



УКРАЇНА

(19) UA (11) 60062 (13) C2

(51) 7 B22F9/30, H01M10/24, H01M4/34

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ СРІБНОГО ПОРОШКУ

1

(21) 2003010465
(22) 20.01.2003
(24) 15.12.2004
(46) 15.12.2004, Бюл. № 12, 2004 р.
(72) Гаманухо Валерій Ігорович, Ісаєнко Едуард
Валентинович, Чередніченко Олександр Сте-
панович
(73) ЗАКРИТЕ АКЦІОНЕРНЕ ТОВАРИСТВО
"ДЮПЕА"
(56) SU 203907, 09.10.1967
SU 248980, 18.07.1969
SU 513424, 05.05.1976
SU 1581474, A1, 30.07.1990
SU 1605419, A1, 1999
DE 977066, 28.01.1965
RU 2034063, C1, 30.04.1995
RU 2084050, C1, 10.07.1997

2

RU 2195750, C1, 27.12.2002
RU 2196661, C1, 20.01.2003
EP 0591882, B1, 13.04.1994
US 5626645, A, 06.05.1997
US 2615930, A, 28.10.1952
GB 905603, 12.09.1962

(57) Спосіб виготовлення срібного порошку, що
включає розчинення металевого срібла в азотній
кислоті, осадження оксиду срібла лугом, проми-
вання оксиду срібла водою та термообробку, який
відрізняється тим, що термообробку оксиду сріб-
ла проводять без попереднього сушіння в два
етапи - при температурі 200-250 °C протягом 1,5-
2,0 годин та при температурі 400-450 °C протягом
3-3,5 годин з розсівом порошку на ситах після кож-
ної стадії термообробки.

Винахід відноситься до електротехнічної про-
мисловості і може бути використаний при виготов-
ленні катодів хімічних джерел струму (ХДС).

Відомі наступні способи виготовлення срібного
порошку з вмістом основної речовини 97% [Брауэр
Г., Руководство по неорганическому синтезу, М.,
"Мир", 1985, с.1086]:

А) осадження срібла з розчину азотнокислого
срібла лугом з додаванням цитрату натрію і сірча-
нокислого заліза;

Б) обробка розчину нітрату срібла підразин під-
ратом при нагріванні;

В) обробка розчину азотнокислого срібла тані-
ном з додаванням карбонату натрію при нагріванні
розчину;

Г) електророзпил срібла.

В усіх випадках утворюється дрібнодисперс-
ний осад (порошок) срібла з вмістом основної ре-
човини близько 97%.

Електроди, виготовлені із срібного порошку,
отриманого способами а) -г), мають низькі елект-
рохімічні характеристики, що зв'язано з високим
ступенем дисперсності речовини.

Найбільш близьким по технічній суті і резуль-
татах, що досягаються, є спосіб виготовлення срі-
бного порошку шляхом осадження оксиду срібла

лугом з розчину азотнокислого срібла, промивання
осаду, сушіння оксиду срібла, відновлення оксиду
до металевого срібла хімічним чи термічним спо-
собом [Карякин Ю.В., Ангелов И.И. Чистые хими-
ческие реактивы. М -Л., "Химия", 1974, с.336].

В обох випадках відновлення одержують сріб-
ний порошок, що може бути використаний для ви-
готовлення електродів ХДС.

Недоліком способу є низькі електрохімічні ха-
рактеристики порошку. Низькі електрохімічні ха-
рактеристики електрода, отриманого пресуванням
порошку на сітчасту основу, зв'язані з неоптима-
льним і неоднаковим складом порошку. Внаслідок
чого в процесі пресування порошку одержують
електрод з малою відкритою пористістю.

Задачею запропонованого винаходу є поліп-
шення електрохімічних характеристик порошку
шляхом оптимізації його гранулометричного скла-
ду. Поставлена задача вирішується тим, що в спо-
собі виготовлення срібного порошку, який полягає
в розчиненні металевого срібла в азотній кислоті,
осадженні оксиду срібла лугом, промиванні оксиду
срібла водою, сушінні, термообробки оксиду сріб-
ла, відповідно до винаходу термообробку порошку
проводять без попереднього сушіння в два етапи з
розсівом порошку на ситах після кожної термооб-

(13) C2

(11) 60062

(19) UA

робки: термообробка при температурі 200-250°C протягом 1,5-2,0 годин, термообробка при температурі 400-450°C протягом 3-3,5 годин.

Оптимальний гранулометричний склад порошку і структура поверхні окремих частинок утворюється за рахунок декількох факторів:

Термообробка оксиду срібла в діапазоні температур 200-250°C протягом 1,5-2,0 годин без попереднього сушіння приводить до формування високопористого шару порошку, у якому окремі частинки мають високорозвинену, дендритну структуру поверхні. Частинки з'єднані в шарі неміцно і легко розтираються. Такий порошок без залишку розсіюється на ситах.

Термообробка в діапазоні температур 400-450°C протягом 3-3,5 годин приводить до остаточного (повного) відновлення оксиду срібла і формування легко розсіюваного на ситах срібного порошку з високими електрохімічними характеристиками.

При термообробці висушеного оксиду срібла при температурах нижче 200°C процес формування частинок відбувається інакше. В результаті термообробки в шарі порошку залишаються невідновлені частинки оксиду срібла неоптимальної структури.

Термообробка оксиду срібла при температурах 400-450°C без попередньої термообробки в діапазоні температур 200-250°C протягом 1,5-2,0 годин приводить до спікання шару срібного порошку, неоптимального гранулометричного складу, високої міцності з'єднання частинок у шарі, труднощів розсіву порошку на ситах і низького виходу кінцевого продукту.

Суть запропонованого способу полягає в розчиненні металевого срібла в азотній кислоті, осадженні оксиду срібла, промивки водою та термообробці в два етапи: при температурі 200-250°C протягом 1,5-2,0 годин, та при температурі 400-450°C протягом 3-3,5 годин з розсівом після кожної стадії термообробки.

Приклад 1. 20г металевого срібла повністю розчиняють в азотній кислоті. Розчин азотнокислого срібла обробляють 20% розчином калійного лугу до pH=9. Осад оксиду промивають десятикратним об'ємом дистильованої води. Термообробку порошку проводять в два етапи з розсівом порошку на ситах після кожної термообробки: термообробка при температурі 200-250°C протягом 1,5-2,0 годин, термообробка при температурі 400-450 °C протягом 3-3,5 годин. Вихід порошку складає 96%.

Випробування: 5,1г порошку пресують на сітчасту основу розміром 40x75мм. Отриманий електрод заряджають струмом 1А в розчині гідроксиду калію густиною 1,4г/см³. Час повного заряду складає 112хв.

Приклад 2. /негативний/. Повторюють приклад 1 з тією різницею, що не проводять першу термообробку.

Вихід порошку складає 30%. Час повного заряду - 92хв.

Приклад 3. /негативний/. Повторюють приклад 1 з тією різницею, що не проводять другу термообробку.

Вихід порошку складає 90%. Час повного заряду - 70хв.

Спосіб реалізований на стандартному обладнанні.