которую пропускают газообразный восстановитель (водород или углеводороды и конвертированный природный газ), исходный материал превращается в конденсированную дисперсную фазу. Данным методом возможно получать нанопорошки таких тугоплавких металлов как вольфрам, молибден и никель.

Метод получения нанопорошков восстановлением – один из менее затратных методов, при котором можно получать порошки высокой чистоты.

Несколько более дорогим является электролитический метод. При данном методе применяются электролиз водных растворов, при котором получают нанопорошки железа, меди, никеля и электролиз расплавов солей титана, циркония, тантала и железа. Результатом данного процесса чаще всего становится образование частиц с размерами от 10 до 100 нм, дендритной формы.

1.2.5 Применение нанопорошков

В настоящее время все производимые наноматериалы можно подразделить на четыре группы:

- 1) оксиды металлов и кремния;
- 2) сложные оксиды (состоящие из двух и более металлов);
- 3) порошки чистых металлов;
- 4) смеси.

Основную часть составляют оксиды металлов, которые составляют не менее 80 % от общего объема всех производимых нанопорошков. Нанопорошки чистых металлов также составляют значительную часть общего объема производства и в последнее время становятся все более востребованными. Наименьшую часть производства занимают сложные оксиды и смеси. Но долгосрочной перспективе их потребность может возрасти.

Примерно 70-80 % всех выпускаемых оксидов нанопорошков это три порошка: диоксид кремния, диоксид титана и оксид алюминия.

1) SiO_2 . Диоксид кремния, или кремнезем. Больше всего в мире производится именно нанопорошка диоксида кремния. Широко используется в электронике также широко применяется в обрабатывающей промышленности как абразив, краска и пластический наполнитель, покрытие и грунтовка для строительных материалов и как водоотталкивающее средство.

2) TiO_2 . Диоксид титана используется в основном в обрабатывающей промышленности для производства красок, защитных покрытий, абразивов и полировки, этот материал играет важную роль в оптике как фотокатализатор и

покрытие линз, выполняя функцию задерживания ультрафиолетового излучения. Диоксид титана все больше начинает использоваться в таких областях как экология, например, при очистке сточных вод и при производстве воздушных фильтров. Также диоксид титана используется при изготовлении пластмасс, строительных материалов, косметики, стекла и зеркал, печатных красок и многого другого.

3) Al_2O_3 . Оксид алюминия, или глинозем, чаще всего используется в обрабатывающей промышленности как абразив, для струйной очистки, притирки и полировки, особенно в электронике и оптике. Кроме этого, он используется для очистки воздуха, в качестве катализатора, в конструкционной керамике и для производства конденсаторов.

Остальные 20 % производства в основном приходятся на следующие семь нанопорошков – оксиды железа, цинка, церия, циркония, иттрия, меди и магния.

Важные нанопорошки производимых в меньших количествах:

1) Nd_2O_3 . Оксид неодимия, применяется в большинстве в электронике и оптике, используется для изготовления керамических конденсаторов, в люминофорах для цветных телевизоров, угольно-дуговых электродах, и для вакуумного напыления. Он также находит ограниченное применение в высокотемпературных глазурях и пигментах для стекла.

2) Eu_2O_3 . Оксид европия, используемый почти исключительно в электронике и оптике, употребляется в люминофорах для цветных телевизоров и рентгеновских экранов, для вакуумного напыления и в графитовых стержнях ядерных реакторах.

3) Dy_2O_3 . Являясь важным оксидом для электроники и оптики, оксид диспрозия используется для производства оптической магнитной памяти, а также в галогеновых и металлических галогенидных лампах. Он также применяется в железо-иттриевом и алюминиево-иттриевом гранате в ядерной энергетике.

Почти все твердые металлические элементы выпускаются серийно в виде нанопорошков чистых металлов. Промышленное применение многих из них

нуждается в дальнейшем развитии. Затраты на производство однородных порошков металлов с высокой степенью чистоты значительно выше, чем на производство оксидов металлов. По объему производства лидируют пять нанопорошков – железа, алюминия, меди, никеля и титана.

Драгоценные металлы и кремний производятся в небольших объемах. Их многочисленные способы применения требуют низкой концентрации, однако, по мере того, как расширяется их применение, мировое производство должно вырасти.

1) *Ag*. Металлическое серебро находит широкое применение во многих отраслях. Раньше оно использовалось в электрических контактах и проводящих пастах в электронике. Антибактериальные и противовирусные свойства серебра сделали его привлекательным для использования в косметологии и фармацевтике, а также в текстильной отрасли, в чистящих прокладках, стоматологии и в качестве санитарных покрытий, в воздушных фильтрах и в качестве катализатора.

2) *Au*. Не смотря на то что золото составляет лишь небольшую часть общего объёма мирового производства нанопорошков в год, его обширно используют в электронике в качестве покрытия проволочных контактов, гальванопокрытий и защиты от инфракрасного излучения. Нанопорошок золота применяется в энергетике и экологии используется в химических элементах питания и в качестве катализатора. В данное время нанопорошок золота стал использоваться в медицине в качестве маркеров ДНК.

3) *Pt*. Платина в своем большинстве применяется в электронике и в качестве катализатора. Она играет важную роль в топливных элементах, деталях автомобилей, переработке нефти, медицине и производстве конструкционных материалов и стекловолокна.

4) *Si*. Кремний также обширно применяется в электронике в качестве основного компонента полупроводников, микросхем и солнечных элементов. Он также играет большую роль в металлургии как отвердитель железа и сплавов, а

также добавка для повышения жаропрочности. Кроме того, он используется в керамике, сварочных прутках, пиротехнике, производстве цемента и абразивов.

Сложные оксиды, такие как сурьмяно-оловянный оксид и индие-оловянный оксид, составляют небольшую долю объема производства. В противоположность оксидам металлов и порошкам чистых металлов и кремния, производится небольшое количество сложных оксидов. Смеси более разнообразны, хотя они в высшей степени специализированы.

1) Sb_2O_3/SnO_2 . Используемый исключительно в электронике и оптике, сурьмяно-оловянный оксид является важным компонентом дисплеев благодаря своему антистатическому эффекту, способности поглощать инфракрасную часть спектра и светопроводимости.

2) In_2O_3/SnO_2 . Как и сурьмяно-оловянный оксид, индие-сурьмяный оксид является важным компонентом современных дисплеев. При всем многообразии его возможных применений этот оксид в основном используется для создания проводимого и прозрачного покрытия.

3) Si_3N_4 . Нитрид кремния обычно используется в производстве турбин, деталей двигателей, жаропрочных и теплоизоляционных материалов, а также тепло- и коррозиестойчивых зажимов.

4) $BaTiO_3$. Титанат бария является коммерчески значительной наносмесью, используемой в электронике для производства запоминающих устройств, диэлектрических усилителей и сегнетоэлектрической керамики.

5) C. Наноалмазы используются исключительно в обрабатывающей промышленности, обычно для нанесения прочных покрытий на полирующие и режущие инструменты и сверла, а также смазывающих и износостойких покрытий. При добавлении к стали наноалмаз повышает ее сопротивление коррозии. Производство полупроводников потребляет небольшую часть объема произведенных алмазов.

6) WCo . Вольфрамово-кобальтовый карбид широко используется для увеличения срока службы инструментов, особенно металлообрабатывающих и добывающих.

1.3 Получение металлических порошков методом ЭВП

История развития

Электрическим взрывом занимаются уже более двухсот лет. Первые публикации зарегистрированы еще в 1774 году до открытия закона Ома. Одна из интересных работ проведена М. Фарадеем в 1857 году.

В дальнейшем в различных областях науки и техники интерес к электрическому взрыву возрастал большими темпами. К середине XX века было опубликовано уже около 800 статей, охватывающих широкую область различных фундаментальных и прикладных исследований.

Под понятием электрический взрыв понимается последовательность комплекса процессов, проходящих при быстром нагреве металлического проводника до температуры выше температуры начала испарения металла. Данные процессы включают в себя, как правило, фазовые переходы как металл - жидкость - пар металла в начальной стадии, формирование плотной металлической плазмы при дальнейшем нагреве, образование мелких частиц при разлете продуктов взрыва и их остывании. Данное явление как правило сопровождается обрывом тока в контуре и генерированием импульсов высокого напряжения, мощными ударными волнами, химическими реакциями и яркой вспышкой света. Причем, условия осуществления электрического взрыва весьма разнообразны по энергетике, набору металлов, окружающей среде и т.д. Весьма разнообразны, соответственно, достигаемые при этом физические состояния и получаемые эффекты.

Многообразность и необычность явления электрического взрыва сподвигли детально исследовать данный процесс с самых разнообразных точек зрения. Электрический взрыв используется как источник высокотемпературной плазмы в исследованиях по управляемому термоядерному синтезу, в работах по созданию источников света, в исследованиях генерации мощных импульсов мягкого рентгеновского излучения. Взрывающиеся проволоочки изучаются и применяются в качестве мощных быстродействующих прерывателей тока,

предохранителей, для создания активной среды импульсных лазеров, а также во многих электрофизических установках. Интенсивно исследуется и развивается, раскрывая новые возможности, электровзрывной метод получения микро - и наноразмерных металлических порошков, химических соединений и различных нанофазных материалов, начиная с экспериментов М. Фарадея.

Планомерное экспериментальное исследование электрического взрыва, началось в Томске в начале 70-х годов под руководством таких знаменитых личностей как академик РАН Г.А. Мезяц и чл.-корр. РАН Ю.А. Котов. Основные работы по изучению явления электрического взрыва проходили в научно-исследовательском институте высоких напряжений при Томском политехническом университете, в Институте сильноточной электроники СО РАН. Начало исследований во многом определялось перспективой использования взрывающихся проволочек для коммутации тока в индуктивных накопителях энергии и в качестве обострителей мощности при создании импульсных источников питания мегавольтного уровня напряжений, необходимых для многих областей физических и инженерных исследований: для формирования сильноточных пучков релятивистских электронов, импульсной накачки лазеров и т.д. Особый интерес представляли аэрозоли, образующиеся при электрическом взрыве.

Изучение физических механизмов, реализующихся и преобладающих в тех или иных условиях электрического взрыва методами физического моделирования и подобия, поиске и создании полуэмпирических моделей основных характеристик взрывающегося проводника и электрического контура, изучении и оптимизации возможностей их научного и технологического использования [3].

Для достижения поставленных целей анализировались и решались следующие конкретные задачи:

- 1) разработка методик и схем физического моделирования, установление соотношений подобия на базе имеющихся теоретических представлений и экспериментальная проверка данных теорий;

- 2) проведение экспериментов и исследование основных параметров и характеристик электрического взрыва с применением критериев подобия,
- 3) изучение электрического взрыва при высоких плотностях тока,
- 4) изучение и выявление наиболее существенных и основных факторов и создание методик расчета электрического взрыва проводников из разнообразных металлов,
- 5) использование и применение результатов моделирования при разработке новых электрофизических установок и технологий, использующих электрический взрыв;
- 6) создание феноменологической модели электрического взрыва.

1.4 ЭВП как метод получения нанопорошков

Электрическим взрывом проводников называют явление взрывообразного разрушения и расплавления металлического проводника при прохождении через него импульса тока очень большой плотности порядка 10^4 - 10^6 А/мм². Под действием импульса тока проволока разрушается на мельчайшие частички и пар. Продукты взрыва и разрушения при разлете с большой скоростью быстро охлаждаются, образуя нанопорошок. Данные нанопорошки находятся в аморфном состоянии. Особый интерес к нанопорошкам связан в основном с их применением в качестве исходного сырья при производстве керамических, магнитных и композиционных материалов, фильтрующих материалов сверхпроводников, солнечных батарей, присадок к смазочным материалам, компонентов низкотемпературных высокопрочных припоев и других материалах.

В данное время большими темпами увеличивается спрос и использование нанодисперсных порошков в таких отраслях как энергетика, сельское хозяйство, и природоохранной отрасли (включая добычу полезных ископаемых и их обработку, получение электроэнергии и водоочистку), а также медицине и косметологии.

Преимущества ЭВП-технологии

Основными достоинствами электровзрывной технологии по сравнению с другими методами получения нанопорошков металлов и оксидов металлов являются:

1) Возможность получения частиц металлов с высокой физико-химической активностью, которую невозможно обеспечить другими технологиями.

2) Получение частиц сферической формы в узком интервале наноразмера, что обеспечивает их высокую химическую активность.

3) Энергозатраты ниже, чем в других методах синтеза сферических металлических наночастиц. Это связано с тем, что в ЭВП-технологии энергия вводится в металл импульсно и объёмно, а не с поверхности, что снижает затраты энергии на нагрев окружающей среды.

4) Возможность плавного управления параметрами процесса взрыва и соответственно возможность регулирования свойствами получаемых порошков.

5) Возможность получения широкой гаммы нанопорошков любых металлов и сплавов, которые выпускаются или могут быть изготовлены в виде проволоки. В некоторых случаях можно взрывать и струи расплавленного металла.

6) Отсутствие каких-либо вредных выбросов.

По своей природе ЭВП как метод получения нанопорошков сочетает в себе признаки диспергационных методов - проводник разрушается под действием электрического тока, и методов испарения-конденсации - значительная часть материала проводника в процессе электровзрыва переходит в газообразное состояние. Причем доля металла, перешедшего в пар, зависит от величины введенной в проводник энергии.

ЭВП как метод диспергирования металлов характеризуется следующими особенностями:

1) время взрыва составляет 10^{-10} с;

2) величина развиваемой мощности превышает 10 Вт/кг;

- 3) температура в момент взрыва может достигать значения 10^4 К и выше, давление – 10^9 Па;
- 4) скорость разлета продуктов составляет от 1 до 5 км/с;
- 5) одной из важнейших характеристик ЭВП является введенная в проводник энергия;
- 6) частицы формируются как за счет конденсации паровой фазы, так и за счет диспергирования жидкого металла;
- 7) увеличение вводимой в проводник энергии приводит к возрастанию доли металла, перешедшего в парообразное состояние, но получение чисто паровой фазы считается невозможным [10].

Достоинством электровзрывной технологии является ее универсальность – возможность получения нанопорошков металлов, сплавов, интерметаллидов и химических соединений с неметаллами на одном и том же оборудовании. Максимальный выход порошков по алюминию составляет 50 г/ч, по вольфраму – до 300 г/ч при производстве на одной установке.

Характерными особенностями нанопорошков, получаемых ЭВП - технологией, являются:

- 1) сравнительно небольшой, по сравнению с другими физическими методами, разброс частиц по размерам;
- 2) относительная стабильность свойств нанопорошков в нормальных условиях и высокая активность в различных химических процессах;
- 3) низкие температуры спекания наночастиц.

1.5 Области применения электровзрывных нанопорошков

Состояние и возможные направления развития рынка нанопорошков напрямую связаны с динамикой развития нанотехнологий. Перспективы развития рынка нанотехнологий выглядят весьма оптимистично. По оценкам компании Lux Research, на 2010 год объём рынка нанотехнологий составил 146,5

млрд. долларов. Рынок постоянно расширяется и наблюдается ежегодный прирост, который составляет примерно 20-25%.

Производство в крупных масштабах большого числа нанопорошков началось в последние десять лет. До этого момента в промышленных объёмах выпускались только оксид алюминия, оксид кремния и оксид железа. В основном получением нанопорошков в малых количествах занимались исследовательские институты и университеты для применения в исследованиях и экспериментах. В данный момент времени существует большое количество технологий для получения нанопорошков различных материалов. Существует огромное количество нанопорошков которые отличаются по фракции и чистоте. Несмотря на широкий выбор нанопорошков, который доступен в данное время, только некоторые нанопорошки производятся в промышленных масштабах.

По данным BCC Research нанопорошки используемые в качестве катализаторов, применяемых в энергетике и производстве конструкционных материалов, составили объём рынка на 2010 год 363,7 млн. долларов. Прирост по сравнению с 2008 годом составил – 13%. Как указывалось выше основные три больших сферы применения нанопорошков это: энергетика, применение в качестве катализаторов и конструкционных материалах.

В таблице 1 представлена структура рынка нанопорошков.

Таблица 1 – Структура рынка нанопорошков

Применение	2008 год		2012 год		
	млн. долл.	% от общего объёма	млн. долл.	% от общего объёма	CAGR 2008-2012, %
Катализаторы	200,5	54,0%	347,3	27,5	14,3%
Конструкционные материалы	104,5	28,4%	385,0	28,5%	26,4%
Энергетика	58,7	17,6%	605,2	44,0%	59,3%
Всего	363,7	100,0%	1338,5	100,0%	28,9%

Также помимо данных отраслей важным сегментом рынка является использование нанопорошков в электронике и оптике.

1.5.1 Структура рынка нанопорошков по странам

Главными странами – потребителями нанопорошков в мире являются – США, Страны Евросоюза и Япония у которых высоко развита наноиндустрия. Мирового лидерства по производству нанопорошков не наблюдается и распределено равномерно. Такие страны как Бразилия Китай и Россия не являются главными производителями нанопорошков, при этом обладают высоки сырьевым потенциалом.

Около 65 % всех выпускаемых нанопорошков производится в США. США снабжает своей продукцией потребителей в Европе и часть потребителей в Азии. Азия и Европа, в свою очередь, производят большую часть остального объема производимых нанопорошков.

Большое число производителей из США, это не очень крупные инновационные компании, или исследовательские институты и компании, получающие нанопорошки для собственного использования. В странах Азии, не наблюдается большое число производителей нанопорошков как в США, но это полностью компенсируется большими объемами производства. Главным плюсом азиатского региона является богатые запасы редкоземельных и благородных металлов, таких как иттрий, цирконий и т.д. В Европе основными странами – производителями являются Германия и Великобритания в которых хорошо развита наноиндустрия.

В ближайшее время большой проблемой Европы может стать дефицит сырья, поскольку ресурсы и запасы данного региона ограничены.

В таблице 2 представлена структура рынка нанопорошков по типам.

Таблица 2 – Структура рынка нанопорошков по типам

Типы нанопорошка	Доля рынка, %
Оксиды металлов	80
Чистые металлы	16
Смеси	2
Сложные оксиды	2

В общем объёме товарной группы оксидов металлов в свою очередь четыре пятых объема производства приходятся на три наиболее распространенные вида сырья: кремнезем, диоксид титана и глинозем. При этом кремнезем занимает более половины всего производства, глинозем – 18% и диоксид титана – 10%. Следующими по популярности оксидами являются:

- 1) оксид железа;
- 2) оксид цинка;
- 3) оксид церия;
- 4) оксид циркония;
- 5) оксид меди;
- 6) оксид магния;
- 7) оксид иттрия.

Практически треть рынка нанопорошков чистых металлов приходится на нанопорошки меди и никеля. Также производится большое количество нанопорошков железа, алюминия, титана и вольфрама.

1.5.2 Особенности потребления нанопорошков

Сам нанопорошок не является конечной продукцией, а используются для изготовления определенного продукта, и в различных производственных процессах. Соответственно степень востребованности определенной отраслью нанопорошков напрямую влияет на их объёмы потребления и применения.

В таблице 3 представлена структура потребления нанопорошков по отраслям.

Таблица 3 – Структура потребления нанопорошков по отраслям в мировом масштабе

Отрасли	Доля потребления нанопорошков, %
Электроника и оптика	40
Обрабатывающая промышленность	28
Энергетика	9
Медицина и косметология	6
Металлургия	3
Аэрокосмическая промышленность	2
Прочие	12

Таким образом, спрос на нанопорошки формируют в основном электроника и обрабатывающая промышленность. При этом способы применения нанопорошков в этих отраслях часто схожие, например, их используют в качестве абразива. Наибольшую емкость среди отраслей второго дивизиона имеет рынок нанопорошков в медицине и косметологии, что определяется высоким объемом проводимых в этой области исследований.

2 Методика исследований

2.1 Получение нанопорошков Ta и Pt методом ЭВП

2.1.1 Схема установки и принцип её работы

Получение нанопорошков Pt и Ta производилось на установке для получения нанопорошков УДП – 150.

Элементы установки собраны из двух основных блоков: генератор импульсных токов и технологический модуль где и происходит сам процесс взрыва проводника.

Процесс электрического взрыва протекает следующим образом. Через отрезок металлической проволоки проходит импульс тока высокой плотности, действие которого приводит к разрушению проводника проволока на очень мелкие частицы и пары расплавленного металла. Продукты взрыва разлетаясь по объёму камеры быстро охлаждаются и конденсируются, образуя нанопорошок. От рода атмосферы окружающей область взрыва проводника в которой происходит процесс получения можно получать нанопорошки чистых металлов, оксидов, сплавов, химических соединений и композиционных материалов. При этом, композиционными являются отдельные частицы.

Дисперсность и размер нанопорошка, морфология, структура частиц и многие другие свойства определяются главным образом параметрами разрядного контура, используемым начальным материалом и геометрическими размерами проводников, и свойствами газовой атмосферы, в которой происходит процесс получения нанопорошков. Процесс получения нанопорошков методом электрического взрыва происходит в замкнутом объеме, без использования вредных химических веществ, что исключает выброс вредных веществ в атмосферу.

