



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010112166/02, 29.03.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
29.03.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 29.03.2010

(45) Опубликовано: 20.07.2011 Бюл. № 20

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2369651 C2, 10.10.2009. WO 0067936 A1, 16.11.2000. RU 2301723 C1, 27.06.2007. US 2005279187 A1, 22.12.2005. JP 2009242946 A, 22.10.2009. CA 2712929 A1, 30.07.2009. EP 1776491 A1, 25.04.2007.

Адрес для переписки:

634028, г.Томск, пр. Ленина, 2а, ИФВТ,
патентный отдел

(72) Автор(ы):

Ильин Александр Петрович (RU),
Коршунов Андрей Владимирович (RU),
Толбанова Людмила Олеговна (RU),
Мостовщиков Андрей Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное
учреждение высшего профессионального
образования "Национальный
исследовательский Томский
политехнический университет" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГАЗОПОГЛОТИТЕЛЯ ИЗ ПОРОШКА ТИТАНА

(57) Реферат:

Изобретение относится к производству газопоглотителей из порошка титана для электровакуумных и других приборов и может применяться в качестве газопоглотителя различных газов при пониженном давлении в рентгеновских трубках, в ускорителях элементарных частиц. Способ включает формование смеси диоксида титана с восстановителем и последующий нагрев смеси. В качестве восстановителя используют

нанопорошок алюминия, полученный электрическим взрывом алюминиевого проводника в среде аргона, взятый в мольном соотношении с диоксидом титана от 0,8:1 до 1,2:1. Нагрев смеси осуществляют при температуре 400-600°C в вакууме 1,9-2,1 Па в течение 3-5 минут. Техническим результатом изобретения является снижение энергозатрат и повышение активности газопоглотителя. 1 ил., 4 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

B22F 9/20 (2006.01)*C22B 34/12* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2010112166/02, 29.03.2010**(24) Effective date for property rights:
29.03.2010

Priority:

(22) Date of filing: **29.03.2010**(45) Date of publication: **20.07.2011 Bull. 20**

Mail address:

**634028, g.Tomsk, pr. Lenina, 2a, IFVT, patentnyj
otdel**

(72) Inventor(s):

**Il'in Aleksandr Petrovich (RU),
Korshunov Andrej Vladimirovich (RU),
Tolbanova Ljudmila Olegovna (RU),
Mostovshchikov Andrej Vladimirovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija
"Natsional'nyj issledovatel'skij Tomskij
politekhničeskij universitet" (RU)****(54) METHOD OF PRODUCING GAS ABSORBER FROM TITANIUM POWDER**

(57) Abstract:

FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: invention relates to production of gas absorbers from titanium powder to be used in electric vacuum and other instruments as absorbers of diverse gases at reduced pressure in X-ray tubes or fundamental particle accelerators. Proposed method comprises mixing titanium dioxide with reducing agent and heating prepared mix. Aluminium

nanopowder is used as reducing agent. Said nano powder is produced by electric explosion of aluminium conductor in atmosphere of argon, conductor-to-titanium dioxide ratio varying from 0.8: 1 to 1.2:1. Mix is heated at 400-600°C in vacuum at 1.9-2.1 Pa for 3-5 minutes.

EFFECT: reduced power consumption, higher activity of gas absorber.

1 dwg, 4 tbl

Изобретение относится к производству газопоглотителей для электровакуумных и других приборов и может применяться при работе вакуумированных устройств, а также в качестве газопоглотителя различных газов при пониженном давлении (рентгеновские трубки, ускорители элементарных частиц).

Известен способ получения нераспыляемых газопоглотителей на основе интерметаллических порошков [патент РФ №2033452, С22С 1/04, опубл. 20.04.1995 г.], в котором при получении газопоглотителей смешивают металлические порошки дисперсностью 1-45 мкм. Затем осуществляют термическое воздействие на смесь в вакууме 13,3-1,33 Па локальным тепловым импульсом с плотностью потока 2-15 Вт/мм². Слабоэзотермические смеси предварительно подогревают до 50-900°С. Возможно перед термическим воздействием осуществление прессования смеси с последующей термовакуумной обработкой по ступенчатому режиму: 2 ч при 200°С и 3 ч при 300°С, в вакууме 2-10 Па.

Недостатком данного способа является использование слабоэзотермических смесей с низкой активностью, поэтому для синтеза газопоглотителей (интерметаллидов) требуется подогрев исходной смеси до 50-900°С. Кроме того, из-за низкой активности исходных смесей для инициирования волны высокотемпературного синтеза необходим мощный тепловой импульс с плотностью потока 2-15 Вт/мм².

Наиболее близким аналогом-прототипом по совокупности существенных признаков и назначению является [патент РФ №2369651, С22В 3/11, 10.10.2009] способ получения газопоглотителя из порошков металла, в том числе из порошка титана, включающий формование смеси диоксида титана с восстановителем - кальцием - и последующий нагрев смеси до температуры 800-1400°С.

