Міністерство освіти і науки України

Луцький національний технічний університет
(повне найменування вищого навчального закладу)
Факультет митної справи, матеріалів, технологій та гостинності
(повне найменування факультету)
Кафедра матеріалознавства
(повна найменування кафедри)

КВАЛІФІКАЦІЙНА РОБОТА ЗА СТУПЕНЕМ ВИЩОЇ ОСВІТИ «БАКАЛАВР»

ПОРОШКОВІ ПРОНИКЛИВІ МАТЕРІАЛИ ДЛЯ РЕГЕНЕРАЦІЇ ПРОМИСЛОВИХ РІДИН /POWDER PERMEABLE MATERIALS FOR THE REGENERATION OF INDUSTRIAL FLUIDS.

спеціальність 132 Матеріалознавство
(шифр і назва спеціальності)

освітня програма «Матеріалознавство»
(назва освітньої програми)

Виконав: здобувач вищої освіти
групи ПМз-31
ЩЕРБАЧУК Артур Сергійович
(ПІБ студента)

_____
(підпис)

Керівник:
д.т.н., професор
Рудь Віктор Дмитрович

_____
(підпис)

Кваліфікаційну роботу
допущено до захисту
«___» _____ 20__ р.
Гарант освітньої програми:
к.т.н., професор
Кашицький Віталій Павлович

_____
(підпис)

Луцьк – 2026 року

ЛУЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Факультет митної справи, матеріалів та технологій
Кафедра матеріалознавства
Ступінь вищої освіти: бакалавр
Галузь знань: 13 Механічна інженерія
Спеціальність: 132 Матеріалознавство
Освітня програма: Індустріальний інжиніринг і менеджмент

ЗАТВЕРДЖУЮ
Завідувач кафедри

_____ Імбірович Н.Ю.

"03" січня 2026 року

З А В Д А Н Н Я
НА КВАЛІФІКАЦІЙНУ РОБОТУ ЗДОБУВАЧУ ВИЩОЇ ОСВІТИ

Щербачук Артур Сергійович
(прізвище, ім'я, по батькові)

1. Тема роботи Порошкові прочисливі матеріали для регенерації промислових рідин.

керівник роботи Рудь Віктор Дмитрович, д.т.н, професор
(прізвище, ім'я, по батькові, науковий ступінь, вчене звання)

затверджені наказом вищого навчального закладу від "31" 12 2025 року № 540/01-02

2. Строк подання здобувачем вищої освіти кваліфікаційної роботи «6» 06 2026 р.

3. Вихідні дані до роботи Проблема забруднення промислових рідин, відходи ВО „ВАТ Ковельсільмаш"

4. Зміст розрахунково-пояснювальної записки (перелік питань, які потрібно розробити) 1. Огляд літератури
2. Матеріали і методика досліджень. Повну характеристику вихідних матеріалів та обладнання та прилади

5. Перелік графічного матеріалу (з точним зазначенням обов'язкових креслень)
Мета та завдання роботи (1 л. А4); Аналіз матеріалів (1 л. А4); Обладнання та прилади (1 л. А4); Характеристика та обгрунт. шихтових матер. (1 л. А4); Прецеваль (1 л. А4); Спікан (1 л. А4); Властивості отр. матер. (1 л. А4); Досл. власт. мат. (1 л. А4); Виробничі випробування (1 л. А4); Технологія (1 л. А4); Висновки (1 л. А4).

6. Консультанти розділів роботи

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв
	Мисковець С.В. доцент каф. матеріалознавства	03.06.26	04.06.26

7. Дата видачі завдання «31» 12 2025 р.

КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН

№ з/п	Назва етапів кваліфікаційної роботи	Термін виконання етапів кваліфікаційної роботи	Примітка
	1. Розділ 1. Огляд літератури	05.05.2026	виконано
	2. Матеріали та методика дослідження	12.05.2026	виконано
	3. На підставі експериментальних даних рекомендувати технологію отримання ПТМ з використання порошків сталі 18Х2Н4	19.05.2026	виконано

Здобувач вищої освіти _____ Щербачук А.С.
(прізвище та ініціали)

Керівник кваліфікаційної роботи _____ Рудь В.Д.
(прізвище та ініціали)

АНОТАЦІЯ

Щербачук А.С. Порошкові проникливі матеріали для регенерації промислових рідин Рукопис.

Кваліфікаційна робота магістра ОП «Матеріалознавство» спеціальності 132 Матеріалознавство. Луцький національний технічний університет. Луцьк, 2026.

Кваліфікаційна робота бакалавра складається з вступу, трьох розділів, висновків, списку використаних джерел, додатків.

При розробці технологій утилізації відходів промислових виробництв використання енергозберігаючих методів є економічно перспективним напрямком. Використання у якості вихідних компонентів окалини ВАТ «Ковельсільмаш» та природних мінералів (сапонитів) є актуальною задачею У роботі розглянуто загальні аспекти методів утилізації промислових відходів технологіями порошкової металургії. Основна увага приділена енергозберігаючій технології СВС-синтезу. Запропонований склад шихти дозволяє отримувати пористий проникливий матеріал що володіє високими експлуатиційними характеристиками. Досліджено вплив технологічних показників горіння сумішей в режимі СВС-синтезу на властивості матеріалу.

Бакалаврська робота складається з графічної частини та пояснювальної записки.

Пояснювальна записка містить 45 сторінок формату А4, 21 рисунки, 3 таблиці та 35 літературних джерел. Графічна частина містить 10 листів формату А4 у додатку А.

Ключові слова: шихта, окалина, СВС синтез, технологія, матеріал.

					БР 3426.00.000 ПЗ		
Зм.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата			
Розробив		Щербачук			Порошкові проникливі матеріали для регенерації промислових рідин /powder permeable materials for the fluids regeneration of industrial.	Літ.	Арк. 3 / Аркушів 45
Перевірив		Рудь				ЛНТУ, кафедра матеріалознавства, гр. ПМз-31	
Н.контр		Мисковець					
Затв.		Імбірович					

ANNOTATION

Shcherbachuk A.S. Powder permeable materials for the regeneration of industrial fluids.

Manuscript.

Master's qualification work OP "Materials Science" specialty 132 Materials Science. Lutsk National Technical University.

Lutsk, 2026.

Bachelor's qualification work consists of an introduction, three chapters, conclusions, a list of sources used, and appendices.

When developing technologies for the utilization of industrial waste, the use of energy-saving methods is an economically promising direction. The use of scale of JSC "Kovelsilmash" and natural minerals (saponites) as starting components is an urgent task. The work considers general aspects of methods for the utilization of industrial waste using powder metallurgy technologies. The main attention is paid to the energy-saving technology of SHS-synthesis. The proposed composition of the charge allows obtaining a porous permeable material with high performance characteristics. The influence of technological parameters of combustion of mixtures in the SHS synthesis mode on the properties of the material was investigated.

The bachelor's thesis consists of a graphic part and an explanatory note.

The explanatory note contains 48 pages of A4 format, 21 figures, 3 tables and 35 references. The graphic part contains 10 sheets of A4 format in Appendix A.

Keywords: Charge, scale, SHS synthesis, technology, material.

ЗМІСТ

ВСТУП……...… 8

РОЗДІЛ 1. Огляд технічної літератури…….. 9

1.1. Технології отримання і і застосування пористих матеріалів…… 9

1.2. Накопичення відходів у машинобудуванні Україні……... 11

1.3. Самопоширюючий високо температурний синтез……... 15

1.4. Регенерація …… 15

Висновки та постановка задач на дослідження……..... 16

РОЗДІЛ 2. Матеріали, методика досліджень……. 18

2.1. Характеристика вихідних матеріалів…… 18

2.1.1. Порошок окалини сталі 18Х2Н4МА…….. 19

2.1.2. Порошок природного мінералу – сапоніту. ……

2.1.3. Порошок Al_2O_3…… 20

2.1.4. Пороутворювач карбамід $CO(NH2)_2$ …….. 21

2.2. Металографічні дослідження …….. 21

2.3. Методика визначення ефективності очищення рідин…… 23

2.4. Методика статистичної обробки. …… 23

РОЗДІЛ 3. Технологія отримання пористих проникливих матеріалів. ….. 25

3.1. Первинна обробка окалини сталі 18Х2Н4МА. …….. 32

3.2. Первинна обробка сапоніту. …… 33

3.3. Визначення компонентного складу шихти …….. 34

3.4. Технологія формування та спікання зразків……. 39

3.5. Дослідження властивостей пористостого матеріалу……. 41

3.6. Виробничі випробування…….. 43

Висновки…… 44

Список використаних джерел…….. 44

ВСТУП

У зв’язку з розвитком сучасної техніки до традиційних керамічних виробів в останні роки висуваються більш жорсткі вимоги, що вимагає необхідність створення нових матеріалів із заданим комплексом фізико-хімічних властивостей. До таких матеріалів відносять пористі керамічні матеріали, що повинні мати великий термін служби, високий тепловий опір, екологічну безпеку, пожежобезпечність, стійкість до побутових впливів, механічну міцність, простоту застосування та характеризуються низькою вартістю. Одним із передових методів отримання пористих проникливих керамічних і металокерамічних матеріалів є енергозберігаючий процес високотемпературного синтезу (СВС).

Аналіз літературних джерел свідчить про те, що останнім часом метод СВС широко використовується в області створення пористих керамічних матеріалів. Відомі роботи Г.А. Баглюка, В.В. Скорохода, Ю.Ю. Жигуца, В.Д. Рудя, Л.М. Самчук, В. І. Савуляка, E. Gordo, C. E. da Costa, E. Franco, S. A. Tsipas та ін.

На машинобудівних заводах у результаті різних технологічних операцій, утворюється велика кількість невикористаних відходів у вигляді стружки, відходів ливарного і ковальського виробництва, що містять оксиди заліза і легуючі елементи. Ці відходи на більшості підприємств не використовуються, а іноді є джерелами забруднення навколишнього середовища. Використання таких відходів для синтезу нових керамічних матеріалів із застосуванням СВС-процесу дозволяє покращити економічні показники та вирішити проблему утилізації відходів. Робота присвячена розробці та дослідженню технології виготовлення пористих керамічних матеріалів із відходів металообробного виробництва та природнього сорбенту – сапоніту із застосуванням СВС-спікання. Цей напрямок є актуальним оскільки дозволяє вирішити питання ресурсо- та енергозбереження, екологічної безпеки, має значний економічний ефект та спрямований на встановлення фізико-хімічних основ нової енергозберігаючої технології синтезу пористих керамічних фільтрувальних матеріалів багаторазового використання.

РОЗДІЛ 1
ОГЛЯД ТЕХНІЧНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1.1. Технології отримання і застосування пористих матеріалів

Порошкова металургія є одним із перспективних напрямів сучасного матеріалознавства, оскільки дає змогу створювати матеріали з удосконаленими або принципово новими властивостями та забезпечує економічно ефективне виробництво виробів різного функціонального призначення. Важливе місце серед таких виробів займають пористі проникні матеріали, які широко використовуються як фільтрувальні елементи для очищення рідких і газоподібних середовищ у різних галузях промисловості.

