



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2003136856/15, 23.12.2003

(24) Дата начала действия патента: 23.12.2003

(45) Опубликовано: 27.05.2005 Бюл. № 15

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: US 6409851 B1, 25.06.2002. RU 2138929 C1, 27.09.1999. SU 1549578 A1, 15.03.1990.

Адрес для переписки:

142432, Московская обл., Ногинский р-н, г.
Черноголовка, ул. Центральная, 6, кв.4, Е.Н.
Куркину

(72) Автор(ы):

Балихин И.Л. (RU),
Берестенко В.И. (RU),
Домашнев И.А. (RU),
Куркин Е.Н. (RU),
Троицкий В.Н. (RU)

(73) Патентообладатель(ли):

Институт проблем химической физики
Российской академии наук (RU),
Закрытое акционерное общество
"Наноматериалы" (RU)

(54) УСТАНОВКА И СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ В ПЛАЗМЕ СВЧ РАЗРЯДА

(57) Реферат:

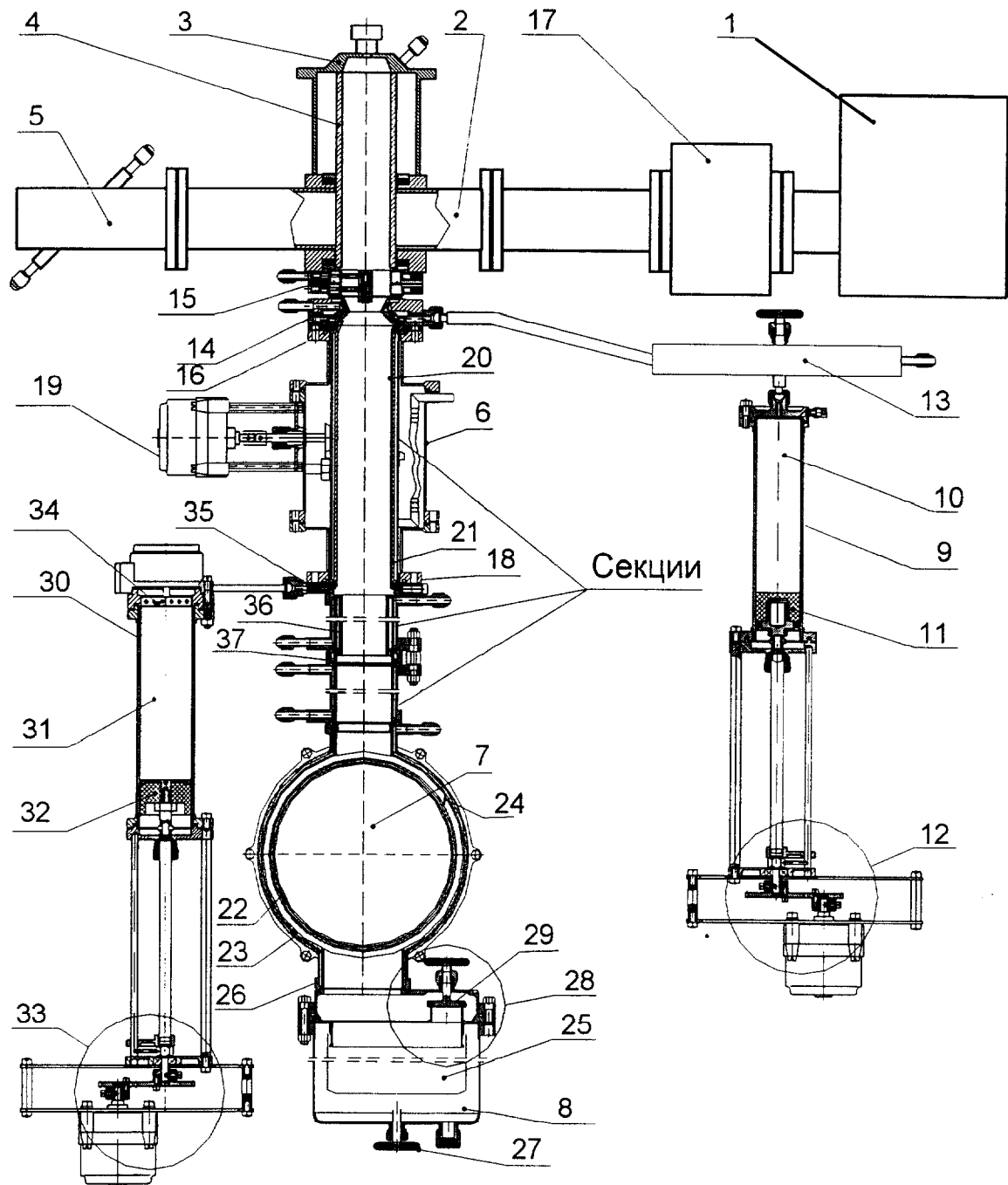
Изобретение относится к области получения нанодисперсных порошков (НДП) тугоплавких неорганических материалов и соединений, в частности к установкам и способам осуществления плазмохимических процессов получения НДП продуктов. Сущность: Установка для получения нанодисперсных порошков в плазме СВЧ разряда, включает технологически связанные между собой микроволновой генератор 1, СВЧ плазмотрон 2, формирователь газового потока 3, разрядную камеру 4, поглотитель микроволнового излучения 5, реакционную камеру 6, теплообменник 7, фильтр – сборник целевого продукта (порошка) 8, устройство для ввода в реакционную камеру исходных реагентов в порошкообразном или парообразном состоянии, при этом установка дополнительно содержит устройство для ввода в реакционную камеру исходных реагентов в жидкокапельном состоянии, содержащее связанные между собой дозатор 9 в виде цилиндра 10, поршень 11 с зубчато-винтовым механизмом электрического привода 12, регулирующие скорость движения поршня 11, испарительную камеру 13 с термостатируемым корпусом для регулирования температуры внутри камеры, которая соединена с узлом ввода реагентов 14 в парообразном состоянии, и с узлом ввода реагентов 15 в жидкокапельном состоянии, узел ввода 14 выполнен с 6-12 отверстиями, открывающимися в объем реакционной камеры под

