

**В.В. КАБАЦКАЯ, А.А. ВНУКОВ,**  
**Е.Э. ЧИГИРИНЕЦ,** докт. техн. наук,  
**И.Г. РОСЛИК,** канд. техн. наук, НМетАУ, г. Днепропетровск, Украина

## **ОПТИМИЗАЦИЯ РЕЖИМА ЭЛЕКТРОЛИЗА И СОСТАВА ЭЛЕКТРОЛИТА С ЦЕЛЮ ПОЛУЧЕНИЯ МЕДНЫХ ПОРОШКОВ С ПОВЫШЕННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ В НИХ НАНОФРАКЦИЙ**

У роботі розглянута можливість отримання мідного електролітичного порошку з розміром часток менше 10 мкм, з високим вмістом в нім часток нанорозмірів. З цією метою досліджений вплив концентрації основних компонентів сірчанокислового електроліту і функціональних добавок на розмір і морфологію часток мідного електролітичного порошку. Як функціональні добавки, що забезпечують підвищення дисперсності порошку у електроліт вводили желатин і поліетіленгліколь.

The paper considers the possibility of electrolytic copper powder with a particle size less than 10 microns, with a high content of nanoscale particles. To this end, the influence of the concentration of the main components of sulfate electrolyte and additives on the size and morphology of electrolytic copper powder. As functional additives that enhance dispersion of the powder in the electrolyte was injected gelatin and polyethylene glycol.

**Постановка проблемы.** Медь является одним из самых применяемых в технике металлов. Поэтому задача повышения механических и эксплуатационных свойств материалов на основе меди является важной задачей. Наиболее перспективным направлением улучшения свойств таких материалов следует признать применение медных нанопорошков.

Широкое применение нанопорошков меди для создания функциональных материалов является актуальной задачей в настоящее время. В частности, ведутся работы по созданию теплопроводящих паст для кулеров компьютеров. Известно, что малые добавки медных нанопорошков улучшают качество порошковых сталей и шинных резин. Нанопорошки меди могут улучшить процесс спекания в порошковой металлургии; они способны поддерживать высокую и стабильную проводимость и могут быть использованы для миниатюризации деталей в технике связи и электронике; в химической промышленности могут выступать в качестве катализаторов реакций, обеспечивать электропроводность и улучшать механические свойства полимеров и т.д.

Для производства нанопорошков меди в настоящее время используют

различные новые методы. В частности, метод электрического взрыва проводника (ЭВП), технология испарения-конденсации, золь-метод и т.д. Однако ведутся разработки по усовершенствованию традиционных методов получения металлических порошков, таких как химическое восстановление и электролитическое осаждение.

Электролитический метод более дорог, чем восстановление, однако позволяет получать химически чистые порошки меди, которые имеют уникальные, стабильные свойства (дендритная форма, плотная текстура частиц). Основным преимуществом данного метода является возможность регулирования свойств порошка путем варьирования параметров электролитического осаждения и состава электролита [1]. Это позволяет влиять на структуру, размер, форму и химический состав порошков. В частности, введение в состав электролита химически-активных соединений (комплексообразователей и поверхностно-активных веществ) позволяет получать более стабильные порошки с повышенными технологическими свойствами и требуемым размером частиц [2].

Недостатком электролитических медных порошков, полученных по традиционно известным режимам электролиза, является достаточно большой размер частиц (50 – 200 мкм), тогда как современные технологии требуют получения микропорошков (размером до 10 мкм) и нанопорошков.

**Цели и задачи исследований.** Целью настоящей работы явилось разработка параметров процесса получения ультратонких медных электролитических порошков с размером частиц до 10 мкм с повышенным содержанием в них частиц нанодисперсий.

Для достижения поставленной цели в работе авторами предложен оптимизированный режим проведения процесса электролиза, с учетом значительного влияния на размер частиц медного осадка концентрации основных компонентов сульфатного электролита. Кроме того, для уменьшения среднего размера частиц порошка в электролит вводили функциональные добавки, а именно желатин и полиэтиленгликоль (ПЭГ). Выбор добавок обусловлен их свойством повышать дисперсность медного осадка в процессе электролиза.

**Методика исследований.** Процесс электролитического осаждения вели с использованием медного растворимого анода и медного катода по следующему режиму:

- плотность тока – 14 – 16 А/дм<sup>2</sup>;
- температура электролита – 45 – 50 °С;

- форма катода – пластина;
- время электролиза – 1 час.

Для осаждения дисперсной меди использовали сульфатные электролиты, составы которых приведены в табл. 1.