Схема установки и фото технологического модуля представлены на рисунке 5. От высоковольтного источника питания (1), происходит заряд конденсаторов (2). Механизм подачи проводников (3) обеспечивает

автоматическую непрерывную установку взрываемого отрезка проводника (4) между двумя электродами. Как только отрезок проводника занимает нужное расположение, срабатывает коммутатор (5), происходит разряд накопителя на этот отрезок проводника, и происходит процесс взрыва проводника. Нанопорошок полученный в результате взрыва вместе с газовой атмосферой установки, транспортируется системой циркуляции (6), в фильтр-накопитель (7), где происходит пассивация и откуда порошок идет на дальнейшую переработку.

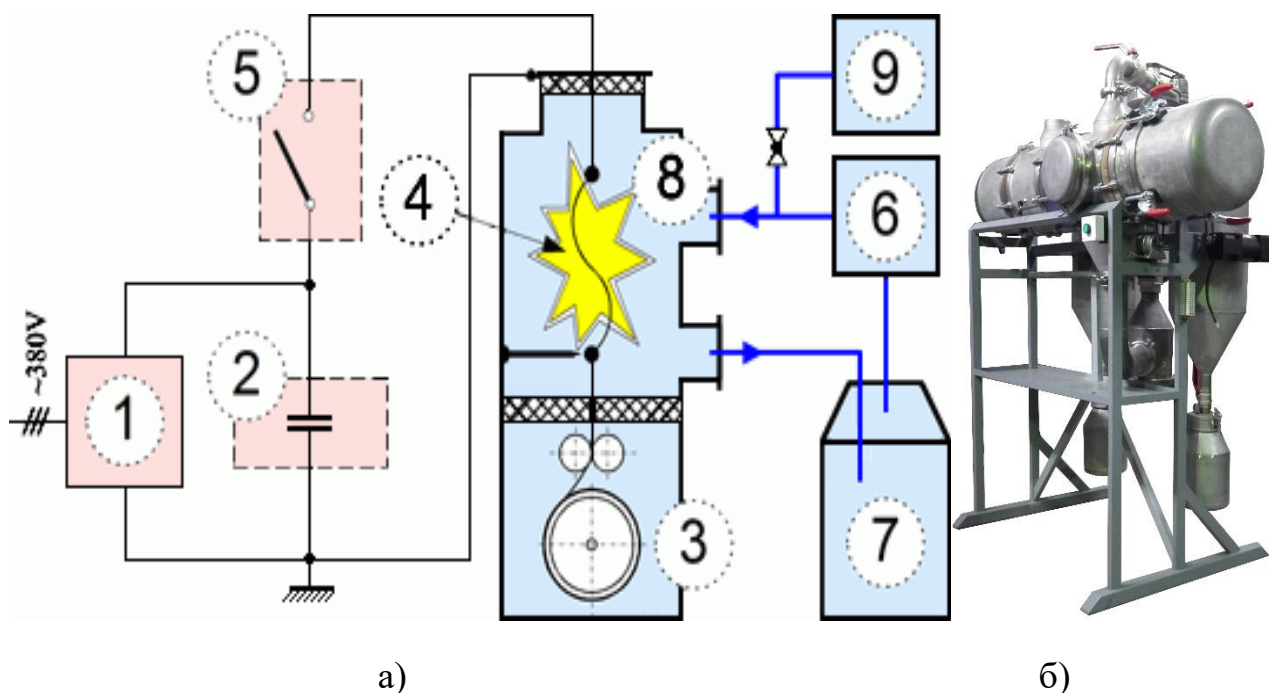


Рисунок 5 – а) схема установки; б) технологический модуль.

Перед началом работы, внутренний объем установки: взрывная камера (8), механизм подачи (3), система циркуляции (6), фильтр-накопитель порошка (7), трубопроводы - вакуумируются и в дальнейшем заполняется необходимой газовой средой. Данные функции выполняет система газоснабжения (9).

В качестве газовой среды чаще всего используют инертные газы такие как аргон и гелий. Реже используют водород, азот или смеси газов, например, аргон + кислород.

2. 1. 2 Параметры ЭВП Pt-Rh сплава и Ta

Производство платиновых и танталовых нанопорошков осуществлялось в атмосфере аргона при 2 атм.

Для реализации ЭВП сплава Pt-Rh использовали платинородиевую проволоку марки ПЛРД90-10 (массовая доля Pt – 90,1 %, Rh – 9,8 %). В таблице 4 представлены основные параметры эксперимента для Pt-Rh сплава.

Таблица 4 – Параметры эксперимента Pt-Rh сплава

Длина проводника (l)	80 мм
Диаметр проводника (d)	0,3 мм
Емкость конденсаторов (C)	2,4 мкФ
Рабочее напряжение (U)	25 кВ
Индуктивность контура (L)	0,8 мкГн
Газовая среда	Аргон, 2 атм.

Для осуществления ЭВП танталовых проводников и подбора оптимального режима для получения нанопорошков тантала изменялись следующие параметры: длину проводника изменяли от 50 до 120 мм, напряжение от 14 до 28 кВ и емкость конденсаторных батарей от 0,74 до 2,2 мкФ.

В дальнейшем были выбраны два режима, параметры которых приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Параметры выбранных режимов для ЭВП Ta

Параметры	Режим 1	Режим 2
Длина проводника (l)	70 мм	70 мм
Диаметр проводника (d)	0,2 мм	0,2 мм
Емкость конденсаторов (C)	2,2 мкФ	0,74 мкФ
Рабочее напряжение (U)	27 кВ	26 кВ
Индуктивность контура (L)	0,75 мкГн	1,08 мк Гн

Закономерности протекания электрического взрыва проводника (энергию, вводимую в проводник, энергию, выделяемую в дуговой стадии разряда, время взрыва и плотность протекаемого тока), исследовали по осциллограммам тока, зафиксированным с помощью токового шунта и осциллографа Tektronix TDS2014B. Полученные осциллограммы обрабатывали по методике [2].

2.2 Методика изучения физико-химических свойств порошков

2.2.1 Определение удельной поверхности. Метод БЭТ

Удельную поверхность измеряли с помощью анализатора «Сорбтометр-М» методом БЭТ (низкотемпературной адсорбции азота). Для этого навеску образца 150 - 300 мг предварительно тренировали (обезвоживали) при температуре 60°C в течении 30 минут. После этапа очистки в ячейку, где находится образец, производится подача небольшого количества газа-адсорбата. Молекулы газа-адсорбата конденсируясь на поверхности образца, образуют монослой. Значение площади удельной поверхности рассчитывается по следующим критериям: количество газа, ушедшего на образование монослоя; поперечное сечение молекул газа и масса образца. Измерение велось по пяти различным концентрациям компонент газовой смеси.

2.2.2 Сканирующая электронная микроскопия

Полученные нанопорошки Pt-Rh сплава исследовались на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения JSM-7500FA. Порошки Ta исследовались на приборе Philips SEM – 515. Образцы приготавливались следующим образом. Навески порошка массой 5-10 мг растворяется в 100 мл этилового спирта, после чего суспензия обрабатывалась в ультразвуковом поле частотой 23 кГц и мощностью 400 Вт. Затем образцы фиксировались на подложке, закрепленной на медной сетке. Одновременно с получением

изображений, проводился элементный анализ образца при помощи дополнительного модуля *MicroXRF Analysis Report*.

2.2.3 Просвечивающая электронная микроскопия

Изображения нанопорошков Pt-Rh и Ta получали на приборах ПЭМ JEM-2100F и ПЭМ Philips CM-12. Подготовка образцов происходила следующим образом. На алюминиевую фольгу наносилась капля раствора этилового спирта в которую равномерно добавлялось небольшое количество порошка. Затем образец высушивался и помещался на держатель. После того, как образец высох его помещали в вакуумную камеру микроскопа.

2.2.4 Дифференциально-термический анализ

Дифференциально-термический анализ полученного нанопорошка тантала проводился на приборе SDT Q 600. Для реализации процесса бралась навеска нанопорошка тантала массой 6-8 и 20-22 мг и нагревалась на воздухе со скоростью 10 и 20 К/с.

Данный анализ основан на регистрации разности температур инертного образца и исследуемого вещества, происходит сравнение температур при их одновременном нагревании или охлаждении.

Конструкция прибора а именно тот факт, что регистрирующие термодпары от образца и эталона соединены навстречу друг другу, данный метод позволяет зафиксировать даже малые изменения температуры образца. Так как дифференциальный метод является повышено чувствительным методом исследования, является возможность исследовать образцы малого веса (до нескольких мг).

2.2.5 Рентгенофазовый анализ

Рентгенофазовый анализ проводился с помощью дифрактометра Shimadzu (Япония) XRD-7000S. Диапазон углов сканирования: от 00 до 1000с шагом 0,50 и скоростью сканирования 1 град/мин. Для получения достаточно хороших рентгенограмм образец тщательно измельчается.

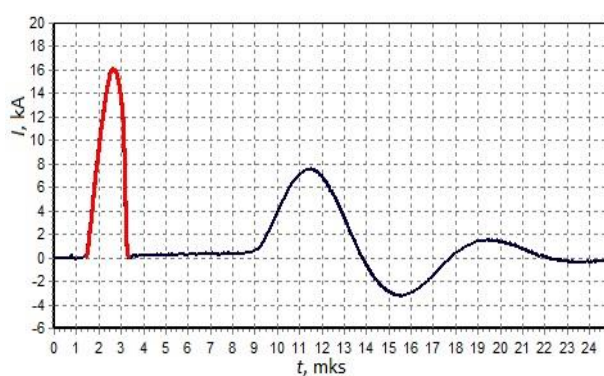
Рентгенофазовым анализом (РФА) идентифицируются различные фазы в смеси по анализу дифракционной картины исследуемого образца. По набору межпластинчатых расстояний и относительной интенсивностью соответствующих линий на рентгенограмме определяется вещество.

3 Практическая часть

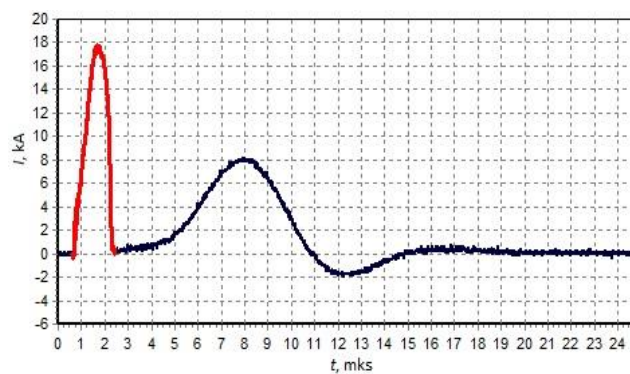
3.1 Получение Pt-Rh нанопорошка методом ЭВП

3.1.1 Изучение процесса протекания ЭВП Pt-Rh сплава

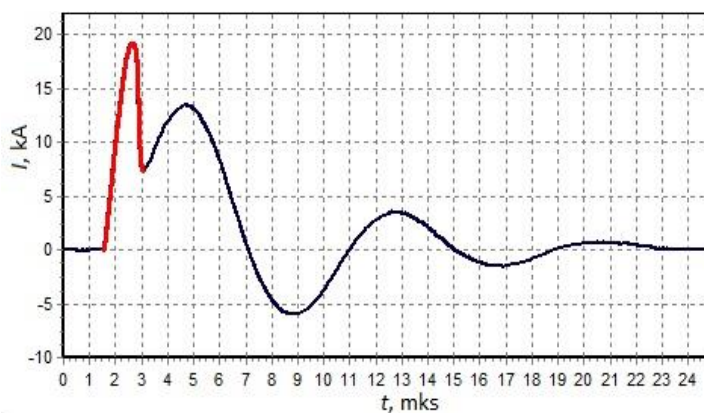
На рисунке 6 представлены типичные осциллограммы тока ЭВП. Все исследуемые режимы взрыва можно разделить на три группы [6]. Первая – ЭВП с паузой тока (рисунок 6. а). В данном режиме взрыва наблюдается две явно выраженные стадии. На первой стадии происходит сам процесс взрыва – нагрев проводника импульсом тока, его плавление, дальнейшей нагрев и разрушение. Продукты ЭВП имеют высокую электрическую прочность, но по мере их расширения электрическая прочность снижается, в определенный момент времени происходит их пробой.



а)



б)



в)

Рисунок 6 – Осциллограммы тока ЭВП.

а) взрыв с паузой тока; б) критический режим взрыва; в) взрыв без паузы тока

При уменьшении длины проводника с сохранением остальных условий ЭВП, длительность паузы тока (промежутка от окончания ЭВП до пробоя продуктов взрыва) сокращается, и в определенный момент наблюдается осциллограмма тока с нулевой паузой (рисунок 5.б.). Данный режим взрыва в литературе принято называть – «критическим». Длину проводника обеспечивающую критический режим – обозначают критической длиной проводника (l_k). При дальнейшем уменьшение длины проводника приводит к переходу в режим без паузы тока (рисунок 5. в).

На рисунке 7, изображены графики зависимости критической длины проводника (а), и энергии, вводимой в проводник в критическом режиме взрыва, (б) от рабочего напряжения. Для удобства анализа данных энергию, вводимую в проводник, представляли в виде безразмерной величины e/e_c . Где e – удельная энергия, e_c – энергия сублимации $Pt = 58,2$ Дж/мм³.

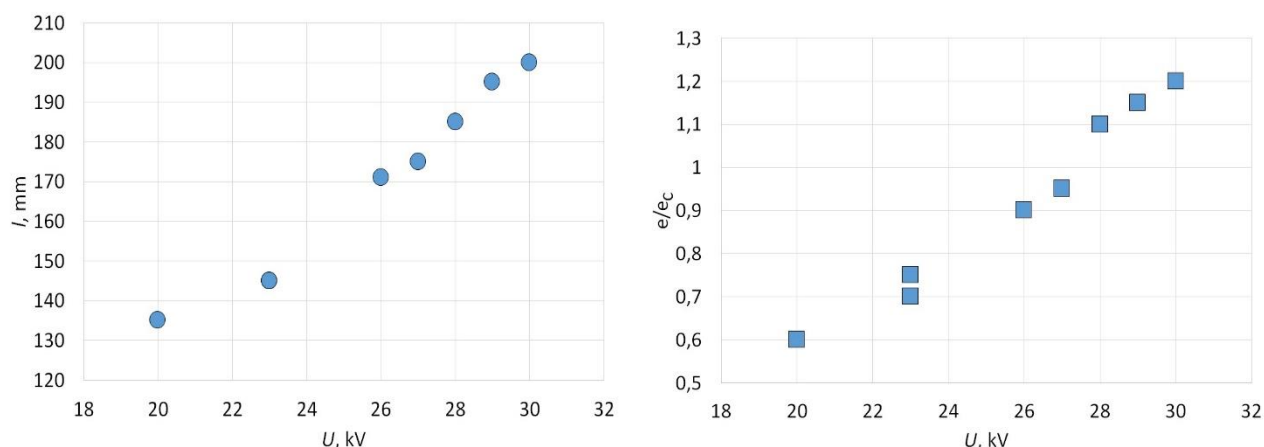


Рисунок 7 – Зависимости критической длины проводника (l_k) (а) и энергии вводимой в проводник при взрыве (e/e_c) (б) от напряжения

Из приведенных графиков следует, что с увеличением напряжения прикладываемого к проводнику, для сохранения критического режима взрыва длину проводника следует увеличивать, при этом энергия, вводимая в проводник, так же возрастает.

Так как дальнейшее увеличение рабочего напряжения, является не целесообразным, то дополнительно были исследованы режимы без паузы тока. При исследовании все параметры эксперимента оставались неизменными, а уменьшали только длину взрываемого проводника.

На рисунке 8, представлена зависимость e/e_c от длины взрываемого проводника.

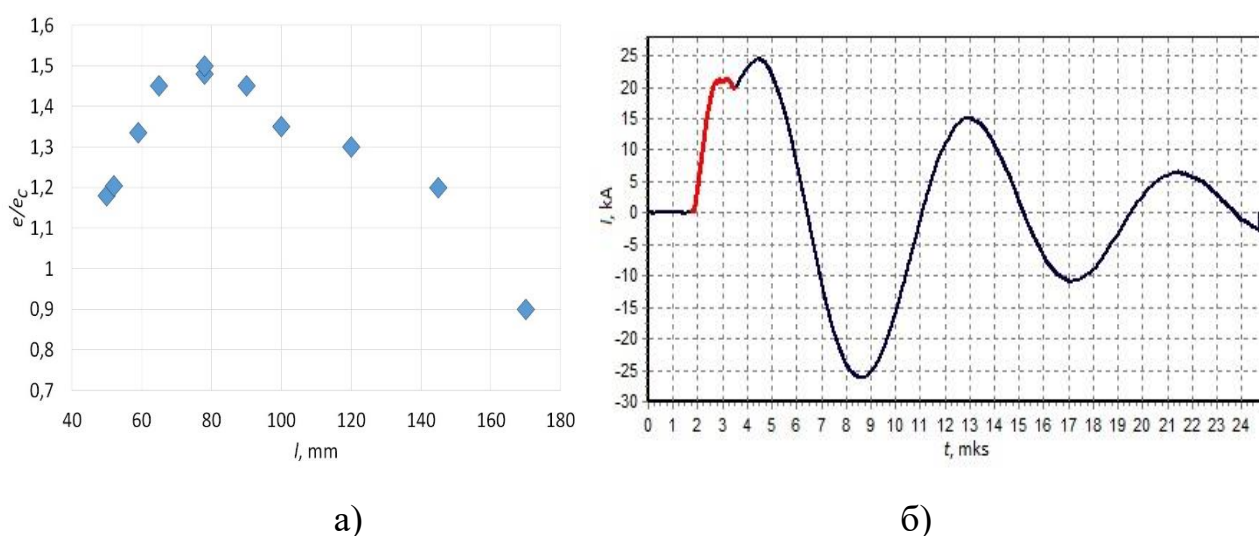


Рисунок 8 – а) Зависимость энергии, вводимой в проводник от его длины
($U = 26$ кВ, $l_k = 165$ мм);

б) Осциллограмма тока ЭВП в режиме максимального уровня e/e_c .

Из графика (рисунок 7, а), следует, что возрастание энергии, вводимой в проводник, наблюдается лишь при уменьшении его длины с 165 мм до 80 мм. Дальнейшее уменьшение длины взрываемого проводника приводит к раннему возникновению дуговой стадии разряда и снижению уровня e/e_c . Таким образом существует режим ЭВП с максимальным уровнем e/e_c . Для получения порошков Pt-Rh сплава использовали именно этот режим взрыва (рисунок 7, б). Результаты обработки осциллограмм показали, что удельная энергия, вводимая в проводник в данном режиме взрыва, составила $1,5 e_c$, а энергия, выделяемая в дуговой стадии разряда – $1,1 e_c$.

3.1.2 Свойства полученного порошка Pt-Rh сплава

На рисунке 9 приведены СЭМ фотографии частиц полученного порошка.

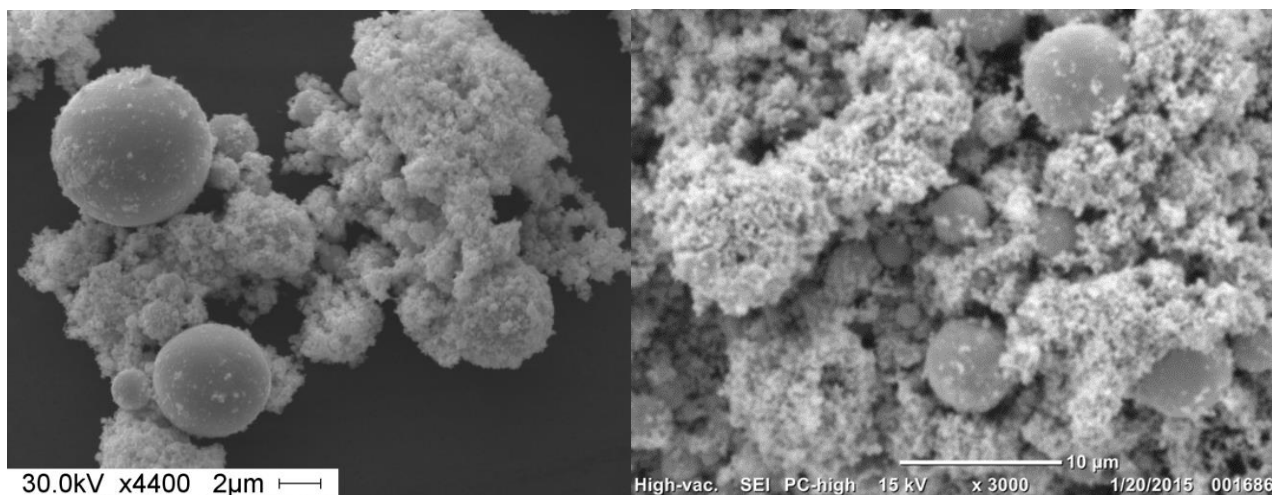


Рисунок 9 – СЭМ фотографии полученного Pt-Rh порошка

Исследуемый образец состоит из сферических частиц размером от 50 нм до 5 мкм. Крупные частицы, образованные при плавлении и разбрызгивании материала проводника, имеют сферическую форму. Частицы нанометровой фракции, образованные из паровой фазы, имеют преимущественно полиэдрическую форму (вероятно - форму икосаэдра). Полиэдрическая форма свидетельствует о том, что мелкие частицы представляют собой монокристаллы. Для мелких частиц наиболее характерная структурная особенность - формирование двойников (частицы с «перегородкой» внутри). Часть частиц мелкой фракции спекаются и образуют цепочечные структуры.

