



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
B22F 2009/044 (2006.01); *B82B 3/00* (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2016146940, 29.11.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
29.11.2016

Дата регистрации:
18.01.2018

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 29.11.2016

(45) Опубликовано: 18.01.2018 Бюл. № 2

Адрес для переписки:

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

(72) Автор(ы):

Пшеничная Анастасия Александровна (RU),
Шестаков Николай Петрович (RU),
Иваненко Александр Анатольевич (RU),
Шабанов Василий Филиппович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
научное учреждение "Федеральный
исследовательский центр "Красноярский
научный центр Сибирского отделения
Российской академии наук" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2523643 C2, 20.07.2014. RU
2436659 C1, 20.12.2011. US 20080271570 A1,
06.11.2008. US 20100187091 A1, 29.07.2010. WO
2001039873 A1, 07.06.2001.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СУСПЕНЗИИ НА ПОЛИМЕРНОЙ ОСНОВЕ С
ВЫСОКОДИСПЕРСНЫМИ МЕТАЛЛИЧЕСКИМИ ЧАСТИЦАМИ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ
ПОЛИМЕРНЫХ МАТРИЦ, НАПОЛНЕННЫХ УПОМЯНУТЫМИ ЧАСТИЦАМИ

(57) Реферат:

Изобретение относится к способам введения частиц в вещество и может быть использовано для получения суспензий частиц, содержащих наполнители контролируемого размера, в том числе для введения частиц контролируемого размера от наночастиц до атомарных в матрицу термопластических и сетчатых полимеров. Способ получения суспензии на полимерной основе с высокодисперсными металлическими частицами для изготовления полимерных матриц, наполненных упомянутыми частицами, включает получение высокодисперсных частиц распылением металла, размещенного на

вольфрамовом испарителе, последующим введением упомянутых частиц в полимерную жидкость путем распыления с помощью газового потока и прохождения упомянутых частиц сквозь диафрагму над поверхностью жидкости в камере в газовой среде с регулируемым давлением, и перемешивание введенных частиц в полимерной жидкости с регулированием ее давления и температуры с получением суспензии. Обеспечивается получение суспензии с частицами регулируемого размера от нанометрового до атомарного. 1 ил., 5 пр.

RU 2 641 591 C1

RU 2 641 591 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
B22F 9/04 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC
B22F 2009/044 (2006.01); *B82B 3/00* (2006.01)

(21)(22) Application: **2016146940, 29.11.2016**

(24) Effective date for property rights:
29.11.2016

Registration date:
18.01.2018

Priority:

(22) Date of filing: **29.11.2016**

(45) Date of publication: **18.01.2018** Bull. № 2

Mail address:

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

(72) Inventor(s):

**Pshenichnaya Anastasiya Aleksandrovna (RU),
Shestakov Nikolaj Petrovich (RU),
Ivanenko Aleksandr Anatolevich (RU),
Shabanov Vasilij Filippovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe
nauchnoe uchrezhdenie "Federalnyj
issledovatel'skij tsentr "Krasnoyarskij nauchnyj
tsentr Sibirskogo otdeleniya Rossijskoj akademii
nauk" (RU)**

(54) METHOD OF OBTAINING SUSPENSION ON POLYMER BASIS WITH HIGH-DISPERSED METAL PARTICLES FOR MANUFACTURE OF POLYMERIC MATRICES FILLED WITH RELATED PARTICLES

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method comprises obtaining finely dispersed particles by spraying metal placed on a tungsten evaporator, then introducing the said particles into a polymer liquid by spraying with a gas stream and passing the said particles through a diaphragm above the liquid surface in a chamber in a gas medium with

a controlled pressure, and mixing the introduced particles in a polymeric liquid, adjusting its pressure and temperature to obtain a slurry.

EFFECT: obtaining a suspension with particles of controlled size from nanometre to atomic.

1 dwg, 5 ex

RU 2 641 591 C1

RU 2 641 591 C1

Изобретение относится к способам введения частиц в вещество и может быть использовано для получения суспензий частиц, содержащих наполнители контролируемого размера. В том числе для введения частиц контролируемого размера от наночастиц до атомарных в матрицу термопластических и сетчатых полимеров.