Недостатком этого способа являются высокие энергозатраты в процессе приготовления газопоглотителя: требуется прогрев смеси при температуре 800-1400°С. Кроме того, недостатком является использование в технологическом процессе щелочно-земельных металлов, что требует дополнительно обработки водой с целью выщелачивания, что снижает активность порошка металла.

Основной технический результат предложенного изобретения - это снижение энергозатрат за счет использования сильноэзотермических смесей с нанопорошком алюминия, повышение активности газопоглотителя за счет низкой температуры перевода газопоглотителя в активное состояние: температура не превышает 600°С в вакууме не более 4 Па в течение 3-5 минут.

Технический результат достигается тем, что в способе получения газопоглотителя из порошка титана, включающем формование смеси диоксида титана с восстановителем и последующий нагрев смеси, согласно предложенному решению в качестве восстановителя используют нанопорошок алюминия, полученный электрическим взрывом алюминиевого проводника в среде аргона, взятый в мольном соотношении с диоксидом титана от 0,8:1 до 1,2:1, нагрев смеси осуществляют при температуре 400-600°С в вакууме 1,9-2,1 Па в течение 3-5 минут.

Целесообразно использовать нанопорошок алюминия, полученный электрическим взрывом алюминиевого проводника в среде аргона. В этом случае процесс получения нанопорошка алюминия протекает в экстремальных условиях: скорость охлаждения составляет 10¹⁰ К/с, а максимальная температура продуктов взрыва составляет 4·10⁴ °С. Сформированные в таких условиях нанопорошки обладают повышенной устойчивостью в воздухе при комнатной температуре, но очень высокой химической активностью при нагревании до 400-600°С. Такой порошок имеет преимущество в сравнении с другими нанопорошками, например, полученными методом испарения -

конденсации в аргоне.

Чертеж иллюстрирует, что полученный газопоглотитель имеет пористую структуру: на сколе видны прямые каналы, диаметр которых составляет менее 1 мкм. Такая структура идеальна для работы газопоглотителя.

5 Осуществление способа рассмотрим на конкретном примере.

Для приготовления газопоглотителя готовили смеси диоксида титана с нанопорошком алюминия (НП Al). Для этого использовали нанопорошок алюминия, полученный электрическим взрывом алюминиевого проводника в среде аргона, и
10 грубодисперсный порошок диоксида титана (марка ч.д.а.). Для эксперимента были выбраны следующие соотношения компонентов: от 0,4:1 до 1,6:1, смешение проводили в агатовой ступке в присутствии изопропилового спирта. После достижения однородности массы перемешивание прекращали и высушивали в сушильном шкафу при температуре 40-45°C в течение 2-3 часов. Смеси прессовали при давлении 30
15 кГ/см². Образующийся пористый образец помещали в камеру вакуумного поста ВУП-5 и откачивали до остаточного давления 3-4 Па. Затем включали ленточный нагреватель из молибденовой фольги и при непрерывной откачке повышали температуру до 600°C. В это время происходило взаимодействие нанопорошка
20 алюминия с диоксидом титана с образованием частиц титана, имеющих микропористую структуру. При этом остаточное давление понижалось до $2,0 \cdot 10^{-4}$ - $1,5 \cdot 10^{-4}$ Па благодаря активности газопоглотителя.

Состав исходных смесей и синтезированного газопоглотителя определяли с
25 помощью количественного рентгенофазового анализа. Результаты экспериментов приведены в таблице 1.

Согласно таблице 1 с увеличением содержания НП Al в смеси растет выход
металлического титана: при содержании 0,8:1,0 он достигает максимума (54,3%) и
30 выходит на насыщение 59,8-61,8%. При этом остаточное давление резко снижается при переходе от образца 2 к образцу 3, что свидетельствует о резком повышении активности газопоглотителя. Дальнейшее увеличение содержания НП Al нецелесообразно из-за увеличения его расхода, поэтому заявляемый диапазон состава смесей составляет от 0,8:1,0 до 1,2:1,0.

35 Полученную смесь НП Al и TiO₂ подвергали прессованию при небольшом давлении (30 кГ/см²), помещали в вакуумную камеру и откачивали до остаточного давления 1,3 Па, прогревали до определенной температуры, охлаждали и проводили рентгенофазовый анализ. Результаты экспериментов приведены в таблице 2.

40 Из данных таблицы 2 следует, что при достижении температуры нагрева 400°C в вакууме 1,3 Па выход металлического титана резко возрастает и достигает 59,8%. Дальнейшее нагревание смеси не приводит к увеличению выхода, поэтому целесообразно ограничить температуру прогрева 600°C.

45 Для определения величины остаточного давления при активировании газопоглотителя была использована установка, в конструкцию которой входили весы Мак-Бена. Кварцевую спираль предварительно калибровали с использованием аттестованного набора разновесов. Изменение массы образцов определяли с помощью весов Мак-Бена и катетометра. Достаточность вакуумирования определяли по неизменности веса образца при нагревании до 600°C. Образец в виде пористой
50 таблетки помещали в чашку, подвешивали на кварцевой спирали, вакуумировали до соответствующего остаточного давления и затем нагревали до 600°C. Результаты измерений приведены в таблице 3.