Результаты исследования по методу БЭТ показали, что площадь удельной поверхности полученных порошков равна $1,9 \text{ м}^2/\text{г}$, что соответствует величине среднеповерхностного диаметра частиц - 150 нм.

По данным полученным с помощью просвечивающего электронного микроскопа исследуемый образец состоит из сферических частиц размером от 50 нм до 5 мкм (рисунок 10).

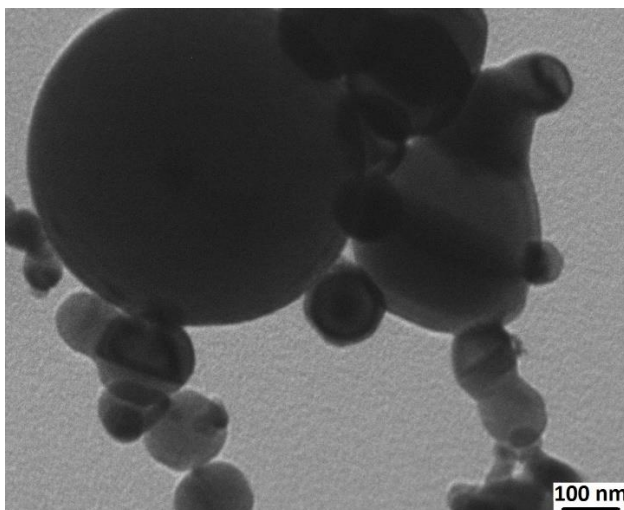


Рисунок 10 – ПЭМ фотография полученного Pt-Rh порошка

По данным микродифракции и РФА частицы состоят из сплава Pt_{0.85}Rh_{0.15} или 91,5 % (мас.) Pt, и 8,5 % (мас.) Rh. Средняя величина размера областей когерентного рассеяния составила 50 нм, что близко к размерам частиц мелкой фракции.

Результаты рентгенофазового анализа показали, что образец состоит из платинородиевого сплава (рисунок 11). Наличие 9,8 % родия приводит к сдвигу положения рефлексов кристаллической фазы исследуемого образца относительно рефлекса платины.

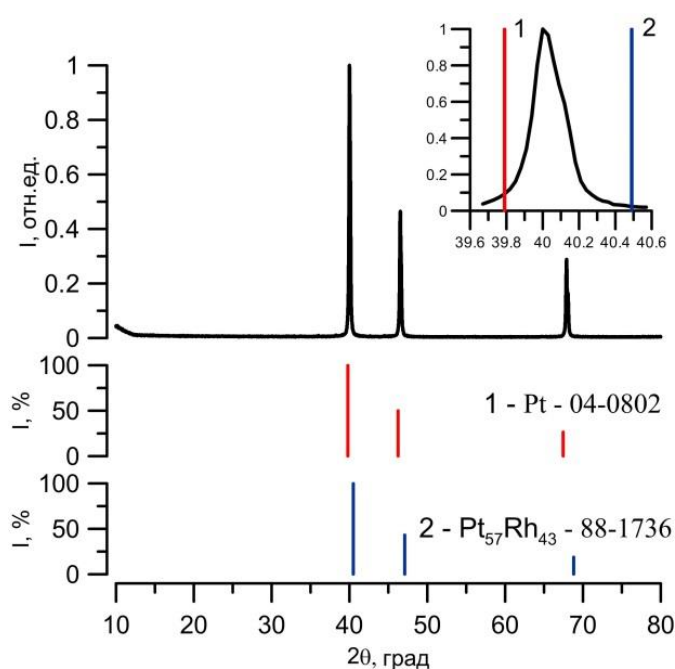


Рисунок 11 – Рентгенограмма полученного Pt-Rh порошка

3.2 Получение нанопорошка Та методом ЭВП

3.2.1 Изучение процесса протекания ЭВП Та

Электрический взрыв тантала исследовали с помощью обобщенных переменных теории подобия ЭВП [2]:

$$\varepsilon = \frac{CU_0^2 \cdot 10^{-18}}{d^4 Z}, \left[\frac{\text{Дж}}{\text{м}^4 \text{Ом}} \right]; \lambda = \frac{l \cdot 10^{-6}}{d^2 Z}, \left[\frac{1}{\text{Ом} \cdot \text{м}} \right]; \nu = \frac{10^3 \cdot \sqrt{LC}}{d}, \left[\frac{\text{с}}{\text{м}} \right] \quad (1)$$

где C – емкость конденсатора, U_0 – напряжение заряда конденсатора, Z – волновое сопротивление контура установки, d – диаметр взрываемого проводника, L – индуктивность контура установки, l – длина взрываемого проводника.

Энергию, вводимую в проводник, рассчитывали из осциллограмм тока, полученных с помощью токового шунта и осциллографа, по уравнению:

$$W_{\text{EEW}} = \frac{CU_0^2}{2} - \frac{C(U_0 - \frac{1}{C} \int_0^{t_{\text{EEW}}} i(t) dt)^2}{2} - \frac{L \cdot i(t_{\text{EEW}})^2}{2} - R \int_0^{t_{\text{EEW}}} i(t)^2 dt \quad (2)$$

где i – ток ЭВП;

R – сопротивление контура;

t_{EEW} – длительность импульса тока ЭВП.

Для упрощения анализа полученных данных энергию, вводимую в проводник, выражали в виде безразмерной величины:

$$e/e_s = \frac{W_{\text{EEW}}}{V_W \cdot e_s} \quad (3)$$

где e – удельная энергия;

V_W – объем взрываемого проводника;

e_s – энергия сублимации тантала (71,7 Дж/мм³).

Дополнительно, по уравнению (4) определяли коэффициент передачи энергии от накопителя к проводнику.

$$\eta = \frac{W_{\text{EEW}}}{W_0} \cdot 100\% \quad (4)$$

Анализ режимов ЭВП проводили по следующей методике: на первом этапе исследовали режимы критического взрыва и строили зависимости $\lambda_c = f(\varepsilon)$ и $\eta = f(\varepsilon)$. На втором этапе - режимы с длиной проводника меньше критической.

После исследования процесса ЭВП Та при различных начальных условиях, был выбран оптимальный режим ЭВП.

На рисунке 12 представлены типичные осциллограммы тока электрического взрыва танталовых проводников.

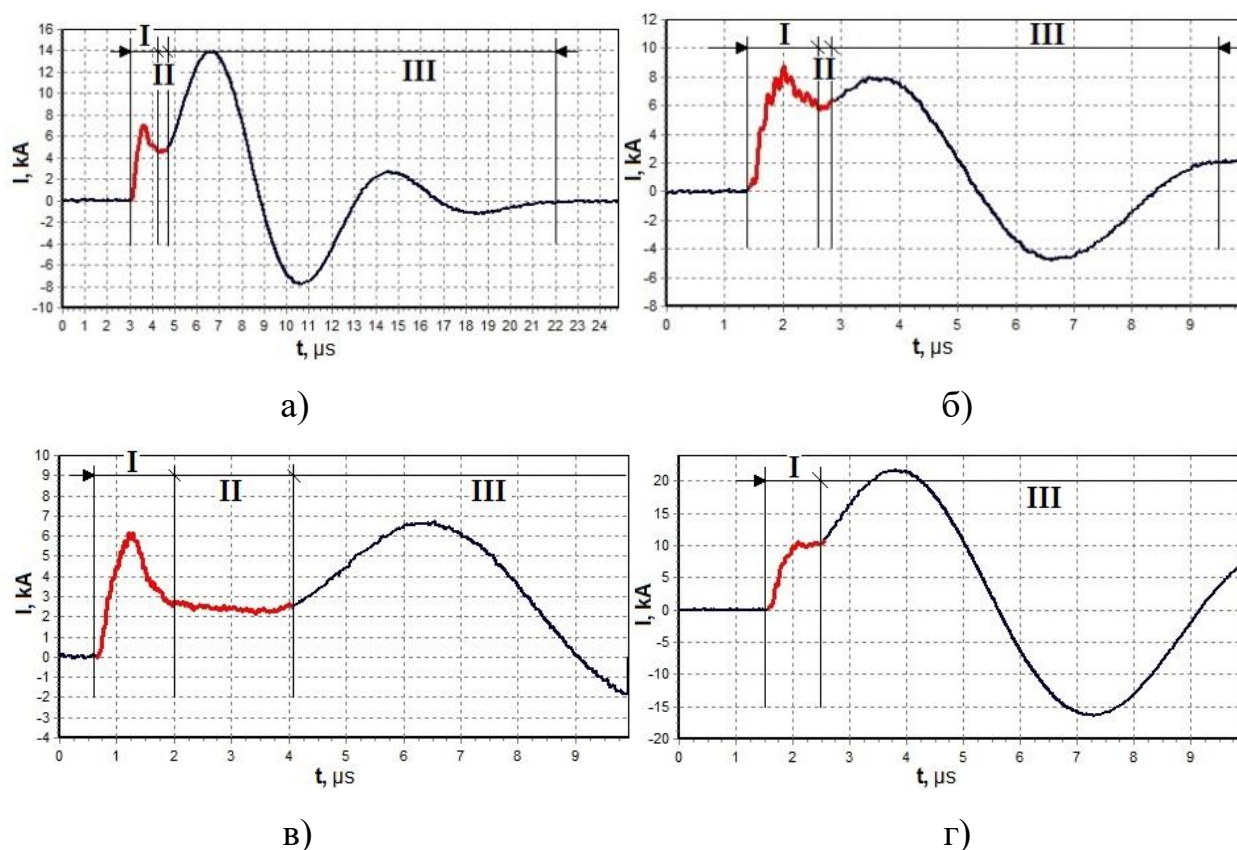


Рисунок 12 – Осциллограммы тока электрического взрыва танталовых проводников; а) и б) критический режим, в) режим с длиной проводника большей критической, г) режим длиной проводника меньше критической

Процесс электрического взрыв тантала зачастую можно разделять на три стадии. Первая и вторая - сам процесс ЭВП, третья – дуговая стадия разряда. Дуговая стадия разряда не отключается ни при каких условиях, но в некоторых режимах взрыва наблюдается момент, когда ток ЭВП не изменяется (плато тока)

(рисунок 12, а, б и в). Режимы ЭВП с минимально возможным плато тока, были выбраны как базовые – критические режимы ЭВП.

Анализ осциллограмм тока позволил определить эмпирические зависимости описывающие критические режимы ЭВП:

$$\lambda_c = 4.5 \varepsilon^{0.2}; \eta_c = 27.9 \varepsilon^{-0.6}; e/e_s = 0.55 \varepsilon^{0.2} \quad (5)$$

Графики зависимости η от ε и λ от ε приведены на рисунках 13 и 14.

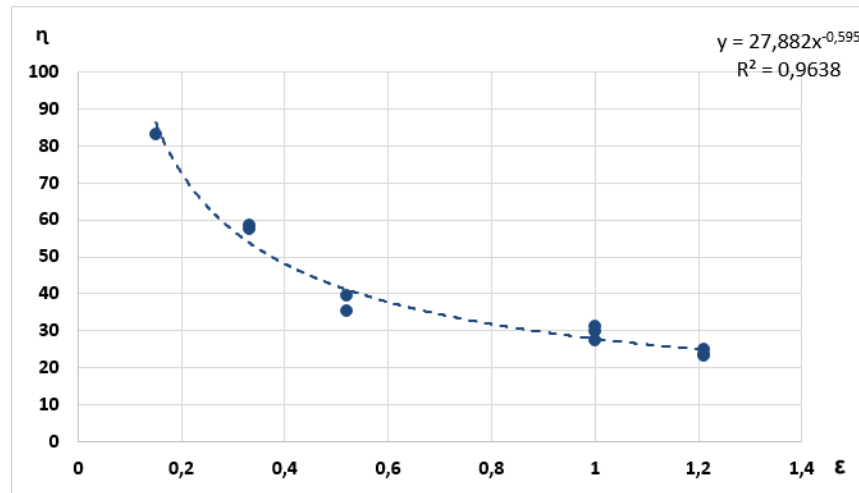


Рисунок 13 – Зависимость η от ε

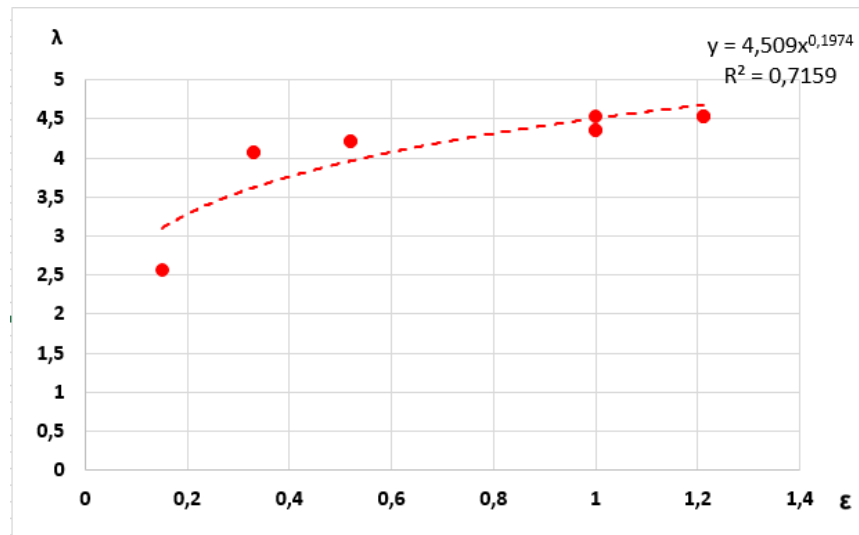


Рисунок 14 – Зависимость λ от ε

Следует отметить, что с увеличением ε энергия, вводимая в проводник в критическом режиме взрыва, увеличивается достаточно медленно. Так при ε

равном $-0,15$ в проводник вводится $0.4e_c$. Увеличение ϵ до $1,2$ приводит к росту энергии до $0.6e_c$. Для увеличения энергии, вводимой в проводник при взрыве, были исследованы режимы с длиной проводника меньшей критической с сохранением остальных условий ЭВП (C, U_0, d, L). Это позволило определить изменение энергетических характеристик взрыва относительно базового – критического ЭВП.

На рисунке 15 приведены зависимости изменения удельной энергии, вводимой в проводник, и коэффициента передачи энергии, от длины взрывающегося проводника.

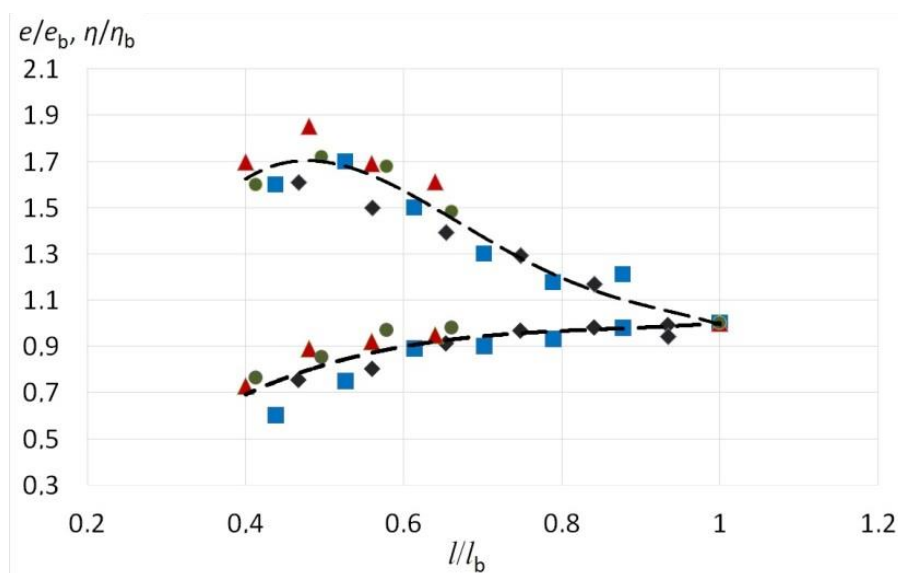


Рисунок 15 – Зависимость удельной энергии вводимой в проводник и коэффициента передачи энергии от накопителя к проводнику относительно критического ЭВП

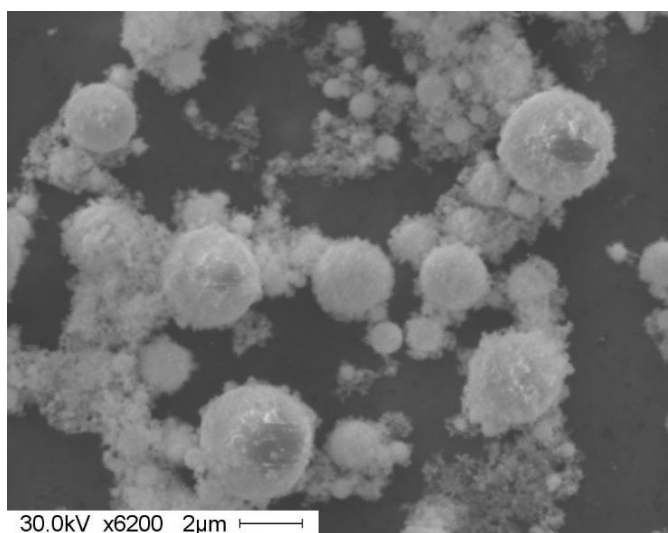
Уменьшение длины взрывающегося проводника приводит к уменьшению η с одновременным увеличением удельной энергии вводимой в проводник. Однако e увеличивается не на всем исследуемом промежутке длин. При длине проводника $0.5l_b$ наблюдается максимальный уровень энергии вводимой в проводник. Дальнейшее уменьшение длины взрывающегося проводника приводит к снижению удельной энергии, это вызвано ранним развитием дуговой стадии разряда.

Для получения танталовых порошков был выбран режим с максимальным уровнем энергии, вводимой в проводник при взрыве ($U_0 = 26$ кВ, $C = 2.2$ μ F, $l = 60$ мм). Данный режим взрыва обеспечил уровень энергии, вводимой в проводник при взрыве – $1,1e_c$.

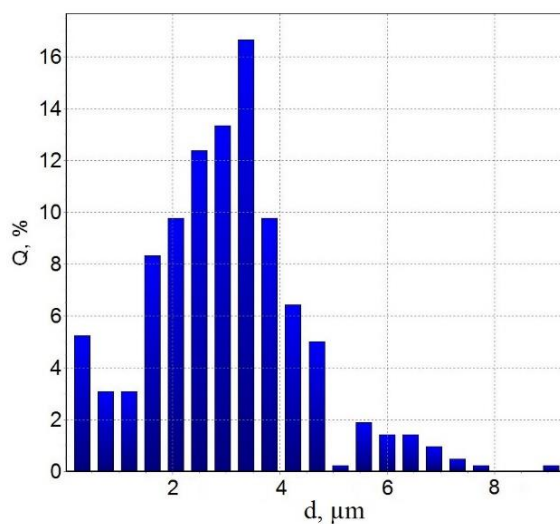
С возрастанием энергии вводимой в проводник следует увеличение площади удельной поверхности, что в свою очередь означает уменьшение среднего размера частиц.

3.2.2 Свойства полученного порошка Та

Порошок тантала, полученный в указанном режиме ЭВП, имеет площадь удельной поверхности $1,9$ $\text{м}^2/\text{г}$, что в пересчете на среднеповерхностный диаметр частиц составляет 190 нм. На рисунках 16 и 17 приведены фотографии частиц порошка, полученные с помощью сканирующего и просвечивающего электронных микроскопов.

