



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2013120659/04, 06.05.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
06.05.2013

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 06.05.2013

(45) Опубликовано: 10.09.2014 Бюл. № 25

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: Г.Н. Чурилов и др. "Гидрирование нанодисперсных порошков, образующихся в потоке углеродно-гелиевой плазмы при введении Ni и Mg" ЖЭТФ, 140, 6, сс. 1211-1217, 2011. Н.В. Гребенникова и др. "Перспективы применения нанокompозитов на основе углерода, содержащих Mg, Ni, Ti для хранения водорода" Журнал Сибирского федерального университета, N4, 2012, сс. (см. прод.)

Адрес для переписки:

660036, г.Красноярск, Академгородок, 50, стр. 38, ИФ СО РАН, патентный отдел

(72) Автор(ы):

Чурилов Григорий Николаевич (RU),
Внукова Наталья Григорьевна (RU),
Глуценко Гарий Анатольевич (RU),
Осипова Ирина Владимировна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ им. Л.В. Киренского
Сибирского отделения Российской академии
наук (RU)**

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВ ГИДРИДА МАГНИЯ В ПЛАЗМЕ ВЫСОКОЧАСТОТНОЙ ДУГИ

(57) Реферат:

Изобретение относится к неорганической химии и может быть использовано при гидрировании металла, в частности магния. Способ получения порошков гидрида магния в плазме высокочастотной дуги заключается в диспергировании порошка Mg в присутствии катализатора Ni в потоке гелия и водорода в плазме высокочастотной дуги, где синтез проводят в камере, имеющей металлическую перегородку, разделяющую объем камеры на область образования частиц магния, в которую

подают гелий, и область гидрирования частиц магния, в которую подают водород, и осуществляют синтез при давлении гелия и водорода от 0.12 до 0.6 МПа. Техническим результатом изобретения является повышение количества гидрированного магния (до 98% MgH₂) в процессе плазмохимического синтеза за счет механического разделения области образования частиц магния от области, в которой происходит гидрирование. 5 пр., 2 ил.

(56) (продолжение):

411-416. JP 2011032131 A, 17.02.2011. CN 102060266 A, 18.05.2011. CN 101811667 A, 25.08.2010. CN 101767773 A, 07.07.2010. CN 101414678 A, 22.94.2009.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2013120659/04, 06.05.2013**(24) Effective date for property rights:
06.05.2013

Priority:

(22) Date of filing: **06.05.2013**(45) Date of publication: **10.09.2014** Bull. № **25**

Mail address:

**660036, g.Krasnojarsk, Akademgorodok, 50, str. 38,
IF SO RAN, patentnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Churilov Grigorij Nikolaevich (RU),
Vnukova Natal'ja Grigor'evna (RU),
Glushchenko Garij Anatol'evich (RU),
Osipova Irina Vladimirovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**FEDERAL'NOE GOSUDARSTVENNOE
BJuDZhetNOE UChREZhDENIE NAUKI
INSTITUT FIZIKI im. L.V. Kirenskogo
Sibirskogo otdelenija Rossijskoj akademii nauk
(RU)**(54) **METHOD OF OBTAINING MAGNESIUM HYDRIDE POWDERS IN HIGH-FREQUENCY ARC PLASMA**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method of obtaining magnesium hydride powders in high-frequency arc plasma consists in dispersing the Mg powder in the presence of the Ni catalyst in a flow of helium and hydrogen in high-frequency arc plasma, where synthesis is performed in a chamber, which has a metal partition, dividing the chamber volume into an area of formation of magnesium particles, in which helium is supplied, and an area of hydrogenation of magnesium particles, into

which hydrogen is supplied, and synthesis is carried out under pressure of helium and hydrogen from 0.12 to 0.6 MPa.

EFFECT: increased quantity of hydrogenated magnesium in the process of plasmochemical synthesis due to mechanical separation of the area of formation of magnesium particles from the area, in which hydrogenation takes place.

5 ex, 2 dwg

Изобретение относится к неорганической химии, и может быть использовано при гидрировании металла, в частности магния.

Известен способ гидрирования магния [п. US №6680042 В1, МПК С01В 6/00, опубл. 20.01.2004], где гидрирование осуществляется посредством механической активации порошка металла в атмосфере водорода при давлении 0,1-0,4 МПа, температуре 300°С и присутствии в качестве катализатора графита и ванадия. Превращение магния в гидрид MgH_2 удается достичь за 1 час. Механическую активацию проводят в мельнице, включающей в себя ступку, измельчительные шары и привод.

Недостатком способа являются загрязнение продукта материалами самой мельницы и большие временные затраты на синтез гидроксида.

