

**Міністерство освіти і науки України**

**Луцький національний технічний університет**

---

(повне найменування вищого навчального закладу)

**Факультет транспорту та механічної інженерії**

---

(повне найменування факультету)

**Кафедра прикладної механіки та мехатроніки**

---

(повна найменування кафедри)

**КВАЛІФІКАЦІЙНА РОБОТА  
ЗА СТУПЕНЕМ ВИЩОЇ ОСВІТИ «МАГІСТР»**

**Удосконалення технології та обладнання для виготовлення  
пористих заготовок методом саморозповюджуючого  
високотемпературного синтезу**

спеціальність 131 Прикладна механіка  
(шифр і назва спеціальності)

освітня програма «Прикладна механіка»  
(назва освітньої програми)

Виконав: здобувач вищої освіти  
групи ІМмз-21  
Самчук Людмила Михайлівна

---

(підпис)

Керівник:  
д.т.н., професор  
Повстяной Олександр Юрійович

---

(підпис)

Кваліфікаційну роботу  
допущено до захисту  
«\_\_» \_\_\_\_\_ 2023 р.  
к.т.н., доцент  
Гарант освітньої програми:  
Четвержук Тарас Іванович

---

(підпис)

Луцьк – 2023 року

**Луцький національний технічний університет**

**Факультет** Транспорту та механічної інженерії  
**Кафедра** Прикладної механіки та мехатроніки  
**Другий (магістерський) рівень**

**освітньо-професійної програми «Прикладна механіка»**

**Спеціальність** 131 Прикладна механіка

**ЗАТВЕРДЖУЮ**

Завідувач кафедри

\_\_\_\_\_ Р. РЕДЬКО

“ \_\_\_\_\_ ” \_\_\_\_\_ 2023 р.

**ЗАВДАННЯ  
НА КВАЛІФІКАЦІЙНУ РОБОТУ МАГІСТРА**

Самчук Людмили Михайлівни

(прізвище, ім'я, по батькові)

1. Тема роботи: Удосконалення технології та обладнання для виготовлення пористих заготовок методом саморозповюджуючого високотемпературного синтезу керівник роботи д.т.н., професор, Повстяной Олександр Юрійович, затверджені наказом вищого навчального закладу від «14» січня 2023 р. № 42/01-02.
2. Строк подання студентом роботи 1.12.2023 року.
3. Вихідні дані до роботи: порошкова система титан - вуглець - бор
4. Зміст пояснювальної записки (перелік питань, які потрібно розробити): Вступ. Розділ 1. Аналітичний огляд науково-технічної літератури. Розділ 2. Матеріали і методи дослідження. Розділ 3. Методи дослідження технології виготовлення пористих порошкових заготовок Розділ 4. СВС пористих матеріалів при використанні гранульованої шихти систем ТІ-С, ТІ-В. Висновки. Список посилань.
5. Перелік графічного матеріалу (з точним зазначенням обов'язкових креслень): Технологічна схема відновлення порошків та загальний вигляд установки для здійснення процесу відновлення– 1 лист (ф. А1), Реактор для здійснення СВС-процесу – 1 лист (ф.А1), Характеристики зразків, синтезованих із негранульованої шихти з використанням титану марки ПТС-2 – 1 лист (ф.А1), Фотографії зразків, синтезованих із гранульованих шихти з використанням різних марок титану: ПТМ-2; ТПП-7– 1 лист (ф.А1) Дослідно-промислова технологія виготовлення пористих проникливих матеріалів в режимі СВС – 1 лист (ф.А2).

6. Консультанти розділів роботи:

Розділ	Консультант	Підпис, дата	
		Завдання видав	Завдання прийняв

7. Дата видачі завдання *01.03.2023р.*

Керівник

\_\_\_\_\_  
(підпис)

Завдання прийняв до виконання

\_\_\_\_\_  
(підпис)

**КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН**

№	Назва етапів кваліфікаційної роботи магістра	Термін виконання етапів кваліфікаційної роботи магістра	Примітка
1.	<i>Аналітичний огляд науково-технічної літератури</i>	<i>14.04.2023р.</i>	
2.	<i>Матеріали і методи дослідження</i>	<i>18.05.2023р.</i>	
3.	<i>Методи дослідження технології виготовлення пористих порошкових заготовок</i>	<i>18.06.2023р.</i>	
4.	<i>СВС пористих матеріалів при використанні гранулованої шихти систем ТІ-С та ТІ-В</i>	<i>12.07.2023р.</i>	
5.	<i>Представлення роботи до захисту</i>	<i>1.12.2023 р.</i>	
6.	<i>Електронний варіант роботи</i>	<i>1.12.2023р.</i>	

Студент

\_\_\_\_\_  
(підпис)

*(Самчук Л.М.)*

Керівник роботи

\_\_\_\_\_  
(підпис)

*(Повстяной О.Ю.)*

## АНОТАЦІЯ

Самчук Л.М. Удосконалення технології та обладнання для виготовлення пористих заготовок методом саморозповсюджуючого високотемпературного синтезу. – Рукопис. Кваліфікаційна робота магістра на здобуття кваліфікації другого (магістерського) рівня вищої освіти із спеціальності 131 Прикладна механіка – Луцький національний технічний університет. – Луцьк, 2023.

Робота присвячена питанням одержання пористих металокерамічних матеріалів підвищеної міцності різного призначення, на основі тугоплавких сполук титану систем Ti-C, Ti-B, Ti-B-C методом саморозповсюджуючого високотемпературного синтезу (СВС). Визначено номенклатуру та обґрунтовано вибір вихідних порошкових компонентів призначених для отримання пористого матеріалу. Підібрано технологічні режими підготовки вихідних порошкоподібних компонентів та отримання пористих СВС зразків. Вибрано рецептури шихти та методики проведення синтезу для отримання пористих виробів із порошку титану методом СВС з використанням високоекзотермічних реагентів. Вибрано методики вивчення структури та властивостей отриманого пористого матеріалу. Вдосконалено генератор газу для отримання водневого середовища. Досліджено роботу газогенератора мобільного типу для отримання захисного середовища. Показано, що новий технічний результат полягає у зменшенні енерговитрат зі збільшенням технічного ресурсу генератора. В результаті проведених досліджень отримано пористу металокераміку на основі тугоплавкого з'єднання титану (карбід і борид титану) із загальною пористістю понад 50%. Продукти синтезу мають пористу структуру, що складається з твердої матриці та порового простору. Матриця має гладку оплавлену поверхню. Поровий простір є безперервним каркасом з відкритими порами, що мають розмір в інтервалі 50 - 400 мкм. Пори мають невизначену форму з шорсткою губчастою поверхнею.

Ключові слова: технологія, заготовка, синтез, генератор газу, шихта, технологічні режими, пресування, міцність.

## ANNOTATION

Samchuk L. M. Improvement of technology and equipment for the production of porous blanks by the method of self-propagating high-temperature synthesis. - Manuscript.

Master's qualification work for obtaining the qualification of the second (master's) level of higher education in specialty 131 Applied Mechanics - Lutsk National Technical University. - Lutsk, 2023.

The work is devoted to the issues of obtaining porous metal-ceramic materials of increased strength for various purposes, based on refractory titanium compounds of the Ti-C, Ti-B, Ti-B-C systems by the method of self-propagating high-temperature synthesis. The nomenclature was defined and the selection of the initial powder components intended for the production of the porous material was justified. The technological modes of preparation of the initial powdery components and the preparation of porous SVS samples were selected. Charge formulations and synthesis methods for obtaining porous products from titanium powder by the SVS method using highly exothermic reagents were selected. Methods of studying the structure and properties of the obtained porous material were selected. The gas generator for obtaining a hydrogen environment has been improved. The operation of a mobile type gas generator for obtaining a protective environment was investigated. It is shown that the new technical result is a reduction in energy consumption with an increase in the technical resource of the generator. As a result of the conducted research, porous metal-ceramics based on a refractory titanium compound (titanium carbide and boride) with a total porosity of more than 50% were obtained. Synthesis products have a porous structure consisting of a solid matrix and a pore space. The matrix has a smooth fused surface. The pore space is a continuous frame with open pores with a size in the range of 50 - 400  $\mu\text{m}$ . The pores have an indefinite shape with a rough spongy surface.

Key words: technology, preparation, synthesis, gas generator, charge, technological modes, pressing, strength.

## ЗМІСТ

ВСТУП.....	6
РОЗДІЛ 1 АНАЛІТИЧНИЙ ОГЛЯД НАУКОВО-ТЕХНІЧНОЇ ЛІТЕРАТУРИ.....	9
1.1. Загальні аспекти самопоширюваного високотемпературного синтезу (СВС).....	9
1.2. Технологія отримання і застосування пористих матеріалів.....	12
1.3. Фільтрувальні пористі матеріали.....	15
1.4 Властивості фільтрувальних матеріалів (ФМ).....	20
РОЗДІЛ 2 МАТЕРІАЛИ І МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ.....	21
2.1. Характеристика вихідних матеріалів.....	21
2.2. Методика експерименту.....	24
2.3. Вимірювання температури та швидкості горіння.....	27
2.4. Рентгеноструктурний аналіз.....	26
2.5. Хімічний аналіз.....	28
2.6. Морфологія.....	28
2.7. Пористість.....	
РОЗДІЛ 3 МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕХНОЛОГІЇ ВИГОТОВЛЕННЯ ПОРИСТИХ ПОРОШКОВИХ ЗАГОТОВОК.....	28
3.1. Експериментальна установка для отримання синтез - газу.....	30
3.2. Лабораторний реактор для здійснення СВС - процесу.....	35
РОЗДІЛ 4 СВС ПОРИСТИХ МАТЕРІАЛІВ ПРИ ВИКОРИСТАННІ ГРАНУЛОВАНОЇ ШИХТИ СИСТЕМ Ti-C і Ti-B.....	39
4.1. Гранулювання шихти як спосіб регулювання пористості у процесі СВС.....	39
4.2. Дослідження закономірностей та продуктів синтезу з гранульованої шихти системи Ti-C.....	40
4.3 Дослідження закономірностей та продуктів синтезу з гранульованої шихти системи Ti-B.....	48
4.4. Дослідно-промислова технологія виготовлення пористих проникливих матеріалів в режимі СВС.....	61
ВИСНОВКИ.....	62
ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ.....	63

## ВСТУП

Сьогодні пористі матеріали широко використовуються як фільтри та конструкційні матеріали майже у всіх галузях людської діяльності (машинобудування, хімія, металургія, авіація, нафтова, харчова промисловість).

Основним процесом виробництва пористих і проникних виробів є спікання порошкових композицій у високотемпературних печах, зазвичай у глибокому вакуумі. Ця методика є складною та багатоетапною, характеризується значними енергетичними та матеріальними витратами, реалізується на дорогому обладнанні в спеціальних лабораторіях, що призводить до великих витрат на пористі матеріали.