У сучасному виробництві питання ефективного очищення технологічних середовищ набуває особливої актуальності. Якісна фільтрація сприяє продовженню терміну експлуатації машин і обладнання, забезпечує стабільність перебігу технологічних процесів, покращує якість продукції та підвищує загальний рівень виробничої культури.

Фільтрувальні матеріали на основі порошків нержавіючої сталі виготовляють із застосуванням традиційних технологій порошкової металургії. Основною перевагою таких матеріалів є їх висока корозійна стійкість. Для отримання титанових фільтрів використовують практично весь спектр технологічних методів, характерних для виробництва виробів з металевих порошків. При виготовленні великогабаритних титанових фільтрів особливого поширення набув метод гідродинамічного пресування [1].

Для виробництва пористих фільтрів використовують металеві порошки різної форми частинок — як сферичної, так і неправильної — з розмірами від кількох мікрометрів до кількох міліметрів. Режими формування та спікання визначаються насамперед вимогами до пористості матеріалу, оскільки саме цей параметр суттєво впливає на його експлуатаційні властивості. Пористість забезпечує оптимальне поєднання міцності та проникності. Зі зменшенням пористості підвищується механічна міцність виробу, тоді як збільшення об’єму

пор сприяє покращенню проникності, проте супроводжується зниженням міцнісних характеристик.

Результати досліджень, присвячених використанню відходів механічної обробки сталі ШХ15, стали основою для розроблення технологій отримання порошкових матеріалів, придатних для виготовлення пористих проникних фільтрів [2]. Встановлено, що застосування порошків із більшими розмірами частинок забезпечує підвищену проникність матеріалу, тоді як використання дрібнодисперсних порошків дозволяє досягти більш високої тонкості очищення.

Аналіз літературних джерел свідчить про перспективність створення пористих проникних матеріалів з анізотропною структурою. Одним із традиційних способів їх виготовлення є мундштучне пресування, яке дозволяє отримувати вироби з пористістю до 65–70 %, що забезпечує достатньо високі показники проникності. Водночас цей метод має певні недоліки, пов’язані з виникненням розтягувальних напружень у поверхневих шарах заготовки через нерівномірний рух шихти вздовж осі виробу. У результаті після виходу матеріалу з калібрувального каналу можливе утворення тріщин.

У літературі розглянуто технологію пресування у закритих прес-формах. Недоліком цього способу є обмежена проникність готових виробів, оскільки підвищення ефективності очищення досягається шляхом зменшення пористості, особливо в місцях переходу між окремими шарами матеріалу.

Серед сучасних технологій особливий інтерес викликають методи вібраційного формування металевих порошків, частинок і волокон. Їх застосування дозволяє формувати матеріали з керованою структурою та заданим розподілом порового простору.

Порівняння існуючих способів виготовлення пористих матеріалів показує, що кожна технологія має як переваги, так і певні обмеження. Вибір конкретного методу залежить від вимог до експлуатаційних характеристик виробу, рівня енергетичних витрат, особливостей виробництва та його технологічного оснащення [2]. Одним із найбільш перспективних методів формування вважається ізостатичне пресування. Значний інтерес становить технологія сухого радіально-

ізостатичного пресування, у якій пресувальна форма ізолюється від робочої рідини [2]. Незважаючи на значну вартість обладнання, цей метод є економічно доцільним у серійному та масовому виробництві.

Дослідження підтверджують, що застосування сухого радіально-ізостатичного пресування дає можливість отримувати вироби зі змінною пористістю та різними розмірами пор у межах одного перерізу. Така структура забезпечує підвищення проникності та брудоємності фільтрів без погіршення показників тонкості очищення [2].

Отже, сучасний розвиток технологій виготовлення пористих проникних матеріалів спрямований на формування анізотропних структур із керованими характеристиками. Одним із найефективніших способів реалізації цього підходу є використання сухого радіально-ізостатичного пресування, що дозволяє поєднати високі показники проникності, міцності та ефективності фільтрації.

1.2. Накопичення відходів у машинобудуванні України

Особливу увагу дослідники приділяють питанням переробки окалини металургійного виробництва. У роботі [7-15] запропоновано спосіб очищення замасленої окалини від нафтопродуктів і вологи. Технологія базується на низькотемпературній обробці матеріалу високошвидкісним потоком продуктів повного згоряння палива в установці вихрового типу. Видалення мастил і води здійснюється шляхом їх сублімації під час нагрівання окалини до температури 400–450 °C в умовах відсутності кисню. Теплоносій формується в результаті факельного спалювання палива за мінімального надлишку повітря, що дозволяє практично повністю усунути присутність вільного кисню у відхідних газах та запобігти займанню парів мастила в реакторі.

Іншу технологію утилізації замасленої окалини розробив С. М. Кріпак [8]. Запропонований процес включає стадії згущення матеріалу, механічного зневоднення на стрічковому фільтрі з використанням одноразового намивного шару, термічного знемаслення у барабанній печі, механічної активації шляхом змішування з порошкоподібними в’яжучими компонентами, грануляції та

подальшого циклічного зміцнення гранул у пропарювальній камері з наступним накопиченням у бункерах. Перевагою цієї технології є можливість утилізації не лише шламів, а й пилоподібних відходів прокатного виробництва. Проте, незважаючи на технологічні переваги, широкого практичного застосування виготовлені з таких відходів брикети поки що не отримали.

Питанням утилізації металомістких відходів приділяють значну увагу також зарубіжні науковці. Проведені дослідження спрямовані на розроблення ефективних методів повторного використання відходів металургійного та машинобудівного виробництва, зниження екологічного навантаження на довкілля та підвищення ресурсоефективності промислових підприємств [9].

1.3. Самопоширюваний високотемпературний синтез

Розвиток сучасної техніки та технологій зумовлює постійне зростання потреби в матеріалах, здатних ефективно працювати в екстремальних умовах експлуатації. Такі матеріали повинні характеризуватися високою зносостійкістю, жароміцністю, а також стійкістю до дії агресивних газових і рідких середовищ за підвищених температур. Значною мірою цим вимогам відповідають тугоплавкі сполуки, до яких належать карбіди, нітриди, бориди, силіциди та оксиди. Широке застосування також знаходять тверді сплави й композиційні матеріали на їх основі, отримані методами самопоширюваного високотемпературного синтезу або металотермічними процесами.

Самопоширюваний високотемпературний синтез характеризується рядом суттєвих переваг. До них належать коротка тривалість процесу, високі температури реакційної зони, можливість регулювання процесів структуроутворення під час охолодження продуктів синтезу, широкий вибір вихідних компонентів та функціональних добавок, інтенсивна гомогенізація складу завдяки значному тепловиділенню, а також можливість впливу зовнішніх фізичних факторів на перебіг реакції.

Початок досліджень у галузі СВС припадає на 1967 рік, коли було експериментально встановлено явище самостійного поширення фронту горіння в

сумішах порошків тугоплавких елементів і сплавів. На початку 1980-х років розвиток цього напряму розпочався і за межами колишнього СРСР. Перші дослідження проводилися у Сполучених Штатах Америки під керівництвом Дж. Крайдера в межах програми DARPA. Майже одночасно активні роботи були розгорнуті в Японії під керівництвом професора М. Койзумі, де було створено спеціалізовану асоціацію та організовано широкомасштабні дослідження в університетах і промислових компаніях. Сьогодні дослідження процесів СВС проводяться в багатьох країнах світу [15].

Основою методу є екзотермічна взаємодія металів із бором, вуглецем, азотом, кремнієм та іншими елементами, що супроводжується значним виділенням теплоти й високими значеннями енергії активації. Завдяки цьому реакція може поширюватися у вигляді вузької високотемпературної зони через попередньо нагріту суміш реагентів. Як вихідні компоненти використовують порошки металів, зокрема титану, цирконію, гафнію, ванадію, ніобію, танталу, молібдену та вольфраму. Неметалеві компоненти можуть перебувати у твердому, рідкому або газоподібному стані. У результаті реакції утворюються тугоплавкі сполуки, які за температур синтезу переважно залишаються у твердому стані.

В зв'язку з цими особливостями реалізується можливість протікання реакції взаємодії у вузькій зоні, що проходить по нагрітій суміші реагентів. Загальна хімічна схема процесу має вигляд [15]:

$$\sum_{i=1}^{m} a_i X_i + \sum_{i=1}^{n} b_i Y_i = Z \qquad (1.1)$$

Елементи «X» – порошки металів (Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Mo, W),

«Y» − елемент (B, C, N, Si, S, Je, Al), який використовують в порошкоподібному, рідкому або газоподібному станах, а продукт «Z» є тугоплавким і при температурі процесу знаходиться зазвичай в твердому стані (бориди, карбіди, нітриди, силіциди).

Хімічна взаємодія елементів протікає в конденсованій фазі також у випадку, якщо один із реагентів знаходиться в газоподібному стані.

Залежно від агрегатного стану реагентів розрізняють кілька різновидів СВС-процесів. Найбільш поширеним є горіння сумішей металевих і неметалевих порошків у вакуумі або інертному середовищі. Також застосовують процеси горіння металевих порошків у газоподібному чи рідкому окиснювачі. Практична реалізація технології може здійснюватися в різних режимах. Зокрема, синтез проводять у герметичних реакторах, об'єм яких майже повністю заповнений шихтою. Іншим варіантом є проведення процесу під високим тиском інертних або реакційно активних газів, що дозволяє отримувати, наприклад, нітрид титану. Додатково після завершення реакції може застосовуватися ущільнення матеріалу, яке поєднує переваги гарячого пресування та високотемпературного синтезу [16,17].

Найбільше поширення самопоширюваний високотемпературний синтез отримав у технологіях створення нових матеріалів. Водночас він використовується і в інших галузях, зокрема в піротехніці для виготовлення безгазових тепловиділяючих елементів, у металургії для виробництва спеціальних лігатур і шихтових матеріалів, у космічному матеріалознавстві для дослідження нових режимів горіння та формування структур, а також у наукових дослідженнях, пов'язаних із фазовим аналізом, калориметрією та вивченням процесів горіння.

Використання матеріалів, отриманих методом СВС, забезпечує високу економічну ефективність завдяки простоті технології та високій якості кінцевої продукції. Це створює передумови для розроблення сучасних конструкційних матеріалів із доступної сировини із застосуванням прогресивних технологічних рішень.

Самопоширюваний високотемпературний синтез належить до перспективних методів отримання матеріалів із високими експлуатаційними характеристиками. Поєднання високої продуктивності процесу, можливості використання недорогої сировини та широкого спектра одержуваних матеріалів робить цей метод ефективним інструментом для створення сучасних конструкційних і функціональних виробів із заданими властивостями.

1.4. Регенерація

Регенерація промислових рідин являє собою комплекс технологічних операцій, спрямованих на відновлення початкових характеристик відпрацьованих робочих середовищ з метою їх повторного використання у виробництві. Застосування таких технологій дозволяє суттєво скоротити споживання нових матеріалів, зменшити обсяги промислових відходів і знизити негативний вплив виробництва на навколишнє середовище.

У виробничій практиці регенерації підлягають мастильно-охолоджувальні рідини, гідравлічні масла, технологічні розчини, промивні води, електроліти та органічні розчинники. Під час експлуатації в них накопичуються механічні домішки, продукти корозії, залишки мастильних матеріалів, солі, мікроорганізми та інші забруднювачі, що негативно впливають на експлуатаційні властивості й ефективність технологічних процесів.