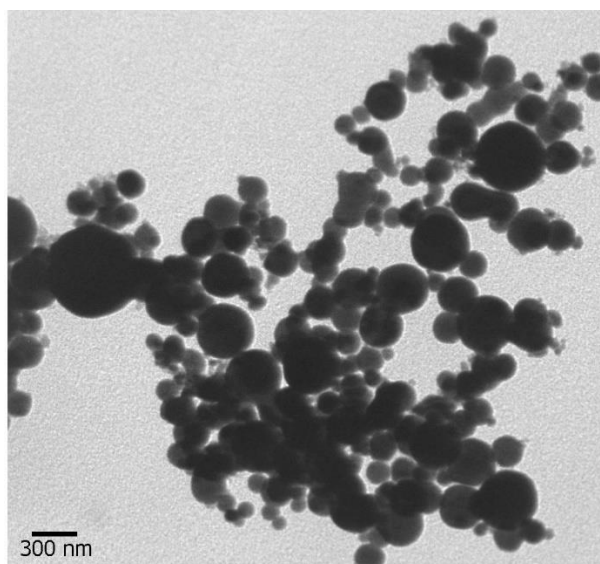


а)

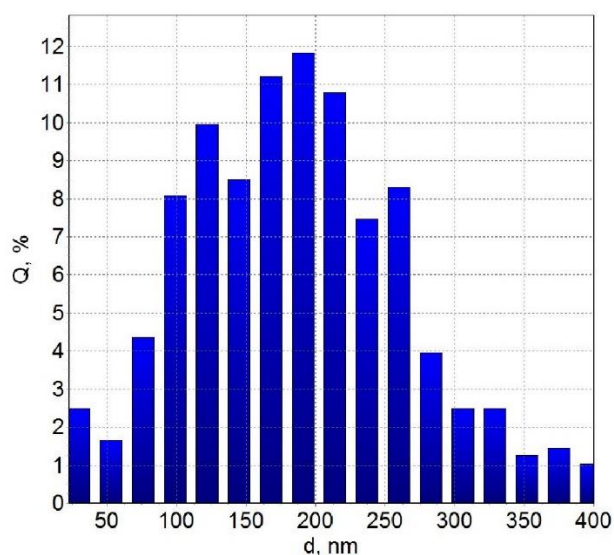


б)

Рисунок 16 – а - СЭМ фотография танталового порошка; б - распределение частиц порошка по диаметру



а)



б)

Рисунок 17 – а - ПЭМ фотография танталового порошка; б - распределение частиц порошка по диаметру

Частицы Та порошка имеют сферическую форму. Порошок состоит из двух фракций: частиц диаметром от 1 до 8 мкм и частиц диаметром от 50 до 400 нм со среднечисловым максимумом 200 нм. Образование микронных частиц связано с кристаллизацией расплавленных капель, частицы нанометрового диапазона формируются из паро-жидкостной фазы.

На рисунке 18 представлена термограмма процесса окисления полученного порошка при линейном нагревании в воздухе.

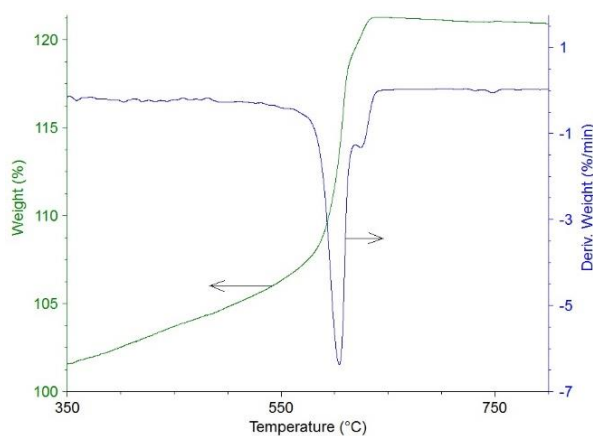


Рисунок 18 – ТГ- и ДТГ-зависимости линейного нагревания электровзрывного порошка Та в воздухе

Окисление порошка начинается при температуре 300 °С и протекает со скоростью до 0,34 мин⁻¹. При температуре 594°С в зависимости от параметров ДТА может наблюдаться тепловое самовозгорание образца. Второй максимум скорости окисления (0,03 мин⁻¹) приходится на 625°С и объясняется присутствием в образцах микронной фракции частиц. Полное окисление образца наблюдается при 630°С, прирост массы составляет ~18-21% (теоретический прирост массы за счет полного окисления – 22,1%), что соответствует образованию оксида Ta₂O₅. Различие в максимальных скоростях окисления обусловлено дисперсным составом порошка.

Спектральный анализ исследуемых образцов показал наличие металлических примесей не более 0,15 масс. %. Количество сорбировано газа составило 0,94 масс. % по O₂, 0,11 масс. % по N₂ и 0,46 масс. % по H₂. Наличие металлических примесей определится исходной чистотой танталовой проволоки. Увеличение количества сорбированного газа вызвано повышенной реакционной способностью полученного порошка.

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСООБЪЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа	ФИО
4БМ4А	Власюк Михаил Николаевич

Институт	ИФВТ	Кафедра	ММС
Уровень образования	магистр	Направление/специальность	Материаловедение и технологии материалов

Тема магистерской диссертации: «Исследование электрического взрыва Pt-Rh и Ta проводников и свойств получаемых нанопорошков».

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:	
1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	<i>Работа с информацией, представленной в российских и иностранных научных публикациях, аналитических материалах, статистических бюллетенях и изданиях, нормативно-правовых документах.</i>
2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	
3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	1. 22% - отчисления в ПФР, страховая и накопительная части; 2. 2,9% - отчисления в ФСС по временной нетрудоспособности и в связи с материнством; 3. 5,1% - отчисления в ФФОМС (в ТФОМС — 0%).
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. <i>Оценка инновационного потенциала проекта</i>	1. Потенциальные потребители результатов исследования 2. Анализ конкурентных технических решений 3. SWOT-анализ
2. <i>Планирование процесса управления НИИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок</i>	1. Потенциальные потребители результатов исследования 2. Анализ конкурентных технических решений 3. SWOT-анализ
3. <i>Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности</i>	Бюджет научно – технического исследования (НИИ) 1. Расчет материальных затрат НИИ 2. Основная заработная плата исполнителей темы 3. Отчисления на социальные нужды 4. Накладные расходы 5. Формирование бюджета затрат научно – исследовательского проекта
4. <i>Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности</i>	<i>Расчет коэффициента научно-технического уровня проекта</i>
Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):	

1. График проведения работ
2. Бюджет проекта (таблица)
3. Потенциальные потребители результатов исследования (таблица)
4. SWOT -анализ(таблица)

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Кафедра менеджмента, Старший преподаватель	Гаврикова Надежда Александровна			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ4А	Власюк Михаил Николаевич		

4 Финансовый менеджмент

4.1 Предпроектный анализ. Потенциальные потребители результатов исследования

Нанопорошки неорганических материалов являются самостоятельным объектом со своими характеристиками, которые определяются размерным фактором и структурными особенностями наночастиц. Поэтому широкое применение нанопорошков возможно только в технологиях, учитывающих или базирующихся на их специфических свойствах.

Основные области применения электровзрывных нанопорошков:

- 1) Применение нанопорошков в высокоэнергетических материалах и процессах.
- 2) Синтез сплавов и тугоплавких химических соединений.
- 3) Модификация эпоксидных клеев.
- 4) Катализаторы на основе электровзрывных нанопорошков.
- 5) Получение водорода с использованием нанопорошка алюминия.
- 6) Смазочные материалы, легированные нанопорошками.
- 7) Изготовление имплантирующих материалов.

Большая часть нанопорошков производится опытными партиями для собственных исследовательских целей, либо по специальным заказам, и лишь небольшое количество продается на рынке. Основные производители – научно-исследовательские институты и вузы.

Спрос на нанопорошки на внутреннем рынке еще достаточно ограничен, лишь небольшое число предприятий в настоящий момент приступили к их использованию при изготовлении собственной продукции. В основном нанопорошки закупаются различными научными организациями для проведения собственных исследований.

Позитивное развитие на рынок оказывает государственная поддержка в области нанотехнологий на государственном уровне, а также значительный

объем поступающих инвестиций в данные программы по различным правительственных программ поддержки нанотеха.

		Области применения нанопорошков		
		Металлургия	Возобновляемые ресурсы	Медицина
Размер компании	Крупные			
	Средние	☐	☒	☒ ☒
	Мелкие	☒	☐	
☐ «Высокодисперсные металлические порошки» («ВМП»), г. Екатеринбург ☒ «Наноиндустрия», г. Москва ☒ «Передовые порошковые технологии», г. Томск ☐ «Промхим», г. Пермь ☒ «Порошковые технологии», г. Новосибирск ☒ ФГУП «Красная звезда», г. Москва				

Рисунок 19 – Карта сегментирования рынка услуг по нанопорошкам

4.1.1 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Получение нанопорошков можно осуществить механическими, химическими и физико-химическими методами. Однако на промышленном уровне получение нанопорошков можно получить механическим дроблением мокроматериалов и плазмохимическим методом. В 12 лаборатории ТПУ университета разработан уникальный способ получения нанопорошков методом

электрического взрыва проводника. Данный метод является наиболее конкурентоспособным.

Таблица 6– Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкурентоспособность	
		Б _{к1}	Б _{к2}	К _{к1}	К _{к2}
1	2	3	4	5	6
Технические критерии оценки ресурсоэффективности					
1. Повышение производительности	0,15	3	4	0,45	0,6
2. Простота изготовления	0,1	3	4	0,3	0,4
3. Энергоэкономичность	0,05	2	3	0,1	0,15
4. Надежность	0,05	4	4	0,2	0,2
5. Экологичность технологии и материала	0,1	3	4	0,15	0,2
6. Материалоемкость	0,15	4	5	0,3	0,75
6. Широта области применения	0,15	3	4	0,45	0,5
Экономические критерии оценки эффективности					
7. Конкурентоспособность продукта	0,1	3	5	0,3	0,5
8. Цена	0,15	3	3	0,45	0,45
9. Финансирование научной разработки	0,05	4	4	0,2	0,2
Итого	1.0	37	41	3.65	3,95

К1- механическое дробление. К2- электрический взрыв проводника.

По нашему мнению, наиболее целесообразным по технологическим и экономическим соображениям является получение нанопорошков методом электрического взрыв проводника.

4.1.2 SWOT-анализ

Активное развитие порошковой металлургии позволило довольно заметно упростить и удешевить технологические процессы изготовления деталей, но при переходе на порошковую технологию встает вопрос о достижении необходимых физико-механических характеристик полученных сплавов.

Преимуществами получения нанопорошков методом электрического взрыва проводника являются: высокая производительность; чистота получаемых нанопорошков и узкий диапазон размеров.

Недостатками данного метода является тот факт, что не возможно получить наноматериала не металлов и узкий направленность специалистов работающих на установке по получению нанопорошков.

Таблица 7 –Матрица SWOT

	Сильные стороны научно исследовательского проекта: С1.Возможность варьирования состава, т.е состав исходного материала. С2. Высокая производительность С3.Снижение себестоимости изделия	Слабые стороны научно исследовательского проекта: Сл1. Сложность регулировать пассивацию нанопорошков, вероятность образования оксидной пленки.
--	---	--

Продолжение таблицы 7

Возможности: В1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ(т.е использование научного оборудования) В2. В связи с последними политическими событиями наблюдается тенденция на импортозамещение в данной отрасли. В3. Возможность внедрения технологии в производство В4. Участие в грантах.	С1В2 – вероятность расширения кол-ва поставщиков(снижение себестоимости изделия) С1В3 - упрощение внедрения технологии в производство за счет аддитивных технологий. С2В2 – позволяют при наличии спроса быстро нарастить объемы производства С3В2, С4В2- качество и стоимость продукта будет являться конкурентным на российском рынке	В1Сл3 –новейшее оборудование, позволит на ранних стадиях исследование, выявить и предотвратить появление брака
Угрозы: У1. Вероятность появления более выгодных предложений на рынке, так как в данном направлении ведется большое количество исследований.		

4.2 Инициация проекта

Цели и результат проекта.

В получении результата заинтересованы следующие стороны, представленные в таблице 8.

Таблица 8 – Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
Университет	Наличие НИОКР
Студент	Защита магистерского диплома. Получение высшего образования
Предприятия, занимающиеся изготовлением подшипников	Сокращение времени на производство. Большая производительность. Снижение себестоимости
Потребители	Низкая стоимость изделий по сравнению, с изделиями полученными стандартными методами. Качество нанопорошка.
Государство	Возможность импортозамещение

В таблице 9 представлена информация о иерархии целей проекта и критериях достижения целей.

Таблица 9 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	1. Получение нанопорошков платины и тантала. 2. Изучение свойств нанопорошков, и поиск их областей применения.
Ожидаемые результаты проекта:	Получение нанопорошков сферической формы, с высоким качеством состава, с заданными размерами в узком диапазоне.
Критерии приемки результата проекта:	Законченная научно-исследовательская работа, авторы которой имеют список публикаций и участие на международных конференциях.
Требования к результату проекта:	Требование:
	Результат проекта должен иметь актуальное теоретическое и практическое значение
	Наглядные иллюстрации (графики и диаграммы)
	Выполнения проекта в срок

Организационная структура проекта

Таблица 10 – Рабочая группа проекта

ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудо- затраты, час.

Продолжение таблицы 10

Коршунов Андрей Владимирович	Руководитель проекта	Отвечает за реализацию проекта в пределах заданных ограничений по ресурсам, координирует деятельность участников проекта	1024
Власюк Михаил Николаевич	Исполнитель по проекту	выполняет отдельные работы по проекту	1624

Ограничения и допущения проекта

Таблица 11 – Ограничения проекта

Фактор	Ограничения/ допущения
3.1. Бюджет проекта	395421тыс.руб
3.1.1. Источник финансирования	ТПУ
3.2. Сроки проекта:	
3.2.1. Дата утверждения плана управления проектом	25.08.2015
3.2.2. Дата завершения проекта	22.06.2016

4.3 Планирование управления научно-техническим проектом

4.3.1 Иерархическая структура работ проекта

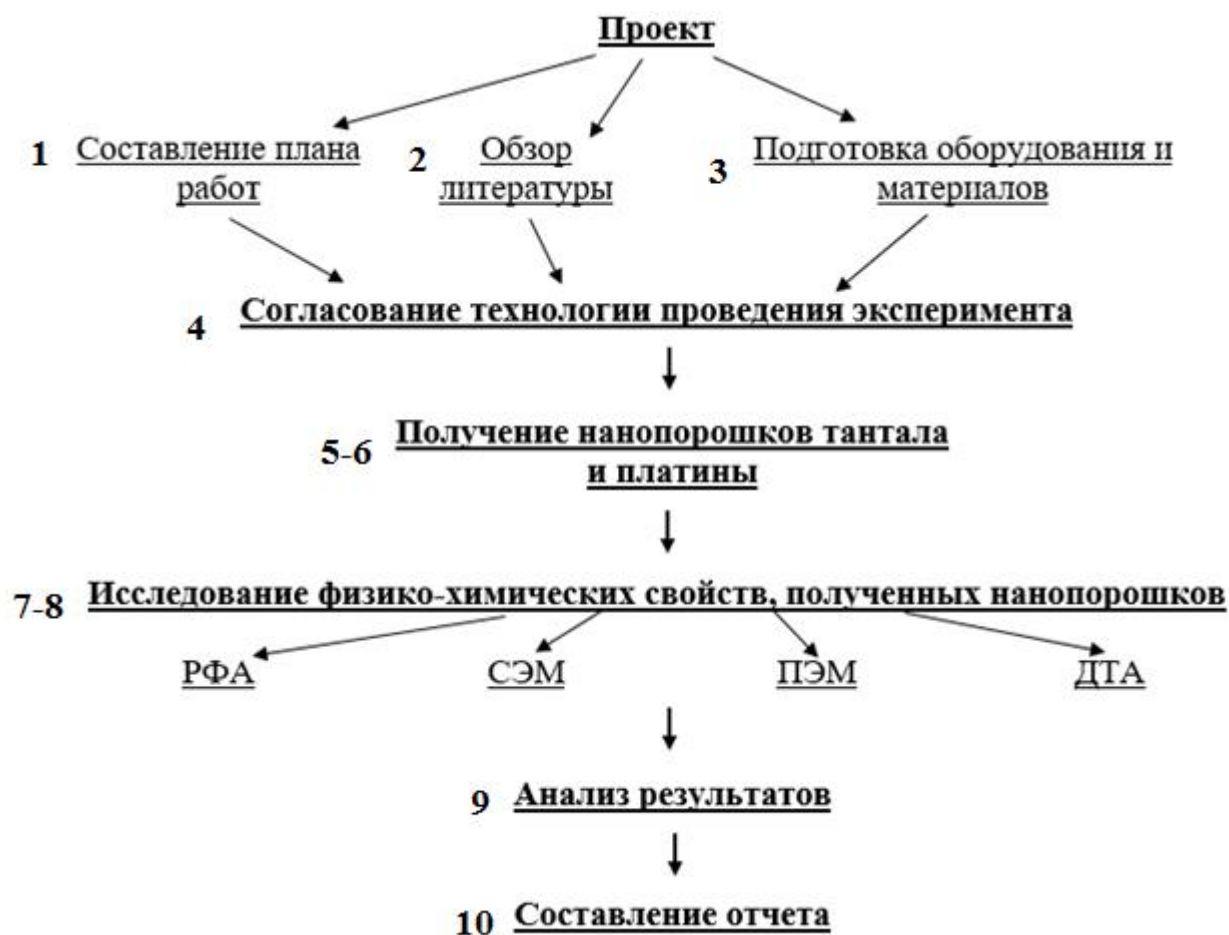


Рисунок 20 – Иерархическая структура проекта

4.3.2 Контрольные события проекта

Таблица 12 – Контрольные события проекта

№ работ	Контрольное событие	Результат (подтверждающий документ)
1	Составление плана работ	Утверждение участников исследования
2	Обзор литературы	Отчет по изученной литературе.

Продолжение таблицы 12

3	Подготовка оборудования и материалов	Подготовка установки УДП-150 и закупка проволоки
4	Согласование технологии проведения эксперимента	План эксперимента
5	Получение нанопорошков тантала и платины	Нанопорошки
6	Исследование физико-химических свойств, полученных нанопорошков	Результаты микроскопии и рентгена-фазового анализа
7	Анализ результатов	Фазовый состав, морфология и величина площади удельной поверхности
8	Составление отчета	Отчет
9	Отчет по исследовательской работе	Отчет
10	Защита диплома	диплом

4.3.3 План проекта

Таблица 13 – Календарный план проекта

№ работ	Длитель-, раб. дни	Дата начала-окончания работ	Состав участников
1	22	1.09.15 1.10.15	Коршунов А.В. Власюк М.Н.
2	11	2.10.15 15.10.15	Власюк М.Н.

Продолжение таблицы 13

3	2	15.10.15 17.10.15	Власюк М.Н.
4	30	20.10.15 28.11.15	Коршунов А.В. Власюк М.Н
5	10	1.12.15 12.12.15	Власюк М.Н.
6	24	12.12.15 20.01.16	Коршунов А.В. Власюк М.Н
7	8	21.01.16 1.02.16	Коршунов А.В. Власюк М.Н
8	42	2.02.16 6.04.16	Власюк М.Н.
9	29	6.04.16 9.05.16	Власюк М.Н.
10	25	10.05.16 15.06.16	Власюк М.Н.
Итого:	203		

На рисунке 21 представлен линейный график работ.



Рисунок 21 – Линейный график работ

4.3.4 Бюджет научного исследования

Сырье, материалы, покупные изделия и полуфабрикаты

Таблица 14 – Сырье, материалы

Наименование	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Проволока Та	1 кг	7000	7000
Проволока Рт	0,5 кг	120000	60000
Аргон	50 л	100	5000
Всего за материалы			72000

Амортизационные отчисления

$$H_a = (1/T) \cdot 100\%, \quad (6)$$

$$A = (S/365) \cdot H_a \cdot t, \quad (7)$$

где t – время эксплуатации (дни);

T – срок службы;

H_a – норма амортизации.

Таблица 15 – Амортизационные отчисления

Наименование оборудования	Цена единицы оборудования, руб.	Срок службы, Т, дни	Время эксплуатации, t, дни	H_a норма амортизации	Амортизационные отчисления, руб.
Установка УДП-150	1000000	5475	10	0,067	1836
Компьютер	30000	2190	60	0,167	823
ИТОГО					2659

Расчет заработной платы

Заработная плата рабочим рассчитана по тарифным ставкам и

отработанному времени. Расчет заработной платы персоналу сведем в таблицу 16.

Таблица 16 – Расчёт заработной платы

Исполнители	Зарплата, руб./мес.	Средняя ЗП (22 раб дня)	Количество отработанных дней	Всего з.п, руб	Дополнительная з.п	Отчисления на социальные нужды
Руководитель	25000	1136	84	95424	11451	23492
Исполнитель	9000	409	203	83027	9963	20179
Итого:				178451	21414	43671

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 12% от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнение темы:

$$З_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot З_{\text{осн}}, \quad (8)$$

Отчисления на социальные нужды

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

$$С_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}), \quad (9)$$

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

Отчисления на социальные нужды составляет 21,7%

Затраты на электроэнергию

Тариф на электроэнергию – 4,63 руб/(КВт·ч).

Таблица 17 – Затраты на электроэнергию

Наименование оборудования	Мощность, кВт	Время эксплуатации, Час	Расход электроэнергии. руб.
Установка УДП 150	3,5	10	162
Компьютер	0,35	240	389
ИТОГО			551

Затраты на водоснабжение

Тариф на водоснабжение 30,22 р. м³

Примерный расход воды за время исследований составляет 10 м³

Затраты на водоснабжение за весь период исследования составляет 302 руб.

Затраты на водоотведение

Тарифы на водоотведение 20,59 р.м³

Затраты на водоотведение за весь период исследования составляет 206 руб.

Накладные расходы

Накладные расходы составляют 25% от суммы основной и дополнительной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнение темы.