углом 45-60° к оси камеры, состоящей по меньшей мере из двух секций, первая из которых верхним фланцем 16 подсоединена к узлам ввода реагентов, к разрядной камере 4, плазмотрону 2, с установленным между ним и генератором 1 СВЧ вентилем 17, а нижним фланцем 18, через последующие секции подсоединена к теплообменнику 7, при этом реакционная камера содержит вращаемую электродвигателем 19 внутреннюю водоохлаждаемую вставку 20 и расположенный вдоль нее металлический скребок 21 для срезания отложений порошка целевого продукта, образующегося на стенках реакционной камеры, а теплообменник 7 выполнен из двух водоохлаждаемых коаксиальных цилиндров 22 и 23, оси которых перпендикулярны оси реакционной камеры и установлены с зазором для прохождения охлаждаемого потока и расположенным в зазоре ножом 24, вращающимся вокруг оси цилиндров и очищающим рабочие поверхности цилиндров от обрастания порошком, фильтр-сборник 8 порошка, содержащий внутри фильтрующий рукав 25 из химически и термически стойкого материала, на котором происходит осаждение порошка целевого продукта из газового потока, в верхней части подсоединен фланцем 26 к теплообменнику, а в нижней части фильтр снабжен устройством 27 для периодической очистки материала, путем его деформирования и устройством 28 с клапаном 29 для герметизации внутреннего объема фильтра.

Способ получения нанодисперсных порошков в

плазме СВЧ разряда с использованием заявленной установки включает введение исходных реагентов в поток плазмообразующего газа реакционной камеры, плазмохимический синтез реагентов, охлаждение целевого продукта и его выделение из реакционной зоны через фильтр-сборник, при этом исходные реагенты вводят в поток плазмообразующего газа, имеющего среднюю температуру 1200-3200K в любом агрегатном состоянии: парообразном, порошкообразном, жидкокапельном или в любой их комбинации, реагенты в порошкообразном состоянии вводят в виде аэрозоля с газом-носителем в реакционную камеру через узел ввода 35 с отверстием, открывающимся в объем реакционной камеры под углом 45-60° к оси камеры, реагенты в жидкокапельном или парообразном состоянии вводят в реакционную камеру соответственно через узлы ввода 15 или 14,

в виде кольцевых коллекторов, последний из которых выполнен с 6-12 отверстиями, открывающимися в объем реакционной камеры под углом 45-60° к оси камеры, каждое из которых обдувается спутным потоком газа через коаксиальные каналы вокруг отверстий, при расходе исходных реагентов, плазмообразующего газа, удельной мощности микроволнового излучения, длины реакционной зоны, позволяющих получать композиционные системы и индивидуальные вещества с заданными свойствами, химическим, фазовым составом и дисперсностью. Технический результат заключается в универсальности промышленной установки, повышении ее производительности и увеличении длительности непрерывной работы, а также в повышении выхода НДП и расширении технологических возможностей способа. 2 н. и 18 з.п. ф-лы, 1 ил.



RU 2252817 C1

RU 2252817 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 252 817** ⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.⁷ **B 01 J 19/08, 19/12, H 05 B
6/80, H 05 H 1/24, B 22 F 9/14**

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2003136856/15, 23.12.2003**

(24) Effective date for property rights: **23.12.2003**

(45) Date of publication: **27.05.2005 Bull. 15**

Mail address:

**142432, Moskovskaja obl., Noginskij r-n, g.
Chernogolovka, ul. Tsentral'naja, 6, kv.4,
E.N. Kurkinu**

(72) Inventor(s):

**Balikhin I.L. (RU),
Berestenko V.I. (RU),
Domashnev I.A. (RU),
Kurkin E.N. (RU),
Troitskij V.N. (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Institut problem khimicheskoy fiziki
Rossijskoj akademii nauk (RU),
Zakrytoe aktsionernoe obshchestvo
"Nanomaterialy" (RU)**

(54) **INSTALLATION AND METHOD FOR PRODUCTION OF NANODISPERSED POWDERS IN MICROWAVE PLASMA**

(57) Abstract:

FIELD: production of nanodispersed powders of refractory inorganic materials and compounds, in particular, installations and methods for realization of plasmochemical processes of production of nanodispersed powder products.

SUBSTANCE: the installation comprises production-linked: microwave oscillator 1, microwave plasmatron 2, gas-flow former 3, discharge chamber 4, microwave radiation absorber 5, reaction chamber 6, heat-exchanger 7, filter-collector of target product (powder) 8, device for injection of the source reagents in a powdered or vapors state into the reaction chamber, the installation has in addition a device for injection of the source reagents in the liquid-drop state, it has interconnected proportioner 9 in the form of cylinder 10, piston 11 with gear-screwed electric drive mechanism 12 adjusting the speed of motion of piston 1, evaporative chamber 13 with a temperature-controlled body for regulating the temperature inside the chamber that is coupled to the assembly of injection of reagents 14 in the vaporous state and to the assembly of injection of reagents 15 in the liquid-drop state, injection assembly 14 is made with 6 to 12 holes opening in the space of the reaction chamber at an angle of 45 to 60 deg to the axis of the chamber consisting at least of two sections, the first of which is connected by upper flange 16 to the assemblies of injection of reagents, to discharge chamber 4, plasmatron 2, with valve 17