Наиболее близким по технической сущности к заявляемому способу является выбранный в виде прототипа способ гидрирования магния в процессе плазмохимического синтеза нанокompозитов на его основе [Г.Н. Чурилов, И.В. Осипова, Е.В. Томашевич, Г.А. Глуценко, А.С. Федоров, З.И. Попов, Н.В. Булина, С.Н. Верещагин, А.М. Жижаяев, А.В. Черепяхин Гидрирование нанодисперсных порошков образующихся в потоке углеродно-гелиевой плазмы при введении Ni и Mg // ЖЭТФ, 2011, Т.140. Вып.6, С.1211-1217 (прототип)]. Способ синтеза нанокompозитов с составом Mg-Ni-C осуществляли в потоке гелия в плазме высокочастотной дуги при атмосферном давлении. Исходную смесь порошков Mg и Ni вводят с потоком гелия (4 л/мин) в плазму, где происходит диспергирование, при этом в камеру также с потоком гелия добавляется водород (0.4 л/мин). Полученные частицы конденсируются на стенках камеры.

Недостатком прототипа является низкий % выхода продукта (неполное превращение Mg в MgH_2 , только до 70%).

Техническим результатом изобретения является повышение % выхода продукта (количества гидрированного магния до 98% MgH_2) в процессе плазмохимического синтеза.

Указанный технический результат достигается тем, что в способе получения порошков гидроксида магния в плазме высокочастотной дуги, заключающемся в диспергировании порошка Mg в присутствии катализатора Ni в потоке гелия и водорода в плазме высокочастотной дуги, новым является то, что синтез проводят в камере, имеющей металлическую перегородку, разделяющую объем камеры на область образования частиц магния, в которую подают гелий, и область гидрирования частиц магния, в которую подают водород, и осуществляют синтез при давлении гелия и водорода от 0.12 до 0.6 МПа.

Отличие заявляемого способа получения порошков гидроксида магния в плазме высокочастотной дуги от наиболее близкого аналога заключается в том, что синтез проводят в камере имеющей металлическую перегородку, разделяющую объем камеры на область образования частиц магния, в которую подают гелий, и область гидрирования частиц магния, в которую подают водород, и осуществляют синтез при давлении гелия и водорода от 0.12 до 0.6 МПа.

Таким образом, перечисленные выше отличительные от прототипа признаки позволяют сделать вывод о соответствии заявляемого технического решения критерию «новизна». Признаки, отличающие заявляемое техническое решение от прототипа, не выявлены в других технических решениях и, следовательно, обеспечивают заявляемому решению соответствие критерию «изобретательский уровень».

Сущность изобретения поясняется с помощью графических материалов:

На фиг.1 представлена принципиальная схема установки для получения порошков

гидридов.

На фиг.2 представлен вид сверху металлической вставки.

Синтез нанокompозитов с составом Mg-Ni-C происходит в герметичной водоохлаждаемой металлической камере в плазме высокочастотной дуги при атмосферном давлении. Разряд осуществляется в аналитическом промежутке, образованном двумя графитовыми электродами, выполненными в виде втулки и стержня. Смесь порошков Mg и Ni помещают в осевое отверстие стержневого электрода.

Для процесса получения порошков гидрида магния используется металлическая водоохлаждаемая камера 1, разделенная на две части металлической вставкой с перфорациями 2. В нижней части камеры 1 размещают графитовые стержни: графитовый электрод 3 стационарно закреплен в камере, а графитовый электрод 4 равномерно подается в камеру. В осевое отверстие электрода 4 помещены порошки никеля, углерода и магния. Через вход 5 в камеру подают поток гелия (4 л/мин) и осуществляют разряд 6 с равномерным понижением давления в камере 0.12-0.6 МПа. Время, в течение которого частицы растут по механизму коагуляции, уменьшается и частицы образуются меньшего размера. Затем через вход 7 в камеру вводят водород (0.4 л/мин), частицы попадают в область, насыщенную водородом, где прекращается их рост (из-за отсутствия атомов магния) и происходит более полное гидрирование с более высокой скоростью. Таким образом, в верхнюю часть камеры поступают продукты распыления, и происходит образование гидрида магния.

Кроме гидрида магния продуктами данного процесса являются никель, графит и магний. Полученные продукты конденсируются на стенках верхней части камеры.

Пример 1. 0,25 г порошка магния с 0,05 г порошка никеля смешивали с 0,3 г порошка углерода и помещали в графитовый стержень. Процесс атомизации выполнялся в течение 2 минут при давлении 0,12 МПа в камере. Степень превращения Mg в MgH₂ составила 74-77%.

Пример 2. 0,25 г порошка магния с 0,05 г порошка никеля смешивали с 0,3 г порошка углерода и помещали в графитовый стержень. Процесс атомизации выполнялся в течение 2 минут при давлении 0,3 МПа в камере. Степень превращения Mg в MgH₂ составила 79-82%.

Пример 3. 0,25 г порошка магния с 0,05 г порошка никеля смешивали с 0,3 г порошка углерода и помещали в графитовый стержень. Процесс атомизации выполнялся в течение 2 минут при давлении 0,4 МПа в камере. Степень превращения Mg в MgH₂ составила 86-88%.

