

Характеристики нанопорошков, полученных путем электрического взрыва проводников из сплава олово-свинец в среде воздуха

А. П. Ильин, Д. В. Тихонов

Исследован фазовый и химический состав нанопорошков, полученных при электрическом взрыве проводников (ЭВП) из сплава олово-свинец (ПОС-61) в среде воздуха. Показано, что в процессе электровзрыва и последующего охлаждения продуктов диспергирования происходит небольшое (на 3 – 6 ат.%) обогащение поверхностных и приповерхностных слоев частиц порошка свинцом по сравнению с его содержанием в исходном сплаве.

Ключевые слова: электрический взрыв проводника, нанопорошок, конкурентная диффузия, поверхностные и приповерхностные слои.

The phase and element compositions of surface and near-surface layers of particles in powders produced in air by electric explosion of Sn–Pb alloy wires were studied. It is shown that during the wire electrical explosion and subsequent cooling of products, a slight enrichment (3 – 6 %) of powder particle surface layers with lead occurred in comparison to its contents in initial alloy.

Keywords: Wire electrical explosion; Competitive diffusion; Nanopowder; Surface layers;

Введение

ЭВП — перспективный метод получения наноматериалов с новыми физико-химическими свойствами [1, 2]. Сущность электровзрывного синтеза нанопорошков (НП) заключается в быстром (1 – 3 мкс) диспергировании проводника мощным импульсом электрического тока. Процесс характеризуется большой плотностью тока ($j > 10^{10}$ А/м²), быстрым нагревом ($> 10^7$ К/с) металла-заготовки до высоких температур ($T > 10^4$ К) [2] и экстремально высокой плотностью мощности ($\sim 10^{14}$ Вт/м³) [3].

Ранее были исследованы морфология, фазовый и химический состав порошков, полученных при ЭВП из сплава олово-свинец в инертной газовой среде [4]. Было обнаружено, что фазовый состав порошков не отличается от исходного материала, однако происходит обогащение поверхности частиц свинцом. При этом содержание свинца на поверхности частиц увеличивается при снижении удельной энергии введенной в проводник.

В данной работе исследованы морфология, фазовый и химический состав нанопорошков,

синтезированных при ЭВП из сплава олово-свинец в среде воздуха при атмосферном давлении.

Материалы и методика эксперимента

Изготовление экспериментальных образцов НП осуществляли на экспериментальной установке (рис. 1), оснащенной механизмом автоматической подачи проводника \varnothing при частоте 38 – 40 взрывов в минуту.

В качестве рабочего газа использовали воздух при атмосферном давлении. Взрывы проводников осуществляли в режиме “быстрого взрыва” по классификации Беннета [5], при этом проводили режимы электровзрыва с дуговой стадией. Величину удельной введенной энергии и энергии дуговой стадии разряда регулировали путем изменения зарядного напряжения емкостного накопителя энергии либо изменения емкости емкостного накопителя энергии.

В качестве взрываемого проводника использовали проволоку из сплава олово-свинец (ГОСТ 1499-70) диаметром 0,53 мм, длина взрываемых отрезков

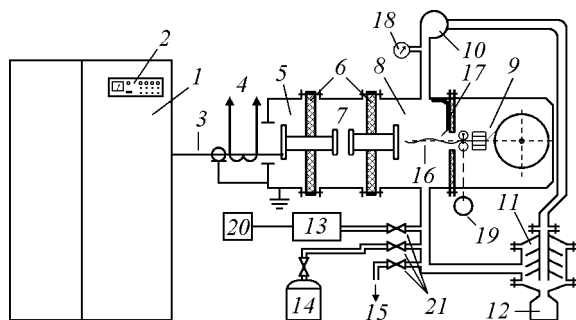


Рис. 1. Комбинированная схема установки. 1 – Блок питания установки, 2 – пульт управления, 3 – высоковольтные кабели, 4 – токовый шунт, 5 – камера высоковольтного ввода, 6 – проходные изоляторы, 7 – разрядник, 8 – взрывная камера, 9 – механизм подачи проводника, 10 – вентилятор циркуляции газа, 11 – фильтр-уловитель НП, 12 – сборник НП, 13 – форвакуумный насос, 14 – баллон с газом, 15 – трубопровод для сброса газа в вытяжную вентиляцию, 16 – взрывающийся проводник, 17 – заземленный электрод, 18 – манометр, 19 – двигатель механизма подачи проводника, 20 – пульт управления форвакуумным насосом, 21 – газовые краны.