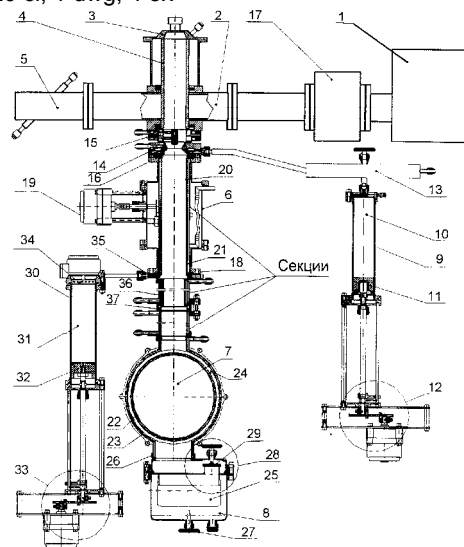
installed between it and microwave oscillator 1, and by lower flange 18, through the subsequent sections, it is connected to heat exchanger 7, the reaction chamber has inner water-cooled insert 20 rotated by electric motor 19 and metal scraper 21 located along it for cutting the precipitations of powder of the target product formed on the walls of the reaction chamber, and heat exchanger 7 is made two water-cooled coaxial cylinders 22 and 23, whose axes are perpendicular to the axis of the reaction chamber and installed with a clearance for passage of the cooled flow, and knife 24 located in the clearance, rotating about the axis of the cylinders and cleaning the working surfaces of the cylinders of the overgrowing with powder, powder filter-collector 8 having inside it filtering hose 25 of chemically and thermally stable material, on which precipitation of powder of the target product from the gas flow takes place, in the upper part it is connected by flange 26 to the heat exchanger, and in the lower part the filter is provided it device 27 for periodic cleaning of the material by its deformation, and device 28 with valve 29 for sealing the inner space of the filter. The method for production of nanodispersed powders in microwave plasma with the use of the claimed installation consists in injection of the source reagents in the flow of plasma-forming gas of the reaction chamber, plasmochemical synthesis of reagents, cooling of the target product and its separation from the

reaction chamber through the filter-collector, the source reagents are injected into the flow of plasma-forming gas, having a medium-mass temperature of 1200 to 3200 K in any state of aggregation: vaporous, powdered, liquid-drop or in any combination of them, reagents in the powdered state are injected in the form of aerosol with the gas-carrier into the reaction chamber through injection assembly 35 with a hole opening into the space of the reaction chamber at an angle of 45 to 60 deg to the chamber axis, reagents in the liquid-drop or vaporous state are injected into the reaction chamber through injection assemblies 15 or 14, respectively, in the form of ring-shaped headers, the last of which is made with 6 to 12 holes opening into the space of the reaction chamber at an angle of 45 to 60 deg to the chamber axis, each of them is blown off by the accompanying gas flow through the coaxial ducts around the holes, at expenditure of the source reagents, plasma-forming gas, specific power of microwave radiation, length of the reaction zone providing for production of a composite system and individual substances with preset properties,

chemical, phase composition and dispersity.

EFFECT: universality of the industrial installation, enhanced capacity of it and enhanced duration of continuous operation, as well as enhanced yield of nanodispersed powders and expanded production potentialities of the method.

20 cl, 1 dwg, 4 ex



RU 2 2 5 2 8 1 7 C 1

RU 2 2 5 2 8 1 7 C 1

Изобретение относится к области получения нанодispersных порошков (НДП) тугоплавких неорганических материалов и соединений, в частности к установкам и способам получения НДП материалов, пригодных для использования в различных областях промышленности и техники.

5 Плазменная техника и технология в настоящее время достигли определенных успехов в создании ряда материалов. Особый интерес представляют нанодispersные порошковые материалы (термин "нанодispersные" используется в настоящее время вместо "ультрадисpersные") узкого фракционного состава при среднем размере частиц 10-100 нм. Многочисленные исследования, проведенные при изучении процесса, показали, что
10 физико-химические свойства порошков с указанными размерами частиц отличаются от свойств обычных порошков, в связи с чем нанодispersные порошковые материалы представляют интерес как для изучения фундаментальных проблем твердого тела, так и для практического применения. В настоящее время намечен достаточно широкий круг перспективных областей применения материалов, изготовленных на основе
15 нанодispersных порошков металлов, сплавов и химических соединений, в области электроники, твердых смазок, конденсаторов, батарей, термически управляемых подложек и т.д. Однако промышленное применение нанодispersных порошковых материалов ограничено отсутствием промышленной технологии и высокопроизводительных установок.

Известно устройство для получения ультрадисpersных порошков, содержащее
20 герметичный корпус с крышкой и днищем, технологические патрубки для ввода и вывода плазмообразующего газа и порошка, смесительную форкамеру и пристыкованную к ней снизу реакционную камеру, боковая поверхность которой выполнена в виде системы осесимметричных водоохлаждаемых вращающихся цилиндров с заданными зазорами, с внешней стороны которых расположены скребки (SU 1549578 A1, В 01 J 19/08, 15.03.90).

25 Способ получения ультрадисpersных порошков с использованием известной установки осуществляют следующим образом.

Реакционную смесь из O_2 и $TiCl_4$ в виде турбулентных гранул из смесительной форкамеры подают в реакционную камеру, где происходит процесс химического взаимодействия реагентов с образованием ультрадисpersного (нанодispersного) порошка
30 диоксида титана, который охлаждают при течении потока через систему зазоров между охлаждаемыми стенками цилиндров реакционной камеры с последующим выводом порошка через патрубки днища камеры.

Полученный с использованием известного устройства диоксид титана содержит от 70 до 95% анатазной модификации, но порошок имеет достаточно широкий разброс по
35 дисперсности (от 40 до 100 нм), а установка имеет недостаточно высокий ресурс.

Известен плазмохимический реактор для получения нанодispersных порошков, содержащий СВЧ плазмотрон, форсунки для диспергирования раствора, реакционную камеру и подсоединенный к ее нижнему торцу патрубков вывода пылепарогазовой смеси, при этом патрубков размещен под углом 130-140° к реакционной камере, а переход от
40 реакционной камеры к патрубку вывода пылепарогазовой смеси выполнен в виде колена, после которого установлена емкость для сбора некондиционного порошка (RU 2138929 C1, 27.09.1999).

Известный плазмохимический реактор позволяет увеличить производительность процесса и снизить количество некондиционного порошка, однако в таком типе реактора
45 происходит налипание целевого продукта на стенки реактора, что в значительной мере снижает его возможности, в частности в таком реакторе невозможно получение сложных композиционных материалов.