Расчет накладных расходов ведется по следующей формуле:

$$C_{\text{накл}} = k_{\text{накл}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}),$$

где $k_{\text{накл}}$ – коэффициент накладных расходов.

Таблица 18 – Накладные расходы

Исполнитель	Всего з.п.,руб.	Дополнительная з.п., руб.	Накладные расходы, руб.
Руководитель	95424	11451	26719
Исполнитель проекта	83027	9963	23248
итого			49967

В данной статье затрат рассматриваются расходы по оплате услуг сторонних организаций, связанных с исследованиями НИОКР. В таблице 12 представлены затраты на исследования 8 образцов.

Таблица 19 – Расходы на сторонние организации

Организация	Выполняемые работы	Сумма, руб.
НОИЦ "Нanomатериалы и нанотехнологии" ТПУ	Проведение рентгенофазового анализа	16800
НОИЦ "Нanomатериалы и нанотехнологии" ТПУ	Определение удельной поверхности (БЭТ-анализ)	4000
НОИЦ "Нanomатериалы и нанотехнологии" ТПУ	Проведение просвечивающей электронной микроскопии с разрешением 0,14 нм.	1400
НОИЦ "Нanomатериалы и нанотехнологии" ТПУ	Пробаподготовка для проведения просвечивающей электронной микроскопии.	1200
НОИЦ "Нanomатериалы и нанотехнологии" ТПУ	Проведение сканирующей электронной микроскопии с разрешением 1 нм.	1200
НОИЦ "Нanomатериалы и нанотехнологии" ТПУ	Пробаподготовка для проведения сканирующей электронной микроскопии.	1600
Итого		26200

Полная смета затрат на выполнение НИР

Полная смета затрат приведена в таблице 20.

Таблица 20 – Полная смета затрат

Статьи	Затраты, руб
Сырые материалы	72000
Заработная плата	178451
Дополнительная заработная плата	21414
Отчисления на социальные нужды	43671
Сторонние организации	26200
Амортизация оборудования	1836
Прочие расходы	1059
Накладные расходы	49967
Итого	375325

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группы	ФИО
4БМ4А	Власюк Михаилу Николаевичу

Институт	ИФВТ	Кафедра	ММС
Уровень образования	магистр	Направление/специальность	Материаловедение и технологии материалов

Тема магистерской диссертации: «Исследование электрического взрыва Pt-Rh и Ta проводников и свойств получаемых нанопорошков».

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
1. Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения: – вредных проявлений факторов производственной среды (метеоусловия, вредные вещества, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения) – опасных проявлений факторов производственной среды (механической природы, термического характера, электрической, пожарной и взрывной природы) – негативного воздействия на окружающую природную среду (атмосферу, гидросферу, литосферу) чрезвычайных ситуаций (техногенного, стихийного, экологического и социального характера).	Рабочее место: место лаборанта лаборатории №12 ИФВТ, ТПУ. . Вредные факторы: 1. Физические: повышенность уровень шума, повышенная опасность поражения электрическим; вредные вещества 2. Психические: чрезмерное напряжение зрения и внимания, нерациональное распределение рабочего времени.
2. Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по теме	1. СанПиН 2.2.4/2.1.8.562 – 96«Шумна рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки» 2. ГОСТ 12.1.007-76«ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности» 3. Сан ПиН 2.2.4.548 –96«Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений»
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности: – физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой; – действие фактора на организм человека; – приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ);	Условия труда в лаборатории характеризуются возможностью воздействия на исследователя следующих вредных факторов: вредные вещества, шум, недостаточная освещенность, повреждение электрическим током.

– предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства).	
2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности – механические опасности (источники, средства защиты); – термические опасности (источники, средства защиты); – электробезопасность (в т. ч. статическое электричество, молнии защита – источники, средства защиты); – пожаров взрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения).	К опасным факторам относится повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека, отравления при работе с вредными веществами.
3. Охрана окружающей среды: – защита селитебной зоны – анализ воздействия объекта на атмосферу(выбросы); – анализ воздействия объекта на гидросферу(сбросы); – анализ воздействия объекта на литосферу(отходы); – разработать решения по обеспечению экологической безопасности со ссылками на НТД по охране окружающей среды.	Производство танталовых и платиновых порошков экологически безвредно. Происходит безотходное производство.
4. Защита в чрезвычайных ситуациях: – перечень возможных ЧС на объекте; – выбор наиболее типичной ЧС; – разработка превентивных мер по предупреждению ЧС; – разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС; – разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий.	В рассматриваемой лаборатории возможны чрезвычайные ситуации техногенного характера: взрывы, пожары. Превентивные меры по предупреждению чрезвычайных ситуаций: работа должна проводиться с соблюдением техники безопасности, в вентилируемом помещении. Ответственный за комнату по окончании рабочего дня обязан проверить полное выключение коммуникаций, имеющих в лаборатории. Ежегодные проверки на электробезопасность рабочего оборудования, замена оборудования имеющие повреждения в изоляции. Действия в результате возникшей чрезвычайной ситуации и ликвидации ее последствий должны быть описаны в каждой инструкции охраны труда. В лаборатории должны быть установлены системы обнаружения чрезвычайных ситуаций, а также план эвакуации.
5. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности: – специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.	Эффективный и безопасный труд возможен только в том случае, если производственные условия на рабочем месте отвечают всем требованиям международных стандартов в области охраны труда.

Перечень графического материала:	<i>План эвакуации из лаборатории; схема расположения осветительных приборов.</i>
---	--

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
---	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Кафедра экологии и безопасности жизнедеятельности, Профессор	Федорчук Юрий Митрофанович	доктор технических наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ4А	Власюк Михаил Николаевич		

5 Социальная ответственность

5.1 Описание рабочего места

Работа выполнялась в лаборатории №12 ИФВТ, в 11«Г» корпусе Томского политехнического университета. Опыты проводились на установке для получения нанопорошков «УДП-150», таким образом, исходя из характера работы и используемого в процессе исследовательской деятельности оборудования в подразделе «Производственная безопасность» будет рассматриваться рабочее место лаборанта.

Под проектированием рабочего места понимается целесообразное пространственное размещение в горизонтальной и вертикальной плоскостях, функционально взаимосвязанных средств производства (оборудования, оснастки, предметов труда и др.), необходимых для осуществления трудового процесса.

При проектировании рабочих мест должны быть учтены освещенность, температура, влажность, давление, наличие вредных веществ, и другие санитарно-гигиенические требования к организации рабочих мест.

При проектировании лаборатории необходимо уделить внимание и охране окружающей среды, а в частности, организации безотходного производства.

Лаборатория имеет следующие отделы и помещения:

- 1) Боксы с установками – помещения где непосредственно располагаются установки и осуществляется процесс взрыва проводника.
- 2) Отдел с боксами для сбора порошка – помещение где происходит сбор полученных порошков из накопителей в пакеты или специальные контейнеры.
- 3) Подготовительный отдел – помещение для подготовки проводников, взвешивания порошков и катушек с проволокой.
- 4) Аналитический отдел – отдел в котором происходит обработка данных, хранение документации и выполняются расчеты.

5.2 Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды

В лаборатории, где находятся различные электроустановки, баллоны высокого давления с различными газами и учитывая пиррофорность получаемых порошков, могут быть следующие вредные факторы: а) не комфортные метеоусловия; б) недостаточная освещенность; в) наличие огнеопасных веществ; г) наличие вредных веществ.

5.2.1 Метеоусловия и микроклимат на рабочем месте

Под микроклиматом понимаются метеорологические условия внутренней среды рабочего помещения, которые определяются действующими на организм человека сочетаниями температуры, влажности, скорости движения воздуха и теплового излучения.

Параметры микроклимата могут меняться в широких пределах, в то время как необходимым условием жизнедеятельности человека является поддержание постоянства температуры тела благодаря терморегуляции, т.е. способности организма регулировать отдачу тепла в окружающую среду. Принцип нормирования микроклимата – создание оптимальных условий для теплообмена тела человека с окружающей средой.

Вычислительная техника является источником существенных тепловыделений, что может привести к повышению температуры и снижению относительной влажности в помещении. В санитарных нормах СН-245-71 установлены величины параметров микроклимата, создающие комфортные условия.

Оптимальные параметры микроклимата в рабочей зоне приведены в таблице 21

Таблица 21 – Оптимальные параметры микроклимата в рабочей зоне

Период года	Категория работ по уровням энергозатрат, Вт	Параметр микроклимата	Величина
Холодный	Iб (140-174)	Температура воздуха в помещении Относительная влажность Скорость движения воздуха	21-23°C 40-60% до 0,1м/с
Теплый	Iб (140-174)	Температура воздуха в помещении Относительная влажность Скорость движения воздуха	22-24°C 40-60% 0,1-0,2м/с

Допустимые микроклиматические условия установлены по критериям допустимого теплового и функционального состояния человека на период 8-часовой рабочей смены. Они не вызывают повреждений или нарушений состояния здоровья, но могут приводить к возникновению общих и локальных ощущений теплового дискомфорта, напряжению механизмов терморегуляции, ухудшению самочувствия и понижению работоспособности.

Воздух, поступающий в рабочие помещения, должен быть очищен от загрязнений, в том числе от пыли и микроорганизмов. Патогенной микрофлоры быть не должно.

Кондиционирование воздуха должно обеспечивать поддержание параметров микроклимата в необходимых пределах в течение всех сезонов года, очистку воздуха от пыли и вредных веществ, создание необходимого избыточного давления в чистых помещениях для исключения поступления неочищенного воздуха. Температура подаваемого воздуха должна быть не ниже 19°C.

В таблице 22 отображены допустимые величины показателей микроклимата на рабочих местах.

Таблица 22 – Допустимые величины показателей микроклимата на рабочих местах

Период года	Категория работ по уровню энергозатрат, Вт	Температура воздуха, °С		Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с	
		диапазон ниже оптимальных величин	диапазон выше оптимальных величин		для диапазона температур воздуха ниже оптимальных величин, не более	для диапазона температур воздуха выше оптимальных величин, не более
Холодный	Іб (140 - 174)	19,0 - 20,9	23,1 - 24,0	15 - 75	0,1	0,2
Теплый	Іб (140 - 174)	20,0 - 21,9	24,1 - 28,0	15 - 75 *	0,1	0,3

В помещении имеется только естественная вентиляция (форточки окон, двери). Отопление зимой осуществляется только через систему общего отопления (городская). В крайнем случае, устанавливаются электрические обогреватели в зимнее время и вентилятор в летнее.

5.2.2 Вредные вещества и работа с нанопорошками

Так как, основная часть работы связана с получением и изучение нанопорошков тантала и платины ниже приведены ГОСТы и нормативы при работе с данными порошками.

Согласно ГН 2.2.5.1313-03 тантал и платина относятся к 4 классу опасности.

В таблице 23 представлены предельно допустимые концентрации (ПДК) тантала в воздухе рабочей зоны

Таблица 23 – предельно допустимые концентрации (ПДК) тантала в воздухе рабочей зоны

Элемент	Величина ПДК (мг/м3)	Преимущественное агрегатное состояние в воздухе	Класс опасности	Особенности действия на организм
Тантал (Ta)	-/10	а	4	Ф

Примечание: 4 класс – малоопасные; а – аэрозоль; Ф - аэрозоли, преимущественно фиброгенного действия.

По платине ПДК отсутствует.

Для каждого работника, связанного с разработкой с нанопорошками, предусмотрены следующие средства индивидуальной защиты:

- 1) костюм хлопчатобумажный, куртка на утепляющей прокладке по ГОСТ 1126;
- 2) брезентовые рукавицы по ГОСТ 12.4.010;
- 3) резиновые перчатки по ГОСТ 20010;
- 4) хлопчатобумажные перчатки по ГОСТ 12.4.183 и ГОСТ 5007;
- 5) ботинки на кожаной подошве по ГОСТ 28507 и ГОСТ 12.4.137;
- 6) противоаэрозольный респиратор по ГОСТ 12.4.004;
- 7) противогаз по ГОСТ 12.4.041;
- 8) защитная маска по ГОСТ 12.4.041 или щиток по ГОСТ 12.4.023.

5.2.2.1 Работа с нанопорошком тантала

Работы с порошком выполнялись, основываясь на ГОСТ 18904.0-89. В основных требованиях безопасности указано:

- 1) Тантал и его соединения в воздухе рабочей зоны не образуют токсичных веществ и относятся к четвертому классу опасности.
- 2) Лабораторные помещения, в которых выполняется химическая обработка навесок тантала, должны быть оборудованы вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021.

3) Пожарная безопасность лабораторных помещений должна обеспечиваться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004.

4) К работе в аналитической лаборатории должны допускаться лица, прошедшие инструктаж в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

5) Общие требования безопасности при анализе тантала – нормативно-технической документации.

5.2.2.2 Работа с нанопорошком платины

Проведение работы с порошком платины основывались в основном на ГОСТ 14837-79. Также, как и при работе с порошком тантала, ниже приведены основные требования безопасности:

1) Платина и её соединения в воздухе рабочей зоны не образуют токсичных веществ и относятся к четвертому классу опасности.

2) Лабораторные помещения, в которых выполняется химическая обработка навесок платины, должны быть оборудованы вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021.

3) Пожарная безопасность лабораторных помещений должна обеспечиваться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004.

4) К работе в аналитической лаборатории должны допускаться лица, прошедшие инструктаж в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

5) Общие требования безопасности при анализе платины – нормативно-технической документации.

5.2.3 Пожарная безопасность

Все помещения лаборатории должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

Помещение, в котором расположена лаборатория, оснащено пожарными кранами с пожарными рукавами. На видном месте висит план эвакуации из лаборатории. В помещении самой лаборатории имеются средства первичного пожаротушения, такие как песок, огнетушитель, асбестовые покрывала и т.д.

План эвакуации из лаборатории при пожаре представлен на рисунке 22.

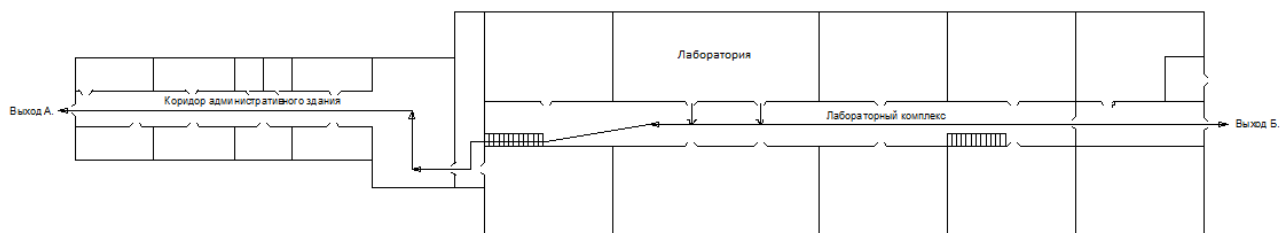


Рисунок 22 – План эвакуации из лаборатории

Распоряжением по лаборатории из числа сотрудников назначен человек, который организует все противопожарные мероприятия, получив инструктаж местной пожарной команды.

Все сотрудники лаборатории обучены правилам обращения со взрывоопасными веществами, газовыми приборами, а также умеют обращаться с противогазом, огнетушителем и другими средствами пожаротушения, имеющимися в лаборатории.

5.2.3.1 Классификация огнетушителей

Огнетушители делятся на переносные (массой до 20 кг) и передвижные (массой не менее 20, но не более 400 кг). Передвижные огнетушители могут иметь одну или несколько емкостей для зарядки ОТВ, смонтированных на тележке.

По виду применяемого огнетушащего вещества огнетушители подразделяют на:

- 1) водные (ОВ);

- 2) пенные, которые, в свою очередь, делятся на:
- 3) воздушно-пенные (ОВП);
- 4) химические пенные (ОХП)
- 5) порошковые (ОП);
- 6) газовые, которые подразделяются на:
- 7) углекислотные (ОУ);
- 8) хладоновые (ОХ)
- 9) комбинированные.

Водные огнетушители по виду выходящей струи подразделяют на:

- 1) огнетушители с компактной струей – ОВ(К);
- 2) огнетушители с распыленной струей (средний диаметр капель более 100 мкм) - ОВ(Р);
- 3) огнетушители с мелкодисперсной распыленной струей (средний диаметр капель менее 100 мкм) – ОВ(М).

Огнетушители воздушно-пенные по параметрам формируемого ими пенного потока подразделяют на:

- 1) низкой кратности, кратность пены от 5 до 20 включительно – ОВП(Н);
- 2) средней кратности, кратность пены свыше 20 до 200 включительно – ОВП(С).

По принципу вытеснения огнетушащего вещества огнетушители подразделяют на:

- 1) закачные;
- 2) с баллоном сжатого или сжиженного газа;
- 3) с газогенерирующим элементом;
- 4) с термическим элементом;
- 5) с эжектором.

По значению рабочего давления огнетушители подразделяют на огнетушители низкого давления (рабочее давление ниже или равно 2,5 МПа при температуре окружающей среды $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$) и огнетушители высокого давления

(рабочее давление выше 2,5 МПа при температуре окружающей среды $(20 \pm 2)^{\circ}\text{C}$).

По возможности и способу восстановления технического ресурса огнетушители подразделяют на:

- 1) перезаряжаемые и ремонтируемые;
- 2) неперезаряжаемые.

По назначению, в зависимости от вида заряженного ОТВ, огнетушители подразделяют:

- 1) для тушения загорания твердых горючих веществ (класс пожара А);
- 2) для тушения загорания жидких горючих веществ (класс пожара В);
- 3) для тушения загорания газообразных горючих веществ (класс пожара С);
- 4) для тушения загорания металлов и металлосодержащих веществ (класс пожара Д);
- 5) для тушения загорания электроустановок, находящихся под напряжением (класс пожара Е).

В помещении лаборатории имеются два порошковых огнетушителя марки ОП-4, для тушения возможных пожаров, вызванных возгоранием нанопорошков или электропроводки.

Курить в помещениях лаборатории строго запрещается!

Без разрешения начальника лаборатории и лица, ответственного за противопожарные мероприятия, запрещается установка лабораторных и нагревательных приборов, пуск их в эксплуатацию, переделка электропроводки.

Все нагревательные приборы установлены на термоизолирующих подставках.

Запрещается эксплуатация неисправных лабораторных и нагревательных приборов.

5.2.3.2 Нормы пожарной безопасности НПБ 105-03 «Определение категорий помещений, зданий и наружных установок по взрывопожарной и пожарной опасности»

1) По взрывопожарной и пожарной опасности помещения подразделяются на категории А, Б, В1 - В4, Г и Д, а здания - на категории А, Б, В, Г и Д.

2) Категории взрывопожарной и пожарной опасности помещений и зданий определяются для наиболее неблагоприятного в отношении пожара или взрыва периода, исходя из вида находящихся в аппаратах и помещениях горючих веществ и материалов, их количества и пожароопасных свойств, особенностей технологических процессов.

Категории пожарной опасности наружных установок определяются, исходя из вида находящихся в наружных установках горючих веществ и материалов, их количества и пожароопасных свойств, особенностей технологических процессов.

3) Определение пожароопасных свойств веществ и материалов производится на основании результатов испытаний или расчетов по стандартным методикам с учетом параметров состояния (давления, температуры и т.д.).

5.2.3.3 Категории помещений по взрывопожарной и пожарной опасности

Категории помещений по взрывопожарной и пожарной опасности принимаются в соответствии с табл.1.

Определение категорий помещений следует осуществлять путем последовательной проверки принадлежности помещения к категориям, приведенным в таблице 24, от высшей (А) к низшей (Д).

Таблица 24 - Категории помещений по взрывопожарной и пожарной опасности

Категория помещения	Характеристика веществ и материалов, находящихся (обращающихся) в помещении.
А взрывопожароопасная	Горючие газы, легковоспламеняющиеся жидкости с температурой вспышки не более 28°C в таком количестве, что могут образовывать взрывоопасные парогазовоздушные смеси, при воспламенении которых развивается расчетное избыточное давление взрыва в помещении, превышающее 5 кПа. Вещества и материалы, способные взрываться и гореть при взаимодействии с водой, кислородом воздуха или друг с другом в таком количестве, что расчетное избыточное давление взрыва в помещении превышает 5кПа.
Б взрывопожароопасная	Горючие пыли или волокна, легковоспламеняющиеся жидкости с температурой вспышки более 28°C, горючие жидкости в таком количестве, что могут образовывать взрывоопасные пылевоздушные или паровоздушные смеси, при воспламенении которых развивается расчетное избыточное давление взрыва в помещении, превышающее 5 кПа.
В1 - В4 пожароопасные	Горючие и трудногорючие жидкости, твердые горючие и трудногорючие вещества и материалы (в том числе пыли и волокна), вещества и материалы, способные при взаимодействии с водой, кислородом воздуха или друг с другом только гореть, при

Продолжение таблицы 24

	условии, что помещения, в которых они имеются в наличии или обращаются, не относятся к категориям А или Б.
Г	Негорючие вещества и материалы в горячем, раскаленном или расплавленном состоянии, процесс обработки которых сопровождается выделением лучистого тепла, искр и пламени; горючие газы, жидкости и твердые вещества, которые сжигаются или утилизируются в качестве топлива.
Д	Негорючие вещества и материалы в холодном состоянии.