Таблица 1

Состав электролитов

№ состава	Содержание компонентов, г/л			
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	CuSO <sub>4</sub>	желатин	ПЭГ
1	130	10	-	-
2	130	10	-	1,0
3	130	10	5,0	-

Выбор достаточно низкой концентрации медного купороса в электролите сделан на основе ранее проведенных исследований [3], показавших, что именно данная его концентрация обеспечивает повышение дисперсности медного осадка.

По окончании процесса электролиза осадок промывали, подвергали стабилизации для предотвращения окисления поверхности частиц порошка, после чего сушили и подвергали размолу.

Размер, форму частиц порошка и морфологию поверхности определяли с помощью растрового электронного микроскопа JSM-35 фирмы JEOL (Япония).

**Результаты и их обсуждение.** Свойства полученных медных порошков и составы электролитов представлены в табл. 2.

Таблица 2

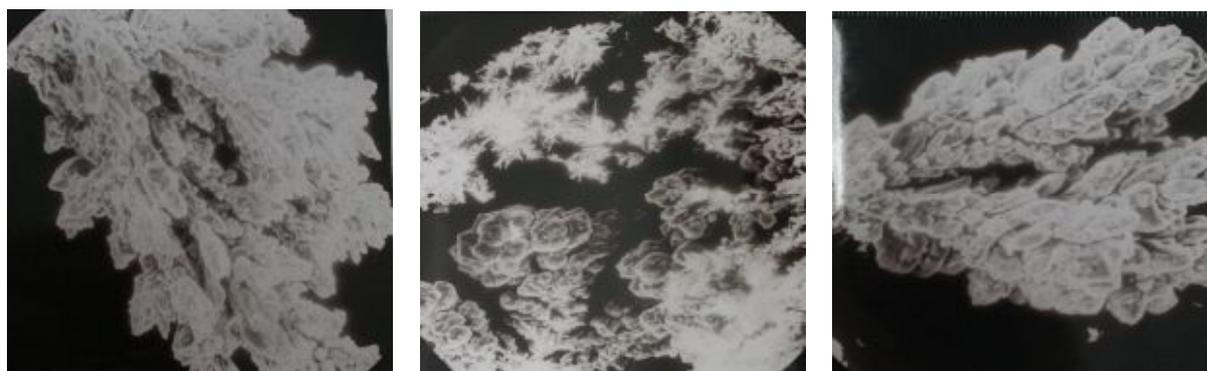
Свойства полученных медных порошков

№ состава	Средний размер частиц, мкм	Содержание нанодисперсий, %	Текучесть
1	3-5	3-5	не течет
2	1-2	25-30	не течет
3	0.9-1	50-55	течет

Исследованиями установлено, что наиболее эффективной функциональной добавкой, с точки зрения уменьшения размеров частиц порошка, является желатин. При добавлении желатина в электролит количество частиц наноразмеров значительно увеличивается, а также средний размер частиц

смещается в нанобласть. Это связано с тем, что желатин относится к группе добавок, которые воздействуют на скорость диффузии разряжающихся ионов, при этом происходит диспергирование частиц порошка и возрастает его дендритность. Действие добавки ПЭГ аналогично, однако эффект увеличения дисперсности частиц порошка в этом случае значительно меньше.

Следует отметить также, что при данных концентрациях основных элементов электролита, добавка желатина приводит к сглаживанию ветвей дендритов. Такая глобулярная форма дендритов позволила после размола получить порошок обладающий текучестью (рисунок).



*без добавок*

*добавка желатина*

*добавка ПЭГ*

Рисунок – Общий вид частиц медного порошка,  $\times 1600$

### **Выводы.**

1. Путем оптимизации состава электролита получены порошки меди, содержащие значительное количество частиц наноразмеров.

2. Наибольший эффект повышения дисперсности частиц достигнут при введении в электролит желатина.

3. Полученный порошок во всех рассмотренных случаях в значительной степени окислен, о чем свидетельствует его темный цвет. В связи с этим можно рекомендовать использование одновременно двух добавок, одна из которых обладает ингибирующим действием (например, желатин и бензотриазол). Это позволит получать химически стабильные нанопорошки меди.

**Список литературы:** 1. *Номберг М.И.* Производство медного порошка электролитическим способом / *М.И. Номберг.* – М.: Металлургия, 1971. – 134 с. 2. *Чигиринец Е.Э.* Влияние режима электролиза и функциональных добавок в электролит на свойства и морфологию поверхности частиц медных электролитических порошков // *Е.Э. Чигиринец, И.Г. Рослик, А.А. Внуков* // Вісник НТУ «ХП». – 2009. – № 21.– С. 15 – 20. 3. *Внуков А.* Оптимизация состава электролита для получения медных порошков / *А. Внуков, И. Рослик, В.Кабачкая* // XXXIV Miedzynarodowa studencka sesja naukowa. – Czestochowa, 20 maja 2010.