



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
 ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2003135415/02, 04.12.2003

(24) Дата начала действия патента: 04.12.2003

(45) Опубликовано: 27.06.2005 Бюл. № 18

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2210631 C2, 20.08.2003. SU 197980 A, 17.07.1967. GB 768570 A, 20.02.1957. GB 1400758 A, 09.07.1975. GB 1393689 A, 07.05.1975.

Адрес для переписки:

394066, г.Воронеж, Московский пр-т, 179,
 ФГУП НКТБ "Феррит", Патентно-информационный отдел

(72) Автор(ы):

Андреев С.Л. (RU),
 Ермилин В.Н. (RU),
 Литвинов Ю.В. (RU),
 Спиридонов Б.А. (RU)

(73) Патентообладатель(ли):

Федеральное государственное унитарное предприятие "Научное конструкторско-технологическое бюро "Феррит" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКА СЕРЕБРА

(57) Реферат:

Изобретение относится к порошковой металлургии, в частности к получению порошка серебра из водного раствора электролита. В предложенном способе, включающем электролитическое осаждение серебра на катоде при воздействии импульсов тока отрицательного и положительного знаков при варьировании

соотношений импульсов тока отрицательного и положительного знаков как (4-20):(1-5), согласно изобретению осаждение серебра осуществляют на вращающемся катоде, ось которого расположена параллельно уровню электролита, при скорости вращения катода 7-12 об/мин. Обеспечивается повышение дисперсности и равномерности образования частиц. 5 з.п. ф-лы, 1 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2003135415/02, 04.12.2003**

(24) Effective date for property rights: **04.12.2003**

(45) Date of publication: **27.06.2005 Bull. 18**

Mail address:

**394066, g.Voronezh, Moskovskij pr-t, 179,
FGUP NKTB "Ferrit", Patentno-informatsionnyj
otdel**

(72) Inventor(s):

**Andreev S.L. (RU),
Ermilin V.N. (RU),
Litvinov Ju.V. (RU),
Spiridonov B.A. (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe unitarnoe
predpriyatje "Nauchnoe konstruktorsko-
tekhnologicheskoe bjuro "Ferrit" (RU)**

(54) **SILVER POWDER PRODUCTION METHOD**

(57) Abstract:

FIELD: powder metallurgy, namely production of silver powder from aqueous electrolyte solution.

SUBSTANCE: method comprises steps of electrolytic deposition of silver on cathode by action of negative and positive electric current pulses while varying relations of negative and positive pulses of electric current in range

(4 -20) : (1 - 5). According to invention deposition of silver is realized on rotary cathode whose axis is arranged in parallel relative to upper surface of electrolyte at revolution number of cathode 7 - 12 rev per min.

EFFECT: enhanced fineness and uniformness of powder particles.

6 cl, 1 tbl, 1 ex

RU 2 2 5 5 1 5 0 C 1

RU 2 2 5 5 1 5 0 C 1

Изобретение относится к порошковой металлургии, в частности к получению порошка серебра электролизом из водного раствора электролита.

Известен способ получения порошка серебра (А.С. СССР №1177397 от 07.09.1985, бюл. №33), заключающийся в том, что цилиндрический катод располагают между анодами и электролиз ведут на постоянном токе.

Недостатком этого способа является то, что он не обеспечивает получение порошка с высокой дисперсностью, поскольку при электролизе на постоянном токе из водного раствора нитрата серебра рост кристаллов серебра происходит неравномерно.

Наиболее близким аналогом является способ получения порошка серебра на плоском катоде электролизом с использованием импульсного тока (Патент РФ №2210631 от 2000.12.26, МПК⁷, С 25 С 1/20).

Этот способ заключается в том, что высокая дисперсность достигается поочередным воздействием импульсов положительной и отрицательной полярности, а соотношение мощностей катодной и анодной составляющих задают как длительностью и частотой следования импульсов, так и их амплитудой. Однако данный способ не позволяет получить порошок серебра с высокой равномерностью, поскольку, например, на краях плоского катода локальная плотность тока всегда больше, чем в середине катода. В результате такого перераспределения тока более крупные частицы серебра образуются по краям.

Изобретение направлено на повышение дисперсности и равномерности образования частиц порошкообразного серебра.

Получение порошка серебра с равномерной дисперсностью осуществляют осаждением серебра на вращающемся цилиндрическом катоде при воздействии импульсов тока отрицательного и положительного знаков при варьировании соотношений импульсов тока отрицательного и положительного знаков как /4-20/:/1-5/ при скорости цилиндрического катода 7-12 об/мин, причем ось цилиндрического катода расположена параллельно уровню электролита и меньшая часть окружности цилиндрического катода расположена в электролите.