Більшою потенційною альтернативою є простіша техніка високотемпературного синтезу. В його основі лежить реакція екзотермічної взаємодії двох або більше хімічних елементів, сполук, що протікає в режимі спрямованого горіння. СВС забезпечує доступ до широкого асортименту продуктів зі складними та унікальними експлуатаційними характеристиками.

При цьому СВС як спосіб отримання пористих матеріалів поєднує низькі енерговитрати, здатність динамічно змінювати структуру та інші властивості продукту та безвідходність. Ці вимоги дають змогу використовувати економічні та прості технології виробництва пористих керамічних та металокерамічних виробів.

«При виробництві пористих матеріалів зазвичай необхідно подолати дві проблеми: забезпечення високої пористості та досягнення достатньої міцності. Керамічні матеріали зазвичай дуже крихкі і не мають високої міцності, тому їх в основному використовують як фільтри та носії каталізатора. Перспективними матеріалами в цьому напрямку є пориста металокераміка на основі титану, застосування якої постійно збільшується завдяки унікальному поєднанню властивостей металу та кераміки. Як і метали, він не крихкий, а наявність тугоплавких сполук (TiC, TiB) забезпечує високі міцнісні властивості, здатність працювати при високих температурах і стійкість до агресивних середовищ. Ці тугоплавкі сполуки на основі титану можуть бути отримані методом SBS шляхом екзотермічної взаємодії титану з вуглецем та бором»[1].

Завдяки високим фізико-механічним властивостям титан часто використовується в СВС - технології як компонент початкової начинки для виготовлення пористих виробів різного призначення.

Однак проблема отримання пористих металокерамічних матеріалів з підвищеною міцністю за допомогою процесу СВС ще не повністю вирішена.

**Метою роботи** є одержання пористих металокерамічних матеріалів підвищеної міцності багатоцільового призначення, на основі тугоплавких сполук титану систем Ti-C, Ti-B, Ti-B-C методом саморозповсюджуючого високотемпературного синтезу (СВС).

**Для досягнення поставленої мети було сформульовано такі завдання:**

1. Розробити методику експериментальних досліджень СВС - процесів, сконструювати і виготовити дослідницьке устаткування.

2. Дослідити вплив технологічних параметрів на процес горіння (температура, швидкість та межі горіння) матеріалів на основі тугоплавких сполук титану систем Ti-C, Ti-B, Ti-B-C з гранульованих та не гранульованих шихт.

3. Визначити властивості отриманих синтезованих матеріалів з шихт систем Ti-C та Ti-B в залежності від параметрів процесу синтезу (напрямок фронту горіння, газова атмосфера).

4. Дослідити вплив технологічних параметрів (тиск пресування, дисперсність та кількість титану у вихідній шихті, при синтезі) на характеристики синтезованих матеріалів (пористість та міцність), з гранульованих та не гранульованих шихт системи Ti-B-C.

5. Дослідити мікроструктуру, хімічний та фазовий склад синтезованих пористих зразків.

6. Розробити рекомендації з промислового використання СВС - процесу для виготовлення пористих проникливих матеріалів та визначити галузь їх застосування.

**Наукова новизна роботи полягає в наступному:**

1. Встановлено закономірності горіння систем Ti-B, Ti-C та Ti-B-C з надлишком титану по відношенню до стехіометрії з негранульованих та гранульованих шихт, визначено температури, швидкості та межі горіння.

2. Показано, що синтезовані зразки мають пористу структуру, що складається із твердої матриці та порового простору. Поровий простір є безперервний каркас з відкритими порами, що мають розмір в інтервалі 50 - 400 мкм.

3. Встановлено, що швидкість та температура горіння гранульованої шихти вища, ніж у не гранульованої. Зразки металокераміки, синтезовані з гранульованої шихти, відрізняються більш розвиненою поровою структурою, при цьому можливе регулювання кінцевої пористості зразка за рахунок варіювання розміру гранул і питомого тиску пресування, що дозволяє отримувати матеріали із заданим розміром пор та пористістю.

**Достовірність отриманих результатів роботи** зумовлена використанням сучасних методів та методик, у тому числі термопарних методів із застосуванням аналого-цифрового перетворювача при експериментальному дослідженні процесів горіння, а також застосуванням сучасного програмного забезпечення при виконанні аналітичних розрахунків та методів рентгенофазового та електронно-мікроскопічного аналізів при дослідженні продуктів синтезу та з порівнянням отриманих даних з результатами наукових досліджень інших джерел.

**Практична значимість та реалізація результатів роботи полягає в наступному:**

1. Розроблено спосіб отримання пористих проникливих матеріалів методом високотемпературного синтезу, з гранульованої шихти.

2. Отриманий з використанням процесу СВС пористий металокерамічний матеріал на основі тугоплавких сполук титану є перспективним для очищення технічних рідин.

## РОЗДІЛ 1

### АНАЛІТИЧНИЙ ОГЛЯД НАУКОВО-ТЕХНІЧНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

#### 1.1. Загальні аспекти самопоширюваного високотемпературного синтезу (СВС)

«Необхідність у матеріалі, що має високі експлуатаційні характеристики в екстремальних умовах з розвитком техніки і технологій постійно зростає. В залежності до поставлених вимог такі матеріали повинні бути зносостійкими, жароміцними, хімічно-інертними при контакті з агресивними рідинами і газами при високих температурах. Таким вимогам відповідають тугоплавкі з'єднання: карбіди, нітриди, бориди, силіциди, оксиди, а також тверді сплави і композиційні матеріали на їх основі. Отримання тугоплавких сполук і виробів з них пов'язане зі значними матеріальними витратами» [1].

Наступні принципові особливості СВС [1]:

- короткочасність процесу синтезу;
- висока температура процесу (температура горіння);
- можливість регулювання процесів формування складу і структури продуктів СВС на стадії догорання і охолодження;
- широкі можливості за вибором початкових компонентів для СВС і цільових добавок (обов'язкова умова при цьому збереження екзотермічної шихти);
- інтенсивна гомогенізація складу продукту при синтезі (не дивлячись на короткочасність процесу) за рахунок високої температури;
- можливість зовнішньої фізичної дії на процес синтезу.

«Праці в області СВС були початі в 1967 р. після того, як експериментально було винайдено явище поширення фронту горіння в суміші порошків деяких тугоплавких хімічних елементів, сплавів. На початку 80-х років почалися роботи з СВС за кордоном, хоча й з десятирічним запізненням – спочатку в США. Ініціатором проведення виступав Дж. Крайдер, який заявив, що "високотемпературний синтез - радянський метод отримання керамічних матеріалів". Роботу було доручено вести в рамках спеціально створеної програми

DARPA. Приблизно в цей же час (на початку 80-х років) почалися роботи і в Японії, під керівництвом професора М. Койзумі. Було створено Асоціацію СВС, організовано роботи в університетах і на фірмах. В даний час дослідження в області СВС ведуться в 49 країнах світу »[1].

Метод СВС здійснюється за допомогою сильної екзотермічної взаємодії більшої кількості елементів періодичної системи з бором, вуглецем, азотом, кремнієм, що пов'язано з виділенням теплоти при утворенні продукту, і високих значень енергії активізації. 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 :



Елементи “ X ” – порошки металів (Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Mo, W), “ Y ” – елемент (B, C, N, Si, S, Fe, Al ), який використовують в порошкоподібному, рідкому або газоподібному станах, а продукт “ Z ” є тугоплавким і при температурі процесу знаходиться зазвичай в твердому стані (бориди, карбідів, нітриди, силіциди).

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

В залежності від агрегатного стану елементів “ Y ” здійснюється три типи СВС-процесів [2]:

- 1) горіння сумішей порошків “ X ” і “ Y ” у вакуумі або інертному газовому середовищі (наприклад, отримання карбідів, боридів, силіцидів);
- 2) горіння порошків “ X ” у газоподібному окислювачі “ Y ” (наприклад, отримання нітридів при горінні металів в газоподібному азоті);
- 3) горіння порошків “ X ” у рідкому окислювачі “ Y ” (наприклад, отримання нітридів при горінні металів в рідкому азоті) »[1].

Існує декілька варіантів процесу [2]:

1. СВС проводять у великих герметичних реакторах майже при повному заповненні об'єму реактора шихтою. Розрихлення при горінні відсутнє, так як гази практично не зникають із зразка і лише приводять до збільшення тиску в реакторі.

При великому об'ємі охолодження відбувається повільно, що сприяє спіканню. В результаті продукт характеризує собою спечену губку (пористість 30 – 60%), однорідну по об'єму реактора. З такого матеріалу можуть бути виготовлені різні пористі вироби (наприклад, фільтри з великою питомою поверхнею), в умовах, що викликають великі навантаження при роботі. На сьогоднішній день опрацьовані процеси отримання губки з карбідів титану і цирконію (пінокарбід).

2. СВС - процес проводиться при високих тисках інертного або реагуючого газу (100...500 МПа). В таких умовах отримуються матеріали з нітридів титану.

«Дослідження проводились шляхом горіння пористих зразків титану, розбавлених нітридами титану, в азоті при тисках 50–450МПа. Зміна параметрів синтезу (тиск, температура горіння, розмір частинок титану, щільність зразка) дозволило отримати матеріали з нітриду титану, близького до  $TiN_{0,97}$ . На основі такого матеріалу вирішені дві прикладні задачі: а) отримання тиглів для випаровування нікелю (максимально-допустима пористість~15%); б) отримання електродів для електролізу агресивних середовищ з максимальною пористістю 40% »[1].

3. Після проходження хвилі синтезу зразок стискається. Такий крок можна розглядати як варіант гарячого пресування, в якому процес горіння готує компоненти для формування матеріалу (синтезує і нагріває) [2].

Велику цікавість викликає можливість отримання плавлених тугоплавких матеріалів і литих виробів з них, з використанням процесу горіння. Отримання литих виробів з тугоплавких матеріалів – це складна технічна задача із-за високих температур плавлення карбідів, боридів, нітридів і інших з'єднань (2500 – 4000°C).

«При СВС температура горіння не перевищує температуру плавлення тугоплавкого продукту, хоч вона й близька до неї. Фактично СВС - процес нагріває речовину до температури плавлення, але хімічної енергії при цьому не вистачає для того, щоб розплавити продукт. Така обставина і стимулює новий напрямок дослідження СВС - процесів з додатковими джерелами енергії. Перший шлях - зовнішній підвід енергії (пічний або високоякісний нагрів вихідних зразків перед горінням). Саме на цьому шляху вдалося вирішити задачу отримання для абразивної техніки плавленого карбиду методом СВС з електротермічним підводом енергії.

Другий шлях – введення внутрішніх (хімічних) джерел тепла. Для цього готують багатокомпонентні високоенергетичні суміші, що утворюють при горінні продукт і розвивають високу температуру» [3].