Помещение лаборатории относится к категории В4, так как в ней происходят работы с нанопорошками которые могут самовоспламенятся при контакте с воздухом.

Помещение лаборатории оснащено датчиками пожарной безопасности.

После окончания работы необходимо отключить электроэнергию, газ и воду во всех помещениях.

5.3 Электробезопасность

Электробезопасность представляет собой систему организационных и технических мероприятий и средств, обеспечивающих защиту людей от вредного и опасного воздействия электрического тока, электрической дуги, электромагнитного поля и статистического электричества.

Электроустановки классифицируют по напряжению: с номинальным напряжением до 1000 В (помещения без повышенной опасности), до 1000 В с присутствием агрессивной среды (помещения с повышенной опасностью) и свыше 1000 В (помещения особо опасные).

В отношении опасности поражения людей электрическим током различают:

1) Помещения без повышенной опасности, в которых отсутствуют условия, создающие повышенную или особую опасность.

2) Помещения с повышенной опасностью, которые характеризуются наличием в них одного из следующих условий, создающих повышенную опасность: сырость, токопроводящая пыль, токопроводящие полы (металлические, земляные, железобетонные, кирпичные и т.п.), высокая температура, возможность одновременного прикосновения человека к имеющим соединение с землей металлоконструкциям, технологическим аппаратам, с одной стороны, и к металлическим корпусам электрооборудования - с другой.

3) Особо опасные помещения, которые характеризуются наличием оборудования свыше 1000 В и одного из следующих условий, создающих особую опасность: особой сырости, химически активной или органической среды, одновременно двух или более условий повышенной опасности. Территории размещения наружных электроустановок в отношении опасности поражения людей электрическим током приравниваются к особо опасным помещениям.

Помещение лаборатории относится к особо опасным, так как установка для получения нанопорошков методом электрического взрыва проводника работает в интервале напряжений от 14000 В до 30000 В.

Для обеспечения безопасности и полного исключения возможности поражения электрическим током, установка находится в полностью изолированном боксе и также имеет заземление. Допуск к работе на данной установке имеют сотрудники прошедшие специальную подготовку и имеющие IV категорию по электробезопасности.

Все помещения лаборатории соответствуют требованиям электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

Для отключения электросетей на вводах имеются рубильники. Отключение всей сети, за исключением дежурного освещения, производится общим рубильником.

В целях предотвращения электротравматизма запрещается:

- 1) работать на неисправных электрических приборах и установках;
- 2) перегружать электросеть;
- 3) переносить и оставлять без надзора включенные электроприборы;
- 4) работать вблизи открытых частей электроустановок, прикасаться к ним;
- 5) загромождать подходы к электрическим устройствам.

О всех обнаруженных дефектах в изоляции проводов, неисправности рубильников, штепсельных вилок, розеток, а также заземления и ограждений следует немедленно сообщить электрику.

В случае перерыва в подаче электроэнергии электроприборы должны быть немедленно выключены.

Категорически запрещается прикасаться к корпусу поврежденного прибора или токоведущим частям с нарушенной изоляцией и одновременно к заземленному оборудованию (другой прибор с исправным заземлением, водопроводные трубы, отопительные батареи), либо прикасаться к поврежденному прибору, стоя на влажном полу.

При поражении электрическим током необходимо как можно быстрее освободить пострадавшего от действия электрического тока, отключив электроприбор, которого касается пострадавший. Отключение производится с помощью рубильника.

При невозможности быстрого отключения электроприбора необходимо освободить пострадавшего от токоведущих частей деревянным или другим не проводящим ток предметом источник поражения.

Во всех случаях поражения электрическим током необходимо вызвать врача.

Все сотрудники лаборатории каждые полгода проходят экзамен по электробезопасности и имеют категорию не ниже второй.

5.4 Освещенность

Согласно СНиП 23-05-95 в лаборатории, где происходит периодическое наблюдение за ходом производственного процесса при постоянном нахождении людей в помещении освещенность при системе общего освещения не должна быть ниже 150 Лк.

Правильно спроектированное и выполненное освещение обеспечивает высокий уровень работоспособности, оказывает положительное психологическое действие на человека и способствует повышению производительности труда.

На рабочей поверхности должны отсутствовать резкие тени, которые создают неравномерное распределение поверхностей с различной яркостью в поле зрения, искажает размеры и формы объектов различия, в результате повышается утомляемость и снижается производительность труда.

Норма освещенности согласно СНиП 200 –300 Лк. Таким образом:

- допустимый уровень – 200 Лк;
- максимальный уровень 300 Лк;
- оптимальный уровень 150 Лк.

Расчет уровня освещенности офисного помещения.

Расчет освещенности рабочего места сводится к выбору системы освещения, определению необходимого числа светильников, их типа и размещения.

Расчет освещения производится для комнаты площадью 30 м². Воспользуемся методом светового потока.

Для определения количества светильников определим световой поток, падающий на поверхность по формуле:

$$\Phi = \frac{E_n \cdot K_z \cdot S \cdot Z}{n \cdot \eta}; \quad (10)$$

где: Φ – рассчитываемый световой поток, Лм;

E_n – нормированная минимальная освещенность, Лк ($E = 300$ Лк);

S – площадь освещаемого помещения ($S = 30 \text{ м}^2$);

Z – отношение средней освещенности к минимальной ($Z = 1,1$);

K_z – коэффициент запаса ($K = 1,5$); n – число ламп в помещении;

η – коэффициент использования светового потока;

Вычислим индекс помещения по формуле:

$$I = \frac{S}{h \cdot (A+B)}; \quad (11)$$

где: S – площадь помещения, $S = 30 \text{ м}^2$;

h – расчетная высота подвеса, $h = 2,5 \text{ м}$;

A – ширина помещения, $A = 5 \text{ м}$;

B – длина помещения, $B = 6 \text{ м}$.

Подставив значения получим:

$$I = \frac{30}{2,5 \cdot (5 + 6)}$$

Зная индекс помещения I , $P_c = 30\%$, и $P_n = 50\%$, по таблице находим $n = 0,26$.

Размещаем светильники в два ряда. В каждом ряду можно установить 3 светильника типа ОД мощностью 65 Вт, при этом разрывы между светильниками в ряду составят 1,33 м. Учитывая, что в каждом светильнике установлено две лампы, общее число ламп в помещении

$$N = 12.$$

Подставим все значения в формулу для определения светового потока

$$\Phi = \frac{300 \cdot 1,5 \cdot 30 \cdot 1,1}{0,26 \cdot 12} = 4759,62 \text{ Лм}$$

Определяем потребный световой поток ламп в каждом из рядов: выбираем ближайшую стандартную лампу – ЛБ 60 Вт с потоком 4600 лм. Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{\text{л.станд}} - \Phi_{\text{л.расч}}}{\Phi_{\text{л.станд}}} \cdot 100\% \leq +20\%$$

Получаем:

$$-10\% \leq -3,45\% \leq +20\%$$

Определяем электрическую мощность осветительной установки:
 $P = 12 \cdot 65 = 780$ Вт. Схема расположения осветительных приборов представлена на рисунке 23.

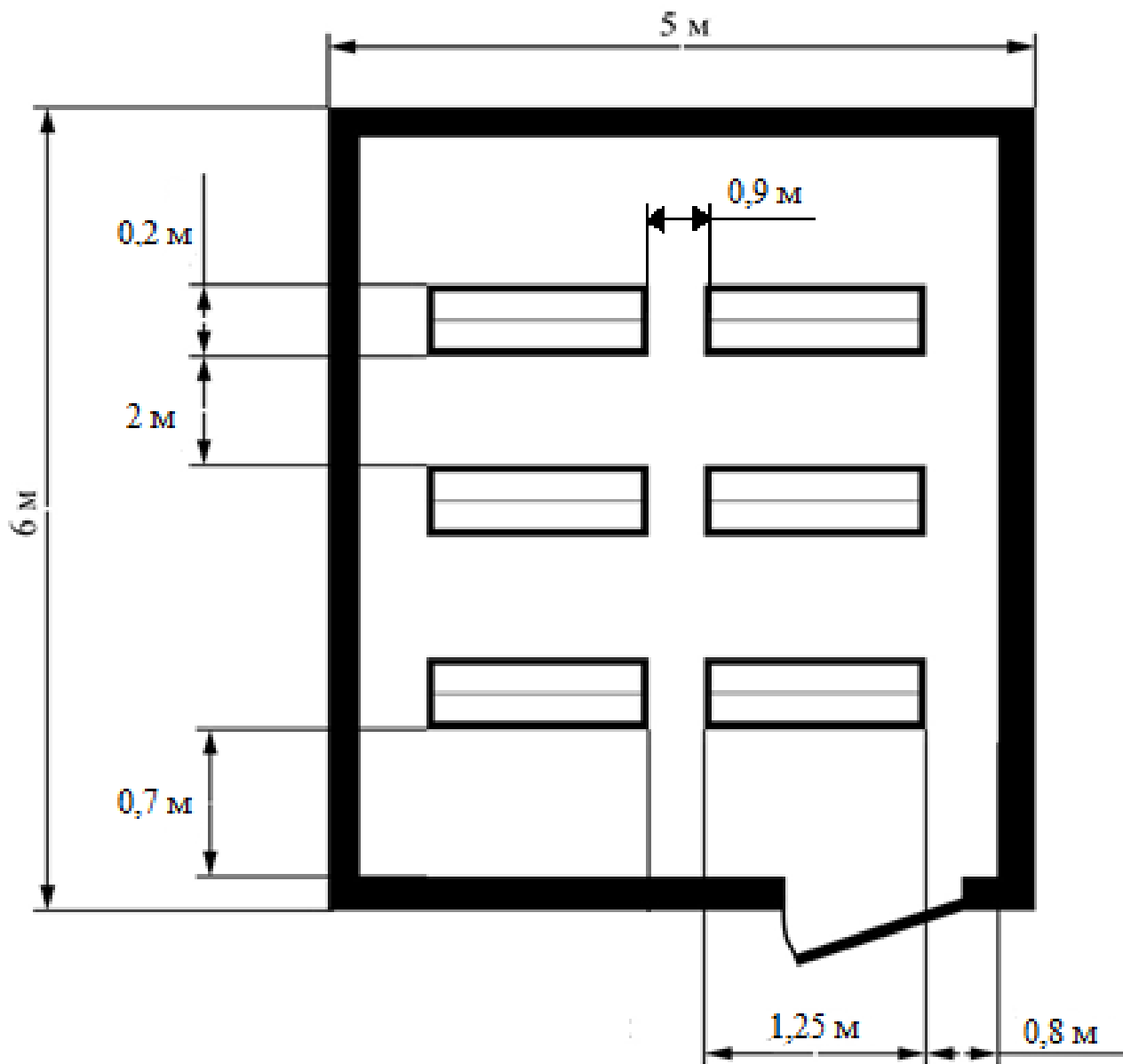


Рисунок 23 – Схема расположения осветительных приборов

5.5 Шум и вибрация

Предельно допустимый уровень (ПДУ) шума - это уровень фактора, который при ежедневной (кроме выходных дней) работе, но не более 40 часов в неделю в течение всего рабочего стажа, не должен вызывать заболеваний или отклонений в состоянии здоровья, обнаруживаемых современными методами исследований в процессе работы или в отдаленные сроки жизни настоящего и последующих поколений. Соблюдение ПДУ шума не исключает нарушения здоровья у сверхчувствительных лиц.

Допустимый уровень шума ограничен ГОСТ 12.1.003-83 и СанПиН 2.2.4/2.1.8.10-32-2002. Максимальный уровень звука постоянного шума на рабочих местах не должно превышать 80 дБА. В нашем случае этот параметр соответствовал значению 75 дБА.

При значениях выше допустимого уровня необходимо предусмотреть СКЗ и СИЗ.

СКЗ

- 1) устранение причин шума или существенное его ослабление в источнике образования;
- 2) изоляция источников шума от окружающей среды средствами звуко- и виброизоляции, звуко- и вибропоглощения;
- 3) применение средств, снижающих шум и вибрацию на пути их распространения;

СИЗ: применение спецодежды, спецобуви и защитных средств органов слуха: наушники, беруши, антифоны.

Уровень шума, возникающий от нескольких некогерентных источников, работающих одновременно, подсчитывается на основании принципа энергетического суммирования излучений отдельных источников (1):

$$L_{\Sigma} = 10 \lg \sum_{i=1}^{i=n} 10^{0,1L_i}, \quad (12)$$

где L_i – уровень звукового давления i -го источника шума;

n – количество источников шума.

Основным источником производственного шума и вибрации являются двигатель системы вентиляции и установка УДП-150.

Уровни звукового давления источников шума, действующих на оператора на его рабочем месте, представлены в таблице 25.

Таблица 25 – Уровни звукового давления различных источников

Источник шума	Уровень шума, дБ
Вакуумный насос	25
Система вентиляции	20
Установка УДП – 150	65

Подставив значения уровня звукового давления для каждого вида оборудования в формулу, получим:

$$L_{\Sigma} = 10 \cdot \lg(10^{2,5} + 10^2 + 10^{6,5}) = 65,5 \text{ дБ}$$

Полученное значение не превышает допустимый уровень шума.

Для защиты от шума по СанПиН 2.2.4/2.1.8.562 – 96 и вибрации по СанПиН 2.2.4/2.1.8.566 – 96 предусматриваются: виброизолирующие материалы под оборудование (пружины, резины и другие прокладочные материалы). Во время проведения опытов на установке УДП-150 все сотрудники пользуются наушниками и очками.

5.6 Охрана окружающей среды

Охрана окружающей среды – это комплексная проблема и наиболее активная форма её решения - это сокращение вредных выбросов промышленных предприятий через полный переход к безотходным или малоотходным технологиям производства.

В данной работе нанопорошки платины и тантала получали методом электрического взрыва проводника, который в данный момент является одним из самых экологически безвредных. Получение порошков осуществляется в среде инертных газов или воздухе без добавления различных химических и других добавок, что полностью исключает вредные выбросы в атмосферу. Метод электрического взрыва проводника является не очень энергозатраты, что также положительно сказывается на его экологической значимости.

Работа установки сопровождается минимальным выделением тепла. Практически вся энергия тратится на нагрев непосредственно проводника и его взрыв, что значительно повышает КПД электровзрывного метода по сравнению с другими.

5.7 Защита в ЧС

Производство находится в городе Томске с континентально-циклоническим климатом. Природные явления (землетрясения, наводнения, засухи, ураганы и т. д.), в данном городе отсутствуют.

Возможными ЧС на объекте в данном случае, могут быть сильные морозы и диверсия.

Для Сибири в зимнее время года характерны морозы. Достижение критически низких температур приведет к авариям систем теплоснабжения и жизнеобеспечения, приостановке работы, обморожениям и даже жертвам среди населения. В случае переморозки труб должны быть предусмотрены запасные

обогреватели. Их количества и мощности должно хватать для того, чтобы работа на производстве не прекратилась.

При возникновении диверсии или ЧП, в здании лаборатории должны быть предусмотрены резервные дизельные электрогенераторы, для обеспечения бесперебойной подачи электроэнергии.

Эвакуации с территории лаборатории осуществляется на личном автотранспорте или пешком, для этого существуют все условия, 2 дороги, ведущие к корпусу, стоянка для личного автотранспорта. Служебный транспорт не предусмотрен.

Чрезвычайные ситуации, возникающие в результате диверсий, возникают все чаще.

Зачастую такие угрозы оказываются ложными. Но случаются взрывы и в действительности.

Для предупреждения вероятности осуществления диверсии предприятие необходимо оборудовать системой видеонаблюдения, круглосуточной охраной, пропускной системой, надежной системой связи, а также исключения распространения информации о системе охраны объекта, расположении помещений и оборудования в помещениях, системах охраны, сигнализаторах, их местах установки и количестве. Должностные лица раз в полгода проводят тренировки по отработке действий на случай экстренной эвакуации.

5.8 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

1) ГОСТ 12.1.005-88. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

2) ГН 2.2.5.1313-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны

3) СанПиН: 2.2.2/2.4.1340-03 "Гигиенические требования к персональным вычислительным машинам и организации работы".

4) ГОСТ Р 52084-2003. Приборы электрические бытовые. Общие технические условия.

5) СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.

6) СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03. Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий.

7) ГОСТ 14837-79. Требования безопасности при работе с порошками платины и тантала.

8) ГОСТ Р 12.1.019-2009. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

9) ГОСТ 12.1.004-91. Пожарная безопасность. Общие требования.

10) ГОСТ 12.2.037-78. Техника пожарная. Требования безопасности

11) СНиП 21-01-97. Противопожарные нормы.

12) СНиП 23-05-95 "Естественное и искусственное освещение"

Графические материалы

1) План эвакуации из лаборатории

2) Схема расположения осветительных приборов

Заключение

Из анализа литературы хорошо видно, что метод электрического взрыва проводников в настоящее время является очень перспективным и востребованным методом для получения нанопорошков. Метод ЭВП является не энергозатратным, производительным и экологически чистым.

Исследован процесс электрического взрыва танталовых и платино-родиевых проводников. Проведены различные анализы физико-химических свойств, дисперсности, морфологии, дифференциально термический анализ, измерена площадь удельной поверхности полученных нанопорошков тантала и платины.

Установлено, что полученный порошок тантала состоит из двух фракций – микронных частиц со средним диаметром 4 мкм и нанометровых частиц со средним диаметром 200 нм. Порошок платины имеет средний размер частиц около 150 нм.

Установлено что методом электрического взрыва проводника возможно получать нанопорошки тантала и платины, с определенными свойствами, которые можно менять варьируя параметры взрыва.

Список публикаций студента

1. **Власюк, Михаил Николаевич.** Параметры электрического взрыва проводников при получении нанопорошков железа [Электронный ресурс] = Parameters of the wire electric explosion for production of iron nanopowders / М. Н. Власюк, А. В. Пустовалов; науч. рук. А. В. Коршунов // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, г. Томск, 26-29 апреля 2016 г. в 7 т. / Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ) ; под ред. И. А. Курзиной, Г. А. Вороновой. — 2016. — Т. 1 : Физика. — [С. 91-93].

2. **Власюк Михаил Николаевич.** Особенности процесса окисления электровзрывных порошков тантала при нагревании в воздухе [Электронный ресурс] = Regularities of the oxidation of tantalum powders produced using the wire electric explosion / М. Н. Власюк, А. В. Пустовалов; науч. рук. А. В. Коршунов // Перспективы развития фундаментальных наук : сборник научных трудов XIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, г. Томск, 26-29 апреля 2016 г. в 7 т. / Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ) ; под ред. И. А. Курзиной, Г. А. Вороновой. — 2016. — Т. 2 : Химия. — [С. 97-99].

3. **Власюк Михаил Николаевич.** Property Investigation of Pt-Rh Alloy Nanopowders Obtained by Conductor Electric Explosion Method [Electronic resource] / S. P. Zhuravkov [et al.] // Key Engineering Materials : Scientific Journal. — 2016. — Vol. 685 : High Technology: Research and Applications 2015 (HTRA 2015). — [P. 596-600].

4. **Власюк Михаил Николаевич.** Получение Pt-Rh нанопорошков методом электрического взрыва проводника [Электронный ресурс] = Obtaining of Pt-Rh nanopowders by wire electrical explosion technique / М. Н. Власюк, А. В. Пустовалов, С. П. Журавков; науч. рук. А. В. Коршунов // Перспективы развития фундаментальных наук : сборник научных трудов XII Международной

конференция студентов и молодых ученых, г. Томск, 21-24 апреля 2015 г. / Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ) ; Национальный исследовательский Томский государственный университет (ТГУ) ; Томский государственный архитектурно-строительный университет (ТГАСУ) ; Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники (ТУСУР) ; ред. кол. И. А. Курзина ; Г. А. Воронова ; С. А. Поробова. — Томск: Изд-во ТПУ, 2015. — [С. 938-940].

5. **Власюк Михаил Николаевич.** Получение Pt-Rh нанопорошков методом электрического взрыва проводника [Электронный ресурс] / А. В. Коршунов [и др.] // Высокие технологии в современной науке и технике : сборник научных трудов IV Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов, г. Томск, 21-24 апреля 2015 г. / Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ) ; под ред. А. Н. Яковлева. — Томск: Изд-во ТПУ, 2015. — [С. 18-22].

