

ОДНОПОСТОВИЙ БЛОК ДЛЯ НАНОДИСПЕРГУВАННЯ ЕЛЕКТРОПРОВІДНИХ МАТЕРІАЛІВ

Представлено результати проведеної у 2009 році роботи по створенню та дослідженню установки для нанодиспергування електропровідних матеріалів у комплекті зі спеціальним джерелом живлення.

Представлены результаты проведенной в 2009 году работы по созданию и исследованию установки для нанодиспергирования электропроводных материалов в комплекте со специальным источником питания.

Наноматеріалознавство – це швидко прогресуюча галузь прикладної науки, що вивчає нові передбачувані властивості різних матеріалів на атомарному та молекулярному рівнях та методи виробництва наноматеріалів, які складаються з часток надмалих розмірів 10^{-9} м. Нині понад 50 країн світу мають національні програми розвитку наноматеріалознавства та нанотехнологій, які вважаються основою третьої світової науково-технічної революції, що має кардинально змінити царину техніки та техногенне оточення людини.

Так, наприклад, новітніми дослідженнями доведено, що нанорозмірні частинки електропровідних матеріалів і особливо благородних металів та їхніх сплавів при додаванні їх у певній концентрації до розчинів органічних рідин або у вигляді водних суспензій являють собою високоефективні антибактеріальні препарати, здатні успішно пригнічувати активність багатьох хворобоутворюючих бактерій, вірусів, грибків [4].

Сучасне повернення до срібла відбувається на нанорівні, тобто на рівні дуже малих розмірів часток срібла. Як відомо, саме такі частки срібла [1], що порівнюються за розмірами з одноклітинними мікроорганізмами, вірусами та грибками, набувають особливих біоцидних характеристик і дозволяють активно впливати на сотні патогенних одноклітинних мікробів, вірусів та грибків, причому вбивають їх, не ушкоджуючи клітин людини чи тварин. Тому проблема отримання наночастинок срібла є важливою та актуальною [5].

Найбільш продуктивними вважаються сучасні фізичні (сухі) методи синтезу наночастинок та наноплівки металів у вакуумі. При цьому мішень з металу переводиться у стан пари чи плазми у вакуумі з послідовною конденсацією на спеціальній підложці, з якої різними методами збирають нанопудру.

Досить перспективним виглядає процес катодного розпилення металу (срібла) безпосередньо на поверхню водорозчинної рідини (гліцерину). Причому найбільш відповідним процесом катодного розпилення у даному випадку, на погляд авторів, є розпилення в локальному тліючому розряді (ЛТР).

У статті представлені результати розробки та виготовлення уніфікованого продуктивного однопостового модуля для нанодиспергування металів та сплавів локалізованим плазмовим тліючим розрядом у вакуумі [3, 6], у комплекті з відповідним джерелом електричного живлення. Для того щоб продуктивність виготовлення наносуспензій могла бути підвищена до необхідного рівня, в даній розробці закладено можливість паралельного підключення уніфікованих однопостових модулів до однієї вакуумної установки, а також розроблено вакуумні пристрої багаторазового прокачування рідкої основи (гліцерину) для безперервного отримання рідких висококонцентрованих нанопродуктів шляхом завантажування-вивантажування їх з вакуумної установки без її розгерметизації.

Розроблено технологічну схему нанодиспергування електропровідних матеріалів за допомогою однопостового модуля плазмового диспергування та згаданих вище пристроїв багаторазового прокачування рідкої основи та проточного експонування рідкої основи. За цією схемою насичення рідкої основи суспензії наночастиками за допомогою модуля плазмової нанодиспергації відбувається безперервно в пристрої проточного експонування рідкої

основи та може багаточисельно повторюватися з підвищенням концентрації за допомогою пристрою багаторазового прокачування рідкої основи.

Конструкція пристрою плазмового нанодиспергування срібла розроблялась відповідно до запатентованого одностадійного способу приготування висококонцентрованих суспензій нанорозмірних електропровідних матеріалів на основі водорозчинних і неводорозчинних рідин [2].