Для відновлення якості таких середовищ використовують механічні, фізико-хімічні, хімічні та біологічні методи очищення. До механічних способів належать відстоювання, фільтрування, центрифугування та сепарація. Особливе значення має фільтрація через пористі матеріали, яка забезпечує ефективне вилучення твердих частинок різних розмірів. Для цього застосовують металеві, керамічні та мінеральні фільтри, що характеризуються високою міцністю, термостійкістю та можливістю багаторазового відновлення.

Фізико-хімічні методи включають адсорбцію, коагуляцію, флотацію, іонний обмін і мембранні процеси. Для адсорбційного очищення широко використовують активоване вугілля, цеоліти, бентоніти, сапоніти та інші сорбційні матеріали природного або штучного походження. Мембранні технології забезпечують ефективне видалення колоїдних частинок, органічних сполук і розчинених солей, що дозволяє досягати високого ступеня очищення рідин.

Хімічні методи регенерації ґрунтуються на реакціях нейтралізації, окиснення, відновлення та осадження забруднювальних речовин. Такі процеси широко використовуються для очищення електролітів, травильних розчинів і стічних вод гальванічних виробництв. Біологічні методи передбачають

застосування мікроорганізмів, здатних розкладати органічні забруднювачі та зменшувати їх концентрацію у водному середовищі.

Ефективність регенерації визначається рівнем відновлення функціональних властивостей рідини, економічною доцільністю процесу та можливістю її повторного використання. Упровадження сучасних технологій очищення сприяє раціональному використанню ресурсів, підвищенню екологічної безпеки підприємств і реалізації принципів циркулярної економіки [11-14].

Дослідження у сфері очищення та повторного використання промислових рідин активно проводяться в усьому світі. Особливий інтерес викликають мембранні технології [11], які демонструють високу ефективність під час очищення виробничих і нафтовмісних стічних вод. Значна увага приділяється також питанням вилучення цінних компонентів зі стічних вод та відновленню відпрацьованих мастильних матеріалів за допомогою адсорбційних методів із використанням активованого вугілля, кізельгуру та інших сорбентів.

Висновки та постановка задач на дослідження

Проведений аналіз літературних джерел свідчить про актуальність розроблення пористих проникливих матеріалів, які поєднують високі експлуатаційні характеристики з економічністю виробництва. Встановлено, що одним із найбільш перспективних способів їх отримання є застосування самопоширюваного високотемпературного синтезу. Перевагами цього методу є використання хімічної енергії реакції замість зовнішніх джерел нагрівання, спрощення технологічного циклу, скорочення кількості виробничих операцій, підвищення швидкості процесів завдяки значному саморозігріванню реакційної системи та можливість організації безперервного виробництва.

Важливим аспектом створення пористих фільтрувальних матеріалів є формування їхньої структури. Основними параметрами, що визначають ефективність таких матеріалів, є форма, розміри та розподіл пор у структурі, оскільки саме вони безпосередньо впливають на проникність і фільтраційні властивості виробів.

Мета і задачі дослідження. *Мета роботи* – розробка складу, параметрів технологічного процесу виготовлення та дослідження фізико-механічних і експлуатаційних властивостей пористих керамічних матеріалів з відходів кувально-штампувального виробництва та природнього мінералу сапоніту.

Для досягнення поставленої мети необхідно вирішити наступні задачі:

– розробити методику експериментальних досліджень СВС-процесів на основі відходів кувально-штампувального виробництва ПАТ «Ковельсільмаш» та природнього мінералу – сапоніту Ташківського родовища Хмельницької області;

– запропонувати технологію виготовлення пористих керамічних матеріалів шляхом експериментального визначення оптимального складу шихти, силових параметрів формування зразків та параметрів процесу спікання в режимі СВС-синтезу;

– дослідити особливості формування структури пористих керамічних матеріалів з використанням порошків окалини сталі 18Х2Н4МА, природнього мінералу – сапоніту, порошку Al_2O_3 та пороутворювачів різного хімічного складу;

– оцінити експлуатаційні та фізико-механічні характеристики пористих керамічних матеріалів на основі порошків окалини сталі 18Х2Н4МА, природнього мінералу – сапоніту, порошку Al_2O_3;

– визначити сферу застосування пористих керамічних матеріалів та оцінити економічну ефективність його використання.

Об’єкт дослідження – порошкова система «окалина сталі 18Х2Н4МА – природний мінерал сапоніт та порошок Al_2O_3».

Предмет дослідження – спечена суміш та технологія виготовлення пористих керамічних матеріалів із відходів металообробки та сапоніту із застосуванням СВС-процесів.

РОЗДІЛ 2
МАТЕРІАЛИ, МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕНЬ

2.1. Характеристика вихідних порошків

2.1.1. Порошок окалини сталі 18Х2Н4МА.

Окалина легованої сталі 18Х2Н4МА містить у якості легуючих елементів 18% хрому, 2% нікелю і 4% молібдену. Фазовий склад окалини: 58–59% оксиду заліза, 40–48% залізо (ферит) і 1,5–2,0% оксиди легуючих елементів. Процес гарячої обробки сталі, що супроводжується утворенням окалини, короткочасний, і ферит не зазнає внутрішнього окислення. На рисунку 2.1 наведено зовнішній вигляд окалини сталі 18Х2Н4МА (а, б). та кристалічна гратка (в) окалини сталі 18Х2Н4МА. а) б)



а) б)

Рис. 2.1. а – зовнішній вигляд окалини сталі 18Х2Н4МА; б – зовнішній вигляд окалини сталі 18Х2Н4МА при збільшенні х 200.

Дифрактограма порошкової суміші окалини сталі 18Х2Н4МА наведена на рисунку 2.2. На дифрактограмі представлено два графіки: нижній – стандартний, вибирається із міжнародної бази даних відповідно до першого матеріалу, верхній – відображає результати проведення аналізу даного матеріалу. По осі Х відображається кут повороту зразка 2Ѳ, по осі Y – інтенсивність відбивання рентгенівського променя зразком.

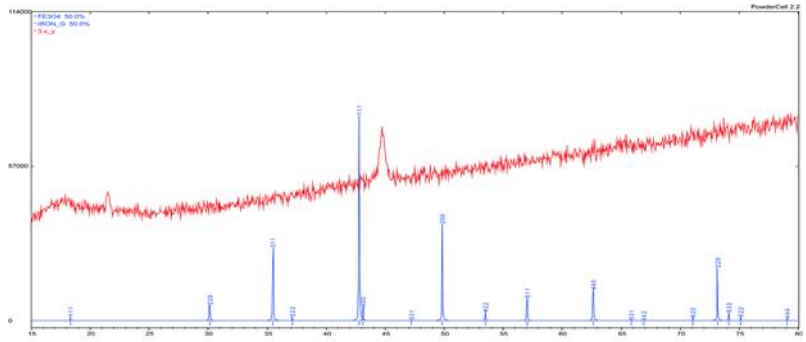


Рисунок 2.2. Дифрактограма порошкової суміші окалини сталі 18Х2Н4МА

Результати дослідження показали наявність оксиду заліза – Fe3O4, що свідчить про придатність окалини для реакції СВС. Порошок окалини сталі 18Х2Н4МА складається з часток голчастої форми. Хімічний спектральний аналіз порошків проводився в лабораторії Інституту проблем матеріалознавства імені І.М. Францевича. Для дослідження взято проби окалини сталі 18Х2Н4МА кувально-штампувального виробництва ТОВ «ВО Ковельсільмаш».

2.1.2. Порошок природного мінералу – сапоніту.

Вивченням властивостей сапонітової глини займалися такі вітчизняні вчені, як: А. Я. Ганзюк, Н. М. Гулієва, І. В. Луцюк, В. Т. Погрідний, К. Б. Сорокіна, В. В. Співак, R. A. Schoonheydt [19–22].

Хімічний склад трьох шарів, зовнішній вигляд та структура сапоніту Ташківського родовища Хмельницької області досліджені та визначені Н. М. Гулієвою [21].

У роботі [22] також наведені дослідження густини сапоніту – 3,05–3,15 кг/м3; насипної маси – 0,96 кг/м3; гранулометричного складу – >2 мм – 5%; 1–2 мм – 32%; 0,5 1,0 мм – 9%; 0,25–0,5 мм – 14%; 0,1–0,25 мм – 11%; < 0,1 мм – 9 %; колоїдності – 11,7 – 12,2 %; вологості – 10–12 %.



а) б)



в)

Рисунок. 2.3. Загальний вигляд порошку природного мінералу сапоніту: а – перший шар; б – другий шар; в – третій шар

2.1.3. Порошок Al_2O_3

Порошок Al_2O_3 – білий аморфний порошок, молекулярна маса – 101,96; густина – 3,97 г/ см3; температура плавлення – 2053°С; температура кипіння – 3000 °С. На рисунку 2.4 показано зовнішній вигляд порошку Al_2O_3 (а) та його структуру (б). а) б)



а) б)

Рис. 2.4. Зовнішній вигляд порошку Al_2O_3 (а) та його структура (б)

2.1.4. Пороутворювач карбамід CO (NH2)2

Карбамід CO(NH2)2 – у чистому вигляді являє собою безбарвні кристали з густиною 1,335 г/см3 і температурою плавлення 132,4°C (405,4 К). Технічний карбамід – білі або жовтуваті кристали, що мають форму голкоподібних ромбічних призм; його насипна вага коливається в межах 0,52–0,64 ТМ3 (залежно від вологості). У чистому карбаміді міститься 46,6% азоту або, у перерахунку на аміак, 56,7%. Стандартна ентальпія утворення ΔH (298 К, кДж/моль): – 333,3 (т). Стандартна енергія Гіббса ΔG (298 К, кДж/моль): – 197,3 (т). Стандартна ентропія утворення S (298 К, Дж / моль К): 104,67 (т). Стандартна мольна теплоємність Ср (298 К, Дж / моль К): 93,198 (т).

Загальний вигляд карбаміду зображено на рисунку 2.5.



Рисунок. 2.5. Загальний вигляд карбаміду CO $(NH_2)_2$

2.2. Металографічні дослідження.

Металографічні дослідження є важливим етапом аналізу матеріалів, отриманих методом СВС. Аналіз морфології, взаємного розташування та кольору окремих фаз дозволяє встановити фазовий склад композиту та оцінити особливості формування його структури [21]. Для підготовки шліфів зразки поміщали в оправки та просочували епоксидною смолою із застосуванням циклічного вакуумування. Після полімеризації смоли зразки розрізали алмазним кругом, а поверхню шліфували абразивними шкурками та алмазними пастами різної зернистості. Остаточне полірування виконували із використанням водної суспензії оксиду хрому. Підготовлені шліфи досліджували за допомогою оптико-

програмного комплексу Micro-optik, який складається з мікроскопа eScope, програмного забезпечення Smart-eye та персонального комп'ютера. Використання калібрувальної лінійки дозволяло з високою точністю визначати геометричні характеристики структурних елементів матеріалу, зокрема площу, периметр, ширину, висоту та форму пор і частинок. Мікроструктурний аналіз отриманих шліфів проводили за допомогою оптико-програмного комплексу Micro-optik (рисунку 2.6).