Найбільше застосування СВС - процеси отримали в технології матеріалів. «Також є зацікавленість у розвитку інших напрямків, таких як:

- піротехніка (створення безгазових тепловиділяючих елементів);
- металургія (піролігатури, спеціальна шихта для плавлення);
- космічне матеріалознавство (нові режими горіння і нові структури матеріалів);
- науковий експеримент (фазовий аналіз, СВС - калориметрія, генератори газів високого тиску, зворотні задачі теорії горіння)» [3].

Отже, використання СВС - продуктів, за рахунок їх високої якості і простоти отримання приводить до високої економічної ефективності. Тому на сьогоднішній день постало питання створення конструкційних матеріалів із відносно дешевої та доступної сировини із застосуванням сучасних прогресивних технологій.

## 1.2. Технологія отримання і застосування пористих матеріалів

Порошкова металургія дозволяє отримувати матеріали з кращими або зовсім новими властивостями та виготовляти вироби економічним способом. До таких виробів відносять пористі проникливі матеріали (ППМ), які використовують в якості фільтрів, що використовуються для очищення рідини та газів практично у всіх галузях промисловості.

«Для сьогодення виникає проблема тонкого очищення рідин та газів, що дозволяє збільшити тривалість роботи відповідальних вузлів машин та механізмів, а також забезпечити ефективність проходження хімічних процесів, покращення якості продукції, підвищення культури виробництва .

Фільтри з порошоків нержавіючої сталі виготовляють за традиційною технологією. Основною властивістю є висока корозійна стійкість у багатьох агресивних середовищах та висока питома міцність. Для формування титанових порошоків застосовують всі відомі способи, які характерні для виготовлення фільтрувальних виробів із інших металічних порошоків. Відмінною особливістю

отримання великогабаритних титанових фільтрів є використання гідродинамічного пресування »[4].

Для виготовлення фільтрів використовуються металічні порошки зі сферичною, так із несферичною формою частинок, з розмірами від декількох мікрон до міліметрів, із різноманітних металів та сплавів. Технологічні параметри процесу формування та спікання обумовлені основним критерієм фільтруючого виробу – пористістю, від якої залежать його експлуатаційні властивості. Пористість проникливих матеріалів забезпечує дві протилежні експлуатаційні характеристики – міцність та проникливість, покращення однієї з них веде до погіршення іншої: чим нижча пористість, тим вища міцність. З іншої сторони – висока пористість негативно впливає на міцність ППМ, але забезпечує виробам високу проникливість .

«Літературні дані по переробці відходів механообробки сталі ШХ15 показав, що на сьогоднішній день розроблений ряд технологій отримання порошку з метою виготовлення фільтруючих ППМ. При отриманні ППМ з високою проникливістю необхідно використовувати порошки з великим розміром частинок, тоді, як для отримання високої тонкості очистки необхідно використовувати порошки з малим розміром частинок »[4].

Аналіз літературних даних, показує, що перспективними методами отримання ППМ, є методи, які направлені на створення ППМ з анізотропною структурою. Одним із традиційних способів, які дозволяють отримувати ППМ з анізотропною пористою структурою, є мундштучне пресування. Даний метод дозволяє отримувати вироби з пористістю 65-70%, які володіють досить високою проникливістю. Недоліком даного методу є те, що внаслідок випереджаючого руху шихти по осі виробу створюються розтягуючі напруження у поверхневому шарі після його виходу із калібруючого отвору, що приводить до утворення тріщин. «Авторами запропонований спосіб виготовлення пористої пластини з градієнтом густини по товщині, який включає засипку металічного порошку у прес - форму, нерівномірний нагрів шляхом пропускання електричного струму заданої величини. Недоліком даного способу є складність його застосування для виробів малої товщини »[5].

Авторами [5] описаний спосіб гарячого пресування металічних порошків з регульованою по товщині виробу пористістю за рахунок різного ущільнення.

Недоліком даного способу є те, що він має обмежені технологічні можливості по виготовленню виробів складної конфігурації. У роботі [6] описується спосіб пресування виробів у закритих прес-формах. Недоліком даних способів є невисока проникливість отримуваних виробів, так як збільшення тонкості очистки досягається за рахунок зниження пористості, особливо у зонах переходу шарів.

До найбільш перспективних способів можна віднести вібраційне формування металічного порошку, металічних частин порошку та волокон. Вказані способи дозволяють отримувати матеріали із заданим поророзподіленням.

«Аналіз перерахованих технологічних процесів показав переваги та недоліки отримання пористих проникливих матеріалів. Вибір того чи іншого способу формування деталей із ППМ визначається вимогами до властивостей виробу, енергосиловими витратами, видом і культурою виробництва [6]. Серед існуючих процесів формоутворення ППМ слід виділити ізостатичне пресування (ІП). Перспективним напрямом вдосконалення ІП є розробка технологій сухого радіально-ізостатичного пресування (СР-ІП) [6], коли форма з матеріалом, що ущільнюється, ізольована від робочої рідини. Недоліком такого устаткування є висока вартість обладнання. Але, якщо врахувати масовий випуск даних виробів, тоді використання такого обладнання є доцільним» [6].

Авторами [7] доведено, що даний спосіб дозволяє отримувати матеріали зі змінною пористістю та розміром пор щодо січення, а також підвищує проникливість та брудоемність виробів при заданій тонкості очистки.

Проведений аналіз різноманітних технологічних прийомів та способів отримання ППМ з підвищеними експлуатаційними властивостями показав, що забезпечити такі властивості можна шляхом створення анізотропних пористих структур за рахунок технологій сухого радіально-ізостатичного пресування.

### 1.3. Фільтрувальні пористі матеріали

Найбільш широке застосування пористі матеріали знаходять як фільтри різного призначення. Вони служать для фільтрування води, різних масел, мастил, розчинників, рідких та газоподібних палив, рідких газів у криогенній техніці, продуктів бродіння, у хімічній промисловості, ядерній енергетиці.

«Всі властивості пористих фільтрувальних матеріалів умовно можна розділити на дві групи: структурні (пористість, розмір пір, форма пір, коефіцієнт проникності) та каркасні (властивості провідності: теплопровідність, електропровідність; механічні властивості: твердість, межа пружності, фізико-механічні властивості).

Основними параметрами, що характеризують фільтри, є проникність повітря або рідини, тонкість фільтрування і міцність. Проникність (продуктивність) фільтрів визначається кількістю протікає через фільтр газу або рідини, що подаються під певним тиском. Проникність фільтра визначають у пристрої, де через фільтр, що випробовується, продавлюють під певним тиском газ, який витісняє з мірного циліндра рідина »[8].

Проникність, тонкість фільтрування залежить від пористості, форми і розмірів частинок порошку, з якого виготовлений фільтр, і навіть його товщини. Мінімальна товщина порошкових фільтрів повинна становити 3 мм, оскільки при менших її значеннях вони недостатньо міцні, а при великій товщині погіршується проникність. Тонкість фільтрування залежить від пористості, яка за інших рівних умов визначається розміром частинок. Залежно від сфери застосування фільтри виготовляються з різних матеріалів.

Але найбільш переважними є металокерамічні фільтри. Порівняно з існуючими фільтрами на органічній (повсть, папір, тканини, полімери) та неорганічній (азбест, скло) основах металокерамічні фільтри мають ряд переваг, які дозволяють розширити область їх застосування. До переваг металокерамічних фільтрів слід віднести насамперед широкий діапазон пористості та проникності, досить високу міцність, нечутливість до ударних навантажень. Металокерамічні фільтри дуже термо-і корозійно-стійкі, мають хорошу теплопровідність.

«Металокерамічні фільтри одержують спіканням або пресуванням металевих порошоків та неорганічних сполук. Для виготовлення пористих матеріалів фільтрового призначення застосовуються сферичні та несферичні порошки металів та сплавів та металеві волокна. Порошки зі сферичною формою частинок виготовляють методом розпилення розплавленого металу, їх застосування забезпечує найвищі показники проникності пористих перегородок. Застосування несферичних порошоків з розвиненою поверхнею забезпечує більш високу тонкість очищення та більш високу

механічну міцність тіла фільтрів. Істотний вплив на властивості пористих матеріалів має гранулометричний склад »[8].

Тому вихідні порошки піддають розподілу на фракції на ситах (відокремлюються частинки розміром від 800 до 40 мкм), і сепараторах (відокремлюються частинки розміром менше 40 мкм), відбираючи порошок з таким розміром частинок, який забезпечить задану проникність матеріалу. Для отримання виробів з металокерамічних фільтруючих матеріалів, що мають необхідну форму і розміри, зазвичай застосовують один з наступних способів: вільне спікання металевих порошків, статичне, гідростатичне або мундштучне пресування, прокатка порошків з подальшим спіканням. (пороутворювачі): парафін, карбонат амонію, хлорид міді (II), хлорид натрію, розчин полівінілового спирту. Вибір типу розпушувача залежить від температури його випаровування чи розкладання .

Вільним спіканням порошків, засипаного в графітових або керамічних формах, зазвичай отримують вироби невеликих розмірів. Формування шляхом вільного засипання порошків зі сферичною формою частинок дозволяє отримати пористість 45-50 %. Для отримання більших фільтруючих елементів застосовують статичне пресування в прессформах. Вони можна отримати вироби різноманітної конфігурації. «Гідростатичне пресування дозволяє отримувати заготовки з рівномірнішим розподілом пористості. Пористість заготовок становить 30-35%. Рівномірний розподіл пористості досягається при відцентрово-вібраційному методі формування, при якому створюється рівномірний потік частинок порошків при заповненні форми та застосовується вібрація, що сприяє рівномірному укладанню частинок. Пористість заготовок становить 30-40%. Для виготовлення пористих матеріалів з великим ставленням довжини до поперечного перерізу перспективними є методи прокатки та пресування мундштучного »[9].

При прокатці в залежності від розміру вихідних частинок і товщини одержуваної заготовки пористість її досягає 20-45%, а при введенні пороутворювачів - 60-70% і більше. Перевагою прокатки є те, що пористі матеріали можна виготовляти багат шаровими. При цьому шари можуть складатися із різних матеріалів, мати різну пористість. Багат шарові та складної конфігурації матеріали можна отримати методом шлікерного лиття. При послідовному відцентровому виливці шлікерів

різних складів металеву пористу форму утворюється багат шарова заготовка, яку потім сушать і піддають спіканню.

«Для отримання пористих виробів застосовують метод мундштучного пресування. Порошки змішують із пластифікаторами і потім видавлюють через мундштук необхідного діаметру. Заготовку піддають сушінню та спіканню. Метод забезпечує рівномірну по довжині заготовки пористість і дозволяє отримувати на поверхні виробів шар більш тонкої пористості, ніж у серцевині. Це пов'язано з тим, що в процесі мундштучного пресування за рахунок нерівномірного розподілу зусилля видавлювання по поперечному перерізу заготовки поверхневі шари ущільнюються більше, ніж серцевинні. Це забезпечує високий ступінь очищення газових середовищ (до 24 мкм) без глибинного засмічення фільтра, що дозволяє його ефективною і багаторазовою регенерації. Метод мундштучного пресування застосовується для виготовлення ущільнювальних матеріалів »[9].