5 Обычно, процессы получения частиц и их введения в полимеры разделены по времени. Наночастицы синтезируют, упаковывают и хранят до момента введения в полимер в виде порошка. Порошки вводят в растворитель, диспергируют ультразвуком, смешивают с мономером, снова диспергируют, высушивают растворитель [Руденький С.О. Влияние ультразвуковой обработки на характер и степень измельчения оксида алюминия и
10 агломератных образований в порошке оксида алюминия // Наук. Віснi Нац. Техн. Ун-ту Украши «Київ полгтехн. ш-т». 2008. №5. Р. 78-82]. Применяют механическое перемешивание в сочетании с поверхностно активными-веществами (ПАВ) [С.П. Давтян, А.А. Берлин, К. Шик, А.О. Тоноян, С.З. Роговина. Полимерные нанокомпозиты с равномерным распределением наночастиц в полимерной матрице, синтезированные
15 методом фронтальной полимеризации // Российские нанотехнологии, 2009, Т. 4, №7-8. С. 124-131].

Известен способ получения дисперсии наноразмерных порошков металлов [RU 2410204, МПК В22F 9/24, опубл. 27.01.2011 г.], в котором описаны способы получения суспензий наноразмерных частиц, в которых воздействуют ультразвуком на среду,
20 содержащую металлические частицы, дополнительно обработанные ПАВ.

Недостатком этого способа является то, что молекулы ПАВ покрывают поверхность наночастиц, что приводит к увеличению размера первоначально синтезированных наночастиц.

Наиболее близким является способ получения суспензии высокодисперсных частиц металлов и их соединений и устройство для его осуществления [RU 2523643, МПК В22F 9/24, опубл. 20.07.2014 г. (прототип)], в котором используется регулирование температуры жидкости, в которую вводятся частицы и давления газовой среды. Частицы засыпают в жидкость, перемешивают и обрабатывают ультразвуком с целью разбиения агрегатов. Высокая степень перемешивания и разбиение высокодисперсных частиц
30 из агломератов достигается за счет ультразвукового диспергирования совмещенного с перемещением суспензии по замкнутому гидравлическому контуру и механическим перемешиванием.

Недостатки прототипа заключаются в том, что процесс получения частиц и ввода их в суспензию в нем разделены по времени. При хранении из наночастиц образуются частицы более крупного размера, по сравнению с размерами частиц, полученными в
35 процессе синтеза. В процессе хранения наночастиц происходит изменение размеров и распределения частиц. Источником частиц является порошок, в котором наночастицы, обладая большой поверхностью и химической активностью, адсорбируют молекулы, содержащиеся в воздухе, и притягивают к себе соседние наночастицы, образуя
40 агломераты, которые в дальнейшем необходимо разбить.

Известные способы и устройства не позволяют вводить в вещество частицы регулируемого размера в диапазоне от нанометрового до атомарного размеров.

Задачей настоящего изобретения является разработка метода ввода в вещество частиц регулируемого размера. Объединение процесса получения и ввода
45 высокодисперсных частиц в жидкости.

Техническим результатом изобретения является получение суспензий с частицами регулируемого размера от нанометрового до атомарного.

Технический результат достигается тем, что в способе получения суспензии на

полимерной основе с высокодисперсными металлическими частицами для изготовления полимерных матриц, наполненных упомянутыми частицами, новым является то, что получают высокодисперсные частицы распылением металла, размещенного на вольфрамовом испарителе, затем вводят упомянутые частицы в полимерную жидкость 5 путем распыления с помощью газового потока и прохождения упомянутых частиц сквозь диафрагму над поверхностью жидкости в камере в газовой среде с регулируемым давлением и перемешивают введенные частицы в полимерной жидкости с регулированием ее давления и температуры с получением суспензии.

Отличия заявляемого способа от прототипа заключаются в том, что получают 10 высокодисперсные частицы распылением металла, размещенного на вольфрамовом испарителе, затем вводят упомянутые частицы в полимерную жидкость путем распыления с

помощью газового потока и прохождения упомянутых частиц сквозь диафрагму над поверхностью жидкости в камере в газовой среде с регулируемым давлением и 15 перемешивают введенные частицы в полимерной жидкости с регулированием ее давления и температуры с получением суспензии. Перечисленные выше признаки позволяют сделать вывод о соответствии заявляемого технического решения критерию «новизна».

При изучении других известных технических решений в данной области техники, признаки, отличающие заявляемое изобретение от прототипа, не выявлены и потому 20 они обеспечивают заявляемому техническому решению соответствие критерию «изобретательский уровень».

Изобретение поясняется графическими материалами.