На рис. 1 зображено схему пристрою для одностадійного приготування висококонцентрованих суспензій наноструктурних електропровідних матеріалів на основі водорозчинних і неводорозчинних рідин. Схема складається з вакуумної камери (1) з відповідними технічними засобами для досягнення та постійного підтримання необхідного вакууму, високовольтного джерела постійного струму (6), сопла-анода (3), виготовленого з тугоплавкого металу (наприклад, танталу) та закріпленого за допомогою ізолятора (5) на певній регульованій відстані від катода (4), і відповідно електрично поєднаний з позитивним полюсом джерела постійного струму, а також підключеного до газопідведення (2) для підведення до сопла плазмоутворюючого газу (інертного – аргону або активного – азоту або інших), що утворює плазмовий струмінь, катод, електрично поєднаний з негативним полюсом джерела постійного струму за допомогою ізольованого вводу (9), та підпирається пружиною (8) у процесі обертання навколо його осі за допомогою привода обертання (7) для подачі у робочу зону розпилення, ємності (12), що розташована у вакуумній камері і наповнена оброблюваною рідиною (10) з поверхнею (11), та закрита покриття (13) з отвором певного діаметру для введення плазмового струменя і розміщена на певній відстані перенесення від катода до поверхні оброблюваної рідини.

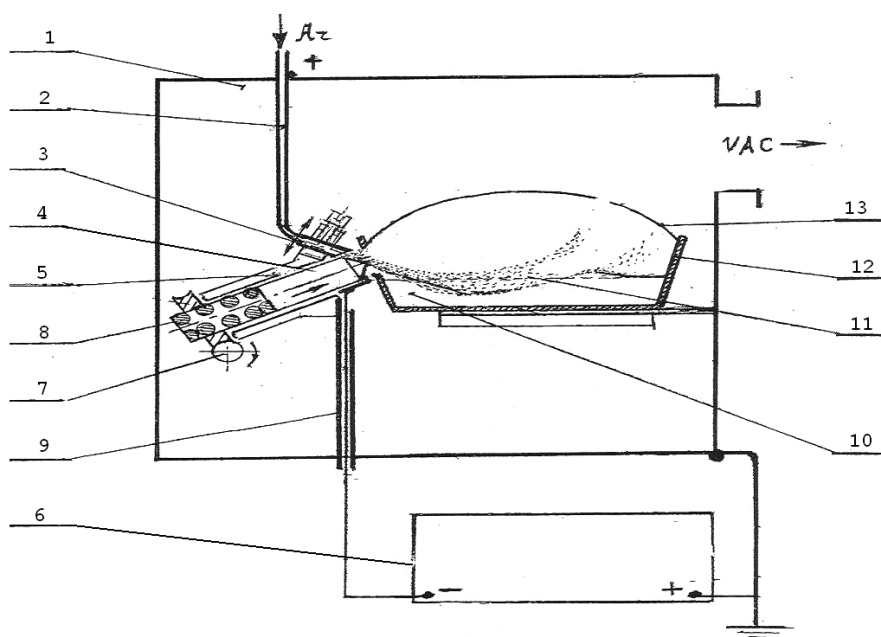


Рис. 1

Згідно зі схемою розроблено конструкцію виробничого уніфікованого модуля плазмового нанодиспергування.

Цей модуль складається з катодного вузла, введеного до головної вакуумної камери через спеціальний вакуумнощільний ввід, анодного вузла та пристрою для проливної експонування рідкої основи (гліцерину) плазмовим струменем з наночастками срібла.

Для підвищення концентрації наносуспензії додатково запропоновано і виготовлено модель вакуумного пристрою багаторазового прокачування рідкої основи (гліцерину) для безперервного отримання рідких висококонцентрованих нанопродуктів шляхом завантажування-розвантажування їх з вакуумної установки без її розгерметизації.

Запропонована цангова конструкція катодного вузла дає змогу шляхом обертання срібного катода навкруги своєї осі та поступового висування його через цангу паралельно осі подавати його для диспергування плазмовим струменем, ініційованим потоком аргонної плазми з трубчастого анода, і швидко проводити технологічну заміну циліндричного срібного електрода після повного циклу його плазмового нанодиспергування наприкінці робочої зміни.

Запропонована цангова конструкція катодного вузла дає змогу шляхом обертання срібного катода навкруги своєї осі та поступового висування його через цангу паралельно осі подавати його для диспергування плазмовим струменем, ініційованим потоком аргонної плазми з трубчастого анода, і швидко проводити технологічну заміну циліндричного срібного електрода після повного циклу його плазмового нанодиспергування наприкінці робочої зміни.