Остаточні властивості пористого матеріалу визначаються під час спікання. Головне завдання полягає в тому, щоб підвищити міцність виробу, зберігаючи відповідну пористість. Металевий матеріал спікається при температурі нижче температури плавлення хоча б одного компонента, що забезпечує комплекс механічних і фізико-хімічних властивостей. Спікання відбувається під захисним газом або у вакуумі, в безперервних або циклічних печах.

Продукт спікається в захисному відновному середовищі або у вакуумі при температурах від 860 до 1250°C протягом 1-2 годин. Тип середовища і температура спікання визначаються складом спекаемого матеріалу і вимогами до властивостей кінцевого продукту.

Металокерамічні фільтри найбільш широко застосовуються для тонкої фільтрації рідин та виділення із суспензій дрібнодисперсних домішок, а також у енергетичних ядерних реакторах. Для ядерних реакторів використовують елементи з хромованої сталі, інших цільей - з бронзи. Аналогічні фільтри з нержавіючої сталі застосовують у виробництві урану .

«Для збільшення проникності та міцності проникних матеріалів застосовують порошки з частинками гострокутної або дендритної форми. Оскільки щільність упаковки частинок таких порошоків значно нижча, ніж сферичних, максимальна

пористість виробів збільшується (до 70%). При необхідності збільшення пористості порошки вводять порообразуючі елементи, які, розкладаючись при спіканні, зумовлюють появу відповідних порожнин. Для фільтрування рідкого магнію та хлориду титану (IV) застосовують фільтри порошку титану з несферичною формою частинок» [10].

Найбільш ефективним пороутворювачем при виготовленні фільтрів із порошків титану з частинками несферичної форми є карбонат амонію у вигляді порошку з крупністю частинок 0,1 мм, оскільки продукти його розкладання не взаємодіють із порошком титану.

Для тонкого очищення при великій продуктивності фільтрів застосовують двошарові фільтри порошків титану з частинками несферичної форми. Такі матеріали виготовляють пошаровим пресуванням. Для отримання фільтрів із порошків з частинками несферичної форми у вигляді довгих труб застосовують мундштучне пресування. Отримані за цією технологією трубчасті фільтри мають пористість 35 - 40 % і витримують тиск газів 6 МПа [11].

При виготовленні фільтрів з волокон, які важко отримати фізико-хімічними методами, використовують волокна, отримані екструзією з пластифікованих сумішей. Наприклад, при виготовленні високопористих проникних матеріалів з карбиду титану волокна отримують екструзією пластифікованої суміші, формують заготовку і спікають при температурі 2300 °С. Спікання передбачає усадку волокон і загальну підготовку. При однаковій пористості чим більша дисперсність порошку, що становить пластифіковану суміш, тим вище проникність такого матеріалу.

«Металеві фільтри добре зарекомендували себе як газо- і розподільники повітря в різних апаратах, наприклад в пневмотранспортних пристроях. Фільтрувальні плити застосовуються при реакціях, що проходять з перемішуванням та насиченням рідин газами. Металеві фільтри забезпечують безаварійне функціонування електрогідролічних приводних вузлів, безперервно видаляючи продукти зношування, що виникають при терті деталей та старінні масла гідросистем» [12].

Високопористі металеві фільтри застосовуються в авіабудуванні та космічній техніці. Сітчасті волокнисті фільтри розміщують у місцях, де літаки найбільш

схильні до обмерзання. Металеві фільтри використовуються для розділення незмішуваних рідин з різним поверхневим натягом.

#### 1.4. Властивості фільтрувальних матеріалів (ФМ)

Всі властивості ФМ можна розділити на дві групи: структурні і каркасні. Структурні визначають властивості проникливості і фільтрації, а каркасні: фізико-механічні і фізико-хімічні. Структурні властивості – характеризують поророзподілення (пористу структуру). До них відносяться пористість і її розподілення, розмір пор і їх розподілення, коефіцієнт хвилястості пор, коефіцієнт регулярності пористої структури і вільна поверхня пористого тіла.

«Розрізняють відкриту, кутову і закриту пористість, кожна з яких утворюється відповідно відкритими, кутовими і закритими порами. При загальній пористості матеріалу (більше 20%) практично вся кутова і закрита пористість рівна нулю. Отже, для матеріалів ( $\Pi > 20\%$ ), практично завжди загальна пористість рівна відкритій пористості. Для визначення пористості розроблений ряд методів: розрахунковий метод, оснований на визначенні щільності фільтруючих матеріалів (ФМ), методи просіювання, гідростатичного зважування, металографічний метод» [13].

Основна перевага вказаного методу полягає в тому, що властивості ФМ при його застосуванні не змінюються. Цей метод передбачає повне заповнення всіх пор рідиною. Для цього просочення ФМ повинна здійснюватися у вакуумі або в умовах примусової фільтрації рідини через пори з подальшою витримкою зразків в рідині протягом декількох годин. «Установка працює наступним чином. Досліджуваний зразок 1 ставлять в стакан 2, включають вакуумний насос, відкривають кран 4 і притискають стакан до стійки 3. Під час вакуумування кран 6 закритий. Досягнувши необхідної величини розрідження (зазвичай 13,3 Па) в стакані 2, перекривають кран 4, відключають вакуумний насос і відкривають кран 6. Просочувана рідина із стакана 7 в стакан 2 під дією атмосферного тиску просочить досліджуваний зразок» [13].

Описані два методи визначення пористості застосовуються при використанні зразків правильної форми, коли неважко визначити їх об'єм. Відомо, що величина проникнення вихрових струмів залежить від частоти змінного магнітного поля. Отже, змінюючи його частоту, можна визначити електропровідності шарів різної товщини,

а на підставі набутих значень розрахувати питому електропровідність будь-якого внутрішнього шару [14].

Проникливість по відношенню до газів називається газопроникливістю, вона залежить від геометрії порового простору і режимів протікання рідини або газу. Проникливість збільшується із зростанням пористості, розмірів пор, перепаду тиску і зменшується при збільшенні товщини фільтруючої межі, в'язкості фільтра [14].

«Просочений зразок розміщують в спеціальний патрон, де на поверхню наливають додатковий шар (до 5 мм) цієї ж рідини. Під зразок попадає газ, тиск якого плавно збільшують, і фіксують тиск, при якому на поверхні зразка відкривається не менше трьох пор (в шарі рідини утворюється відповідна кількість ланцюгів бульбашок газу). Такий тиск відповідає розкриттю пор максимальних розмірів. Подальше збільшення тиску приводить до початку інтенсивного виходу бульбашок газу по всій поверхні зразка. Такий тиск відповідає розкриттю пор середніх розмірів»[14].

Висновки: Для підвищення якості і надійності фільтруючих матеріалів, а також зниження їх собівартості виникає потреба у створенні ППМ. Тому на основі проведеного літературного огляду можна зробити наступні висновки:

1. Врахувавши основні недоліки традиційних технологій отримання ППМ, доцільно і перспективно буде використовувати СВС - метод для відповідних систем, який характеризується наступними перевагами:

- використання більш дешевої хімічної енергії замість електричної;
- простіша технологія виготовлення виробів за рахунок зменшення числа виробничих стадій;
- простота устаткування завдяки відсутності зовнішніх джерел тепла;
- велика швидкість процесів, що пов'язана із значним саморозігріванням у хвилі горіння;
- можливість створення безперервних процесів.

2. Наведені основні технологічні схеми отримання фільтрувальних матеріалів та методи визначення їх експлуатаційних характеристик таких, як пористість, проникливість.

3. Показано, що важливою задачею технології отримання фільтрувальних пористих проникливих матеріалів є визначення основних структурних характеристик, таких як форма і розмір пор та розподіл пористості, які, в свою чергу, визначають властивості проникливості та фільтрування.

## РОЗДІЛ 2

### МАТЕРІАЛИ І МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ

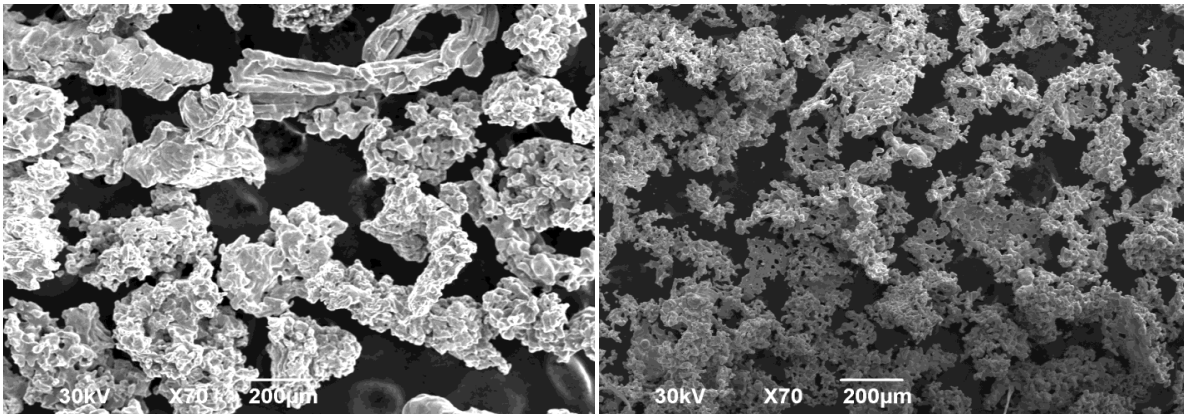
#### 2.1. Характеристика вихідних матеріалів

В якості основи для розробки нового пористого матеріалу використовували титан. Як екзотермічні добавки використовували вуглець та бор. Таким чином, дослідженням піддавалася системи Ti-C, Ti-B і Ti-B-C. Найменування і марки вихідних компонентів, що використовувалися, представлені в таблиці 2.1.