На фиг. 1 приведена функциональная схема устройства для реализации способа введения частиц в жидкости.

25 Устройство содержит герметичную камеру (1), в которой сверху вниз последовательно расположены: источник частиц (2) с распыляемым веществом, источник частиц оснащен соплом (3), которое создает газовый поток, который выносит частицы распыляемого вещества в направлении, перпендикулярном поверхности жидкости, частицы проходят 30 сквозь круглую диафрагму (4), попадают в терморегулируемую емкость (5), с мешалкой и веществом в жидком состоянии (6).

Для реализации заявляемого способа использовали пост вакуумный универсальный ВУП-4: откачиваемую вакуумную камеру 1, внутри которой размещен источник частиц 2: вольфрамовый испаритель, подключенный к источнику питания с регулируемой мощностью. Вольфрамовый испаритель продувается газом с регулируемым расходом. 35 Терморегулируемая емкость 5 с мешалкой и веществом в жидком состоянии 6 помещается под испарителем. На спирали испарителя помещается вещество, которое путем нагрева в испарителе испаряется и таким образом распыляется на поверхность жидкости. Причем диафрагма 4, расположенная между испарителем и поверхностью жидкости, ограничивает прямое попадание частиц на боковые стенки емкости 40 содержащей жидкость. Емкость оснащена механической мешалкой. Роль диафрагмы заключается в том, чтобы ограничить траектории частиц и таким образом избежать прямого попадания частиц на стенки емкости и избежать образования пленки напыляемого вещества на стенках емкости, которая может быть смыта в емкость при перемешивании. Терморегулирование осуществлялось путем продувки азота и 45 включения нагревателя, управляемого микропроцессорным регулятором Specac West 6100+. Регулирование размера напыляемых частиц осуществляется скоростью продуваемого газа, расходом потока, проходящего из сопла 3 через вольфрамовый испаритель, расстоянием от источника частиц до поверхности жидкости и давлением

в камере. Если давление в камере низкое (вакуум), то размеры частиц на выходе источника частиц минимальны (атомарные частицы). Если давление в потоке увеличивается, то на пути к поверхности жидкости увеличивается вероятность столкновений, при которых частицы слипаются, образуя более крупные.

5 Пример 1

Для реализации способа в матрицу эпоксидной смолы марки ЭД-22 вносили металлические частицы сурьмы регулируемого размера. В емкость 5 с перемешивающим устройством 6 поместили 5 г эпоксидной смолы марки ЭД-22. Конструкцию установили в камеру под диафрагму 4. В герметичной камере 1 создавали газовую атмосферу (аргон) с использованием сопла 3, сурьму массой 3 г помещали на вольфрамовую спираль испаритель 2. При прохождении газа через испаритель с веществом, испаряемые частицы, проходя сквозь диафрагму 4, попадают на поверхность жидкости (эпоксидной смолы марки ЭД-22). Частицы распределяются равномерно по всему объему с помощью перемешивания, регулирования давления и температуры. Механическое перемешивание осуществляли со скоростью 50 об/мин в течение всего времени напыления. Материал добавлялся на спираль испарителя по мере испарения. Общее время напыления составило 30 часов, для достижения достаточной концентрации вносимых частиц. Концентрация вносимых металлических частиц оценивалась по напыляемому веществу на диафрагме 4, методом взвешивания, составила 1,2%.

20 Пример 2

Пример 2 отличается от примера 1 тем, что в качестве источника частиц 2 использовался низкочастотный магнетронный распылитель DC (распыляемый материал выполнен в виде мишени диаметром 75 мм).

Пример 3

25 Для реализации способа в матрицу эпоксидной смолы марки ЭД-22 вносили металлические частицы индия регулируемого размера. В емкость 5 с перемешивающим устройством 6 поместили 5 г эпоксидной смолы марки ЭД-22. Конструкцию установили в камеру под диафрагму 4. В качестве газовой среды использовали кислородно-аргоновую смесь (20% кислорода, 80% аргона). Индиевую мишень устанавливали в низкочастотный магнетронный распылитель DC. В процессе испарения частицы индия, соединяясь с кислородом, образуют оксид индия (In_2O_3). Испаряемые частицы, проходя сквозь диафрагму 4, попадают на поверхность жидкости (эпоксидной смолы марки ЭД-22). Частицы распределяются равномерно по всему объему с помощью перемешивания. Механическое перемешивание осуществляли со скоростью 50 об/мин в течение всего времени напыления. Общее время напыления составило 4 часа. Концентрация вносимых частиц соединения In_2O_3 оценивалась по напыляемому веществу на диафрагме 4, методом взвешивания, составила 1,5%.