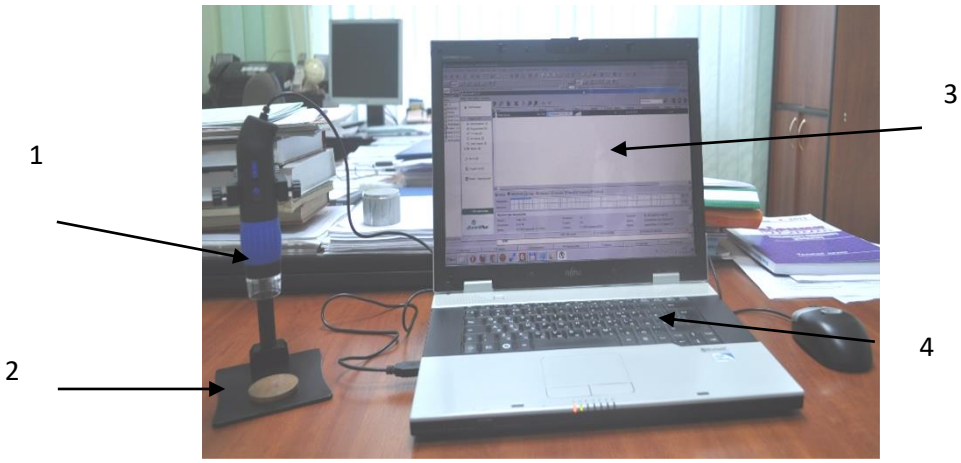


Рисунок 2.3 – Оптико-програмний комплекс Micro-optik для визначення морфології та структури матеріалів: 1 – мікроскоп eScope; 2 – шліф досліджуваного матеріалу; 3 – інтерфейс програми Smart-eye; 4 – персональний комп'ютер

Комплекс Micro-optik складається із мікроскопа eScope, за допомогою якого вводяться структурні характеристики зразків через програмне забезпечення Smart-eye у персональний комп'ютер. З метою калібровки мікроскопа на конкретному рівні збільшення використовується калібрувальна лінійка, що дає змогу в автоматичному режимі з великою точністю визначати наступні параметри: периметр частки або пори, площу частки або пори, розміри та форми часток,їх ширину і висоту [22].

2.3. Методика визначення ефективності очищення рідин.

Ефективність роботи фільтрувальних матеріалів оцінювали за комплексом показників, основними з яких є ступінь очищення рідин, пропускна здатність та гідравлічний опір. Пропускна здатність характеризували як об'єм рідини, що проходить через одиницю площі фільтрувального матеріалу за одиницю часу. Гідравлічний опір визначали за різницею тисків до та після проходження рідини через фільтрувальну перегородку. Ступінь очищення рідини встановлювали за залишковою кількістю домішок після фільтрування. Концентрацію домішок у рідині до та після очищення визначали ваговим методом шляхом попереднього зважування фільтрувального паперу.

2.4. Методика статистичної обробки.

Щоб отримати достовірні дані кожен дослід повторювали 3-5 рази. Метод статистичної обробки використовували таким чином [23]:

– перевірка зразка на відсутність систематичних похибок та аналіз результатів, що дуже відрізняються;

– оцінка результатів випробувань, що проведені в однакових умовах та з рівною точністю, для кожної експериментальної точки:

а) вибіркове середнє значення механічної характеристики: ;

$$\bar{X} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} x_i \qquad (2.1)$$

б) вибіркове середньоквадратичне відхилення характеристики механічних властивостей:

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}\left(x_i - \bar{X}\right)^2}, \qquad (2.2)$$

де – x_i значення механічної характеристики окремих зразків; n – кількість випробувань зразків.

– визначення інтервалу дійсного значення механічної величини, що вивчається: ,

$$\left(a-\bar{X}\right)<\varepsilon=\frac{t(p,k)S}{\sqrt{n}} \qquad (2.3)$$

де – симетрична оцінка, яка залежить від імовірності та кількості вимірювань n;

p – параметр розподілу Стьюдента, який нормований і встановлюється за таблицями;

a – дійсне значення вимірюваної величини;

$k=(n-1)$ – кількість ступенів вільності. Визначення характеристик стабільності механічної характеристики, що вивчається коефіцієнтом варіації:

$$V=\frac{S}{\bar{X}} \qquad (2.4)$$

коефіцієнтом стабільності: .

$$C=1-tV \qquad (2.5)$$

Коефіцієнт стабільності враховує природний розсів механічної характеристики при визначеному методі випробувань та може використовуватися для визначення із заданою надійністю розрахункового значення механічної характеристики: .

$$X_{розр}=C\bar{X} \qquad (2.6)$$

Щоб визначити достовірну оцінку механічної характеристики із точністю необхідну кількість зразків визначаєм за таблицями з регламентованими параметрами залежно від необхідної надійності p та співвідношення $q=\varepsilon/S$, де середньоквадратичне відхилення орієнтовно визначається за результатами попередніх випробувань. Статистична обробка результатів випробування проводилася за допомогою програми STATISTICA [24].

РОЗДІЛ 3.
ТЕХНОЛОГІЯ ОТРИМАННЯ ПОРИСТИХ ПРОНИКЛИВИХ МАТЕРІАЛІВ.

3.1. Первинна обробка окалини сталі 18Х2Н4МА

Вибір методу та матеріалів для виготовлення порошкових (пористих) заготовок та деталей залежить від їх типорозмірів, вимог до фізико-механічних та функціональних призначень, розмірної точності, пропускної здатності, пористості. Зважаючи на те, що одним з основних компонентів для виготовлення пористого матеріалу було запропоновано використовувати відходи машинобудівного виробництва (окалина сталі 18Х2Н4МА кувально-штампувального виробництва ПАТ «Ковельсільмаш») доцільним є проведення досліджень властивостей даної сировини та розробка технологій попередньої її підготовки. Використання саме окалини обґрунтовується тим, що вартість таких порошків на 65...75% нижча вартості стандартних порошків оксиду заліза. Використання відходів виробництва позитивно впливає на екологічний стан ґрунтів та водойм, так як відбувається мінімізація місць захоронення металевих відходів. Процес отримання пористих проникних матеріалів методами порошкової металургії складається із трьох послідовних операцій: приготування шихтової суміші, формування виробів з необхідними геометричними параметрами та спікання або синтез [91, 92]. Оскільки в роботі використані відходи машинобудування та природні мінерали у технологічний процес були включені операції їх попередньої підготовки.

Сушіння

Необхідність просушування окалини зумовлена тим, що вона в залежності від умов виробництва завжди відповідає стандартам і технічним умовам, має різні значення фізичних і технологічних параметрів. Властивості окалини можуть змінюватися в процесі зберігання за рахунок окиснення, та адсорбційного поглинання вологи. Окалина, хоч і є вторинним продуктом гарячо-штампувального виробництва, однак, володіє відносно високою вологістю та

вмістом мастильних речовин. Для того щоб видалити вологу та мастило окалина сталі просушувалась протягом 2-х годин при температурі 230 °С (503 К) в електропечі марки СНОЛ 6/11.

Подрібнення

Окалина – сіра залізовмісна речовина пластинчастої форми з гострими кутами. Товщина окалини коливається від 50…200 мкм, а площа 50…5000 мкм2. Повідомляється, що розмір часток реагентів для найбільш продуктивного проходження СВС-процесу – 50…200 мкм. Виходячи з того, що вихідним продуктом буде пористе тіло з пористістю 16–18% оптимальний розмір реагентів – 100–200 мкм [93].

Саме тому, необхідно проводити первинну переробку окалини, а саме її подрібнення. Для визначення оптимальних режимів подрібнення було проведено комплекс досліджень, які полягають у визначенні гранулометричного складу та форми подрібненого порошку окалини протягом різних інтервалів часу. Подрібнення проводили у вібраційному барабанному млині із зміщеною віссю обертання. Час подрібнення становив 30, 60, 120 та 180 хвилин. Для достовірності отриманих результатів для кожного з інтервалів часу було досліджено по три проби. Оскільки окалина є крихким матеріалом при подрібненні дотримувались режиму вільного падіння. Необхідна частота обертання барабана визначалась за формулою [94]:

$$n_{роб} = (0{,}6...0{,}8) n_{кр} \text{ об/хв}, \tag{3.1}$$

де $n_{кр} = \frac{42{,}4}{\sqrt{D_{вн}}}$ – критичне число обертань барабана, об/хв;

$D_{вн}$ – внутрішній діаметр корпусу барабана, см. Розмір кульок для подрібнення становив Ø 18 мм і розраховувався за емпіричною формулою: ,

$$D_к = 4{,}8(\lg d_р) d_в \tag{3.2}$$

де $d_в$ – вихідний діаметр частинок, мм; – розмір частинок після подрібнення, мм.

Маса завантаження матеріалу визначалась зі співвідношення маси кульок до маси порошку та становила 0,75:1. Ступінь подрібнення контролювалося визначенням гранулометричного складу на всіх етапах подрібнення.

На рисунку 3.1. показано загальний вигляд окалини після 1 години подрібнення.



а) б) в)

Рисунок 3.1. Загальний вигляд зразків окалини після 1 години подрібнення при збільшенні х 50: а – окалина фракції 1000–1200 мкм; б – окалина фракцією 400–315 мкм; в – окалина фракції 200–160 мкм.

Як видно з рисунку 3.1. частинки окалини мають пластинчасту форму товщиною 100–200 мкм з гострими краями та сильно розгалуженою поверхнею. Наявність виступів та нерівностей призводить до підвищення міжчасткового тертя між частинками та зменшує насипну густину. При компонуванні порошку такої форми з порошком меншої дисперсності підвищується насипна густина та ступінь змішування. Це відбувається за рахунок розподілу менших частинок поміж більшими. Результати експериментальних досліджень гранулометричного складу представленні в таблиці 3.1.

Таблиця 3.1 Гранулометричний склад окалини

№ проби	Розмір сита, мм								
	1	0,63	0,4	0,315	0,2	0,16	0,1	0,063	Дно
30 хвилин									
I	23,66	19,0	23,48	7,43	11,57	6,22	3,37	1,33	0,12
II	19,64	20,22	25,45	8,92	12,63	5,38	2,2	0,27	0,17
III	21,3	20,72	22,97	6,42	10,93	7,15	4,36	0,38	0,09
Середнє	21,53	19,98	23,96	7,59	11,71	6,25	3,31	0,66	0,12
60 хвилин									
I	1,7	11,86	28,58	11,66	20,2	4,98	7,83	4,18	2,8
II	1,65	10,3	26,97	10,28	21,43	5,32	8,35	6,96	3,74
III	2,87	8,53	27,15	12,69	22,89	5,48	7,79	6,11	4,39
Середнє	2,07	10,23	25,56	11,37	21,5	5,26	7,99	5,73	3,64

На рисунках 3.2, 3.3. наведено графіки розподілу частинок окалини після розмелювання протягом 30, 60 хвилин відповідно.