Наиболее близкими по технической сущности к заявляемому изобретению являются установка и способ получения нанодispersных порошков в плазме СВЧ разряда (US
50 6409851, 25.06.2002).

Известная установка содержит, технологически связанные между собой, микроволновой генератор, СВЧ плазмотрон, формирователь газового потока, разрядную камеру, поглотитель микроволнового излучения, реакционную камеру, устройство для ввода в

реакционную камеру исходных реагентов в порошкообразном состоянии, теплообменник, фильтр-сборник целевого продукта в виде нанодисперсных порошков.

Известный способ получения нанодисперсных порошков в плазме СВЧ разряда включает введение исходных реагентов в поток плазмообразующего газа со
5 среднемассовой температурой плазменного потока 500-1100°C, плазмохимический синтез в реакционной камере, охлаждение целевого продукта и его выделение из реакционной зоны через фильтр-сборник, при этом по крайней мере один реагент используют в порошкообразном состоянии или в виде химического пара.

Недостатки известной установки:

10 1. Низкая температура плазменного потока (500-1100°C), что ограничивает производительность установки (расход сырья составляет 0,5-1 г/мин), и круг используемых исходных реагентов, сравнительно легко кипящих и легко разлагающихся веществ, таких, например, как карбонилы металлов, легко летучие хлориды.

15 2. Отсутствие приспособлений для очистки стенок аппаратуры во время процесса является причиной недостаточного ресурса оборудования и соответственно малой разовой производительности установки вследствие зарастания образующимся порошком стенок реакционной камеры и теплообменника. Кроме того, при подаче сырья в плазматрон зарастание стенок разрядной камеры плазмотрона электропроводящим продуктом, например при получении металлических порошков, через небольшой промежуток времени
20 приведет к электрическому пробое на стенку разрядной камеры и выходу из строя плазмотрона и генератора микроволнового излучения.

3. Установка позволяет вводить в реакционную камеру исходные реагенты только в парообразном или порошкообразном состоянии.

25 4. Отсутствие механизма герметизации фильтра для улавливания порошка приводит к окислению целевых продуктов, активных по отношению к кислороду и влаге.

5. Использование односекционной реакционной камеры ограничивает возможности установки, например, для получения многокомпонентных композиционных нанопорошков.

30 Техническим результатом заявляемого изобретения в части установки является создание универсальной промышленной установки, повышение производительности установки, увеличение длительности ее непрерывной работы, повышение ресурса и расширение ее технологических возможностей.

Техническим результатом заявляемого изобретения в части способа является
35 повышение выхода целевых продуктов, получение заданных размеров нанопорошков, расширение ассортимента получаемых целевых продуктов от металлов до сложных композиционных материалов с заданными свойствами.

Технический результат в части первого объекта достигается использованием предлагаемой установки, принципиальная схема которой представлена на чертеже.

Установка для получения нанодисперсных порошков в плазме СВЧ разряда включает технологически связанные между собой микроволновой генератор 1, СВЧ плазматрон 2,
40 формирователь газового потока 3, разрядную камеру 4, поглотитель микроволнового излучения 5, реакционную камеру 6, теплообменник 7, фильтр - сборник целевого продукта - порошка 8, дополнительно устройство для ввода в реакционную камеру исходных реагентов в жидкокапельном состоянии, содержащее связанные между собой дозатор 9 в виде цилиндра 10, поршень 11 с зубчато-винтовым механизмом электрического
45 привода 12, регулирующего скорость движения поршня 11, испарительную камеру 13 с термостатируемым корпусом для регулирования температуры внутри камеры, которая соединена с узлом ввода реагентов в парообразном состоянии 14 и с узлом ввода реагентов 15 в жидкокапельном состоянии, через указанные узлы ввода, выполненные с 6-12 отверстиями и открывающимися в объем реакционной камеры под углом 45-60° к оси
50 камеры. Исходные реагенты с потоком плазмообразующего газа подают в реакционную камеру 6, выполненную по меньшей мере из двух секций, первая из которых верхним фланцем 16 подсоединена к узлам ввода реагентов, к разрядной камере 4, плазматрону 2, с установленным между ним и генератором 1 СВЧ вентилем 17, а нижним фланцем 18

через последующие секции подсоединена к теплообменнику 7, при этом реакционная камера содержит вращаемую электродвигателем 19 внутреннюю водоохлаждаемую вставку 20 и расположенный вдоль нее металлический скребок 21 для срезания отложений порошка целевого продукта, образующегося на стенках реакционной камеры, а

5 теплообменник 7 выполнен из двух водоохлаждаемых коаксиальных цилиндров 22 и 23, оси которых перпендикулярны оси реакционной камеры и установлены с зазором для прохождения охлаждаемого потока и расположенным в зазоре ножом 24, вращающимся вокруг оси цилиндров и очищающим рабочие поверхности цилиндров от обрастания порошком, фильтр-сборник 8 порошка, содержащий внутри фильтрующий рукав 25 из

10 химически и термически стойкого материала, на котором происходит осаждение порошка целевого продукта из газового потока, в верхней части подсоединен фланцем 26 к теплообменнику, а в нижней части фильтр снабжен устройством 27 для периодической очистки материала путем его деформирования и устройством 28 с клапаном 29 для герметизации внутреннего объема фильтра, при этом устройство для подачи в

15 реакционную камеру 6 реагентов в порошкообразном состоянии, преимущественно в виде аэрозоля с газом-носителем, включает связанные между собой дозатор 30 в виде цилиндра с водоохлаждаемым корпусом 31, поршень 32 с зубчато-винтовым механизмом 33 электрического привода поршня, аэродинамический активатор 34, обеспечивающий образование аэрозоля и его подачу в реакционную камеру через узел ввода 35 с

20 отверстием, открывающимся в объем реакционной камеры под углом 45-60° к оси камеры.