Для ініціювання та підтримання локалізованого тліючого розряду у вакуумній камері необхідне спеціальне джерело живлення, яке б відповідало таким умовам. Мало досить високе значення напруги холостого ходу, необхідної для збудження розряду. Графік залежності рівня напруги підпалу від приведенного параметру $p \cdot d$ (де p – тиск у робочій камері, d – діаметр сопла іоноутворюючого газу) показаний на рис. 2. З нього видно, що при тиску 0,2 Па джерело живлення повинно мати вихідну напругу близько 1200 В. Крім того, для управління процесом диспергації і регулювання розмірів наночастинок необхідно, щоб вихідний струм було можливо плавно регулювати в межах 0,05...0,2 А.

Стійкість процесу локалізованого тліючого розряду пов'язана з зовнішньою характеристикою джерела живлення. Найбільш стійким процес розряду буде в тому випадку, коли джерело живлення матиме крутопадаючу зовнішню характеристику. Враховуючи особливості навантаження у вигляді локального тліючого розряду, який значною мірою є нелінійною функцією, залежною від багатьох параметрів (геометрії самого пристрою, кількості натікання плазмоутворюючого газу, виробничої потужності вакуумних насосів та ін.) і в першу чергу від тиску в робочій камері, діапазон робочої напруги має бути регульованим від 200 до 1200 В.

Однією з особливостей даного процесу є можливість переростання тліючого розряду у дуговий, що супроводжується значним зростанням струму розряду і як наслідок – появою викидів у вигляді крапельної фази. Ця обставина погіршує якість кінцевої продукції і тому є небажаною в технологічному процесі. Щоб не допускати таких режимів джерело живлення повинно мати швидкодіючий захист, який би розпізнавав та ліквідував дуговий розряд.

Відповідно до технічних умов у Інституті електродинаміки НАН України розроблено спеціальне джерело живлення локалізованого тліючого розряду установки диспергування електропровідних матеріалів у вакуумі.

Основні технічні характеристики джерела живлення відповідають перерахованим вище умовам, а інші представлені в таблиці. Принципова схема джерела живлення показана на рис. 3.

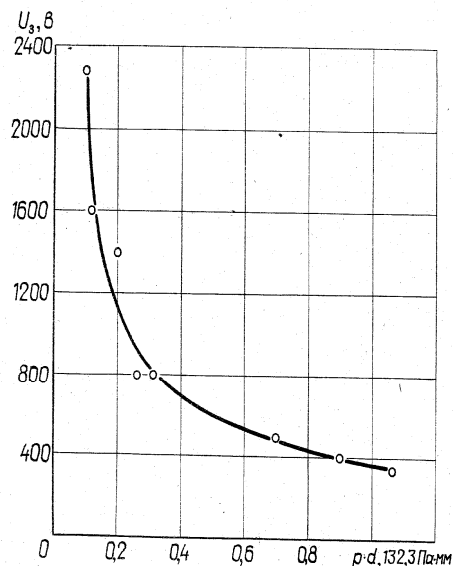


Рис. 2

№	Найменування параметру	Номінал	Значення
1	Напруга мережі живлення	В	220 (+19; -38)
2	Кількість фаз мережі живлення		1
3	Частота мережі живлення	Гц	50 ± 1
4	Режим управління	Ручний	
5	Режим роботи	Довготривалий	
6	Охолодження	Природне, повітряне	
7	Максимально споживана потужність	ВА	Не більше 410
8	Габаритні розміри	мм	430x400x270

Основою джерела живлення є підвищуючий трансформатор Т1 з крутопадаючою зовнішньою характеристикою. Первинна обмотка трансформатора через тиристорний регулятор підключається до електричної мережі 220 В, а вторинна – через випрямляч і фільтр до навантаження. Тиристорний регулятор включає в себе дві пари тиристорів: допоміжні VS1, VS2 та основні VS3, VS4. Для управління тиристорами та синхронізації їх відпирання з мережею живлення слугує фазозсувний вузол, виконаний на транзисторах VT1, VT2 та імпульсному трансформаторі Т3. Він задає кут відпирання тиристорів відносно мережі живлення і таким чином виконує функцію регулятора струму трансформатора Т1.