Таблиця 2.1. - Характеристики вихідних порошків[15]

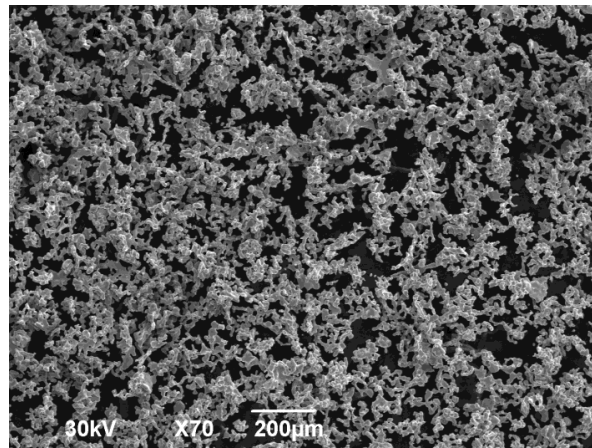
Вихідний матеріал	Тип, марка порошку	Нормативний документ	Дисперсність, мкм
Титан (Ti)	ПТМ-2	ТУ 14-22-57-92	0-100
Титан (Ti)	ПТС-2	ТУ 14-22-57-92	0-280
Титан (Ti)	ТПП-7	ТУ 1791-449-005795388-2010	150-300
Бор (B)	Аморфний Марка А	ТУ 2112-001-49534204-2003	Не більше 20,0
Вуглець технічний (C)	П 804-Т	ТУ 38-1154-88	200

На рисунку 2.1 представлені фотографії морфології порошків титану зі збільшенням на x70.



а)

б)



в)

Рисунок 2.1 Морфологія порошків титану марок: а)ТПП-7; б)ПТС-2; в)ПТМ-2

Титан (Ti) – хімічний елемент з порядковим номером 22, атомна вага 47,88, легкий сріблясто-білий метал. Густина  $4,51 \text{ г/см}^3$ ,  $t_{\text{пл.}}=1668 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $t_{\text{кип.}}=3260 \text{ }^\circ\text{C}$ .

«У роботі використовувалися порошки титану марок ПТМ-2, ПТС-2 та ТПП-7:

1) ПТМ-2 випускається за ТУ 14-22-57-92. Являє собою порошок чорного кольору. Розмір часток менше  $45 \text{ мкм}$  - 85%.

2) ПТС-2 випускається за ТУ 14-22-57-92. Являє собою порошок чорного кольору. Розмір частинок менше  $45 \text{ мкм}$  - 74%.

3) ТПП випускається за ТУ 1791-449-005795388-99 є сріблясто-сірий порошок. Розмір частинок не більше  $300 \text{ мкм}$  »[15].

У таблиці 2.2 наведено хімічні склади порошків титану, що використовуються в роботі.

Таблиця 2.2. – Марки та хімічний склад[15]

Марки	Ti	Суміш, маса %, не більше				
		N	C	H	Fe+Ni	Si
ПТМ-2	основа	0,08	0,05	0,35	0,40	0,10
ПТС-2	основа	0,20	0,05	0,35	0,40	1,00
ТПШ-7	основа	0,5			1,1	

У таблиці 2.3 наведено гранулометричний склад порошків титану, що використовуються

Таблиця 2.3. – Розмір частиц[15]

Марки	Гранулометричний склад, маса %, за фракціями, мкм			
	+280	+100	+45(40)	-45(40)
ПТМ	0,0	≤ 2,0	≥ 15(25)	Баланс
ПТС	≤ 1,0	Не визначено	≥ 25 (35)	Баланс

«Вуглець (C) - з порядковим номером 6 та атомною масою природної суміші ізотопів 12,0107 г/моль. Температура плавлення 3550 °С. Існує безліч алотропних модифікацій вуглецю. Технічний вуглець - високодисперсний аморфний вуглецевий продукт, що виробляється у промислових масштабах. Частинки технічного вуглецю складаються з деградованих графітових структур. Поверхня частинок має шорсткість, за рахунок шарів, що наповзають один на одного. У роботі використовувався технічний вуглець марки П 804- Т за ТУ 38-1154-88» [16].

Бор (В) – хімічний елемент 3-ї групи головної підгрупи 2-го періоду періодичної системи Менделєєва, порядковий номер 5, атомна маса природної суміші ізотопів 10,811 г/моль. Бор аморфний випускається за ТУ 2112-001-49534204-2003 у вигляді порошку трьох марок (А, Б та В), якість яких представлена у таблиці 2.4.

Таблиця 2.4. – Хімічний склад порошоків бору[15]

Назва показника	Норма для марки		
	А	Б	В
1. Масова частка бору (В), %, не менше	94,0	90,0	85,0
2. Масова частка бору (В), %, не менше	92,5	88,5	Не нормується
3. Масова частка кремнію (Si), %, не більше	0,3	Не нормується	
4. Масова частка заліза (Fe), %, не більше	0,7	Не нормується	0,3

## 2.2. Методика експерименту

Вихідні компоненти піддавали попередньому сушінню у вакуум-сушильних шафах при температурі 90-95 °С протягом 4 годин. Дозування вихідних порошоків проводили на лабораторних електронних вагах марки ВК-300. «Експериментальний склад екзотермічних шихт із заданим розрахунковим вмістом титану, вуглецю та бору готували у кульових млинах об'ємом 1 л., при співвідношенні мас куль та шихти 3:1. Час змішування – 4 години. Формування заготовок здійснювалося одностороннім пресуванням циліндричної матриці. Зразок для синтезу був циліндром діаметром 23 мм і висотою 10-15 мм. Ініціювання реакції горіння здійснювалося електричною спіраллю. В якості запальної суміші використовувалися шихта стехіометричного складу  $Ti+C$  і магнезій терміт »[17,18].

Експериментальні склади шихти:

Система  $Ti-C$ :

$Ti+xC$ , де  $x$  – молярний вміст вуглецю в шихті.

$Ti+xC+H_2$ , де  $x$  – молярний вміст вуглецю у шихті.

Система  $Ti-B$ :

$(Ti+B) + x\%Ti$ , де  $x$  – надлишковий процентний вміст титану в шихті.

$(Ti+B) + x\%Ti+H_2$ , де  $x$  – надлишковий процентний вміст титану в шихті.

Система  $Ti-B-C$ :

$(Ti+B) + (Ti+0,5C) + xTi$ , де  $x$  – надлишковий процентний вміст титану в шихті.

### Шихта (Ti+B) + xTi

«Дослідженню піддавалася шихта (Ti+B) + xTi, де x — надлишковий процентний вміст титану в шихті. Під час проведення експерименту використовувалися порошки наступних марок: титан ПТМ-2 та ПТС-2; бор аморфний коричневий. Експериментальні склади екзотермічних шихт із заданим розрахунковим вмістом монобориду титану та надлишку титану готували вручну у фарфоровій ступці. Формування пористих заготовок здійснювалося одностороннім пресуванням у циліндричній матриці при питомому тиску  $P = 55$  МПа»[18].

Шихта складалася із двох частин:

- 1) Стехіометрична суміш порошку титану марки ПТМ-2 та коричневого бору з розрахунку на утворення монобориду титану.
- 2) Варіюваний надлишок порошку титану марки ПТС-2 у кількості 10, 20, 30, 40%.

### Гранульована шихта Ti+xC+HЦ

Пористість матеріалу багато в чому визначається пористістю вихідної шихти заготівлі. Для забезпечення високої пористості виробу вирішили використовувати гранулювання шихти.

«Дослідженню піддавалася шихта  $Ti + xC + HЦ$ , де x - молярний вміст вуглецю в шихті. При проведенні експерименту використовувалися порошки наступних марок: титан ТПП-7 і ПТМ-2, технічний вуглець (сажа) П804Т.

Приготування рецептур експериментальних гранульованих шихт складалося з двох етапів:

- 1) Приготування шихти  $Ti+xC$ .
- 2) Гранулювання експериментальних складів вихідних шихт із заданим розрахунковим вмістом титану та технічного вуглецю»[18].

### Гранульована шихта (Ti+B) + xTi

Дослідженню піддавалася гранульована шихта  $TiB + xTi$ . Під час проведення експерименту використовувалися порошки наступних марок: титан ПТМ-2; бор аморфний коричневий. Вихідні компоненти піддавали попередньому сушінню у вакуум-сушильних шафах. Стехіометричну суміш монобориду титану готували в кульовому млині. Експериментальні склади екзотермічних шихт із заданим

розрахунковим вмістом монобориду титану та надлишку титану готували вручну у фарфоровій ступці.

«Для гранулювання шихти використовувався 10-15% розчин нітрату целюлози (C<sub>24</sub>H<sub>29</sub>O<sub>42</sub>N<sub>11</sub>) в ацетоні. Гранули виготовлялися шляхом продавлювання суміші через сітку. Для приготування гранул використовувалися сітки розміром 1,5 і 3 мм. Після екструзії сирі гранули просушувалися при кімнатній температурі на повітрі протягом 24 годин, а потім печі при температурі 50 °С протягом 60 хвилин для видалення залишків ацетону. При сушінні гранульованої вихідної шихти ацетон випаровується і тому у розрахунках та аналізі реакцій не розглядався. Спалювання піддавали відпресовані заготовки з гранульованої шихти»[18].

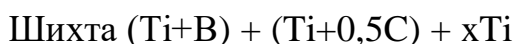
Приготування рецептур експериментальних гранульованих шихт складалося з трьох етапів:

1) Приготування стехіометричної суміші порошку титану марки ПТМ-2 та коричневого бору в розрахунку на утворення монобориду титану.

2) Приготування екзотермічної шихти зі стехіометричної суміші монобориду титану і варіюваним надлишком порошку титану марки ПТМ-2 у кількості 10, 20, 30, 40, 50, 60%.

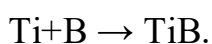
3) Гранулювання експериментальних складів вихідних шихт із заданим розрахунковим змістом монобориду титану та надлишку титану.

Формування заготовок здійснювалося одностороннім пресуванням у циліндричній матриці  $d = 23$  мм при питомому тиску пресування  $P = 20, 35$  та  $55$  МПа. Реакція синтезу проводилася оболонці в СВС реакторі.

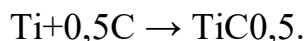


«Дослідженню піддавалася потрійна система Ti-B-C. Під час проведення експерименту використовувалися порошки наступних марок: титан ПТМ-2; бор аморфний коричневий; вуглець технічний (сажа) П804Т. Рецептатура шихти складалася з наступних частин:

Частина №1: Стехіометрична суміш порошку титану марки ПТМ-2 та коричневого бору, складу (Ti+B) у розрахунку на утворення монобориду титану:



Частина №2: Нестехіометрична суміш порошку титану марки ПТМ-2 та технічного вуглецю П804Т у розрахунку на утворення  $TiC_{0,5}$ , що є нижньою межею області гомогенності системи Ti-C »[18]:



Частина №3: Надлишок порошку титану марки ПТМ.

Таким чином, рецептура шихти складалася з стехіометричної суміші складу (Ti + В) і нестехіометричної суміші складу ( Ti + 0,5С), взятих у співвідношенні 50 : 50 і добавки титану, що варіюється надлишку, в кількості 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35% від загальної маси шихти.

### 2.3. Вимірювання температури та швидкості горіння

Максимальну температуру горіння визначали вольфрам-ренієвими термопарами. Термопари зварювалися з вольфрам-ренієвого дроту ВР-5 і ВР-20 діаметром 100 мкм. Тарування термопар здійснювалося реперною речовиною, в якості якої використовувалася суміш порошків нікелю і алюмінію у співвідношенні моль на моль з відносною щільністю 0,7, з температурою горіння 1470. Похибка вимірювання не перевищувала 4-6%.