Дополнительно в каждую из секций реакционной камеры устанавливают теплоизолирующую вставку 36 из материала, выбранного из ряда: кварц, стеклоуглерод, графит, керамика, а между секциями реакционной камеры дополнительно может быть установлен коллектор 37 для ввода закалочного газа. Секции реакционной камеры

25 установлены с возможностью размещения в них дополнительных устройств (на чертеже не показано) для ввода исходных реагентов. В качестве материала фильтрующего рукава используют термически стойкие материалы из ряда: синтетическое волокно, стекловолокно, графитовое волокно, металлическая сетка, а на внутреннюю поверхность реакционной камеры, теплообменника, узлов ввода исходных реагентов, корпуса фильтра

30 наносят дополнительно химически стойкое покрытие, преимущественно керамическое.

Выполнение реакционной камеры 6 секционной, содержащей по крайней мере две секции с возможностью ввода реагентов между секциями (на чертеже показаны три секции), позволяет увеличить длину реакционной камеры, реализовывать

35 плазмохимические процессы в нескольких реакционных зонах, что необходимо при получении многокомпонентных композиционных нанопорошков. Количество секций и длина каждой из секций реакционной камеры могут быть различными и определяются поставленной задачей. Как правило, чем сложнее по компонентам целевой продукт, тем больше секций и соответственно устройств для ввода исходных реагентов имеет реакционная камера.

40 Введение в установку дополнительного устройства для ввода исходных реагентов в жидкокапельном состоянии и наличие в нем испарительной камеры 13 с термостатируемым корпусом для регулирования температуры внутри камеры позволяет расширить возможности установки в целом, а именно вводить в реакционную камеру исходные реагенты также и в парообразном состоянии через узел ввода 14.

45 Исходные реагенты как в парообразном состоянии, так и в жидкокапельном состоянии вводят в реакционную камеру соответственно через узлы ввода 14 и 15 в виде кольцевых коллекторов. Узел ввода 14 выполнен с 6-12 отверстиями, открывающимися в объем реакционной камеры под углом 45-60° к оси камеры, каждое из которых обдувается спутным потоком газа через коаксиальные каналы вокруг отверстий. Такое введение

50 реагентов в реакционную камеру позволяет эффективно перемешивать реагенты, вводить защитные газы и изменять температуру процесса в реакционной камере.

Реакционная камера, содержащая вращаемую электродвигателем 19 внутреннюю водоохлаждаемую вставку 20 и расположенный вдоль нее металлический скребок 21 для

срезания отложений порошка, образующегося в результате химической реакции, позволяет избавиться от отложений целевого продукта на внутренней стенке реакционной камеры, что повышает производительность установки и ресурс ее непрерывной работы.

5 Теплообменник 7, выполненный из двух водоохлаждаемых коаксиальных цилиндров 22 и 23, оси которых перпендикулярны оси реакционной камеры и установлены с зазором для прохождения охлаждаемого потока (воздуха), позволяют охладить пылегазовый поток целевого продукта, выходящего из реакционной камеры, до температуры 40-50°C. Расположенный в зазоре нож 24 вращением вокруг оси цилиндров очищает рабочие поверхности цилиндров от обрастания порошком. Расположенный в нижней части 10 установки за теплообменником фильтр-сборник снабжен устройством 27 для периодической очистки фильтрующего рукава путем его деформирования и устройством 28 для герметизации внутреннего объема фильтра с клапаном 29, закрывающим входное отверстие корпуса, которые позволяют работать с полученными порошками в контролируемой атмосфере (без контакта с воздухом).

15 Дополнительно, в каждую из секций реакционной камеры для увеличения температуры и выравнивания профиля температуры в реакционной камере, устанавливают теплоизолирующую вставку 36 из материала, выбранного из ряда: кварц, стеклоуглерод, графит, керамика.

20 Для сохранения ресурса камеры за счет исключения корродирующего влияния исходных реагентов на внутреннюю поверхность реакционной камеры, теплообменника, узлов ввода исходных реагентов, корпуса фильтра наносят дополнительно химически стойкое покрытие, преимущественно керамическое.

25 Для увеличения длительности использования фильтрующего рукава он выполнен из термически стойкого материала, выбранного из ряда: синтетическое волокно, стекловолокно, графитовое волокно, металлическая сетка.

30 Технический результат заявляемого изобретения в части способа достигается тем, что способ получения нанодисперсных порошков в плазме СВЧ разряда с использованием заявленной установки включает введение исходных реагентов в поток плазмообразующего газа реакционной камеры, плазмохимический синтез реагентов, охлаждение целевого 35 продукта и его выделение из реакционной зоны через фильтр-сборник, при этом исходные реагенты вводят в поток плазмообразующего газа, имеющего среднemasсовую температуру 1200-3200 К, в любом агрегатном состоянии: парообразном, порошкообразном, жидкокапельном или в любой их комбинации, при этом реагенты в порошкообразном состоянии вводят в виде аэрозоля с газом-носителем в реакционную камеру через узел 40 ввода 35 с отверстием, открывающимся в объем реакционной камеры под углом 45-60° к оси камеры, реагенты в парообразном или в жидкокапельном состоянии вводят в реакционную камеру через соответствующие узлы ввода 14 и 15 с кольцевым коллектором, выполненным с 6-12 отверстиями, открывающимися в объем реакционной камеры под углом 45-60° к оси камеры, каждое из которых обдувается спутным потоком газа через 45 коаксиальные каналы вокруг отверстий, при расходе исходных реагентов, плазмообразующего газа, удельной мощности микроволнового излучения, длины реакционной зоны, позволяющих получать композиционные системы и индивидуальные вещества с заданными свойствами, химическим, фазовым составом и дисперсностью. Для дополнительного охлаждения целевого продукта через коллектор 37 снизу одной из секций 50 реакционной камеры, подают закалочный газ с расходом 1,6-2,0 м³/г, в качестве которого используют по крайней мере один из ряда: аргон, азот, воздух, кислород.