Список использованных источников

1. Kotov Yu. A. The Electrical Explosion of Wire: A Method for the Synthesis of Weakly Aggregated Nanopowders // *Nanotechnologies in Russia*. – 2009. – Vol. 4. – N. 7–8. – P. 415–424.
2. Коршунов А. В. Особенности дисперсного состава и морфологии частиц электровзрывных порошков металлов // *Известия Томского политехнического университета*. – 2012. – Т. 320. - № 3. – С. 9-16.
3. Pustovalov A.V. Study of Products of Electrical Explosion of Iron Wires in Argon-Oxygen Mixture // *Advanced Materials Research*. – 2013. – V. 872. – P. 206-213.
4. Лернер М.И. Основы технологии получения и некоторые области применения электровзрывных нанопорошков неорганических материалов. дисс ... д.т.н. Томск 2007.
5. Седой, В.С. Получение высокодисперсных металлических порошков методом электрического взрыва в азоте пониженного давления / В.С. Седой, В.В. Валевиц // *Письма в ЖТФ*. – 1999. – Т. 25. – Вып. 14. – С. 81-84.
6. Лернер, М.И. Пассивация нанопорошков металлов, полученных электрическим взрывом проводников / М.И. Лернер, В.В. Шаманский, Г.Г. Савельев // *Известия Томского политехнического университета*. – 2007. – Т. 310. - № 2. – С.132-136.
7. Тихонов, Д.В. Электровзрывное получение ультрадисперсных порошков сложного состава: дис. ... канд. техн. наук: 05.14.12/ Тихонов Дмитрий Владимирович. – Томск, 2000. – 237 с.
8. Морохов, И. Д. Ультрадисперсные металлические среды / И. Д. Морохов. – М.: Атомиздат, 1977. — 264 с.
9. Серов, И.Н. Проблемы нанотехнологий в современном материаловедении / И.Н. Серов, В.А. Жабаяев, В.И. Марголин // *Физика и химия стекла*. – 2003. – Т. 29. - №2. – С. 241-255.

10. Яворовский, Н.А. Получение ультрадисперсных порошков методом электрического взрыва / Н.А. Яворовский // Изв. вузов. Физика. – 1996. – №4. – С. 114-136.
11. Седой, В.С. Некоторые закономерности электрического взрыва проводников / В.С. Седой // ЖТФ. – 1976. – № 8. –С. 1707-1710.
12. Лернер, М.И. Основы технологии получения и некоторые области применения электровзрывных нанопорошков неорганических материалов: дис. ... д-ра техн. наук: 01.04.07/ Лернер Марат Израильевич. – Томск, 2007. – 325 с.
13. Назаренко, О.Б. Процессы получения нанодисперсных тугоплавких неметаллических соединений и металлов методом электрического взрыва проводников: дис. ... д-ра техн. наук: 05.17.08, 05.17.11/ Назаренко Ольга Брониславовна. – Томск, 2006. – 273 с.
14. Лернер, М.И. Управление процессом образования высокодисперсных частиц в условиях электрического взрыва проводников: дис. ... канд. техн. наук: 05.14.12/ Лернер Марат Израильевич. – Томск, 1987. – 161 с.
15. Ильин, А.П. Получение нанопорошков молибдена в условиях электрического взрыва проводников / А.П. Ильин, О.Б. Назаренко, Д.В. Тихонов, Л.О. Толбанова // Известия Томского политехнического университета. – 2009. – Т. 314. - № 3. – С. 31-35.
16. Ильин, А.П. Получения нанопорошков вольфрама методом электрического взрыва проводников / А.П. Ильин, О.Б. Назаренко, Д.В. Тихонов, Г.В. Яблуновский // Известия Томского политехнического университета. – 2005. – Т. 308. - № 4. – С. 68-70.
17. Лернер, М.И. Зависимость дисперсных характеристик нанопорошков металлов от условий электрического взрыва проводников / М.И. Лернер, В.И. Давыдович, Н.В. Сваровская, В.В. Домашенко // Нанотехника. – 2009. - № 1. – С. 57-60.
18. Коршунов, А. В. Особенности дисперсного состава и морфологии частиц электровзрывных порошков металлов / А. В. Коршунов // Известия Томского политехнического университета. – 2012. – Т. 320. - № 3. – С. 9-16.

19. Давыдович, В.И. К вопросу потребления энергии взрывающимися проводниками / В.И. Давыдович, В.Б. Шнейдер, Н.А. Яворовский // Техника высоких напряжений и электрическая прочность изоляции. – Томск: ТПИ. – 1978. – С. 70-73.
20. Тихонов, Д.В. Электровзрывное получение ультрадисперсных порошков сложного состава: дис. ... канд. техн. наук: 05.14.12/ Тихонов Дмитрий Владимирович. – Томск, 2000. – 237 с.
21. Глазунов, Г.П. Некоторые свойства мелкодисперсных порошков, получены электрическим взрывом проводников в газе высокого давления / Г.П. Глазунов, В.П. Канцедаль, Л.А. Корниенко и др. // Вопросы атомной науки и техники. – 1978. – Вып. 1(1). – С. 21-24.
22. Болтон У. Конструкционные материалы, металлы, сплавы, полимеры, керамика, композиты. Карманный справочник // Пер с англ. — М.: Додека-XXI, 2004. — 320 с.
23. Кварцхава И.Ф., Бондаренко В.В., Плюто А.А., Чернов А.А. Осциллографическое определение энергии электрического взрыва проволочек // Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики – 1956. – Т.31. – Вып. 5. – С. 745-751.
24. Яворовский Н.А. Получение ультрадисперсных порошков методом электрического взрыва // Известия вузов. Физика. – 1996. – №4. – С. 114-136.
25. Левашова А.И., Дубинин В.И., Юрьев Е.М. Электровзрывные порошки на основе железа как катализаторы синтеза углеводородов из СО и Н₂ // Фундаментальные исследования. – 2013. – № 8-3. – С. 645-649.
26. Азаркевич Е. И. Применение теории подобия к расчету некоторых характеристик электрического взрыва проводников // ЖТФ. – 1973. – Т. 43. – № 1. – С. 141
27. Yap, S. L. Exploding Wire Discharge for Synthesis of Nanoparticles / S. L. Yap, Y. S. Lee, W. H. Tay and C. S. Wong // Proceedings of the International Workshop On Plasma Computations & Applications (IWPCA2008). – 2008. – P. 60-64.

28. Андриевский Р.А. Наноматериалы: концепции и современные проблемы // Российский химический журнал. 2002 (5). Т. XLVI. С. 50 – 56.
29. Андриевский Р.А., Рагуля А.В. Наноструктурные материалы. – М.: Издательский центр «Академия», 2005. – 192 с.
30. Андриевский Р.А. Получение и свойства нанокристаллических соединений // Успехи химии. – 1994. – Т. 63. – № 5. – С. 431–448.
31. Андриевский Р.А. Порошковое материаловедение. – М.: Металлургия, 1991. – 207 с.
32. Назаренко О.Б. Электровзрывные нанопорошки: получение, свойства, применение. – Томск: Изд-во ТПУ, 2005. – 148 с.
33. Федоров В.Б., Шоршоров М.Х., Тюркин Ю.В. Анализ физико-химических и термодинамических свойств ультрадисперсных материалов. Деп. ВИНТИ № 2741–82.
34. Бурцев В.А., Калинин Н.В., Лучинский А.В. Электрический взрыв проводников и его применение в электрофизических установках. – М.: Энергоатомиздат, 1990. – 289 с.
35. Белошапко А.Г., Букаемский А.А., Ставер А.М. Образование ультрадисперсных соединений при ударноволновом нагружении пористого алюминия. Исследование полученных частиц // Физика горения и взрыва. – 1990. – Т. 26. – № 4. – С. 93–98.

Приложение А

Раздел 3 На иностранном языке

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4БМ4А	Власюк Михаил Николаевич		

Консультант кафедры ММС ИФВТ :

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Бурков М.В.	К.Т.Н		

Консультант – лингвист кафедры ИЯ ФТИ :

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Игна О.Н.	д. пед. н, доцент		

3 The practical part

3.1 Preparation of Pt-Rh nanopowders by the EEW method

3.1.1 A study of the EVP passing of Pt-Rh alloy

Figure 6 shows a typical waveform of EEW current. All investigated modes of the explosion can be divided into three groups [6]. First - EEW with a pause current (Figure 6 a). In this mode, the explosion occurs two clearly defined stages. In the first stage, the process of the explosion - the heating of the conductor by current pulse, its melting, further heating and destruction. EEW products have a high dielectric strength, but as they expand the dielectric strength is reduced at a certain time is their breakdown.

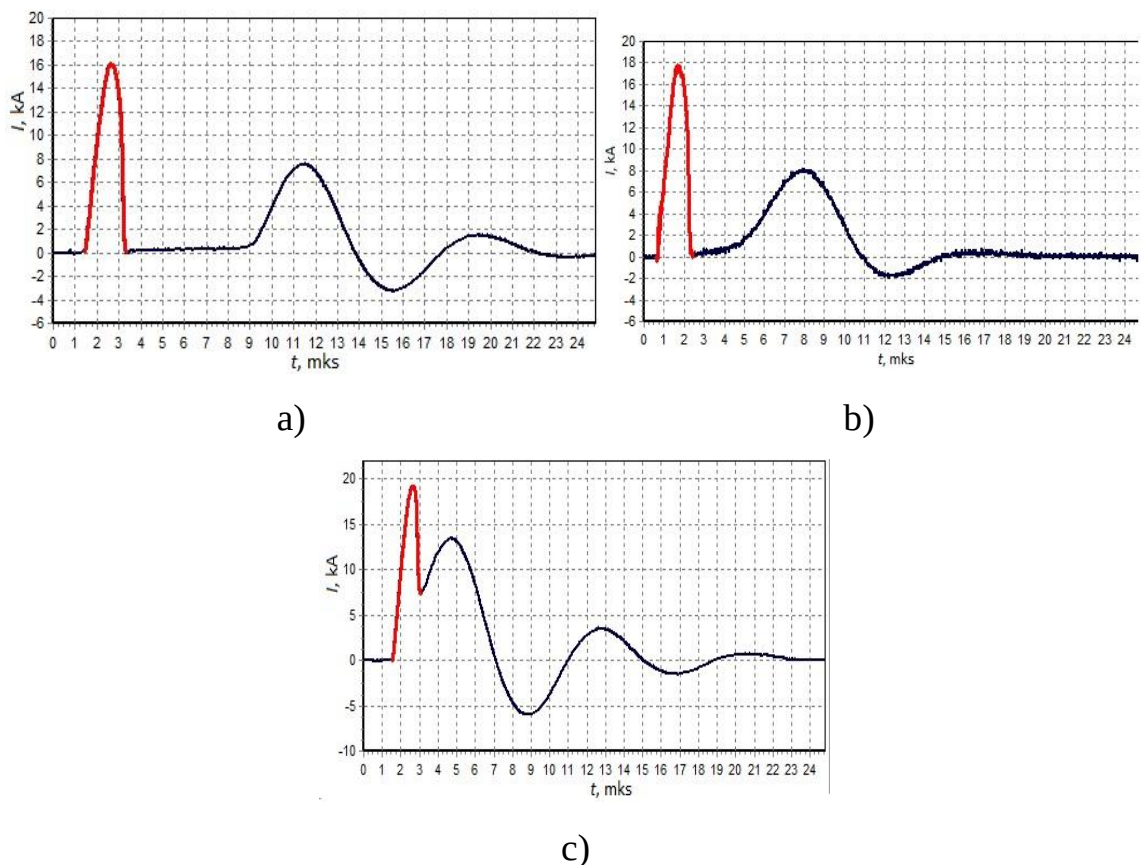


Figure 6 - Waveforms of current EEW.

- a) an explosion with a pause of current; b) the critical explosion mode; c) explosion without current pause

When the length of the wire with the preservation of the remaining terms EEW reducing, the current pause duration (period from the end of the EEW to the breakdown products of the explosion) is reduced, and at some point occurs a current waveform with zero pause (Figure 6.b.). This mode is called the explosion mode, or "critical". The length of the conductor provides critical regime represent a critical conductor length (l_c). With a further reduction of the length of the conductor leads to transition to the mode without current pause (in Figure 6, c).

Figure 7 shows graphs of the critical length of the conductor (a) and the energy input into the wire in the critical explosion mode, (b) from the operating voltage. For ease of analysis, the energy inputs to the conductor, reported as a dimensionless quantity e/e_c . Where E - the specific energy, the e_c – sublimation energy Pt = 58,2 J / mm³.

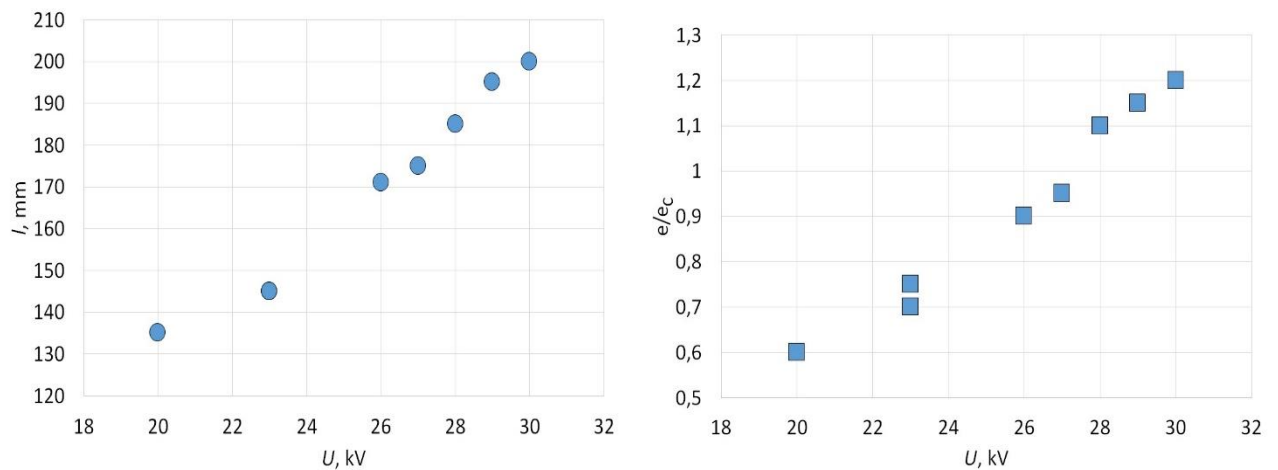


Figure 7 – Dependence of the critical length of the wire (l_c) (a) and the energy introduced into the wire during the explosion (e/e_c) (b) on the voltage

From these graphs it follows that with the increase of voltage applied to the conductor, to preserve the critical regime explosion of wire length should be increased, and the energy input into the conductor, as well increases.

Since a further increase in the operating voltage, is not appropriate, the additional modes without current pause were investigated. In the investigation of all

the parameters of the experiment remained unchanged, but reduced only the length of the blasted wire.

Figure 8 shows the dependence of its length of explodable wire.

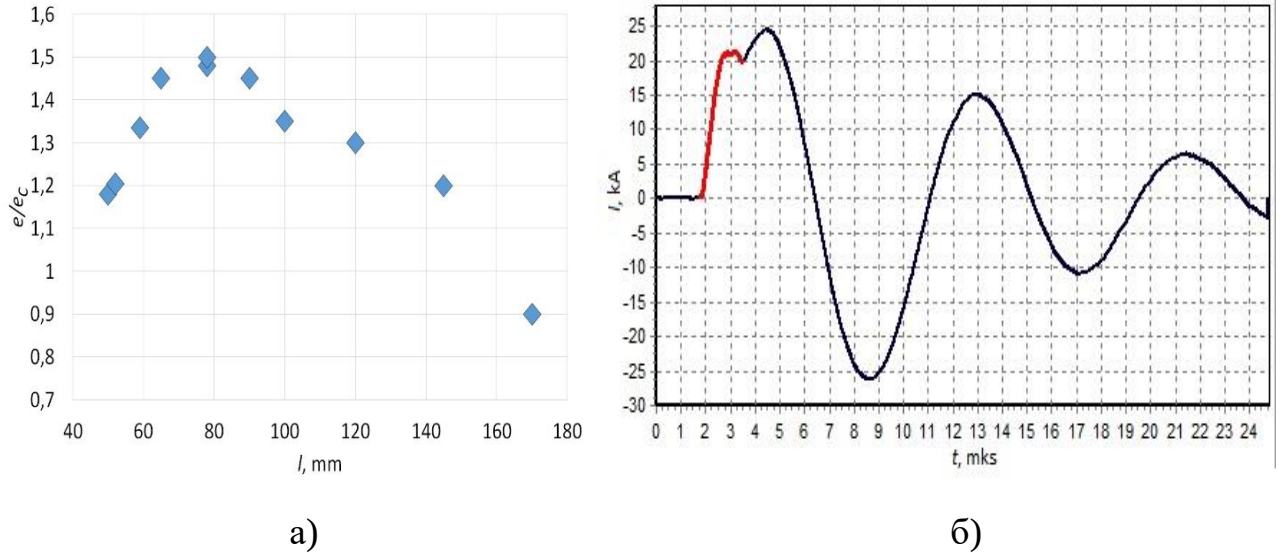


Figure 8 – a) the dependence of the energy introduced into the wire by its length ($U = 26$ kV, $L_c = 165$ mm); b) Waveform of EEW current in maximum mode of e/e_c

From the graph (Figure 7a), implies that the increase of energy introduced into the wire, observed only by reducing its length from 165 mm to 80 mm. Further reduction of the length of blasted wire leads to the early emergence of an arc discharge stage and reduce the level of e/e_c . Therefore exist EEW mode with the maximum level of e/e_c . For powders Pt-Rh alloy used exactly this explosion mode (Figure 7 b). Waveform of processing results showed that the specific energy input into conductor in the blast mode was $1.5 e_c$, and the energy released in the arc discharge stage – $1.1 e_c$.

3.1.2 Properties of the resulting powder of Pt-Rh alloy

Photos of produced powder particles are presented in Fig.9.

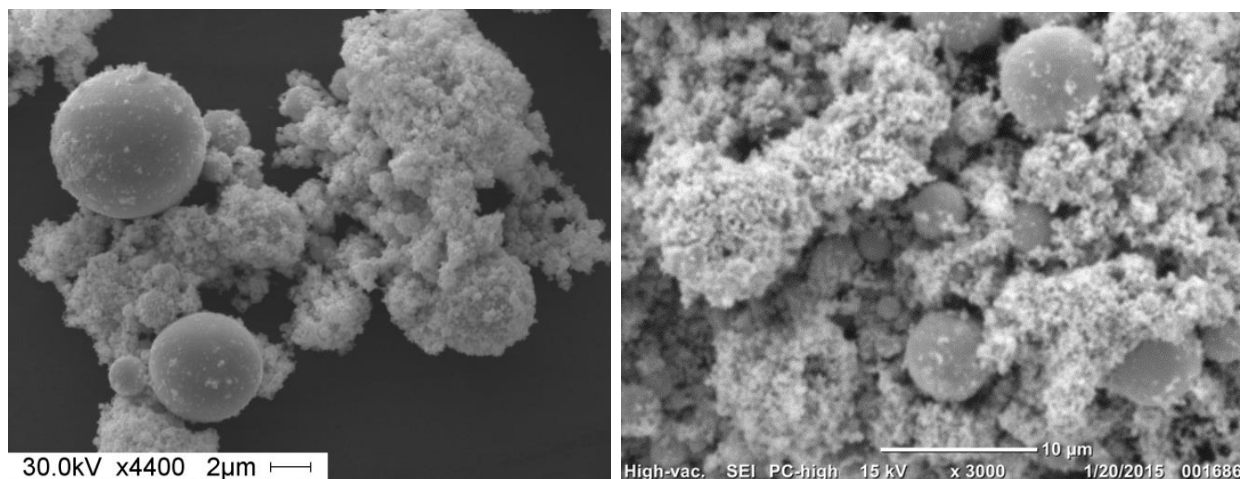


Fig.9 SEM photo of produced Pt-Rh powder

The experimental sample consists of spherical particles ranging in size from 50 nm to 5 microns. Large particles are formed by melting and spraying of the conductor material have a spherical shape. Nanometrical fraction particle derived from the vapor phase have a substantially polyhedral shape (probably - icosahedron shape). Polyhedral shape suggests that the fine particles are single crystals. For small particles the most characteristic structural feature - the formation of twins (particles with a "wall" inside). Part of the fine fraction of particles sintered to form a chain structure.

Results of research on the BET method showed that the specific surface area of the resulting powders is $1.9 \text{ m}^2 / \text{g}$, which corresponds to the average particle diameter - 150 nm.

According to the data obtained with a transmission electron microscope, the sample consists of spherical particles ranging in size from 50 nm to 5 microns (Figure 10).

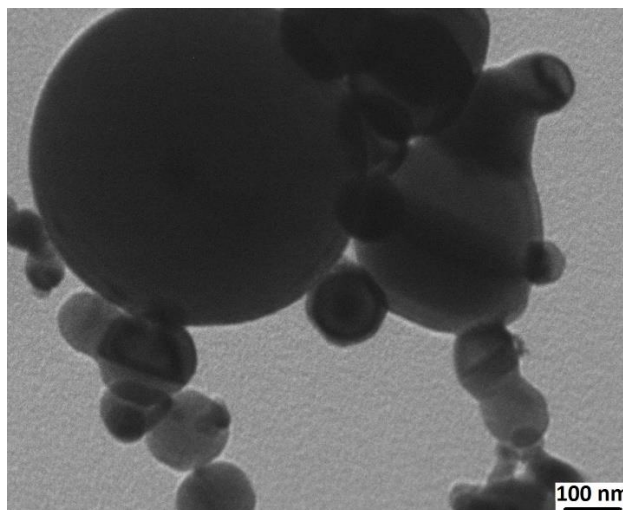


Figure 10 – TEM picture obtained Pt-Rh powder

According to the data XRD and microdiffraction alloy particles consist from Pt_{0.85}Rh_{0.15} or 91.5% (wt.) Pt, and 8.5% (wt.) Rh. The average value of the size of coherent scattering was 50 nm, which is close to the particle size the fine fraction.