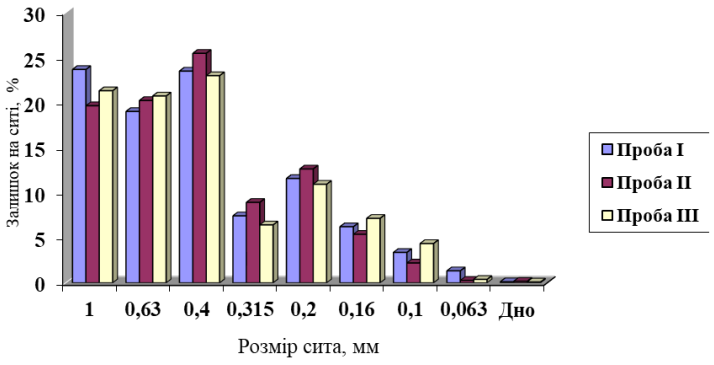


Рисунок 3.2. Гранулометричний склад окалини в результаті подрібнення в кульовому млині протягом 30 хвилин

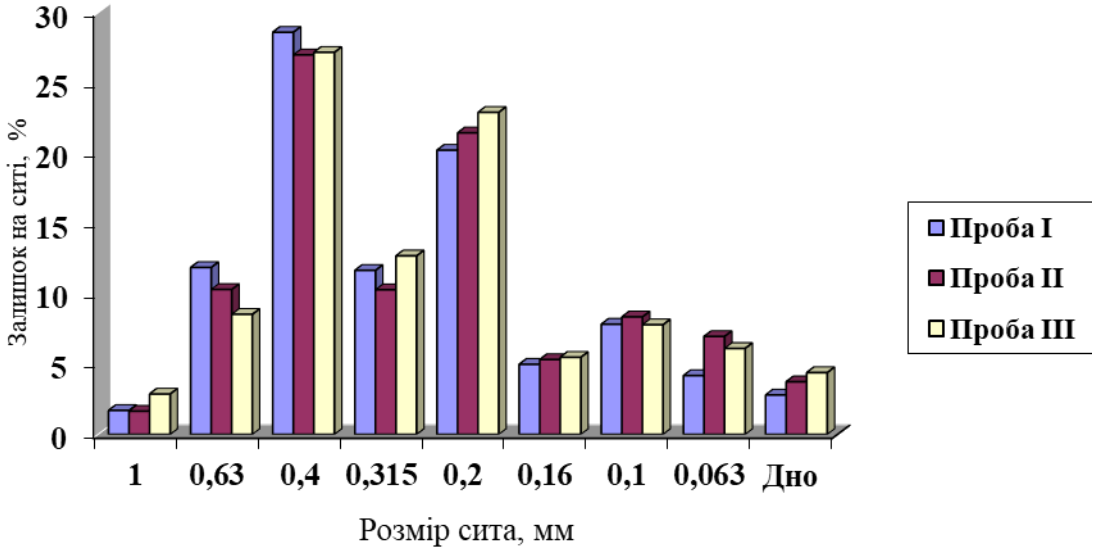


Рисунок. 3.3. Гранулометричний склад окалини в результаті подрібнення в кульовому млині протягом 60 хвилин.

З рисунків 3.2, 3.3 видно, що незалежно від часу подрібнення найбільше масової частки окалини розміром 0,4 мм. Зі збільшенням часу подрібнення з 30 до 60 хвилин зменшується частка розміром 1 та 0,63 мм, а частки розміром 0,4 мм збільшуються.

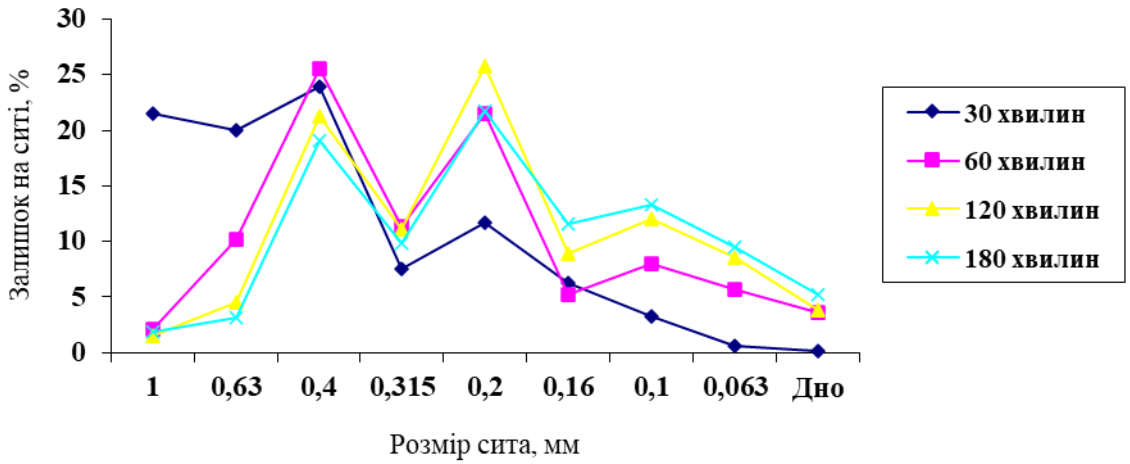


Рисунок 3.4. Залежність розподілу частинок порошку окалини від часу подрібнення

Просіювання

Найбільш поширеним способом визначення гранулометричного складу продуктів подрібнення є ситовий аналіз. Просіювання здійснювали у віброситі моделі 029 №124–85. Використовували сита із діаметром отворів: d – 1 мм, 0,63 мм, 0,4 мм, 0,315 мм, 0,2 мм, 0,16 мм, 0,1 мм, 0,063 мм. Конструктивну схему набору лабораторних сит зображена на рисунку 3.5, а). Зважування проводили на аналітичній електронній вазі рисунок 3.5. б)



а)



б)

Рисунок 3.5. Загальний вигляд: а – набір сит, б – анаблітична вага

У процесі обробки порошок транспортується по ситу, одночасно здійснюючи коливання у вертикальному напрямку. При цьому відбувається розсівання порошку. У процесі просіювання отриманий продукт з 9-ти різних фракцій.

Магнітна сепарація

Магнітну сепарацію проводили для вилучення неметалевої складової порошку окалини сталі за допомогою магнітного сепаратора марки ЭСШ–100, в якому передбачено регулювання швидкості переміщення матеріалу, що сепарується по робочій поверхні. Загальний вигляд установки представлено на рисунок 3.6.



Рисунок. 3.6. Магнітний сепаратор ЭСШ–100

Для визначення кількості вмісту неметалевих включень у порошку окалини було відібрано вісім партій масою 1 кілограм та фракцією 1; 0,63; 0,4; 0,315; 0,2; 0,16; 0,1; 0,063 мм відповідно. Вміст неметалевих домішок для різних фракцій порошку окалини наведено на рисунку 3.7.

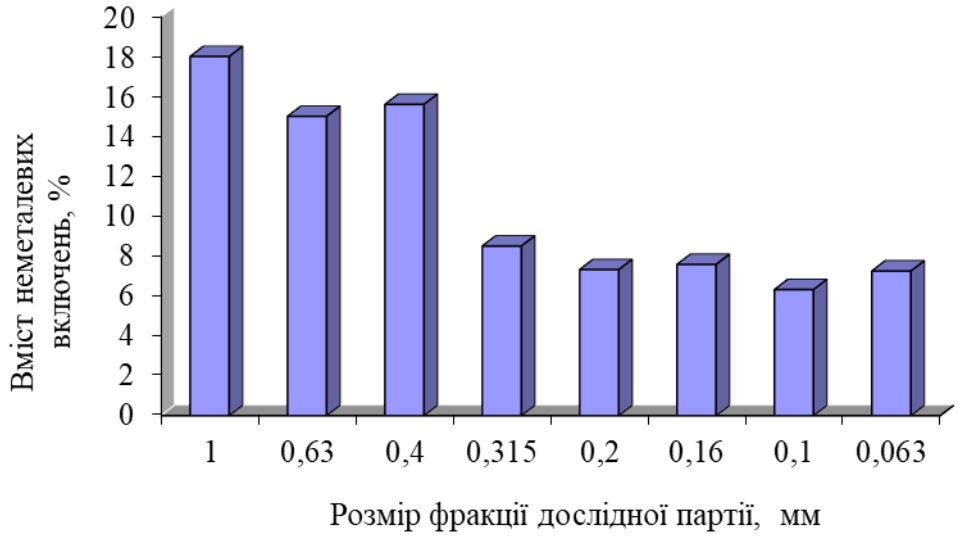


Рисунок. 3.7. Вміст неметалевих включень у порошку окалини різної фракції

Як видно з рисунку 3.7 найбільше неметалевих домішок у партіях з фракцією більше 0,4 мм, це пояснюється тим, що домішки присутні у первинній сировині менше здатні до подрібнення.

3.2. Первинна обробка сапоніту

У зв'язку із великими запасами сапоніту постає питання у розширенні областей його застосування. Саме тому, визначення способів застосування сапонітової глини є актуальним та досить перспективним напрямком. Під час дослідження фізико-хімічних процесів, що проходять у глинистих масах із додаванням сапонітової породи під час їх нагрівання встановлено, що додавання сапонітової породи до глинистої маси змінює характер отриманої структури. Так, введення 10–50 % сапонітової породи супроводжується зниженням температури початку пластичних деформацій на 30–50 °С (303 –323 К), а також спостерігається зміщення аномальної ділянки на кривій в'язкості, характерній для глини, в область нижчих температур.

Зважаючи на ці властивості використання сапоніту в якості глинистого включення в шихту для ППМ є доцільним та обґрунтованим.

Сушіння

Сапоніт, який використовується безпосередньо із родовища, має підвищену вологість 30–40 %. У такому стані сапоніт – в'язка пластична речовина. Для рівномірного подрібнення відносна вологість глини не повинна перевищувати 8–10%. Для зменшення вологості сапонітову глину просушували у сушильній шафі марки СНОЛ 3,5 протягом 2-х годин при температурі 150 °С (423 К).

Подрібнення.

Автори роботи дослідили [53], що середній розмір порошку сапоніту для отримання пористого тіла – 100–63 мкм. Для визначення режимів подрібнення з максимальним виходом порошку потрібної фракції було проведено дослідження зміни дисперсності порошку в залежності від режимів подрібнення. Результати досліджень наведено на рисунку 3.8.

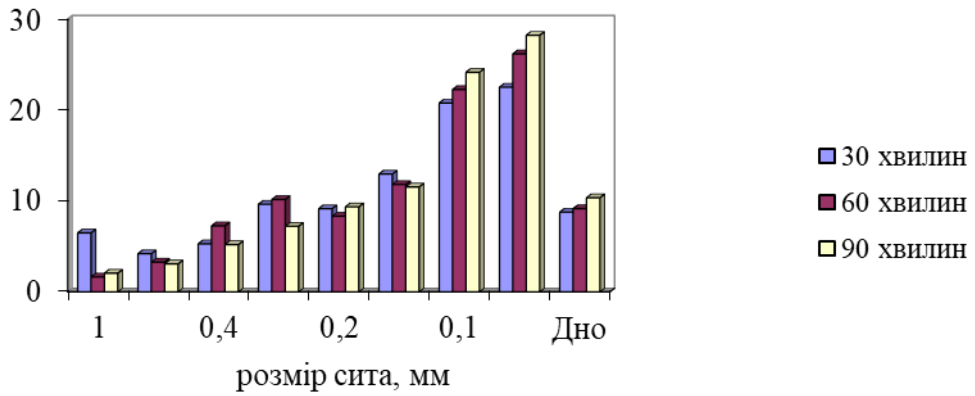


Рисунок. 3.8. Залежність розподілу частинок порошку сапоніту від часу Подрібнення.

