



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **110659** (13) **U**
(51) МПК (2016.01)
C01B 3/00
C22C 1/04 (2006.01)
C22C 23/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2016 02183	(72) Винахідник(и): Завалій Ігор Юліанович (UA), Денис Роман Володимирович (UA), Березовець Василь Васильович (UA), Рябов Олександр Броніславович (UA), Лютий Павло Ярославович (UA)
(22) Дата подання заявки: 09.03.2016	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.10.2016	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.10.2016, Бюл.№ 20	(73) Власник(и): ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИЙ ІНСТИТУТ ІМ. Г.В. КАРПЕНКА НАН УКРАЇНИ, вул. Наукова, 5, м. Львів, 79060 (UA)

(54) СПОСІБ ПІДВИЩЕННЯ ЦИКЛІЧНОЇ СТАБІЛЬНОСТІ КОМПОЗИТНИХ ВОДЕНЬАКУМУЛЮЮЧИХ МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ МАГНІЮ

(57) Реферат:

Спосіб отримання потрібних композитів на основі магнію покращеною циклічною стабільністю композита. Як додаток використовують суміш гідридоутворюючого металу або інтерметаліду від 5 до 25 ваг. % та 1-5 ваг. % карбону.

UA 110659 U

Корисна модель стосується способу виготовлення матеріалів для акумулювання водню композитами на основі магнію, які можуть бути використані для ефективного зберігання та транспортування водню.

Детальніше, спосіб стосується виготовлення композитів на основі магнію з додаванням гідридоутворюючих металів або інтерметалідів та карбону для пониження температури сорбції/десорбції водню, збільшення швидкості даних процесів, а також підвищення циклічної стабільності матеріалу.

Відомий спосіб виробництва композитів на основі магнію та вибраний прототип є [1]. В основу цього способу було покладено виготовлення нанокристалічних порошків на основі магнію за допомогою помелу у водні, а як добавки використовували гідридоутворюючі інтерметалічні сполуки на основі титану та цирконію в кількостях від 5 до 25 ваг. %.

Недоліком даного способу є низька циклічна стабільність отриманого подвійного композита, а саме його ємність понижується на ~20 % після п'яти циклів сорбції-десорбції водню, що утруднює практичне застосування.

В основу корисної моделі поставлено задачу покращити циклічну стабільність магнієвих композитів зі збереженням високих експлуатаційних показників (кінетики утворення гідриду магнію, низької температури десорбції водню порівняно з чистим магнієм) шляхом високоенергетичного помелу магнію у водні і каталітичними добавками.

Поставлена задача вирішується додаванням невеликої кількості графіту або інших модифікацій карбону (1-5 ваг. %) та 10-25 ват. % гідридоутворюючих металів або інтерметалічних сполук при виготовленні композиту шляхом високоенергетичного помелу магнію у водні.

Перелік фігур:

Фіг. 1 - Дифрактограма гібридного композита Mg-10 ваг. %. $Ti_4Fe_2O_{0,3}$ -3 % C.

Експериментальний (+), розрахований (лінія) і різницею (лінія знизу) рентгенівський профіль. Бреґівські піки встановлених фаз показані знизу вгору: α -MgH₂-67.5 ваг. %; γ -MgH₂-28.5 ваг. %; MgO-2.2 ваг. %; α -Fe-1.8 ваг. %.

Фіг. 2 - Крива механічно-хімічного гідрування композита Mg-10 ваг. %. $Ti_4Fe_2O_{0,3}$ -3 % C.

Фіг. 3 - Спектр вакуумної термодесорбції з Mg-10 ваг. %. $Ti_4Fe_2O_{0,3}$ -3 % C гібридного композита.

Фіг. 4 - Порівняння циклічної стабільності магнієвого композита} Mg-10 ваг. %. $Ti_4Fe_2O_{0,3}$ (а) та Mg-10 ваг. %. $Ti_4Fe_2O_{0,3}$ -3 % C.

Спосіб здійснюють наступним чином. Вихідними компонентами для приготування гібридних потрібних нанокompозитів були порошок магнію (Fluka, 99+%) з розміром частинок 0.1-0.3 мм, графіт (Fluka, 99+%) та компактні сплави $A_4B_2O_x$ та $A_3B_3O_x$ де А - Ti, Zr; В - V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, аби їх суміш; $x=0,2-0,6$. Сплави готували методом електродугової плавки в атмосфері очищеного аргону з компактних металів високої чистоти (≥ 99.9 %) і а спресованого порошку оксиду TiO₂ або ZrO₂. Сплавлені зразки відпалювали у вакуумі при 980 °C протягом 120 год.

Гібридні композити на основі магнію готували методом реактивного кульового помелу у середовищі водню (2-3 МПа) в планетарному млині Fritsch Pulverisette-6. Співвідношення ваги мелючих тіл до ваги зразка становило 80:1. Помел проводили при швидкості обертання диск) млина 500 об./хв. Методом рентгенівської порошкової дифракції гібридного композита) Mg-10 % $Ti_4Fe_2O_{0,3}$ -3 % C виявлено наступні фази: α -MgH₂, γ -MgH₂, $Ti_4Fe_2O_{0,3}H_{1,5}$ сліди оксиду магнію та заліза (Фіг. 1). Характер кривих механохімічного гідрування та десорбції водню потрібних композитів (подібним до відповідних подвійних композитів і свідчить про збереження водневої ємності, кінетики гідрування та порівняно низької температури розклад гібриду магнію (200-250 °C).