«Для визначення швидкості поширення фронту горіння за зразком використовували базисний метод, заснований на вимірі часу проходження хвилі горіння при відомій відстані по вертикалі між датчиками. Як датчики використовувалися вольфрам-ренієві термопари ВР5-ВР20. Принцип роботи полягає в тому, що в момент, коли фронт хвилі горіння проходить повз першу термопару, запускався лічильник часу. Припинення рахунку реалізується при досягненні фронтом горіння другої термопари. Для визначення середньої швидкості горіння служить така проста формула»[19]:

$$U = h/\tau,$$

де h - Відстань між термопарами, (мм);  $\tau$  – час (с).

Визначення міцності. Як основний параметр, що характеризує міцність синтезованого матеріалу, було обрано межу міцності на стиск, який застосовується для оцінки механічних властивостей металевих і керамічних матеріалів. Випробування проводили на універсальній випробувальній машині INSTRON 5988.

Також випробування проводилися на гідравлічному пресі К-44-III з використанням спеціального пристосування для проведення випробувань на стиск, що дозволяє виключити перекося між зразком та плитою, що деформує, і зменшити похибку навантаження зразка [19].

#### 2.4. Рентгеноструктурний аналіз

Рентгеноструктурний аналіз отриманих зразків проводився за допомогою дифрактометра ARL X'trA-138 фірми Termo Scientisic у випромінюванні Cu-K $\alpha$ . Зйомка проводилась у діапазоні кутів  $2\theta$  30 – 110° зі швидкістю сканування 2°/хв.

Дифрактометр ARL X'trA-138 фірми TermoScientisic дозволяє вимірювати інтенсивності дифрагованого в заданому напрямку випромінювання з точністю до 10-х часток відсотка та кути дифракції з точністю до 10-х часток хвилини.

#### 2.5. Хімічний аналіз

Аналіз хімічного складу проводився на електронному мікроскопі JEOL-6390A за допомогою приставки мікрорентгеноспектрального аналізу JED-2300F.

#### 2.6. Морфологія

Морфологія пористих зразків, що синтезуються, вивчалася на растровому електронному мікроскопі Jeol JSM-6390A при збільшенні від 100 до 10000 крат [20].

#### 2.7 Пористість

«Пористість зразків розраховувалася за фотографіями, одержаними за допомогою електронного мікроскопа JEOLJSM-6390A. Отримані зображення зразків оброблялися за допомогою програми ImageJ, розробленої в Національному інституті охорони здоров'я США для обробки та аналізу медичних та біологічних зображень. Для дослідження пористості синтезований матеріал шліфували на абразивному колі з метою отримання плоскої поверхні, а потім підігрівали та заповнювали поровий простір термопластичним полімером. Після остигання зразків і затвердіння полімеру їх піддавали повторному шліфуванню. Такий підхід дозволяє отримувати електронно-

мікроскопічні зображення з чіткими межами між порами та основним матеріалом, що вимагають мінімальної підготовки для подальшого аналізу» [20, 21].

Зйомку зразків проводили в режимі композиційного контрасту на трьох випадково вибраних ділянках поверхні зразка. При необхідності отримані знімки піддавали попередньої обробки програмі GIMP. Подальшу обробку зображень проводили за допомогою програми ImageJ. На підготовлених зображеннях яскравістю автоматично виділялися темні пори. В результаті отримували бінарні зображення, за якими проводили кількісний аналіз пор. Також пористість синтезованих зразків визначали методом гідростатичного зважування за ГОСТ 2409-95.

Висновки: 1. Визначено номенклатуру та обґрунтовано вибір вихідних порошкових компонентів призначених для отримання пористого матеріалу.

2. Підібрано технологічні режими підготовки вихідних порошкоподібних компонентів та отримання пористих СВС зразків.

3. Вибрано рецептури шихти та методики проведення синтезу для отримання пористих виробів із порошку титану методом СВС з використанням високоекзотермічних реагентів.

4. Вибрано методики вивчення структури та властивостей отриманого пористого матеріалу.

## РОЗДІЛ 3

### МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕХНОЛОГІЇ ВИГОТОВЛЕННЯ ПОРИСТИХ ПОРОШКОВИХ ЗАГОТОВОК

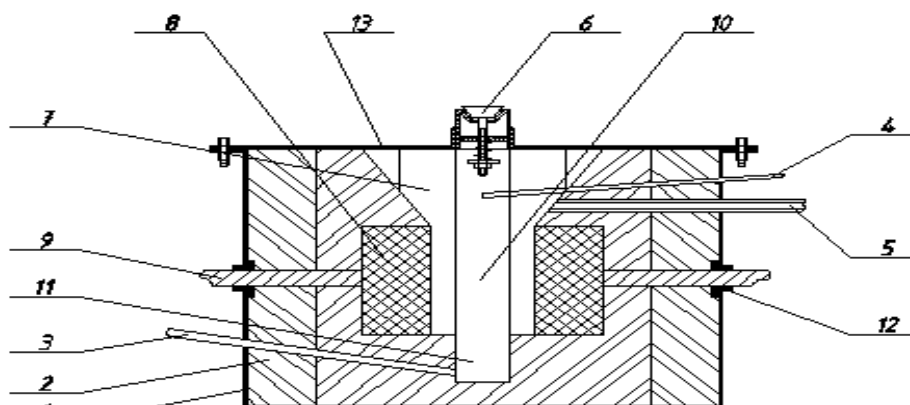
#### 3.1. Експериментальна установка для отримання синтез - газу

Для отримання водневого середовища використовували спеціальний генератор газу. У якості прототипу нами використовувалася конструкція газогенератора, що розроблена у Східноукраїнському національному технічному університеті ім. Даля. Вдосконалений газогенератор (рис. 3.1) складається з корпусу 1, який виготовлений із сталі Ст3.

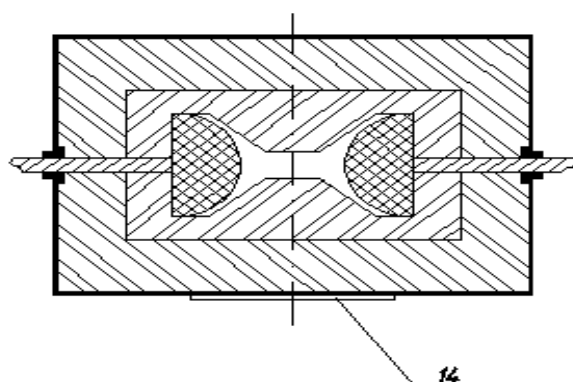
«Футерівка робочої зони 2 виготовлена із шамотної цегли марки ША1-1-5, що має вогнетривкість 1750 °С. Електроди 8 виготовлені з графіту марки ВПГ, мають округлу форму, що забезпечує покращення контакту між електродами та

робочою сумішшю на 40% в порівнянні з прототипом, округла форма електродів призводить до зменшення їх температури, а це забезпечує їх довговічність. Завантажувальна горловина 7 виготовлена у вигляді зворотного конуса, що сприяє рівномірному розподіленню вуглецевмісного матеріалу і кращому контакту з графітовими електродами. Клапан 6 складається з корпусу, пружини і регулювальної гайки і є запобіжником у випадку вибухонебезпечної ситуації. Для інтенсифікації виділення водню в корпусі газогенератора встановлена додаткова трубка з нержавіючої сталі ( $d = 8$  мм), для подачі води в верхню частину робочої зони. Експериментально визначено, що при даній геометрії можна використовувати різні фракції графіту. Зміна геометричних форм газогенератора розрахована на зменшення шунтуючих струмів, які виникають при проходженні через зону зольника та бункера-накопичувача, тобто струм, який проходить через газогенератор, зменшується за рахунок відсутності “паразитних” струмів в зоні зольника та бункера-накопичувача. Зменшення струму газогенератора дає можливість знизити енерговитрати при проведенні реакції добування генераторного газу »[22].

Суть роботи газогенератора пояснюється кресленням, де на рис. 3.1, (а) – зображено поздовжній переріз вдосконаленого генератора, (б) – вид зверху робочої камери газогенератора. На рис. 3.2. показаний загальний вигляд вдосконаленої установки для отримання синтез-газу.



а. Поздовжній переріз генератора



б. Робоча камера генератора

Рисунок 3.1 Схема вдосконаленого газогенератора: (а) – зображено поздовжній переріз вдосконаленого генератора, (б) – вид зверху робочої камери газогенератора (1– корпус, 2– футеровка, 3, 4– труба, для подачі води, 5– труба, для виходу продуктів горіння, 6– запобіжний клапан, 7–завантажувальна горловина, 8– графітові електроди, 10– робоча зона, 11– зольник, 12– кріплення, 14– люк)

«Генератор працює наступним чином. Знявши кришку 13, до генератора завантажують вуглецевмісний матеріал. Кришку 13 закривають і на електроди 8 подають напругу із зварювального трансформатора. Між частинами графіту виникають мікродуги, в результаті чого в робочій зоні 10 виділяється певна кількість теплоти і температура за 15–20 хв. досягає 1600–1700 °С. На рис. 3.2. зображено загальний вигляд установки для здійснення процесу відновлення» [23].



Рисунок 3.2 Загальний вигляд вдосконаленої установки для отримання синтез-газу

Температуру вимірювали пірометром через завантажувальну горловину 7, яка набагато більша у центрі робочої зони 10, ніж біля поверхні електродів 8. Температура електродів не перевищує 300 °С, що забезпечує їх високу стійкість. Вода, що подається по трубі 3 до зольника 11, перетворюється в пару, яка піднімається до робочої зони 10. В робочій зоні відбувається реакція:



Подача води у верхню частину робочої зони по трубі 4 сприяє інтенсифікації виділення водню в корпусі газогенератора. «Отриманий газ, відводиться трубою 5. Зола, що накопичується в зольнику 11 видаляється, через отвір корпусу 1, який закривається люком 14. Кількість водню, що виділяється рівна 1200 см<sup>3</sup>/год. З метою обґрунтування прийнятих рішень було проведено серію паралельних дослідів з генератором старої конструкції та з вдосконаленим генератором. Для цього в бункер завантажували графіт марки РБМ трьох фракцій діаметром Ø 5–10 мм, Ø 10 – 15 мм, Ø 15 – 20 мм і спостерігали за показниками струму та напруги. При завантаженні графіту

розмірами  $\varnothing 5 - 10$  мм було встановлено, що  $I = 80A$ ,  $U = 36B$ ,  $t = 30$ хв, при  $\varnothing 10 - 15$  мм  $I = 90A$ ,  $U = 40B$ ,  $t = 40 - 45$ хв, при  $\varnothing 15 - 20$  мм  $I = 100A$ ,  $U = 40B$ ,  $t = 50$ хв. При завантаженні графіту тих самих фракцій у вдосконалений пристрій показники струму і напруги змінилися. Для  $\varnothing 5 - 10$  мм  $I = 50A$ ,  $U = 15B$ ,  $t = 15$  хв; для  $\varnothing 10 - 15$  мм  $I = 75A$ ,  $U = 20B$ ,  $t = 20$  хв; для  $\varnothing 15 - 20$  мм  $I = 80A$ ,  $U = 40B$ ,  $t = 50$ хв. На рис. 2.3. показана залежність електричних характеристик роботи газогенератора від розміру фракцій графіту марки РБМ (вдосконаленої моделі)» [23].