3.3. Визначення компонентного складу шихти.

Велике значення для отримання якісних виробів має підбір шихтових матеріалів.. У якості вихідних матеріалів були взяті наступні матеріали: окалина сталі 18Х2Н4МА, порошок оксиду алюмінію Al_2O_3 ТУ (48-5-22-87), природний мінерал – сапоніт Ташківського родовища та пороутворювач СО $(NH2)_2$. Співвідношення компонентів шихти зведено в таблиці 3.2.

Таблиця 3.2. Співвідношення компонентів шихти.

№ зразка	Сапоніт	Al_2O_3	Окалина Fe_3O_4	Пороутворювач СО $(NH2)_2$
	Масова частка, %			
1	25	30	35	10
2	25	35	30	10
3	**30**	**30**	**30**	**10**

Формування зразків здійснювалось у різному співвідношенні компонентів. При пресуванні таких сумішей було виявлено нерівномірну структуру та

крихкість зразків (рисунок 3.9, а). З метою отримання бездефектних зразків при низьких тисках пресування використано в якості зв'язуючого клею КМЦ-Н ТУ 6-15-1077-92 в кількості 10% від загальної маси шихти. Зразок без клею (а) та з додаванням клею (б), спресований при однаковому співвідношенні компонентів та тиску пресування 25 МРа, представлений на рисунку 3.9.

Як видно з рис. 3.10, а, що без додавання клею, зразок розшаровується та коробиться а) б).



а) б)

Рисунок. 3.9. Сформовані зразки: а – без додавання клею; б – з додаванням клею.

Змішування порошків вихідних компонентів здійснювалось у кульовому млині з набором стальних кульок Ø 20 мм. Змішування проводили протягом 2-х години до утворення однорідної маси. Після змішування до суміші порошків додавали клей КМЦ-Н ТУ 6-15-1077-92 в кількості 10% від загальної маси шихти та повторно змішували протягом 1 години. Готову суміш сушили 1 годину при температурі 50 °С (323 К), після чого проводили повторне подрібнення шихти з метою роздрібнення склеєних часток порошку. За такої схеми підготовки шихта володіє високим ступенем спресованості за низьких тисків пресування.

3.4. Технологія формування та спікання зразків.

Пресування та спікання порошків – це заключні етапи виготовлення порошкових матеріалів. Саме ці фактори є вирішальними для характеристик виробів порошкової металургії. Зміна параметрів, способів реалізації та методів

формування дозволяє отримати виріб з керованими фізичними та міцнісними характеристиками [109]. Сьогодні існує безліч методів пресування порошків. Одним з найпростіших є метод однобічного пресування. Щодо технології спікання – особливу увагу заслуговує метод СВС-синтезу. Цікавість обумовлена, перш за все, можливістю отримання матеріалів у складних композиціях, що не дозволяє отримувати цільові продукти іншими технологічними процесами, оперативністю проведення експериментів щодо створення матеріалів, забезпеченні модифікування структури і фазового складу продукту, а, отже, і комплексу структурно залежних властивостей. Важливу роль у виборі такого методу спікання відіграє малий час спікання та, за рахунок проходження металотермічної реакції малих витрат на його проходження.

Пресування зразків.

Пресування суміші здійснювалося на гідравлічному пресі моделі ПСУ–125. Для формування зразків була використана прес-форма для одностороннього пресування, виготовлена із нержавіючої сталі марки 12Х18Н10Т. Пресування здійснювалось у діапазоні тисків 10–25 МРа.

Зразки мали циліндричну форму Ø 30 та висотою 40 мм. Зовнішній вигляд гідравлічного пресу та сформованого виробу зображено на рисунку 3.10.

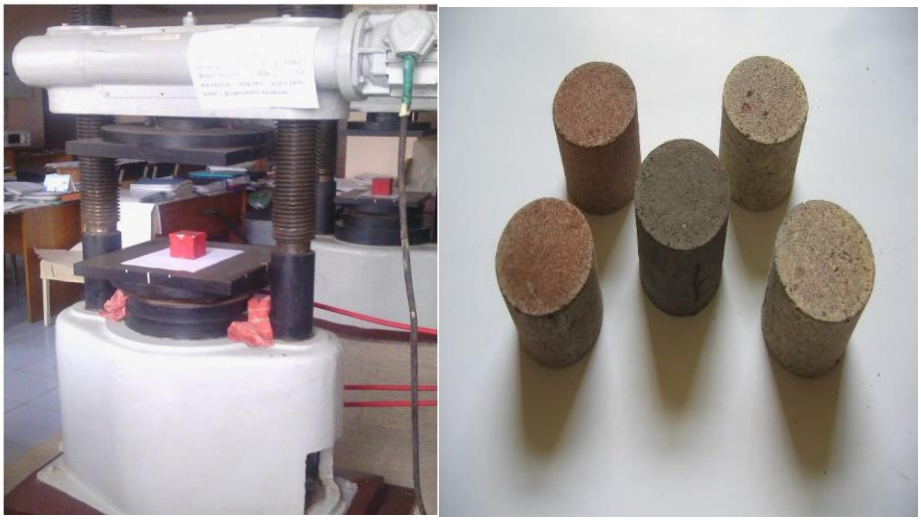
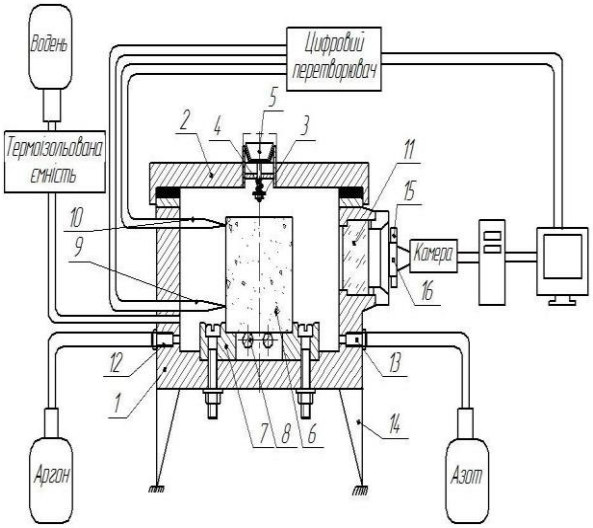


Рисунок 3.10. Загальний вигляд пресу марки ПСУ – 125 та дослідних зразків.

Спікання зразків проводилось у модернізованому реакторі для проведення самопоширюючого високотемпературного синтезу, розробленому науковцями Луцького НТУ [110]. Реактор виконаний у вигляді термоізольованої ємності, із роз'ємною кришкою 2, яка дозволяє ставити зразки на підковоподібну підложку 7 всередині реактора. У кришку вмонтований клапан 5, який складається з корпуса, пружини 4 і регулювальної гайки 3. Клапан 5 служить запобіжником у випадку вибухонебезпечної ситуації. Корпус реактора 1 виготовлений з нержавіючої сталі і розміщений на стійках 14. Зразок 6, який знаходиться на підковоподібній підложці 7, нагрівається за допомогою вольфрамових спіралей 8. Вольфрамові спіралі 8 під'єднані до блоку живлення. Фронт горіння розповсюджується від низу зразка 6 до протилежного боку. Температура нагрівання зразка 6 контролюється за допомогою вольфрамренійових термопар 9, 10, підключених до комп'ютера через аналого-цифровий перетворювач. До термоізольованої ємності приєднано балон з воднем, для забезпечення захисту поверхні зразка від процесу окислення. Через штуцери 12 і 13 приєднано балони із аргоном та азотом. З одної із бокових сторін розміщено вікно спостереження, в яке вмонтовано кварцове скло 11. Спостереження за процесом горіння здійснюється за допомогою камери. Камера під'єднана до комп'ютера, за допомогою якого на основі комп'ютерних програм будуються графічні залежності: поширення хвилі горіння у дослідному зразку, зміна температури від часу.

Конструкція реактора дозволяє отримувати зразки з мінімальними витратами енергії за максимально можливої продуктивності. Для максимального контролю за ходом СВС-процесу в реакторі встановлено 2 термопари, зверху та знизу дослідного зразка. Таке розташування термопар дозволяє контролювати швидкість поширення хвилі горіння та рівномірність спікання на всіх етапах.

Модернізований реактор для проведення самопоширюючого високотемпературного синтезу зображено на рисунку. 3.11[111].



а)



б)

Рисунок 3.11. Модернізований реактор для проведення самопоширюючого високотемпературного синтезу: а – креслення реактора; б – зовнішній вигляд реактора.



Рисунок 3.12. Дослідні зразки, спечені в режимі СВС.

Проведені досліди є підставою запропонувати технологію отримання пористих матеріалів із використанням відходів машинобудування та природних мінералів (Рисунок 3.13.).