Согласно полученным результатам (таблица 3) при переходе величины остаточного

давления от 10 до 2,1 Па резко снижается увеличение массы образца, достигая 1,5%. Дальнейшее понижение давления при 600°C приводит к постоянству массы газопоглотителя, что свидетельствует о достаточности величины вакуума. Таким образом, оптимальным является остаточное давление 2,1-1,9 Па при 600°C.

Для определения времени протекания реакции получения активного газопоглотителя готовили смесь НП Al/TiO₂. Далее смесь прессовали при давлении 30 кГ/см², помещали в вакуумную камеру (~1,3 Па) и нагревали до 600°C при непрерывной откачке. При этом изменяли время нагрева каждого образца.

Результаты измерений приведены в таблице 4.

Согласно полученным результатам (таблица 4) при температуре 600°C и времени прогрева менее 3 минут выход металлического титана низкий (23,3 мас.%), а при времени прогрева 3 минуты выход металлического титана резко возрастал до 59,8% и затем практически не изменялся. Оптимальным временем прогрева является интервал 3-5 минут.

Таким образом, заявляемый способ позволяет снизить энергозатраты при получении газопоглотителя: в прототипе процесс приготовления осуществляется в течение нескольких часов при минимальной температуре 800°C, а в заявляемом способе процесс осуществляется за 5 минут при 600°C.

Таблица 1

| №, п/н | Состав смеси НП Al/TiO ₂ | Выход Ti ⁰ , мас.% | Остаточное давление после активирования газопоглотителя, ·10 ⁻⁴ Па | Примечание |
|--------|-------------------------------------|-------------------------------|---|-------------------|
| 1 | 0,4:1,0 | 22,4 | 4,1 | |
| 2 | 0,6:1,0 | 31,9 | 3,9 | |
| 3 | 0,8:1,0 | 54,3 | 2,1 | Заявляемый способ |
| 4 | 1,0:1,0 | 59,8 | 1,8 | Заявляемый способ |
| 5 | 1,2:1,0 | 60,6 | 1,5 | Заявляемый способ |
| 6 | 1,4:1,0 | 61,5 | 1,5 | |
| 7 | 1,8:1,0 | 61,8 | 1,5 | |

Таблица 2

| №, п/н | Состав смеси НП Al/TiO ₂ | Выход Ti ⁰ , мас.% | T _{max} нагрева в вакууме, °C | Примечание |
|--------|-------------------------------------|-------------------------------|--|-------------------|
| 1 | 1:1 | 12,1 | 100 | |
| 2 | 1:1 | 18,9 | 200 | |
| 3 | 1:1 | 26,4 | 300 | |
| 4 | 1:1 | 59,8 | 400 | Заявляемый способ |
| 5 | 1:1 | 62,3 | 500 | Заявляемый способ |
| 6 | 1:1 | 62,4 | 600 | Заявляемый способ |
| 7 | 1:1 | 62,4 | 700 | |

Таблица 3

| №, п/н | Состав смеси НП Al/TiO ₂ | Остаточное давление, Па | Увеличение массы, Δm, % | Примечание |
|--------|-------------------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------|
| 1 | 1:1 | 30 | 18,2 | |
| 2 | 1:1 | 20 | 16,4 | |
| 3 | 1:1 | 10 | 13,1 | |
| 4 | 1:1 | 2,1 | 1,5 | Заявляемый способ |
| 5 | 1:1 | 1,9 | 1,4 | Заявляемый способ |
| 6 | 1:1 | 1,9 | 1,4 | Заявляемый способ |

Таблица 4

| №, п/п | Состав смеси НП Al/TiO ₂ | Время прогрева, мин | Выход Ti ⁰ , % | Примечание |
|--------|-------------------------------------|---------------------|---------------------------|-------------------|
| 1 | 1:1 | 1 | 21,4 | |
| 2 | 1:1 | 2 | 23,3 | |
| 3 | 1:1 | 3 | 59,8 | Заявляемый способ |
| 4 | 1:1 | 4 | 60,2 | Заявляемый способ |
| 5 | 1:1 | 5 | 60,3 | Заявляемый способ |
| 6 | 1:1 | 6 | 60,6 | |

Формула изобретения

Способ получения газопоглотителя из порошка титана, включающий формирование смеси диоксида титана с восстановителем и последующий нагрев смеси, отличающийся тем, что в качестве восстановителя используют нанопорошок алюминия, полученный электрическим взрывом алюминиевого проводника в среде аргона, взятый в мольном соотношении с диоксидом титана от 0,8:1 до 1,2:1, нагрев смеси осуществляют при температуре 400-600°С в вакууме 1,9-2,1 Па в течение 3-5 мин.