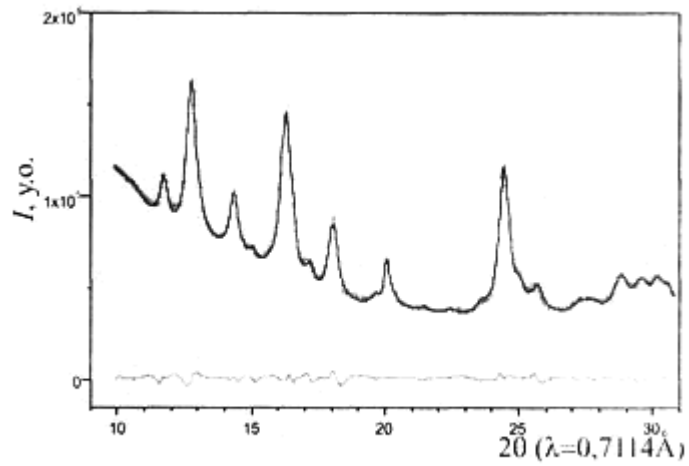
Приклад. Гібридний композит Mg-10 ваг. %. $Ti_4Fe_2O_{0,3}$ -3 % C готували методом реактивного кульового помелу магнієвого порошку та $Ti_4Fe_2O_{0,3}$ у середовищі водню за тиску 2 МПа у планетарному млині Fritsch Pulverisette-6. Співвідношення мелючих тіл до ваги зразка становило 80:1, швидкість обертання камери млина 500 об./хв. Крива механічно-хімічного гідрування представлена на Фіг. 2. Спектр ТДС для даного композита показаний на Фіг. 3. Пік виділення водню спостерігається при ~230 °C, що (нижчим на 150 °C н порівнянні зі звичайним гібридом магнію та співмірним з піком виділення і композита Mg-10 ваг. % $Ti_4Fe_2O_{0,3}$. Порівняння зміни водневої ємності подвійного та потрібного композитів (без карбону та з карбоном відповідно) вказує на значне підвищення циклічної стабільності останньої о (Фіг. 4).

Джерела інформації:

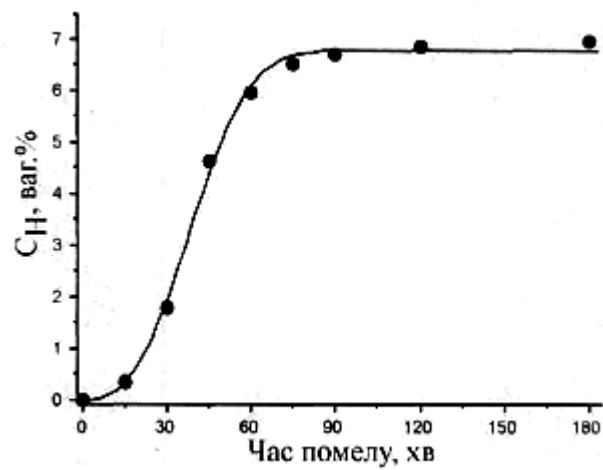
1. Пат. 94810UA. МПКС22С 1/04. С01В 3/00, С22С 23/00. Спосіб отримання композитних воденьакумулюючих матеріалів на основі магнію Опубліковано 10.12.2014, Бюл. № 23.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

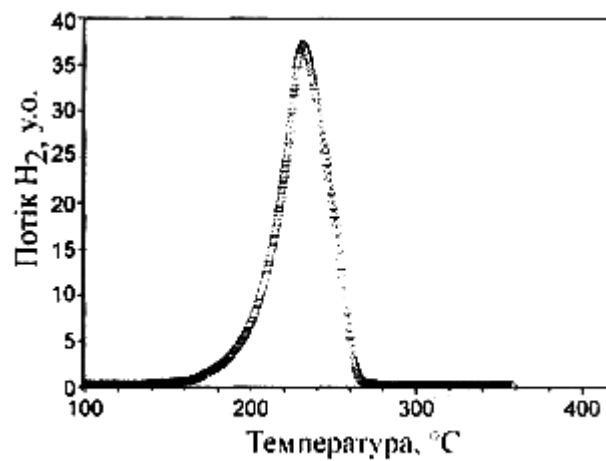
Спосіб отримання потрібних композитів на основі магнію покращеною циклічною стабільністю композита, який **відрізняється** тим, що як додаток використовують суміш гідридоутворюючого металу або інтерметаліду від 5 до 25 ваг. % та 1-5 ваг. % карбону.



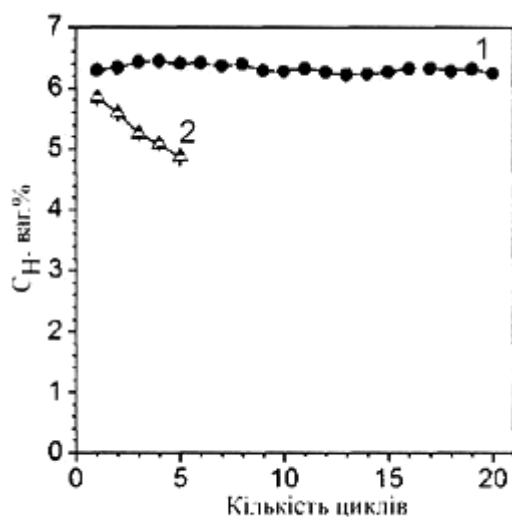
Фіг. 1



Фіг. 2



Фіг. 3



Фіг. 4

Комп'ютерна верстка Л. Ціхановська

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601