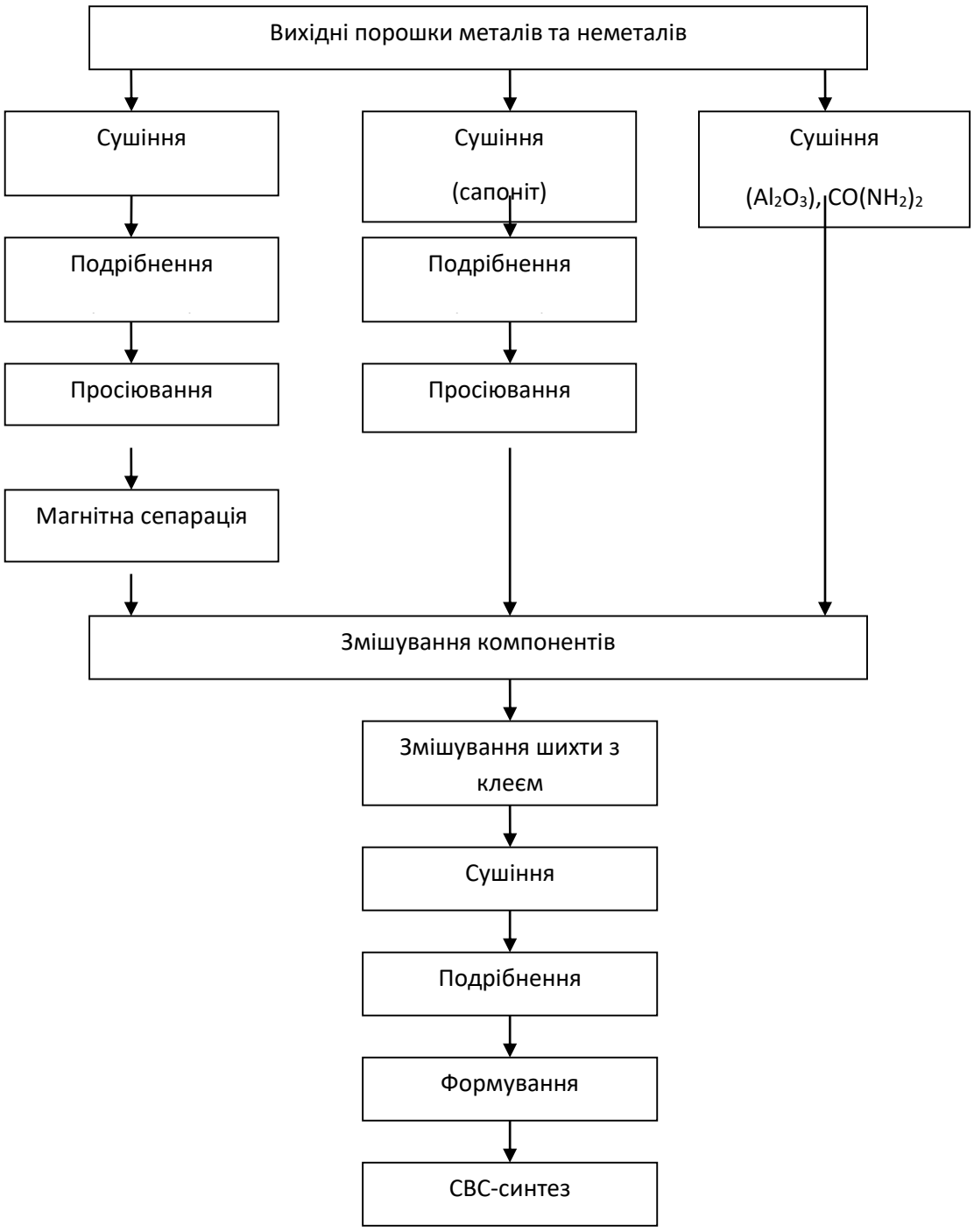


Рисунок 3.13. Технологічна схема отримання пористих проникливих матеріалів

3.5. Дослідження властивостей пористостого матеріалу

Вивченню пористих середовищ і пористості присвячено велику кількість досліджень у різних галузях науки і промислового виробництва: керамічної, вогнетривкої, геологічної, якими встановлено суттєвий вплив структури пористості на основні фізико-технічні властивості матеріалів: морозостійкість, водопроникність. Метою дослідження пористості є якісна і кількісна оцінки розподілу пор за розмірами і оцінка взаємозв'язку пор різних типів в керамічних матеріалах.

Для отриманих зразків площинну пористість визначали за мікрофотографіями шліфів за допомогою програми Smart-eye. Встановлено, що середня пористість для всіх зразків рівна 15–20 % (Рисунок 3.14). Об'ємну пористість визначали ваговим методом за геометричними параметрами зразків. [

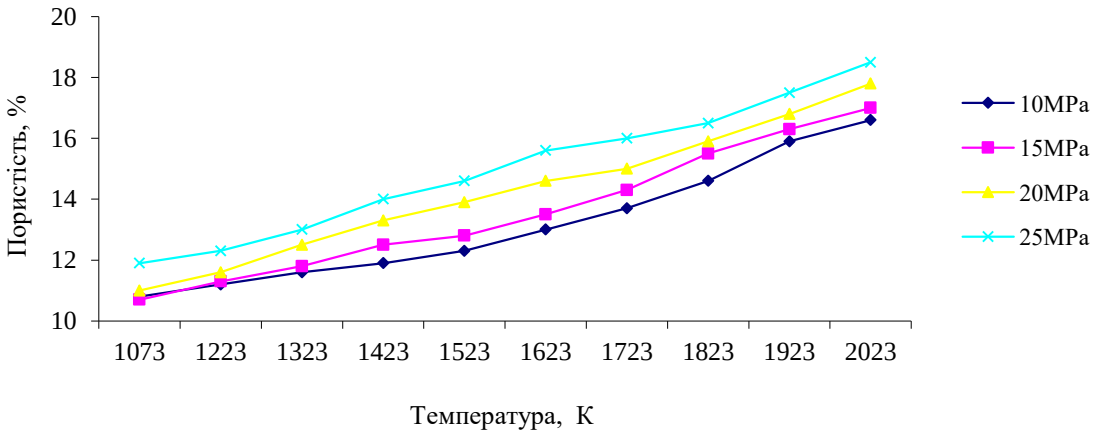


Рисунок 3.14. Залежність відносної пористості від температури спікання.

На рисунку 3.15 зображено утворення закритих та відкритих пор спечених зразків при спіканні в інтервалі температур 1073–2023 К. Із залежності (Рисунок 3.16) видно, що відкриті пори із збільшенням температури спікання до 1873 К і вище зменшуються.

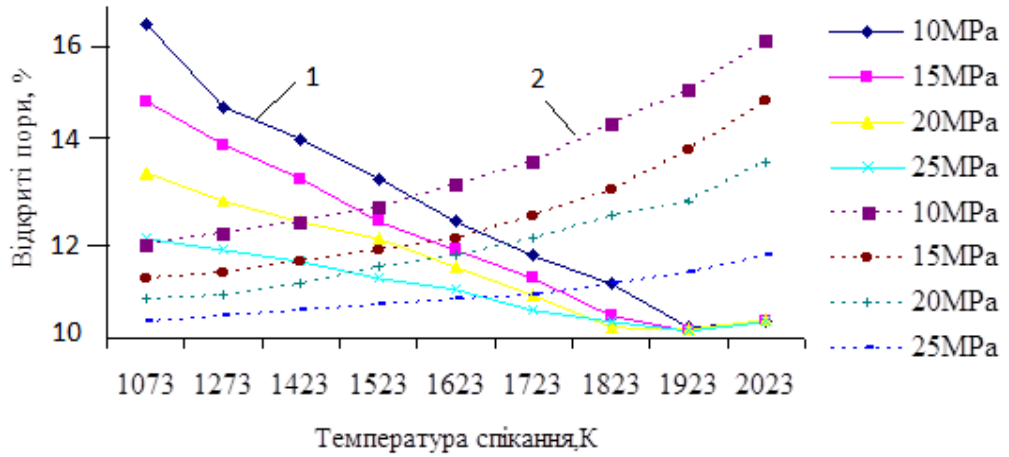


Рисунок 3.15. Кількість відкритих – 1 та закритих – 2 пор залежно від температури спікання

Водопоглинання (Рисунок 3.16.) безпосередньо пов'язане з наявністю відкритих пор. Результати показують, що його значення зменшується при спіканні в інтервалі температур 1273–1773 К. Зі збільшенням тиску пресування до 25 МРа спостерігається зниження адсорбції води. Експериментальні результати показують, що поглинання води в зразках, спечених при температурах вище 1773 К відповідають вимогам стандарту ISO 13006 для виготовлення фільтрувальної кераміки незалежно від тиску пресування.

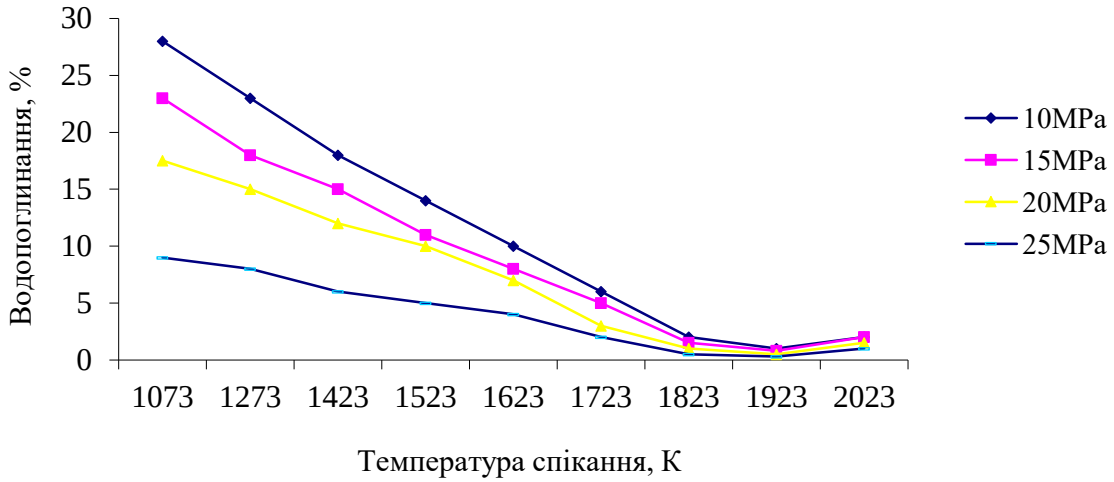


Рисунок. 3.16. Поглинання води в спечених зразках від температури спікання.

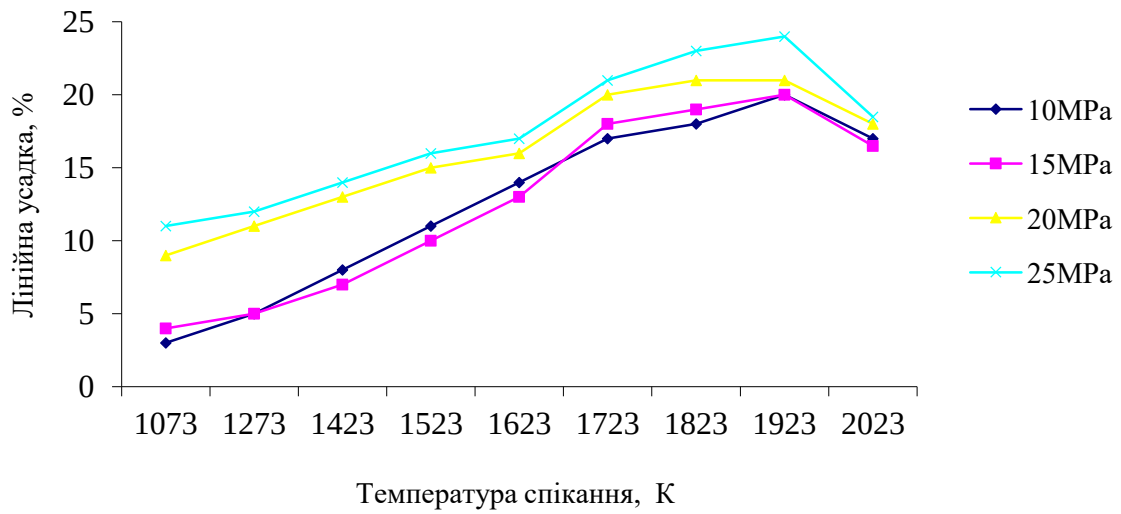


Рисунок 3.17. Залежність лінійної усадки від температури спікання для зразків, спресованих при різних тисках

Рисунок 3.17 показує лінійну усадку спечених зразків, яка залежить від температури спікання. Було встановлено, що лінійна усадка зростає з підвищення температури спікання, а максимальна відбувається при 1923 К. Виміряна маса та пористість показує аналогічну тенденцію, що і в лінійної усадки, тобто, спочатку зростає, досягає максимального значення, а потім зменшується при 1923 К.

Збільшення об'ємної густини пояснюється поліпшенням усадки частинок [131]. Частинки меншого розміром розсипаються серед більш великих та можуть збільшити насипну густину порошку. Зменшення об'ємної густини при 1873 К призводить до розширення обсягу пор, що пов'язано з підвищенням тиску в закритих порах. Роль пор є дуже важливою для контролю величини об'ємної густини в спеченому зразку.

3.6. Виробничі випробування.

З метою доведення доцільності запропонованої технології виготовлення ППМ з використанням порошків з порошку сталі 18Х2Н4МА, природнього мінералу – сапоніту, порошку Al_2O_3 та пороутовювача проведена регенерація промислових рідин на ПАТ «СКФ-Україна».