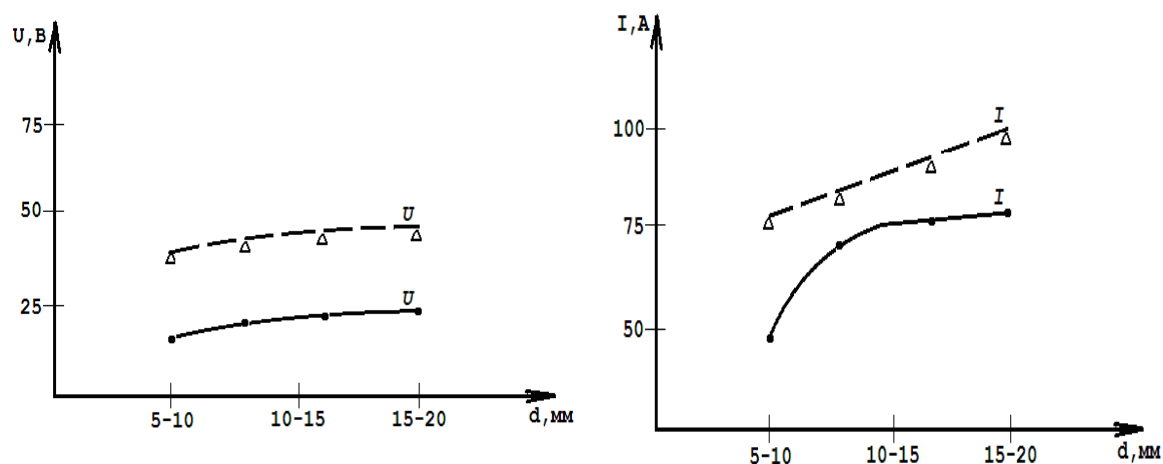


Рисунок 3.3 Графіки залежності електричних характеристик роботи газогенератора від розміру фракцій графіту марки РБМ (штриховані лінії – прототип, а суцільні лінії – вдосконалена модель)

Для отримання відновленого порошку титану використовуємо технологічну схему (рис. 3.4), яка складається з газогенератора та електропечі марки СНОЛ 10-11В. Максимальна робоча температура печі рівна  $1300^{\circ}C$ . З метою уникнення вибухонебезпечності перед процесом відновлення робочу камеру електропечі марки СНОЛ 10-11В продували аргоном. В ємкість з нержавіючої сталі марки 40Х13 засипали порошок титану масою по 100 г. Водень із газогенератора подавали через патрубок 4 до печі. Порошок титану відновлювали при температурі  $680-700^{\circ}C$  на протязі 2 годин.

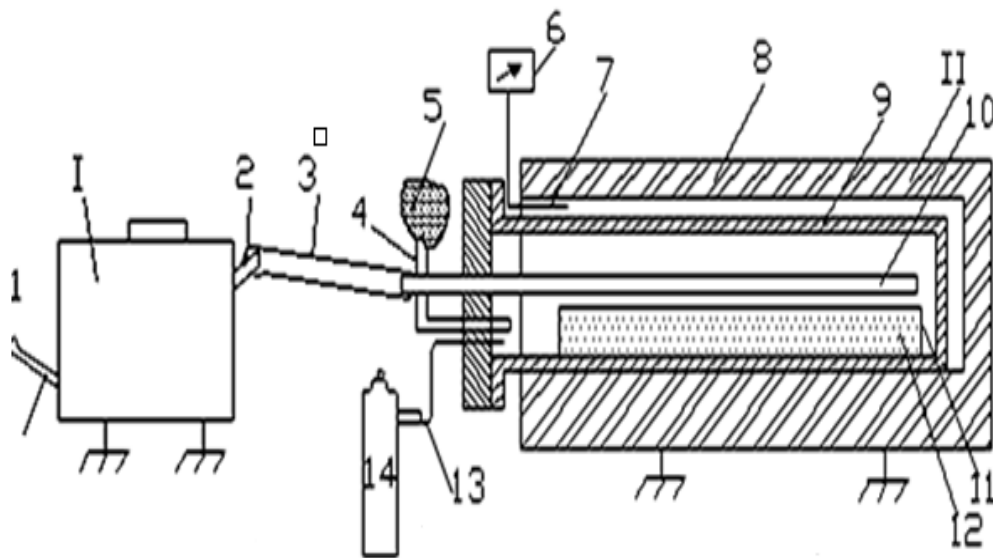


Рисунок 3.4 Технологічна схема відновлення порошків [23]

(I – вдосконалений газогенератор: 1 – трубка підводу води; 2 – трубка підводу газу; 3 – трубопровід. II – електропіч марки СНОЛ 10-11В: 4 – контрольна трубка; 5 – факел; 6 – датчик температури; 7 – термопара; 8 – вогнетривка цегла; 9 – контейнер; 10 – трубка підводу газу; 11 – ємкість із сталі 40Х13; 12 – металевий порошок; 13 – трубка підводу аргону; 14 – балон з аргоном)

Контроль якості відновлення проводився методом визначення хімічного складу за допомогою спектрографа марки СТЭ-1. Встановлено, що чистота порошків складає 95–99%. Загальний вигляд технологічної схеми відновлення порошків показаний на рис. 2.5. Отримані дані показують, що запропоновані технічні рішення приводять до зменшення енерговитрат при збільшенні ресурсу генератора [23].



Рисунок 3.5 Загальний вигляд установки для здійснення процесу відновлення

### 3.2. Лабораторний реактор для здійснення СВС - процесу

«Конструкція лабораторного реактора для здійснення СВС - процесу виконана згідно рекомендацій [24]. Його можна розділити на три умовні системи :

1. Система забезпечення реактора газовими сумішами. До неї входять балони із стисненими газами, редуктор, вентиль, трубопроводи із з'єднанням та прилади контролю тиску.

2. Система запалювання дослідних зразків в лабораторному реакторі, що містить трансформатор, який включений в електричну мережу, силовий вимикач, запобіжник, контактну мережу та вольфрамову спіраль запалювання.

3. Вимірювальна система, що складається з температурних датчиків (термопар), аналого-цифрового перетворювача та комп'ютера з програмним забезпеченням» [24].

На рис. 3.6. показане креслення лабораторного реактора для здійснення СВС - процесу. Технічно реактор виконаний у вигляді термоізольованої ємкості, із роз'ємною кришкою, яка дозволяє ставити дослідні зразки на предметному столику 4 всередині реактора. В торцевій частині корпусу розміщені фланці для під'єднання газопроводів. З бокової сторони розміщене вікно спостереження 8 за процесом горіння. До предметного стола виведено дроти для під'єднання термопар 7 та ініціюючої спіралі 3. В кришку вмонтований клапан 6, який складається з корпусу 1,

пружини і регулювальної гайки і є запобіжником у випадку вибухонебезпечної ситуації [25].

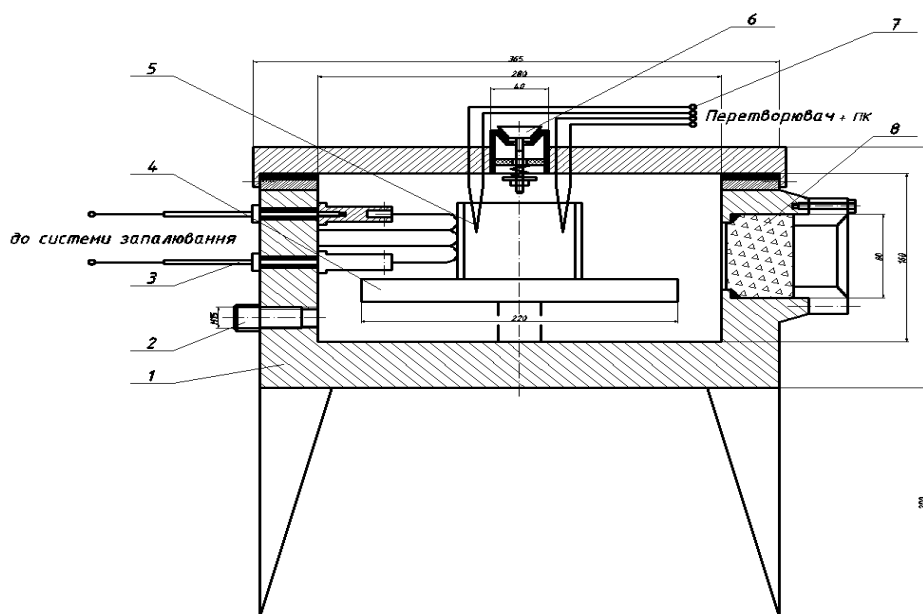


Рисунок 3.6 Реактор для здійснення СВС- процесу (1 – корпус, 2 – штуцер, 3 – вольфрамова спіраль, 4 – предметний столик, 5 – контейнер з сумішшю, 6 – запобіжний клапан, 7 – термопари, 8 – вікно спостереження

На рис. 3.7 показаний загальний вигляд установки для здійснення СВС – процесу.



Рисунок 3.7 Загальний вигляд установки для здійснення СВС – процесу

Для синтезу використовувались порошки сталі Ti, C, B. Після проведення теоретичних розрахунків і знаходження пропорцій компонентів вихідної суміші, порошки зважували на лабораторних терезах із точністю до 0,1г. Композиції на основі порошків бору, титану, вуглецю готували з врахуванням стехіометричних коефіцієнтів. «Гранулометричний склад порошків визначали ситовим аналізом. Для приготування шихти з міркувань отримання необхідної пористості використовували порошки з розміром частинок 40 – 50 мкм. Суміш порошків перемішували у вібромліні барабанного типу протягом 8-ми годин до утворення однорідної маси. Зразки спікали в лабораторному реакторі, який був виготовлений в Луцькому НТУ» [26].

Таблиця 3.1. – Конструкційні параметри млина[26]

№	Частота обертання осі млина, $s^{-1}$	Діаметри шківів валу двигуна, мм	Діаметри шківів осі млина, мм	Частота обертання шківів валу двигуна, $xv^{-1}$	Передаточне число
1	70	80	180	420	0,315
2	60	65	160	360	0,39
3	50	65	200	300	0,44

Фронт горіння розповсюджувався по зразку до протилежного боку від ініціюючої спіралі. Електричний сигнал від термопар фіксувався за допомогою датчиків (термопар), підключених до комп'ютера через аналого-цифровий перетворювач моделі В7-35.