Пример 4. 0,25 г порошка магния с 0,05 г порошка никеля смешивали с 0,3 г порошка углерода и помещали в графитовый стержень. Процесс атомизации выполнялся в течение 2 минут при давлении 0,6 МПа в камере. Степень превращения Mg в MgH₂ составила 96-99%.

Пример 5. 0,25 г порошка магния с 0,05 г порошка никеля смешивали с 0,3 г порошка углерода и помещали в графитовый стержень. Процесс атомизации выполнялся в течение 2 минут при давлении 0,7 МПа в камере. Степень превращения Mg в MgH₂ составила 96-99%.

Каталитический эффект создается благодаря особому состоянию частиц, защищенных от окисления атмосферой инертного газа, разделения области образования частиц магния от области, в которой происходит гидрирование. Как видно из приведенных выше примеров, избыточное давление в камере не должно превышать 0,6 МПа.

К достоинствам заявляемого способа синтеза гидрида магния относится возможность

осуществления гидрирования с высокой конверсией (до 98%).

Формула изобретения

Способ получения порошков гидрида магния в плазме высокочастотной дуги,
5 заключающийся в диспергировании порошка Mg в присутствии катализатора Ni в
потоке гелия и водорода в плазме высокочастотной дуги, отличающийся тем, что синтез
проводят в камере, имеющей металлическую перегородку, разделяющую объем камеры
на область образования частиц магния, в которую подают гелий, и область гидрирования
10 частиц магния, в которую подают водород, и осуществляют синтез при давлении гелия
и водорода от 0.12 до 0.6 МПа.

15

20

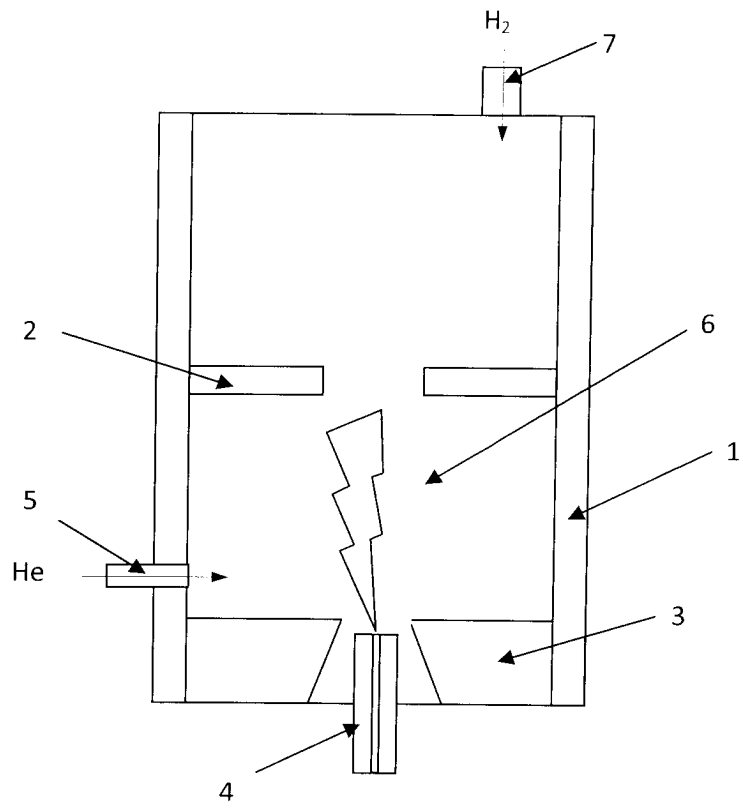
25

30

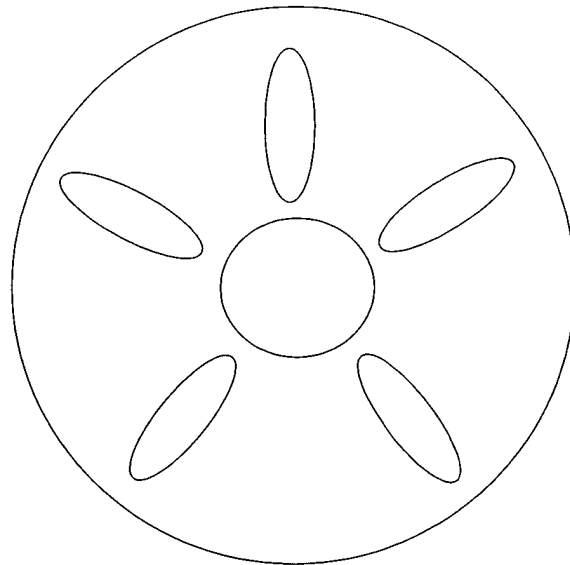
35

40

45



Фиг. 1



Фиг. 2