Осажденное серебро счищают с поверхности цилиндрического катода, которая находится вне электролита, и получают порошок серебра.

Размер частиц порошка серебра регулируют амплитудами импульсов тока отрицательного и положительного знаков, их длительностью и частотой следования, а также временем нахождения поверхности цилиндрического катода в электролите.

При вращении и выходе поверхности цилиндрического катода из электролита рост кристаллов серебра прекращается одновременно по всей длине выходящей поверхности цилиндрического катода, чем достигается повышение дисперсности и равномерности образования частиц порошкообразного серебра.

Способ подтверждается следующим примером.

Цилиндрический катод из нержавеющей стали закрепляли на валу, соединенном через уплотнитель в стенке электролизера с электродвигателем и редуктором, позволяющим изменять скорость вращения от 1 до 12 об/мин.

В качестве электролита использовали раствор состава, мас. %: AgNO_3 - 15-20; HNO_3 - 4-5. На электролизер подавали чередующиеся пакеты импульсов с частотой $f=100$ Гц и амплитудой 15 В, а соотношение катодной и анодной составляющих применяли как 10:1. Катодная плотность тока 5 A/дм^2 , $t=50^\circ\text{C}$. Аноды из серебра (Ag 99,99).

После электролиза по предлагаемому способу определяли дисперсность частиц серебра измерением их линейных размеров на микроскопе SM LUX HL. Для каждой скорости вращения цилиндра из полученной массы порошка серебра из разных частей отбирали по 10 частиц. Результаты замеров частиц приведены в таблице.

50

		Таблица					
№№	Размер частиц x_i порошка серебра, мкм	Вращение барабана со скоростью V , об/мин					
		Без вращения	1	3	5	7	10
1	33,5	8,0	11,0	5,0	0,5	2,5	2,5

5

2	16,5	2,5	0,5	5,5	2,0	0,5	2,0
3	8,0	13,0	6,0	6,5	1,5	3,0	1,0
4	12,0	10,5	3,5	8,0	3,5	0,5	0,5
5	21,0	6,5	7,0	9,0	2,5	2,0	1,5
6	6,0	8,0	8,5	1,5	0,5	3,5	2,5
7	20,5	20,5	12,5	0,5	2,5	1,5	0,5
8	29	12,0	9,5	2,5	0,5	2,5	0,5
9	24,5	11,5	5,5	10,5	2,5	3,0	1,0
10	2,5	1,5	10,5	6,0	0,5	0,5	0,5
\bar{x}	17,5	9,5	7,5	5,5	1,7	2,0	1,3
$\frac{\sum \bar{x} - x_i }{10}$	8,4	4,1	3,0	2,5	0,95	0,95	0,7
Примечание: \bar{x} - средний размер частицы							
$\frac{\sum \bar{x} - x_i }{10}$ - среднее отклонение от среднего размера частиц серебра							

10

15

Из данных таблицы следует, что без вращения среднее отклонение от среднего размера частиц серебра составляет 8,4 мкм. При скорости вращения от 1 до 5 об/мин среднее отклонение от среднего размера частиц серебра снижается до 2,5 мкм. Максимальная дисперсность и минимальное среднее отклонение от среднего размера частиц серебра достигается при скорости вращения катода 7-12 об/мин и составляет $\leq 0,95$ мкм. При дальнейшем увеличении скорости вращения размер частиц практически не изменяется, однако снижается производительность процесса получения порошка серебра.

20

25

Осаждение серебра также можно вести на цилиндрическом катоде, половина окружности которого расположена в электролите или большая часть окружности которого расположена в электролите.

Формула изобретения

30

1. Способ получения порошка серебра, включающий электролитическое осаждение серебра на катоде при воздействии импульсов тока отрицательного и положительного знаков при варьировании соотношений импульсов тока отрицательного и положительного знаков, как (4-20):(1-5), отличающийся тем, что осаждение серебра осуществляют на вращающемся катоде, ось которого расположена параллельно уровню электролита, при скорости вращения катода 7-12 об/мин.

35

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что осаждение серебра ведут на цилиндрическом катоде.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что осаждение серебра ведут на цилиндрическом катоде, меньшая часть окружности которого расположена в электролите.

40

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что осаждение серебра ведут на цилиндрическом катоде, половина окружности которого расположена в электролите.

5. Способ по п.1, отличающийся тем, что осаждение серебра ведут на цилиндрическом катоде, большая часть окружности которого расположена в электролите.

45

6. Способ по п.1, отличающийся тем, что размер частиц порошка серебра регулируют временем нахождения поверхности цилиндрического катода в электролите.

50