Пример 4

40 Пример 4 отличается тем, что в качестве источника частиц 2 использовался высокочастотный магнетрон RF.

Пример 5

Пример 5 отличается от примера 1 тем, что в качестве источника частиц 2 использовалась мишень, испаряемая импульсным лазерным излучением.

45 Использование заявляемого изобретения позволяет получать суспензии, содержащие частицы контролируемого размера в диапазоне от наночастиц до атомарных, непосредственно в жидкости, минуя стадии хранения, мелкодисперсных порошков, которые приводят к агломерации и требуют в дальнейшем разбиения образовавшихся при хранении агломератов. Получаемые суспензии могут применяться для изготовления

полимерных матриц, наполненных частицами металлов и их соединений от нанометрового до атомарного размеров.

(57) Формула изобретения

5 Способ получения суспензии на полимерной основе с высокодисперсными
металлическими частицами для изготовления полимерных матриц, наполненных
упомянутыми частицами, отличающийся тем, что получают высокодисперсные частицы
распылением металла, размещенного на вольфрамовом испарителе, затем вводят
10 упомянутые частицы в полимерную жидкость путем распыления с помощью газового
потока и прохождения упомянутых частиц сквозь диафрагму над поверхностью
жидкости в камере в газовой среде с регулируемым давлением, и перемешивают
введенные частицы в полимерной жидкости с регулированием ее давления и температуры
с получением суспензии.

15

20

25

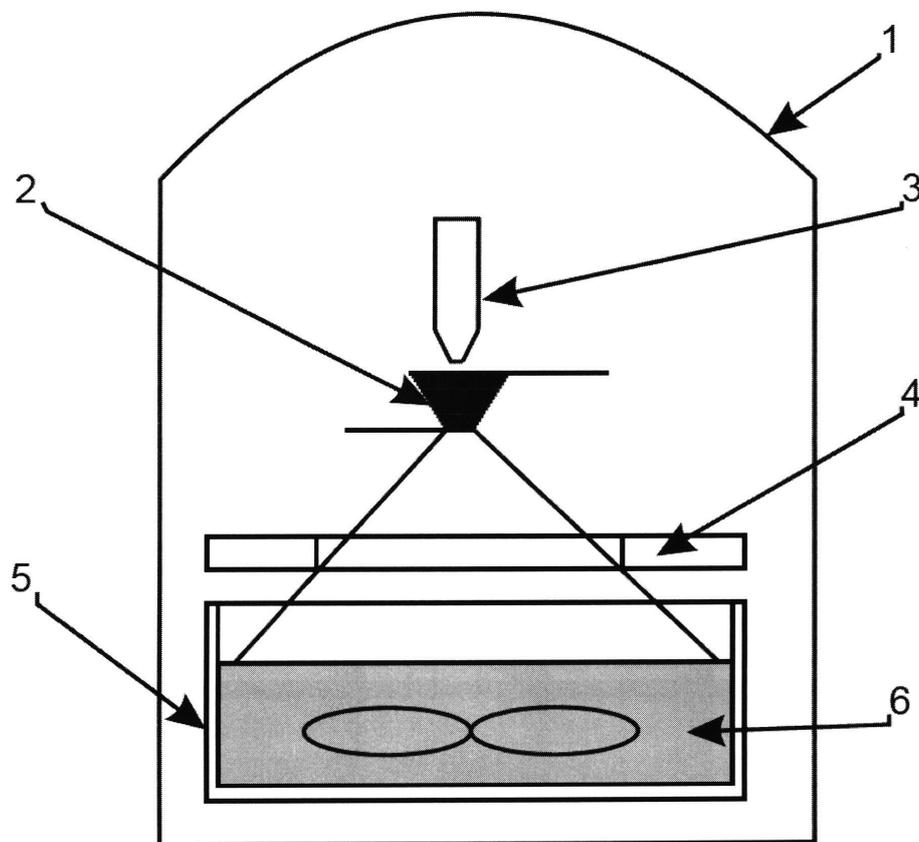
30

35

40

45

Способ получения суспензии на полимерной основе
с высокодисперсными металлическими частицами
для изготовления полимерных матриц,
наполненных упомянутыми частицами



Фиг. 1