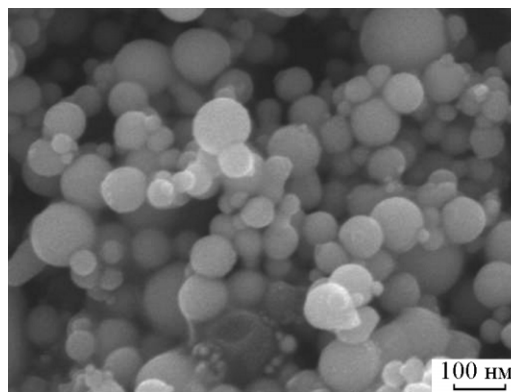


Рис. 2. Электронномикроскопическая фотография образца 1 (таблица).

а введенную в проводник энергию (W) и энергию дуговой стадии разряда (W_d) — осциллографическим методом по стандартной методике, подробно описанной в статье [6].

Результаты и обсуждение

Согласно данным электронной микроскопии порошки полидисперсны, а их частицы имеют сферическую форму (рис. 2). При увеличении удельной энергии W/W_s , введенной в проводник (где W_s — энергия сублимации взрывающегося проводника) и удельного энергосодержания дуговой стадии разряда W_d/W_s наблюдается рост дисперсности НП, что соответствует увеличению площади их удельной поверхности (таблица).

В таблице представлены результаты РФЭС исходного материала (образец 7) и синтезированных НП (образцы 1 – 6) при интегральном способе зондирования (площадь зондирования $\approx 200 \text{ мкм}^2$). Содержание олова в поверхностных и приповерхностных слоях частиц составило 63,15 – 65,53 ат.%, свинца — 34,47 – 36,85 ат.%. Таким образом, поверхностные и приповерхностные слои частиц порошка незначительно (на 3 – 6 ат.%) обогащены

Таблица

Условия синтеза и характеристики НП

№ образца	W/W_s	W_d/W_s	$S_{уд}$, м ² /г	Содержание металлов в поверхностных слоях частиц, ат.%			Фазовый состав
				Sn	Pb	Cu	
1	1,56	1,84	15,2	63,15	36,85	0	SnO ₂ , PbO
2	1,59	0,75	16,1	64,17	35,83	0	SnO ₂ , PbO
3	1,05	0,41	15,4	65,02	34,98	0	SnO ₂ , PbO
4	1,04	0,05	15,1	65,53	34,47	0	1,8 масс. % Sn – Pb, SnO ₂
5	0,74	0,08	14,2	63,17	36,83	0	2,5 масс. % Sn – Pb, SnO ₂
6	0,55	0,09	13,5	64,90	35,10	0	7,4% масс. Sn – Pb, SnO ₂
7*	—	—	—	67,16	30,98	1,86	100% масс. Sn – Pb

* — исходный материал проводника.

свинцом по сравнению с исходным материалом проводника (образец 7). Ранее [4], было установлено, что при электрическом взрыве проводников из сплава олово-свинец (такого же состава, что и в данном эксперименте) в среде аргона были синтезированы фазово-неоднородные НП.