Заявленная совокупность признаков в части устройства и способа в целом позволяет преобразовывать СВЧ энергию в энергию плазмы со среднemasсовой температурой 1200-3200°C, это дает возможность проводить химические реакции, требующие высокой 50 температуры, и использовать высококипящее сырье. Все это расширяет круг нанопорошков, которые могут быть получены на установке.

Кроме того, более высокая температура делает возможным увеличение нагрузки по сырью, т.е. приводит к увеличению производительности установки. В отдельных процессах

расход сырья может достигать 10 г/мин при одинаковой с прототипом мощности микроволнового излучения (до 5 кВт) и при одном и том же расходе плазмообразующего газа, что на порядок повышает производительность установки и способа.

Увеличение температуры плазмы достигается за счет увеличения доли СВЧ мощности, поглощаемой в разрядной камере, благодаря увеличению длины разряда. Последнее достигается за счет удлинения участка разрядной камеры 4 между осью волновода и формирователем газового потока 3, через которую в плазмотрон вводится плазмообразующий газ до величины, равной длине волны излучения.

Высокая температура плазмы (1200-3200 К) на входе в реакционную камеру позволяет проводить любые из перечисленных в известном патенте процессы путем введения реагентов в плазменный поток на выходе из плазмотрона, т.е. в зоне реакционной камеры, не нарушая стабильности горения разряда.

Использование для улавливания порошка герметично закрываемого фильтра - сборника порошка 8, отсутствующего в установке прототипа, позволяет после проведения процесса, изолировать полученный порошок от контакта с атмосферным воздухом и выполнить разгрузку в боксе с инертной атмосферой, что очень важно при получении "чистых" нанопорошков, активных по отношению к кислороду и влаге (металлы, нитриды, особенно при размере частиц менее 30-40 нм, которые активно окисляются на воздухе и даже способны самовозгораться).

Работа заявленной установки поясняется примерами способа получения нанопорошковых материалов.

Пример 1

Для получения нанодисперсного порошка вольфрама исходный гексакарбонил вольфрама в порошкообразном состоянии вводят в виде аэрозоля с газом-носителем в реакционную камеру 6 (на чертеже - это средняя секция) через узел ввода 35 с отверстием, открывающимся в объем реакционной камеры под углом 45° к оси камеры. Порошковый реагент подают с расходом 100 г/ч газом-носителем азотом в поток азотной плазмы, формируемой в разрядной камере 4. Расход газа-носителя составляет 0,6 м³/ч. Ввод СВЧ энергии 2,2 кВт осуществляется источником 1, среднемассовая температура плазмообразующего газа на входе в реакционную камеру составляет 1200 К, а расход плазмообразующего азота составляет 2,2 м³/ч. Целевой продукт (вольфрам) в виде пылегазового потока охлаждается в теплообменнике 7 до температуры 40-50°С и направляется в фильтр-сборник порошка 8, на котором порошок вольфрама осаждается на внутренней поверхности фильтрующего рукава, а отходящие газы выводят из установки (на чертеже не показано). Средний размер получаемых порошков вольфрама составляет 40 нм. Выход целевого продукта в пересчете на исходный гексакарбонил вольфрама составляет 98,0%.

Производительность, определяемая расходом исходного порошка, в 8-10 раз выше, чем в прототипе.

Пример 2

Для получения нанодисперсного порошка диоксида титана исходный тетрабутоксититан в жидкокапельном состоянии вводят в реакционную камеру с теплоизолирующей вставкой из кварца через узел ввода 15 с керамическим покрытием внутри через жидкостной дозатор 9 с расходом 200 г/ч в поток воздушной плазмы. Расход распылительного газа - кислорода - составляет 0,2 м³/ч. Мощность СВЧ энергии составляет 4,4 кВт, среднемассовая температура плазмообразующего газа на входе в реакционную камеру - 2400 К, расход плазмообразующего воздуха 2,5 м³/ч. Продукт реакции в виде пылегазового потока частично охлаждается закалочным газом - кислородом, - который подают через коллектор 37 с расходом 2,0 м³/ч, после чего диоксид титана поступает в теплообменник 7 с керамическим покрытием, где охлаждается до температуры 40-50°С, и направляется в фильтр-сборник порошка 8, где порошок диоксида титана осаждается на внутренней поверхности фильтрующего рукава, выполненного из стекловолокна.

Средний размер частиц получаемых порошков при модальном их распределении

составляет 80 нм.

Продукт представляет собой смесь анатазной и рутильной модификаций диоксида титана в равном соотношении. Выход целевого продукта в пересчете на исходный тетрабутоксититан составляет 99,0%.

5 Пример 3

Для получения нанодисперсного порошка нитрида титана исходный тетрахлорид титана в парообразном состоянии вводят в первую (верхнюю) секцию реакционной камеры с теплоизолирующей вставкой из керамики - оксида алюминия - через узел 14 с кольцевым коллектором, выполненным с 12 отверстиями, открывающимися в объем реакционной
10 камеры под углом 45° к оси камеры, каждое из которых обдувается спутным потоком газа через коаксиальные каналы вокруг отверстий. Подают реагент с помощью жидкостного дозатора 9 с расходом 300 г/ч в испарительную камеру 13, а затем его пары
15 направляются газом-носителем (водородом) в поток азотной плазмы через узел ввода парообразных реагентов 14 с керамическим покрытием. Мощность СВЧ энергии составляет 4,5 кВт, среднemasсовая температура плазмообразующего газа на входе в реактор 2800 К, расход плазмообразующего азота 2,5 м³/ч, расход закалочного газа - азота,
подаваемого через коллектор 37, составляет 1,6 м³/ч. Прореагировавший пылегазовый поток после охлаждения закалочным газом поступает в теплообменник 7 с керамическим
20 покрытием, в котором охлаждается до температуры 40-50°С, затем направляется в фильтр-сборник порошка 8, где порошок нитрида титана осаждается на внутренней поверхности фильтрующего рукава из металлической сетки.