Предметом випробувань були фільтруючі пористі проникливі матеріали (ППМ) з порошку сталі 18Х2Н4МА, природнього мінералу – сапоніту, порошку Al_2O_3 та пороутовювача у вигляді труб Ø40×220 мм. Фільтруючі ППМ виготовлені методом сухого радіально-ізостатичного пресування (Рисунок 3.18) на оправку з наступним спіканням у режимі СВС-синтезу.



Рисунок 3.18. Напівпромислова установка СР-ІП.

Фільтруючі елементи використовувалися для очищення змащувально-охолоджувальних рідин (ЗОР) типу “Унізор” та $NiNaO_3$, а також масла, керосину.

Випробування показали, що запропоновані фільтруючі ППМ володіють високою хімічною стійкістю та необхідною механічною міцністю, забезпечують можливість регенерації, мають рівномірний розподіл пор по всій поверхні фільтрації, підвищують брудоємність та проникливість матеріалу, в результаті чого у 1,5-2,0 рази тривалість експлуатації фільтрів. Використання фільтруючих ППМ дозволило зменшити річний об’єм утилізуємої ЗОР на 1750 кг, а масла в 3 рази.

ВИСНОВКИ

В результаті проведеної роботи можна зробити наступні висновки:

1. Доведено доцільність використання окалини легованої сталі 18Х2Н4МА та сапоніту в якості вихідних компонентів шихти для отримання пористого проникливого матеріалу.

2.Експериментально підтверджено, що самопоширюваний високотемпературний синтез може бути використаний в якості основи побудови технологічних процесів при утворенні пористих керамічних матеріалів.

3. З урахуванням марки пороутворюючого: карбамід $CO(NH_2)_2$, встановлено оптимальний склад шихти для отримання пористих проникливих матеріалів із заданими властивостями, а саме: окалина – 30 %; сапоніт – 30 %; Al_2O_3 – 30 %; пороутворювач – 10 %.

4 . Встановлена залежність параметрів горіння від початкових умов синтезу та стехіометричного співвідношення компонентів реакційної системи, синтез в системі окалина – Al_2O_3 – сапоніт – пороутворювач протікає з мінімальною деформацією пористого матеріалу, що забезпечує отримання виробів заданої форми.

5. З урахуванням компонентів дослідженої реакційної суміші запропонована схема технології отримання пористих проникливих матеріалів з використанням СВС-синтезу.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Рудь В. Д., Повстяна Ю. С, Савюк І. В. та ін. Аналіз технологій отримання пористих виробів. *Scientific and Practical Conference "WORLD SCIENCE"*. 2016. №8(12). Vol. 1 С. 32–37.

2. Повстяной О. Ю. Удосконалення технології виготовлення пористих проникливих матеріалів з використанням відходів промислового виробництва: дис. канд. техн. наук: 05.02.01. Луцьк: Луцький держ. технічний ун-т, 2007. 156 с. (С. 134–151).

3. Merzhanov A. G., Yukhvid V. I. The Self-Propagating High-Temperature Synthesis in the Field of Centrifugal Forces. *Proceedings* of the 1st *US–JapaneseWorkshop on Combustion1st US–Japanese Workshop on Combustion Synthesis.* Tsukuba, Japan, *1990. Pp. 1–21*.

4. Merzhanov A. G. Self-propagating high-temperature synthesis of ceramic (oxide) super-onductors. *Amer. Ceram. Soc. Pub* 1990.V. 13. Pp. 519–549.

5. Merzhanov A. G. Self-propagating high-temperature synthesis: Twenty years of search and findings / In: Combustion and Plasma Synthesis of High-Temperature Materials / Eds. Z. A. Munir, J. B. Holt. N. Y.: VCH Pub, 1990. Pp. 1–53.

6. Самчук Л. М. Технологія самопоширюваного високотемпературного синтезу системи Ti-C-ШХ15 з використанням відходів металообробки: дис. канд. техн. наук: 05.02.01. Луцьк: Луцький нац. техн. ун-т. 2012. 150 с. (С. 113–129).

6. Степанчук А. Н. Білик І. І., Бойко П. А. Технологія порошкової металургії. Київ: Вища шк., головне видавництво,1989.

7. Гулієва Н. М. Технологія виготовлення пористих фільтрувальних матеріалів для очищення питних вод. *Науковий вісник Херсонської державної морської академії: науковий журнал*. Херсон: Видавництво ХДМА, 2014. №1(10). С. 170–175.

8. Sun Y., Zhang F., Jianyuan L., Zhang H., Li N., Mu L., Cheng Z., Yan B., Chen G., Hou L. Advances in Waste Plastic Disposal and Utilization Technology. Strategic Study of CAE, 2023, 25(3). P.182–196. https://doi.org/10.15302/J-SSCAE-2023.07.022

9. Onur N., Alan H., Demirel H., Köker A. R. Digitalization and digital applications in waste recycling: an integrative review, mdpi. *Sustainability*. 2024. *16*(17). 7379. URL: https://doi.org/10.3390/su16177379

10. Shershneva E. Progressive Technologies of Waste Utilization as Drivers of Sustainable Development. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Volume 1079.*

11. Song Qingde. Research on construction waste treatment and resource utilization technology in the process of urbanization. *Journal of Civil Engineering and* Urban Planning. 2024. Volume 6. No 1. DOI: http://dx.doi.org/10.23977/jceup.2024.060112

12. Veckalne R., Tambovceva T. Waste management within context of urban sustainable development: bibliometric analysis. *Engineering for rural development.* Jelgava, 26 –28.05.2021. DOI: 10.22616/ERDev.2021.20.

13. Golev A., Corder G. D. Article Typology of Options for Metal Recycling: Australia's Perspective. MDPI/ *Resou*1. https://doi.org/10.3390/resources5010001

14. Jäger S., Weber S., Röttger A. Potential of the Recycling of Grinding Sludge by various Powder Metallurgical Processes Procedia CIRP**.** 2021.Volume 104. P. 893–899. https://doi.org/10.1016/j.procir.2021.11.150

15. Nai C., Tang M., Liu Y., Xu, Y., Dong, L., Liu, J., Huang, Q. Potentially contamination and health risk to shallow groundwater caused by closed industrial solid waste landfills: Site reclamation evaluation strategies. *J. Clean.* 2021. 286p. 125402.

16. Šajn R., Ristović I., Čeplak B. Mining and Metallurgical Waste as Potential Secondary Sources of Metals – A Case Study for the West Balkan Region. *Minerals*. 2022. 12, 547.

17. Rud V. D., Povstiana Yu. S., Saviuk I. V., Samchuk L. M. Research of dispersion degree of scale of die forging steel 18X2H4MA after fine crushing in tumbling mill. *Metallurgical and Mining Industry*. 2016. №2. С. 121–125.

18. Suquet H. Swelling and Structural Organization of Saponite. *Clays and Clay Minerals*. 1975.Vol. 23. № 1. P. 1–9.

19. Suquet H. Variation Du Parametre b Et De La Distance Basale d001 Dans Une Serie De Saponites A Charge Croissante: I. Etats Hydrates. *Clay Minerals*. 1981.Vol. 16. №1. P. 53–67.

20. Гулієва Н. М. Хімічний аналіз та фізичні властивості природного матеріалу – сапоніту. *Наукові нотатки: зб. наук. праць.* Луцьк: РВВ Луцького НТУ, 2014. Вип. 44. С. 78–82.

21. Ганзюк А. Я., Кулаков О. І. Дослідження фізичних властивостей сапонітів *Вісник Хмельницького національного університету.* 2009. №1. С. 70–74.

22. Bonevich J. E., Marks L. D. The sintering behavior of ultrafine alumina particles. *J. Mater. Res.* 1992. V. 7. N. 6. P. 1489–1500.

23. ДСТУ 7312:2013 Сечовина (карбамід). Технічні умови. Київ: Мінекономрозвитку України, 2013. Стандарт набув чинності з 01.01.2014 та введений зі скасуванням в Україні ГОСТ 2081–92.

24. ДСТУ 7312:2013. Сечовина (карбамід). Технічні умови. Київ: Мінекономрозвитку України, 2013. 21 с.

Порошкова металургія. Матеріали, технологія, властивості, галузі застосування : довідник / І. М. Федорченко, І. М. Францевич, І. Д. Радомисельський та ін.; ред. І. М. Федорченка. Київ : Наукова думка, 1985. 624 с.

26. Ристич М. М., Трефілов В. І., Мільман Ю. В. та ін. Структура і механічні властивості спечених матеріалів : монографія. Белград : Сербська академія наук і мистецтв, 1999. 261 с.

27. ДСТУ EN ISO 62:2018 Пластмаси. Визначення водопоглинання. Київ: ДП «УкрНДНЦ», 2018.8 с.

28. Рудь В. Д., Савюк І. В., Самчук Л. М. та ін. Аналіз кількості утворених відходів машинобудування та металургії на території України. *Вісник ТНТУ.* 2015. Вип. 3(79). С. 130–136.

29. Повстяна Ю. С., Рудь В. Д. Розвиток процесів утворення керамічних пористих проникливих матеріалів. *Наукові нотатки: зб. наук. праць.* Луцьк: РВВ Луцького НТУ, 2008. Вип. 23. С. 240–250.

30. Гивлюд М. М., Луцюк І. В., Солоха І. В. Та ін. Характеристика фізико-хімічних процесів випалу сапонітової породи. *Вопросы химии и химической технологи.* 2002. №4. С. 49–51

31. PogrIbniy V. T., Lipchuk L. V., Odnorozhenko L. F. Anal'cim – to the saponite horizons in deposits magnesium bentonitiv Slavuta-Izyaslavskoy of area as perspective objects of mineral sorbents of the bagatocilevogo use. *Proceedings of the international scientific-practical conference «First Allukrainian convention of environmentalists»*. 2006. P. 79–83.

32. Preiss A. B., Sua S. Collins et al. Tailored graded pore structure in zirconia toughened alumina ceramics using double-side cooling freeze casting. *J. Eur. Ceramic. Soc*. 2012. Vol. 32 №8. P. 1575–1583.

33. Патент України на корисну модель № UA 108184, МПК (2016.01) C04B38/00, C04B 22/00, C04B 111/00 Матеріал для виготовлення пористої кераміки / заявн. В. Д. Рудь; Ю. С. Повстяна; Л. М. Самчук; І. В. Савюк; В. В. Шиберко; О. З. Шафранська: власн.: Луцький НТУ – U 201503368; опубл. від 11.07.2016 р. Бюл. №13/2016.

34. Штерн М. Ю., Сердюк Г. Г., Максименко Л. А. та ін. Феноменологічні теорії пресування порошків. Київ: Наук. думка, 1982. 140 с.

35. Патент України на корисну модель № UA 105203, МПК (2016.01) G21B 1/00, B22F 3/23 Модернізований реактор для проведення самопоширюючого високотемпературного синтезу / заявн. В. Д. Рудь, Л. М. Самчук,І. В. Савюк, О. Ю. Повстяной, М. І. КолядинськийВ. В. Шиберко, Н. Т. Зубовецька: власн.: Луцький НТУ – U 2015 08143; опубл. від 10.03.16 р. Бюл. № 5.