The results of X-ray analysis showed that the sample consists of a platinum-rhodium alloy (Figure 11). The presence of 9.8% rhodium shifts the position of the crystalline phase reflexes relative to the test sample platinum reflexes.

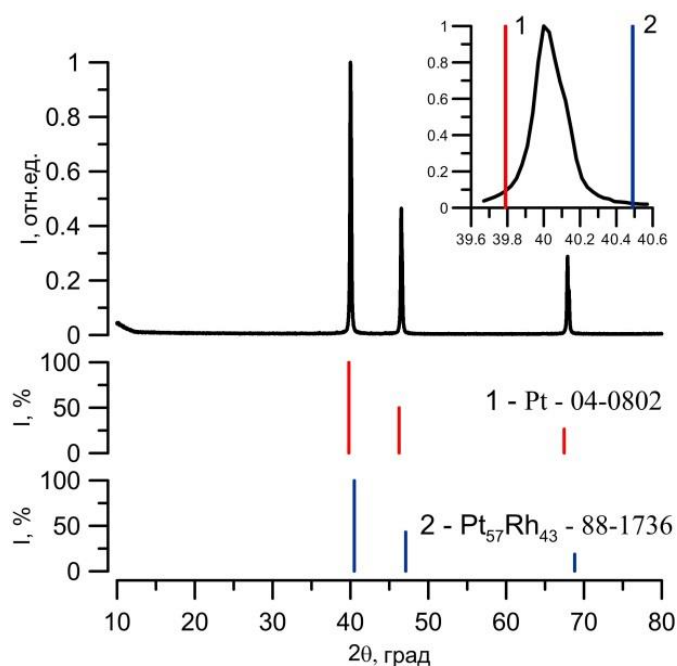


Figure 11 - The XRD pattern of obtained Pt-Rh powder

3.2 Preparation of Ta nanopowder by the EEW method

3.2.1 The study of occurrence of process of electrical explosion of Ta wire

Electric explosion of tantalum investigated using generalized variables similarity EEC theory [2]:

$$\varepsilon = \frac{CU_0^2 \cdot 10^{-18}}{d^4 Z}, \left[\frac{J}{m^4 \text{Om}} \right]; \lambda = \frac{l \cdot 10^{-6}}{d^2 Z}, \left[\frac{1}{\text{Om} \cdot m} \right]; \nu = \frac{10^3 \cdot \sqrt{LC}}{d}, \left[\frac{s}{m} \right] \quad (1)$$

where C - capacitance, U_0 - voltage of the capacitor charge, Z - wave resistance of the installation contour, d - diameter of the wire-blasted, L - inductance of the installation contour, l - length of blasted conductor.

Energy introduced into the wire, is calculated from the current waveforms obtained by the oscilloscope and a shunt of the current, according to the equation:

$$W_{EEW} = \frac{CU_0^2}{2} - \frac{C \left(U_0 - \frac{1}{C} \int_0^{t_{EEW}} i(t) dt \right)^2}{2} - \frac{L \cdot i(t_{EEW})^2}{2} - R \int_0^{t_{EEW}} i(t)^2 dt \quad (2)$$

where i - current of EEW;

R - resistance of the circuit;

t_{EEW} - the duration of the current pulse of EEW.

To simplify the analysis of the data on the energy introduced into the wire, expressed as the dimensionless quantities:

$$e/e_s = \frac{W_{EEW}}{V_W \cdot e_s} \quad (3)$$

where e - the specific energy;

V_W - the volume of conductor;

e_s - sublimation energy of tantalum (71.7 J / mm³).

Additionally, according to the equation (4) determined the power transmission ratio from the drive to the wire.

$$\eta = \frac{W_{EEW}}{W_0} \cdot 100\% \quad (4)$$

Analysis of EEW regimes conducted by the following procedure: the critical explosion regimes investigated in the first stage and built according to $\lambda_c = f(\varepsilon)$, and $\eta = f(\varepsilon)$. At the second stage - regimes with long conductor is less critical.

After researching of EEW Ta process, with different initial conditions, the optimal EEW mode has been selected.

Figure 12 shows the typical current waveform of electric explosion of tantalum wire.

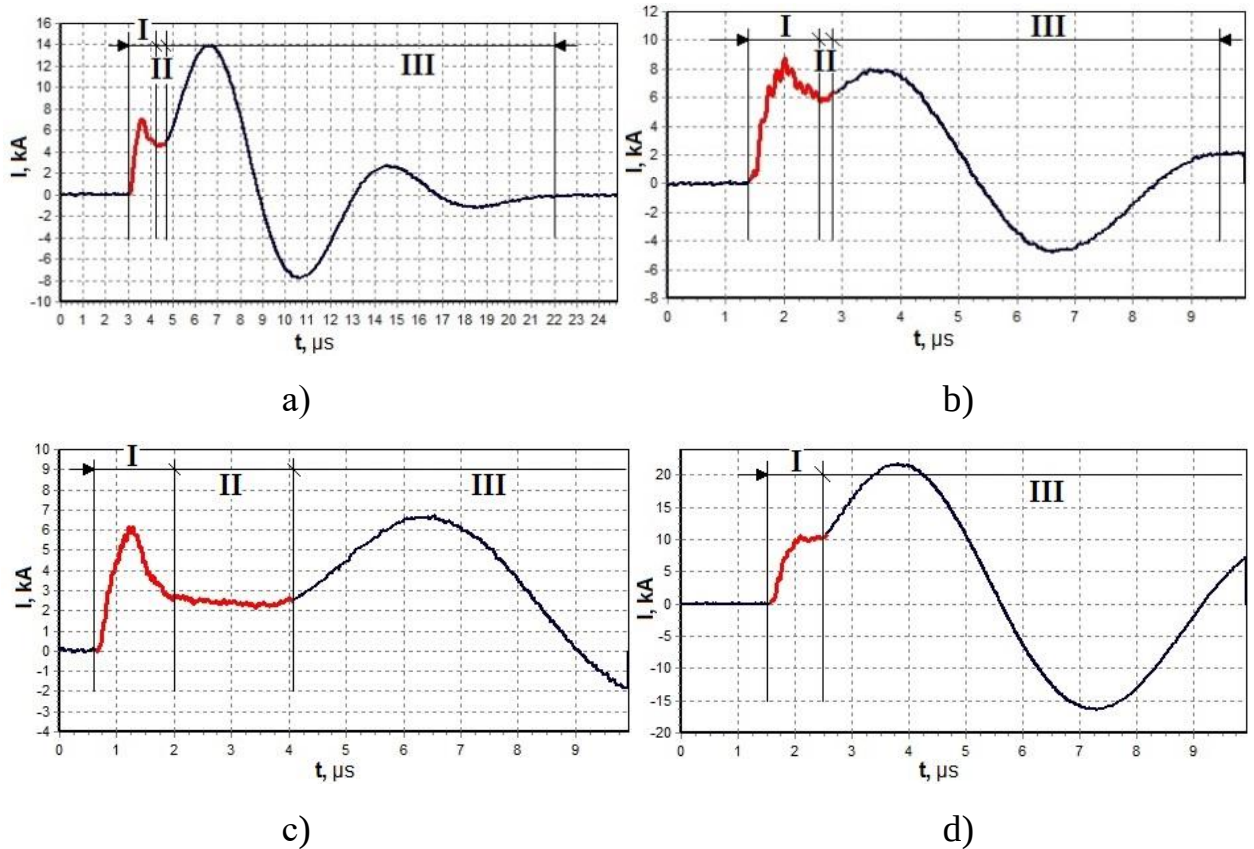


Figure 12 - Waveforms of current tantalum electrical explosion of conductors; a) and b) a critical mode c) mode above the critical length of the conductor, d) mode with a length of the conductor is less than of the critical

The process of electrical explosion of of tantalum can often be divided into three stages. The first and second - the process of EEC itself, the third - electric arc discharge stage. Stage of electric arc discharge is not disabled under any circumstances, but in some modes of explosion occurs a moment when current of EEW does not change (the current plateau) (Figure 1, b and c). EEW modes with the lowest possible current plateau, were chosen as the base - critical modes of EEW.

Analysis of the current waveform allowed us to determine empirical relationships describing the critical modes EEW:

$$\lambda_c = 4.5 \varepsilon^{0.2}; \eta_c = 27.9 \varepsilon^{-0.6}; e/e_s = 0.55 \varepsilon^{0.2} \quad (5)$$

Graphs of dependence by ε and η λ of ε are shown in Figures 13 and 14.

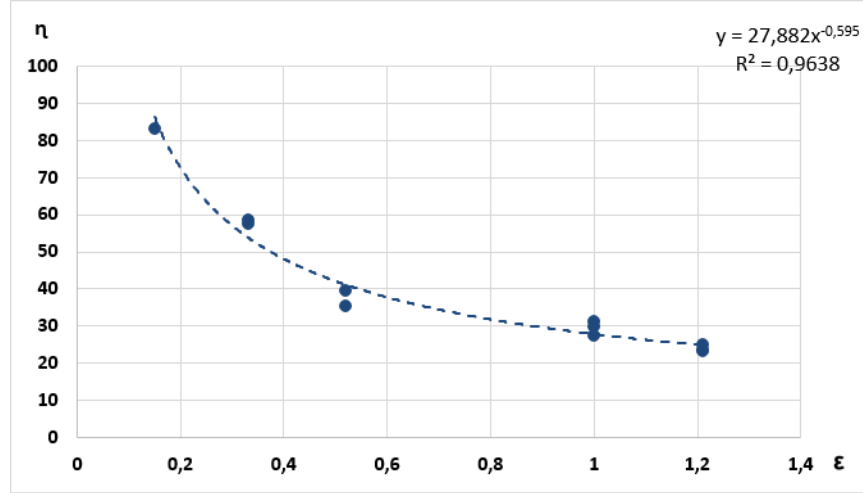


Figure 13 - The dependence of η on ε

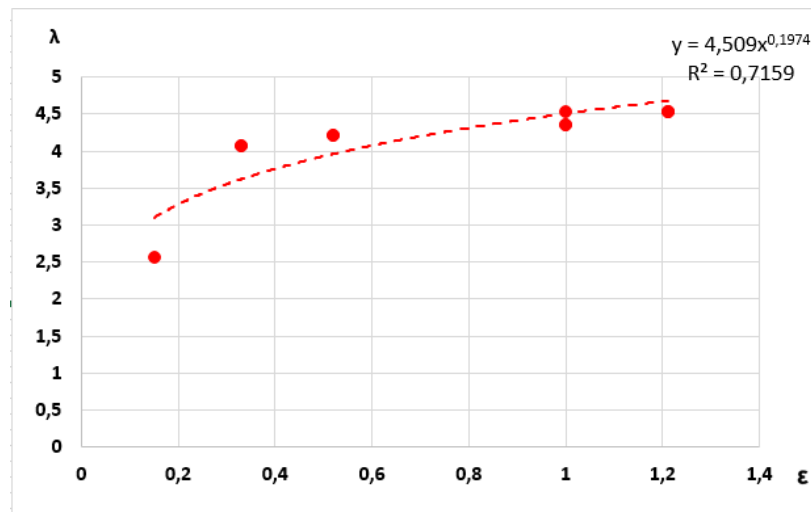


Figure 14 - The dependence of λ on ε

It should be noted that with increasing ε energy input into the wire in the critical mode of explosion increases rather slowly. So when ε equal to - 0.15 in the conductor entered 0.4es. Increasing ε to 1.2 leads to an increase of energy to 0.6es.

To increase the energy introduced into the conductor in the explosion, with a length of the conductor lesser of the critical modes while maintaining the other EEW conditions have been studied (C, U0, d, L). It is possible to determine the change in the energy characteristics of the explosion relative to the base - critical EEW.

Figure 15 shows the dependence of the change of the specific energy introduced into the wire, and power transmission rate, the length of the of the wire blasted.

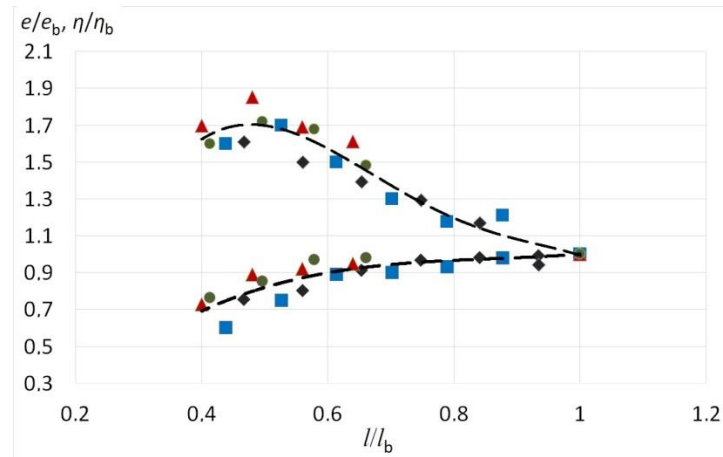


Figure 15 - The dependence of the specific energy input into the conductor and the energy transfer coefficient by drive to the conductor relative to the critical EEW

Reducing the length of blasted conductor leads to a reduction η with simultaneous increase of the specific energy input in the conductor. However, e does not increase throughout the researched interval lengths. A further reduction in the length of the blasted conductor reduces the specific energy, this is due to the early development stage of the arc discharge.

With increase of energy in the conductor follows increase specific surface area, which in turn means a reduction in average particle size.

For obtaining tantalum powders mode with maximum energy level is chosen, introduced into the explosion wire ($U_0 = 26$ kV, $C = 2.2$ μ F, $l = 60$ mm). This explosion regime has provided the level of energy introduced into the wire during the explosion - $1,1e_c$.

3.2.2 Properties of the obtained powder of Ta

Tantalum powder obtained in the above EEW mode has a specific surface area of 1.9 m^2/g , calculated as average particle diameter of 190 nm. Figures 16 and 17 shows

photographs of powder particles obtained by scanning and transmission electron microscopes.

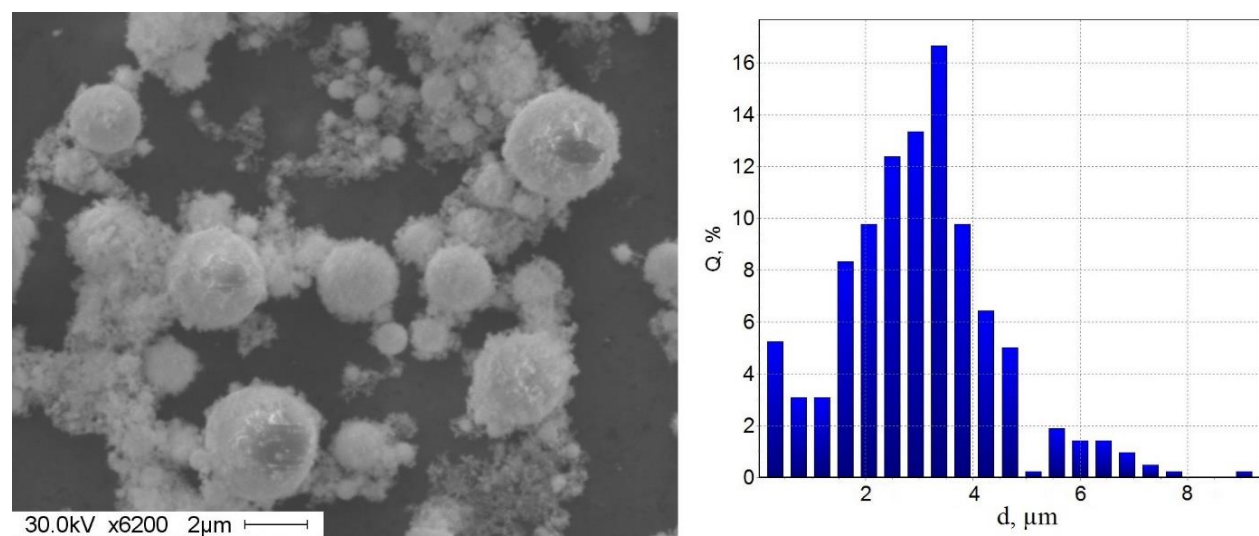


Figure 16 - a - SEM photo of tantalum powder; b - the distribution of particle diameter of powder

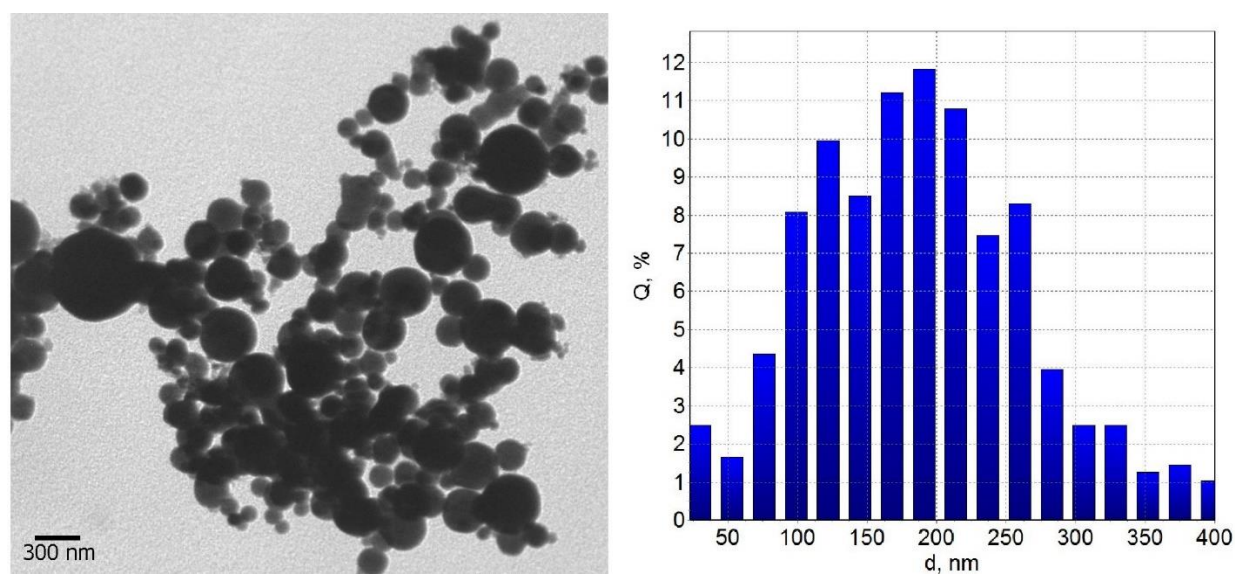


Figure 17 - a - TEM photo of tantalum powder; b - the distribution of particle diameter of powder

Ta powder particles have a spherical shape. The powder consists of two fractions: a particle diameter of from 1 to 8 microns and a particle diameter of 50 to 400 nm from the number average maximum of 200 nm. Formation of micron particles

is related to the crystallization of molten droplets, particles in the nanometer range are formed from vapor-liquid phase.

Figure 18 shows the thermogram of powder obtained by oxidation process at a linear heating in air.

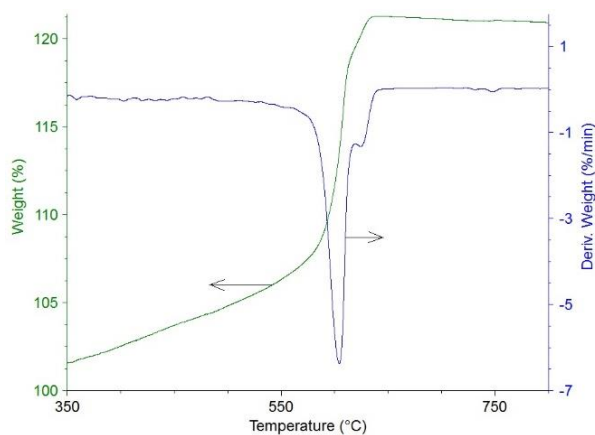


Figure 18 - TG and DTG-dependence linear heat of electroexplosive Ta powder in the air

Oxidation powder begins at a temperature of 300 ° C and flows at a rate up to 0.34 min⁻¹. At temperatures depending on 594 ° S DTA thermal parameters may occur self-ignition of the sample. The second maximum oxidation rate (0.03 min⁻¹) falls on 625 ° S and due to the presence in samples of micron particle fraction. The complete oxidation of the sample is observed at 630 ° S, weight gain is 18-21% (theoretical weight gain due to complete oxidation - 22.1%), which corresponds to the formation of oxide Ta₂O₅. The difference in the maximum oxidation rate due to dispersed powder composition.

Spectral analysis of the samples showed the presence of metallic impurities not exceeding 0.15 %. The amount of adsorbed gas was 0.94 % - O₂, 0.11 % - N₂ and 0.46 % - H₂. The presence of metallic impurities is determined by the initial purity of the tantalum wire. The increase of the adsorbed gas is caused by high reactivity of the obtained powder.