Время непрерывной работы установки составляет 8 часов с использованием периодически сменяемых дозаторов. Очистка стенок реактора от отложений порошка
25 осуществляется автоматическим вращением вставки 18 через каждые 5 минут. Средний размер частиц получаемых порошков при модалном их распределении составляет 50 нм. Производительность по нитриду титана составляет 95 г/ч, что в 5 раз выше по сравнению с прототипом.

Выход целевого продукта в пересчете на исходный тетрахлорид титана составляет
30 95,0%.

30 Пример 4.

Для получения нанодисперсного композиционного сверхпроводящего материала на основе ниобий-титанового карбонитрида ($Nb_{0,8}Ti_{0,2}C_{0,2}N_{0,8}$) с медью первый исходный
35 реагент - ниобий пятифтористый - подают с газом-носителем (водородом) в парообразном состоянии в реакционную камеру с графитовой вставкой (первая секция) с помощью жидкостного дозатора 9 через узел 14 с кольцевым коллектором, выполненным с 6
отверстиями, открывающимися в объем реакционной камеры под углом 60° к оси камеры, каждое из которых обдувается спутным потоком газа через коаксиальные каналы вокруг
40 отверстий. Подают реагенты с расходом 120 г/ч в поток азотной плазмы. Мощность СВЧ энергии составляет 5,0 кВт, среднemasсовая температура плазмообразующего газа на входе в реактор 3200 К.

Далее в ту же секцию реакционной камеры подают второй реагент - титан
45 четыреххлористый - в смеси с гексаном с помощью жидкостного дозатора 9 в виде жидкокапельного состояния с расходом 32 г/ч газом-носителем (водородом) в поток азотной плазмы через узел ввода жидких реагентов 15 с кольцевым коллектором,
выполненным с 12 отверстиями, открывающимися в объем реакционной камеры под углом
50° к оси камеры, каждое из которых обдувается спутным потоком газа через
коаксиальные каналы вокруг отверстий.

Конечным продуктом в первой секции реакционной камеры 6 является образование
50 нанодисперсного порошка ниобий-титанового карбонитрида.

Далее подают третий реагент - порошок хлорида меди - так же, как в примере 1, т.е. во вторую секцию реакционной камеры 6 с помощью порошкового дозатора 30 с расходом 75 г/ч газом-носителем (водородом) через узел ввода порошкообразных реагентов 35. В этой части реакционной камеры происходит образование целевого сверхпроводящего

материала, который в виде пылегазового потока охлаждается закалочным газом-аргоном, расход которого составляет 1,8 м³/ч, поступает в теплообменник 7, где охлаждается до температуры 40-50°С и затем направляется в фильтр-сборник порошка 8, где нанодисперсный порошок осаждается на внутренней поверхности фильтрующего рукава 25 из синтетического волокна. После проведения процесса фильтр-сборник порошка герметично закрывают и дальнейшую работу с полученным порошком проводят в инертной атмосфере.

Средний размер получаемых частиц порошков составляет 40 нм. Выход целевого продукта (Nb_{0,8}Ti_{0,2}C_{0,2}N_{0,8}) с медью в пересчете на исходные ниобий пятифтористый и медь составляет 96,0%.

В условиях прототипа получение такого композиционного материала невозможно.

Приведенные примеры не ограничивают возможности заявленного изобретения.

Другие примеры получения материалов будут очевидны для специалистов при использовании установки и способа.

Таким образом, заявляемое изобретение позволяет расширить ассортимент получаемых материалов, обеспечивает использование исходного сырья в любом агрегатном состоянии: порошкообразном, жидкокапельном, парообразном, их сочетании, повысить производительность установки и выход целевого материала.

Использование заявленной установки позволяет устранить зарастание реакционной камеры, теплообменника и плазмотрона получаемым продуктом и увеличить тем самым ее ресурс, а герметично закрываемый фильтр-сборник, позволяет изолировать конечный продукт от контакта с воздухом и соответственно предотвратить его окисление, тем самым повысить качество получаемых материалов по чистоте. Выполнение реакционной камеры многосекционной позволяет получать многокомпонентные композиционные материалы.

Кроме того, способ позволяет получать многообразные виды композиционных материалов, в том числе слоистые и плакированные, получать соединения заданного фазового состава, стехиометрии и области гомогенности, способ позволяет управлять дисперсностью и функцией распределения получаемых нанопорошков.

Формула изобретения

1. Установка для получения нанодисперсных порошков в плазме СВЧ разряда, содержащая технологически связанные между собой микроволновой генератор, СВЧ плазмотрон, формирователь газового потока, разрядную камеру, поглотитель микроволнового излучения, реакционную камеру, теплообменник, фильтр-сборник целевого продукта, устройство для ввода исходных реагентов в порошкообразном или парообразном состоянии, отличающаяся тем, что установка дополнительно содержит устройство для ввода в реакционную камеру исходных реагентов в жидкокапельном состоянии, включающее связанные между собой дозатор в виде цилиндра, поршень с зубчато-винтовым механизмом электрического привода, регулирующего скорость движения поршня, испарительную камеру с термостатируемым корпусом для регулирования температуры внутри камеры, которая соединена с узлом ввода реагентов в жидкокапельном состоянии и с узлом ввода реагентов в парообразном состоянии, выполненным с 6-12 отверстиями, открывающимися в объем реакционной камеры под углом 45-60° к оси камеры, состоящей, по меньшей мере, из двух секций, первая из которых верхним фланцем подсоединена к узлам ввода реагентов, к разрядной камере, плазмотрону, с установленным между ним и генератором СВЧ вентилем, а нижним фланцем через последующие секции подсоединена к теплообменнику, при этом реакционная камера содержит вращаемую электродвигателем внутреннюю водоохлаждаемую вставку и расположенный вдоль нее металлический скребок для срезания отложений порошка целевого продукта, образующегося на стенках реакционной камеры, а теплообменник выполнен из двух водоохлаждаемых коаксиальных цилиндров, оси которых перпендикулярны оси реакционной камеры и установлены с зазором для прохождения

охлаждаемого потока, и расположенным в зазоре ножом, вращающимся вокруг оси цилиндров и очищающим рабочие поверхности цилиндров от обрастания порошком, фильтр-сборник порошка, содержащий внутри фильтрующий рукав из химически и термически стойкого материала, на котором происходит осаждение порошка целевого продукта из газового потока, в верхней части подсоединен фланцем к теплообменнику, а в нижней части фильтр снабжен устройством для периодической очистки материала, путем его деформирования и устройством с клапаном для герметизации внутреннего объема фильтра.