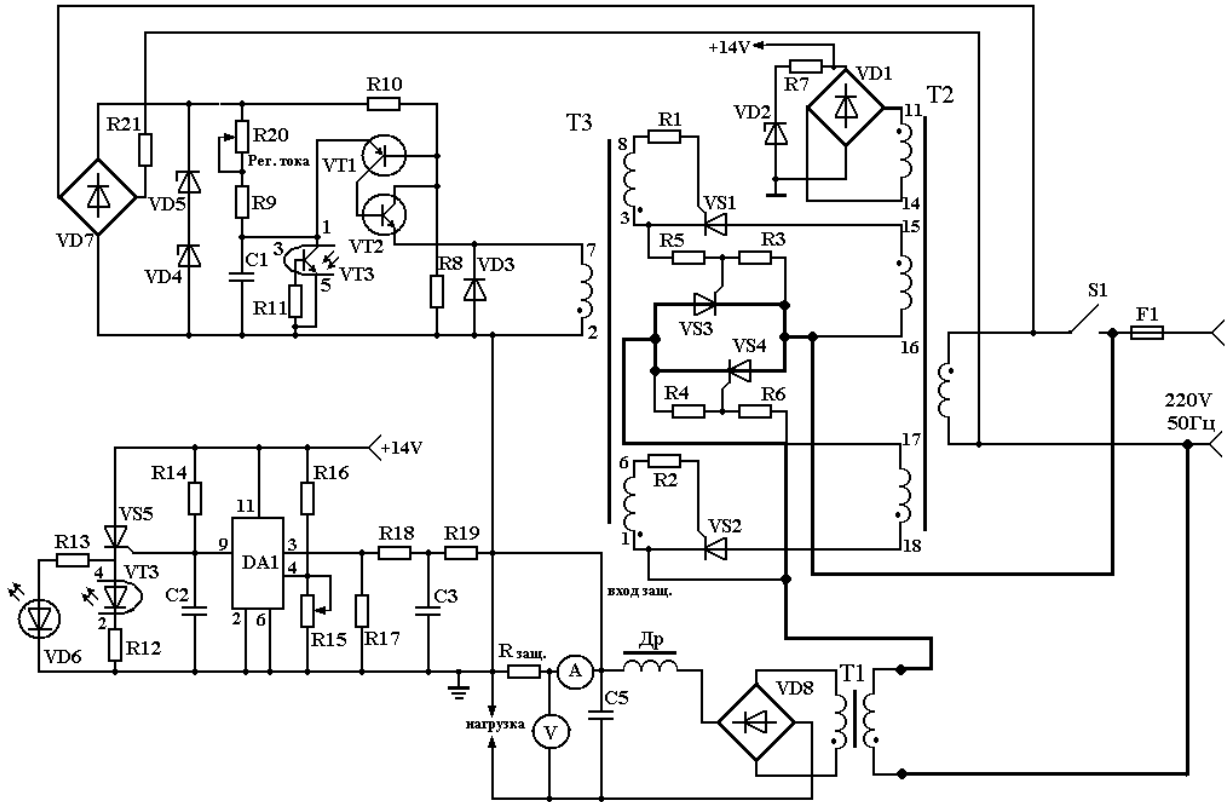


Рис. 3

Наступним функціональним вузлом є швидкодіючий захист від дугоутворення, основними елементами якого є компаратор DA1, тиристор VS5 та оптотранзистор VT3.

Вузол навантаження включає в себе випрямляч VD8, фільтр, що утворюють дросель Др та конденсатор C5, прилади для вимірювання величин струму та напруги.

Джерело живлення працює таким чином. При включенні вимикача S1 напруга мережі живлення подається на регулятор і фазозсувний вузол. Транзистори VT1, VT2 виробляють імпульси управління, які через імпульсний трансформатор T3 подаються спершу на електроди управління допоміжних тиристорів VS1, VS2, а потім підсилені – на основні тиристори VS3, VS4. Резистор R20 регулює фазу відкриття основних тиристорів, а отже, і величину струму та напруги на навантаженні.

Величина струму, що протікає через навантаження, контролюється вузлом захисту. В ньому відбувається порівняння уставки напруги спрацьовування та напруги на калібрувальному опорі R_{заш.} Якщо напруга на калібрувальному опорі перевищує напругу уставки, то спрацьовує компаратор DA1, на його виході з'являється напруга, яка відкриває тиристор VS5, останній через оптотранзистор VT3 перериває подачу імпульсів управління транзисторами VT1, VT2. Тиристори VS3, VS4 закриваються і зупиняється подача напруги на навантаження. При цьому загорається світлодіод VD6, який сигналізує про те, що спрацював захист. Після ліквідації причини дугоутворення джерело живлення знову включається в роботу.