Поверхностные слои этих НП содержат оксидные фазы, которые были обогащены свинцом (на 7 – 15,2 ат.%) по сравнению с его содержанием в исходном сплаве. Такое обогащение можно объяснить, если сравнить коэффициенты диффузии атомов олова и свинца. При охлаждении сплава вблизи точки кристаллизации более подвижные атомы олова диффундируют к центру наночастиц. Это начинает происходить еще на начальной стадии процесса разлета продуктов ЭВП. Таким образом, сравнивая эти два эксперимента, можно предположить, что при проведении синтеза НП в воздушной газовой среде, процесс окисления первичных продуктов электрического взрыва замедляет процесс конкурентной диффузии атомов олова и свинца, который имеет место при охлаждении и кристаллизации частиц на завершающей стадии движения продуктов ЭВП, и поэтому поверхностные и приповерхностные слои частиц порошка в меньшей степени (на 3 – 6 ат.%) обогащаются свинцом.

Результаты рентгенофазового анализа показали, что все образцы НП имеют сходные наборы рефлексов. В то же время в образцах, синтезированных при более низких значениях введенной энергии и энергии дуговой стадии электрического взрыва, обнаружена исходная фаза твердого раствора Sn – Pb. При этом, чем меньше значение введенной энергии и энергии дуговой стадии электрического взрыва, тем выше содержание металлической фазы в образцах (таблица, образцы 4 – 6).

Выводы

1. При увеличении удельной введенной в проводник энергии W/W_s и удельного энергосодержания дуговой стадии разряда W_d/W_s наблюдается рост дисперсности порошков от 13,5 до 16,1 м²/г.

2. Полученные с помощью электрического взрыва в атмосфере воздуха НП фазово-неоднородны: полученные при высоких значениях введенной энергии (1,59 – 1,05 W/W_s) и энергии дуговой стадии электрического взрыва (1,84 – 0,41 W_d/W_s) содержат SnO₂ и PbO.

3. При более низких значениях введенной энергии (1,04 – 0,55 W/W_s) и энергии дуговой стадии электрического взрыва (0,05 – 0,09 W_d/W_s) обнаружена исходная фаза сплава Sn – Pb в количестве 1,8 – 7,4 ат. %.

4. Установлено, что поверхностные и приповерхностные слои частиц НП в меньшей степени обогащены свинцом (на 3 – 6 ат.%) в сравнении с составом поверхности наночастиц, полученных при ЭВП в среде аргона (на 7 – 15,2 ат. %).

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ, грант № 08-08-12077-офи, с использованием оборудования научно-образовательного инновационного центра “Наноматериалы и нанотехнологии” ТПУ и научно-аналитического центра ТПУ.

Литература

1. Морохов И.Д. Физикохимия ультрадисперсных систем. М.: Наука, 1987, с. 5 – 9.
2. Бурцев В.А., Калинин К.В., Лучинский А.В. Электрический взрыв проводников и его применение в электрофизических установках. М.: Энергоатомиздат, 1990, 289 с.
3. Столович Н.Н. Электровзрывные преобразователи энергии. Минск: Наука и техника, 1983, 152 с.
4. Ильин А.П., Тихонов Д.В. Морфология, фазовый и химический состав порошков, полученных при электрическом взрыве проводников из сплава олово-свинец. ФХОМ, 2001, № 3, с. 68 – 71.
5. Bennet F.D. High-temperature exploding wires. In: Progress in high-temperature physics and chemistry. N. Y.: Pergamon Press, 1968, v. 2, p. 1 – 63.
6. Кварцхава И.Ф., Бондаренко В.В., Плутто А.А. и др. Осциллографическое определение энергии электрического взрыва проволок. ЖТФ, 1956, т. 31, вып. 5(II), с. 745 – 751.

Ильин Александр Петрович — Томский политехнический университет (ТПУ), доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой. Специалист в области физикохимии ультрадисперсных систем. E-mail: genchem@mail.ru.

Тихонов Дмитрий Владимирович — Томский политехнический университет (ТПУ), кандидат технических наук, доцент. Специалист в области техники высоких напряжений, физикохимии ультрадисперсных систем. E-mail: dv_1@mail.ru.