2. Установка по п.1, отличающаяся тем, что устройство для подачи в реакционную камеру реагентов в порошкообразном состоянии, преимущественно в виде аэрозоля с газом-носителем, включает связанные между собой дозатор в виде цилиндра с водоохлаждаемым корпусом, поршень с зубчато-винтовым механизмом электрического привода поршня, аэродинамический активатор, обеспечивающий образование аэрозоля и его подачу в реакционную камеру через узел ввода с отверстием, открывающимся в объем реакционной камеры под углом 45–60° к оси камеры.

3. Установка по п.1 или 2, отличающаяся тем, что дополнительно в каждую из секций реакционной камеры устанавливают теплоизолирующую вставку из материала, выбранного из ряда: кварц, стеклоуглерод, графит, керамика.

4. Установка по п.1 или 2, отличающаяся тем, что между секциями реакционной камеры дополнительно устанавливают коллектор для ввода закалочного газа.

5. Установка по п.3, отличающаяся тем, что между секциями реакционной камеры дополнительно устанавливают коллектор для ввода закалочного газа.

6. Установка по п.1 или 2, отличающаяся тем, что секции реакционной камеры установлены с возможностью размещения в них дополнительных устройств для ввода исходных реагентов.

7. Установка по п.3, отличающаяся тем, что секции реакционной камеры установлены с возможностью размещения в них дополнительных устройств для ввода исходных реагентов.

8. Установка по п.4, отличающаяся тем, что секции реакционной камеры установлены с возможностью размещения в них дополнительных устройств для ввода исходных реагентов.

9. Установка по п.1 или 2, отличающаяся тем, что в качестве материала фильтрующего рукава используют термически стойкие материалы из ряда: синтетическое волокно, стекловолокно, графитовое волокно, металлическая сетка.

10. Установка по п.3, отличающаяся тем, что в качестве материала фильтрующего рукава используют термически стойкие материалы из ряда: синтетическое волокно, стекловолокно, графитовое волокно, металлическая сетка.

11. Установка по п.4, отличающаяся тем, что в качестве материала фильтрующего рукава используют термически стойкие материалы из ряда: синтетическое волокно, стекловолокно, графитовое волокно, металлическая сетка.

12. Установка по п.6, отличающаяся тем, что в качестве материала фильтрующего рукава используют термически стойкие материалы из ряда: синтетическое волокно, стекловолокно, графитовое волокно, металлическая сетка.

13. Установка по п.1 или 2, отличающаяся тем, что на внутреннюю поверхность реакционной камеры, теплообменника, узлов ввода исходных реагентов, корпуса фильтра дополнительно наносят химически стойкое покрытие, преимущественно керамическое.

14. Установка по п.3, отличающаяся тем, что на внутреннюю поверхность реакционной камеры, теплообменника, узлов ввода исходных реагентов, корпуса фильтра дополнительно наносят химически стойкое покрытие, преимущественно керамическое.

15. Установка по п.4, отличающаяся тем, что на внутреннюю поверхность реакционной камеры, теплообменника, узлов ввода исходных реагентов, корпуса фильтра дополнительно наносят химически стойкое покрытие, преимущественно керамическое.

16. Установка по п.6, отличающаяся тем, что на внутреннюю поверхность реакционной

камеры, теплообменника, узлов ввода исходных реагентов, корпуса фильтра дополнительно наносят химически стойкое покрытие, преимущественно керамическое.

17. Установка по п.9, отличающаяся тем, что на внутреннюю поверхность реакционной камеры, теплообменника, узлов ввода исходных реагентов, корпуса фильтра
5 дополнительно наносят химически стойкое покрытие, преимущественно керамическое.

18. Способ получения нанодисперсных порошков в плазме СВЧ разряда, включающий введение исходных реагентов в поток плазмообразующего газа реакционной камеры, плазмохимический синтез реагентов, охлаждение целевого продукта и его выделение из реакционной зоны через фильтр-сборник, отличающийся тем, что исходные реагенты
10 вводят в поток плазмообразующего газа, имеющего среднemasсовую температуру 1200-3200 К в любом агрегатном состоянии: парообразном, порошкообразном, жидкокапельном или в любой их комбинации, при этом реагенты в порошкообразном состоянии вводят в виде аэрозоля с газом-носителем в реакционную камеру через узел ввода с отверстием, открывающимся в объем реакционной камеры под углом 45-60° к оси камеры, реагенты в
15 жидкокапельном или в парообразном состоянии вводят в реакционную камеру через соответствующие узлы в виде кольцевых коллекторов, последний из которых выполнен с 6-12 отверстиями, открывающимися в объем реакционной камеры под углом 45-60° к оси камеры, каждое из которых обдувается спутным потоком газа через коаксиальные каналы вокруг отверстий, при расходе исходных реагентов, плазмообразующего газа, удельной
20 мощности микроволнового излучения, длины реакционной зоны, позволяющих получать композиционные системы и индивидуальные вещества с заданными свойствами, химическим, фазовым составом и дисперсностью.

19. Способ по п.18, отличающийся тем, что для дополнительного охлаждения целевого продукта снизу одной из секций реакционной камеры через коллектор подают закалочный
25 газ с расходом 1,6-2,0 м³/г.

20. Способ по п.19, отличающийся тем, что в качестве закалочного газа используют по крайней мере один из ряда: аргон, азот, воздух, кислород.

30

35

40

45

50