Технологічний цикл насичення гліцерину (рідкої основи) наноструктурними частками срібного катода починається з досягнення необхідного тиску (розрядження) у вакуумному пристрої багаторазового прокачування рідкої основи (гліцерину).

По закінченні виходу розчинених у рідині газів (закінченні «кипіння» рідини) підпалюється локалізований плазмовий розряд. Для цього на катодний вузол, електрично поєднаний з негативним полюсом джерела постійного струму за допомогою ізольованого вводу, подається висока напруга (300...1200 В). Одночасно до трубчастого анода підводиться плазموутворюючий газ (інертний, наприклад, аргон), що витікає із сопла-анода, закріпленого на певній відстані – регульованому робочому проміжку від катода. Локалізований плазмовий розряд, що розпилює поверхню катода, вибиваючи нанорозмірні частки його матеріалу,

утворює плазмовий струмінь, який захоплює вибиті наноструктурні частки катода з робочого проміжку та транспортує і спрямовує їх (значною мірою за рахунок відносно потужного потоку аргону з сопла анода) у подальшому русі як на поверхню сітчастого пристрою експонування гліцерину, так і занурює (імплантує) ці частки в оброблювану рідину, що збирається на дні пристрою експонування.

За допомогою вибору параметрів технологічного процесу локалізованого плазмового розпилення можна отримати певні нанорозміри вибитих часток матеріалу катода та довести їх однорідність у плазмовому струмені до більш як 90 %.

У модулі передбачена можливість вже одноразово насичену наночастками суспензію через пристрій проливного експонування подавати для повторної її обробки. Таким чином поступово підвищують концентрацію наночасток срібла в гліцерині до необхідного рівня.

Під час відпрацювання оптимальних технологічних параметрів для отримання експериментальних зразків концентрованої суспензії срібла у харчовому гліцерині на описаному вище модулі плазмового диспергування було проведено серію експериментів, в результаті яких встановлені такі технологічні нормативи:

тиск у вакуумній камері після циклу дегазації рідини-носія (харчового гліцерину), мм. рт. ст., не більше.....	1...4·10 ⁻⁵
робоча напруга постійного струму між срібним катодом та соплом анода, В, не більше.....	700
натікання плазмоутворюючого газу (аргона), (тиск приведений до нормального атмосферного), см ³ /с.....	1...3
робочий проміжок між анодом та катодом, мм.....	0,1
відстань перенесення між поверхнею катода та місцем контакту плазмового струменя з оброблюваною рідиною, мм, не більше	150
об'єм оброблюваного гліцерину, л, не більше	2
час одного циклу обробки плазмовим струменем, хв.....	30
необхідна кількість циклів для отримання концентрації 100 мг/л	4.

Випробування макету однопостового модуля іонно-плазмового диспергування та спеціального джерела живлення підтвердили високу технологічність та якість процесу одержання концентрованих наносуспензій срібла.

Розроблене устаткування може бути рекомендоване для створення високопродуктивної установки з виробництва екологічно чистих концентрованих наносуспензій срібла за рахунок паралельного підключення декількох постів та спеціалізованих джерел живлення.

1. Родимин Е.М. Приготовление целебных медно-серебряных растворов и металлоионотерапия. – М.: Наука, 2003. – 153 с.
2. Пат. 80513 Україна. Одностадійний спосіб приготування висококонцентрованих суспензій нанорозмірних часток електропровідних матеріалів на основі водорозчинних та водонерозчинних рідин та пристрій для його здійснення / Д.А.Дудко, Л.Д. Кістерська, В.П. Садохін: Опубл. 2007. Бюл. № 15.
3. Пат. 94010085 Україна. Спосіб іонного розпилення та пристрій для його здійснення / Д.А. Дудко, Л.Д. Кістерська, М.В. Кузнецов: Опубл. 1995. Бюл. № 4.
4. Function of nanosilver and its application // ENB Corea Co; Forbes / Wolfe. – Top 10 Nanotech Products of 2004-2005, 2005.
5. Pat. 5,591,313 US. Apparatus and method for localized ion sputtering // Kistersky at al. Опубл. 01.07.1997.
6. The Truth About Ionic Silver// Colloid for Life. – LLC 10343 N. Federal Blvd., Unit J128, Westminster, CO 80260.