Висновки: Вдосконалено генератор газу для отримання водневого середовища. Кількість водню, що виділяється рівна  $1200 \text{ см}^3/\text{год}$ . Досліджено роботу газогенератора мобільного типу для отримання захисного середовища. Показано, що новий технічний результат полягає у зменшенні енерговитрат зі збільшенням технічного ресурсу генератора. Для отримання не окисленого титану без домішок використали технологічну схему відновлення металевого порошку, яка складається з газогенератора та електропечі марки СНОЛ 10 - 11В. Розроблено конструкцію та виготовлено лабораторний реактор для здійснення СВС - процесу, для системи Ti - C - В.

## РОЗДІЛ 4

### СВС ПОРИСТИХ МАТЕРІАЛІВ ПРИ ВИКОРИСТАННІ ГРАНУЛОВАНОЇ ШИХТИ СИСТЕМ Ti-C і Ti-B

#### 4.1. Гранулювання шихти, як спосіб регулювання пористості у процесі СВС

Представлені результати досліджень впливу розміру гранул, питомого тиску пресування, дисперсності та кількості титану у вихідній шихті на закономірності горіння, температуру та швидкість горіння, структуроутворення, хімічний та фазовий склад, пористість та характеристики міцності одержуваних пористих матеріалів. Визначено межі горіння досліджуваних шихти. Також наведено результати досліджень пористих карбиду і монобориду титану, отриманих методом високотемпературного синтезу (СВС), що самопоширюється, зі звичайної (порошкової) шихти. Пористі матеріали на основі титану знайшли широке застосування в різних галузях промисловості (фільтри, носії каталізаторів) завдяки своїм високим фізико-механічним властивостям. Використання пористого титану в різних галузях техніки обумовлено низкою його цінних властивостей, головною з яких є висока корозійна стійкість у багатьох агресивних середовищах, висока питома

міцність та біологічна сумісність. Властивості порового простору визначаються сукупністю таких характеристик, як пористість, форма та розмір пор, також велике значення мають міцнісні, фізичні, хімічні та експлуатаційні характеристики одержуваних пористих виробів.

«Пористість матеріалу багато в чому визначається пористістю вихідної шихти заготовки. Причому необхідно як забезпечення достатньої пористості матеріалу, а й можливість регулювання пористості одержуваних матеріалів. Для забезпечення високої пористості синтезованого виробу використано спосіб отримання порошків тугоплавких сполук з гранульованої шихти. Висока пористість при гранульованні досягається шляхом структурування вихідної суміші порошкоподібних реагентів. У процесі синтезу розтікання розплаву обмежено розмірами однієї гранули, оскільки штучно було порушено суцільність пористого середовища. У цьому капілярні сили діють лише межах однієї гранули, тому висока проникність вихідної шихти зберігається як і процесі горіння, і після закінчення синтезу. При отриманні тугоплавких сполук із гранульованої шихти виключаються недоліки, властиві традиційній технології: утворення суцільного шару розплаву в процесі горіння шихти та спікання кінцевого продукту, що негативно позначається на пористості кінцевого продукту»[27]. У роботі використовувався розчин нітрату целюлози (C<sub>24</sub>H<sub>29</sub>O<sub>42</sub>N<sub>11</sub>) в ацетоні. При приготуванні гранул велике значення має концентрація розчину сполучного та його відсотковий вміст у гранульованій шихті. Найбільш оптимальним та технологічним виявилось застосування розчину нітроцелюлози в ацетоні з концентрацією 12 – 18 %.

В роботі для гранулювання вихідної шихти використовувався 15%-ний розчин нітроцелюлози в ацетоні. Експериментально було визначено оптимальний вміст у вихідній суміші порошкоподібних компонентів, що забезпечує технологічність проведення операції гранулювання методом протирання через сітку і достатню міцність одержуваних гранул. Було встановлено, що найбільш оптимальним та технологічним є вміст нітроцелюлози у кількості 3-5 %. При цьому виходять гранули достатньої міцності та зберігають свою форму після висихання [28].

#### 4.2. Дослідження закономірностей та продуктів синтезу з гранульованої шихти системи Ti-C

У підрозділі представлені результати досліджень закономірностей при синтезі пористого карбиду титану, отриманого методом високотемпературного синтезу (СВС), з використанням гранульованої вихідної шихти, а також звичайної (не гранульованої) шихти. Дослідженню піддавалася шихта  $Ti + xC$ , де  $x$  - молярний вміст вуглецю в шихті.

Для гранулювання шихти  $Ti + xC + H_2$  використовували сітку розміром 1,5 мм. Формування пористих заготовок для синтезу здійснювалося одностороннім пресуванням у циліндричній матриці  $d=23$  мм при питомому тиску пресування  $P = 55$  МПа. Спалювання піддавали відпресовані заготовки з гранульованої шихти діаметром 23 і висотою 15 мм. Реакція синтезу проводилася в СВС - реакторі.

«Було досліджено вплив дисперсності титану в гранульованій шихті на структуроутворення та межу міцності одержаних матеріалів. Для дослідження впливу дисперсності титану на структуроутворення та межу міцності одержуваних зразків використовувався титан марок ТПП-7 та ПТМ-2, що мають середній розмір частинок 300 мкм і 45 мкм, відповідно. Як основний параметр характеризує міцність синтезованого матеріалу було обрано межу міцності на стиск. Випробовування піддавали циліндричні зразки після синтезу, діаметром 23 і висотою 15-30 мм. У таблицях 4.1 та 4.2 представлені результати випробувань межі міцності при стисканні» [29]

Таблиця 4.1.- Межа міцності при стисканні зразків, синтезованих із гранульованої шихти складу  $Ti+xC+H_2$  з використанням титану марки ПТМ-2[29].

Шихта	Межа міцності на стиснення, $\sigma_{ст}$ , МПа
$Ti + C$	~0,1
$Ti + 0,5C$	1
$Ti + 0,4C$	1,5
$Ti + 0,3C$	Не ініціюється

Таблиця 4.2. - Межа міцності при стиску зразків, синтезованих з гранульованої шихти складу  $Ti+xC+H_2$  з використанням титану марки ТПП-7.

Шихта	Межа міцності на стиснення, $\sigma_{ст}$ , МПа
Ti + C	7,5
Ti + 0,5C	16
Ti + 0,4C	29
Ti + 0,3C	Не ініціюється

З таблиць 4.1 і 4.2 видно, що пористі зразки, отримані з гранульованих шихт з використанням титану марки ТПП-7 мають більш високі значення межі міцності на стиск, ніж аналогічні зразки, синтезовані з шихти з титаном марки ПТМ-2. «Зі збільшенням кількості титану в шихті межа міцності збільшується. Найкращою межею міцності на стиск має зразок, отриманий з гранульованої шихти Ti + 0,4C (марка титану ТПП-7) і становить  $\sigma_{ст} = 29$  МПа при питомому тиску пресування вихідної заготовки  $P = 55$  МПа. У зразків, синтезованих із гранульованих шихт складу Ti + 0,3C, спостерігалось не догорання, у випадку шихти, приготовленої на титані марки ПТМ-2. Для шихти приготовленої з титану марки ТПП-7 зразки не ініціювались»[29]. Було досліджено вплив дисперсності титану на структуроутворення синтезованих зразків. На рисунку 4.1 представлена діаграма відносного подовження зразків залежно від дисперсності частинок титану та молярного вмісту вуглецю у системі Ti-C.

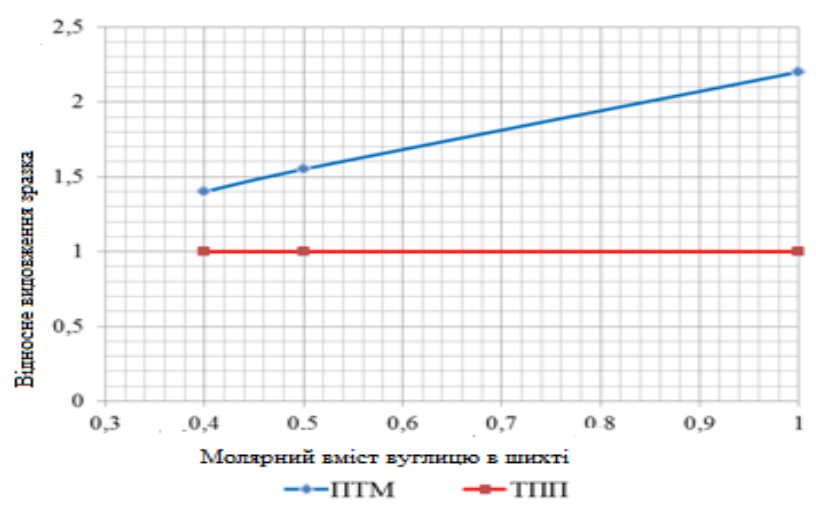


Рисунок 4.1 Відносне подовження гранульованих зразків системи Ti+xC залежно від дисперсності частинок титану та молярного вмісту вуглецю в системі.

У зразків, отриманих із шихти з використанням титану марки ПТМ-2, після синтезу спостерігалось збільшення за висотою в 1,5-2 рази в порівнянні з вихідними заготовками. Зразки відрізняються високою крихкістю та мають яскраво виражену шарувату структуру (рисунок 4.2а).

«Зі збільшенням загальної кількості титану у шихті масштабний ефект зменшувався. Зразки, отримані з шихти з використанням титану марки ТПП-7, відрізняються пористою однорідною структурою. Після синтезу зразки є щільним пористим спеком зі збереженням вихідних розмірів (рисунок 4.2б). Зміна з визначенням діаметра вихідних зразків після синтезу, як для системи з використанням титану марки ПТМ-2, так і з титаном марки ТПП-7 не спостерігалось»[29].

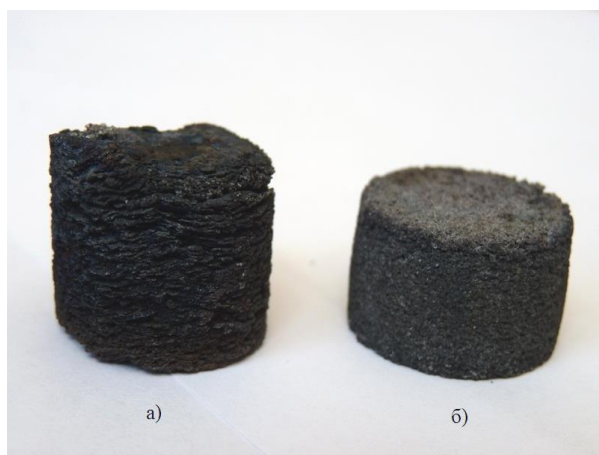
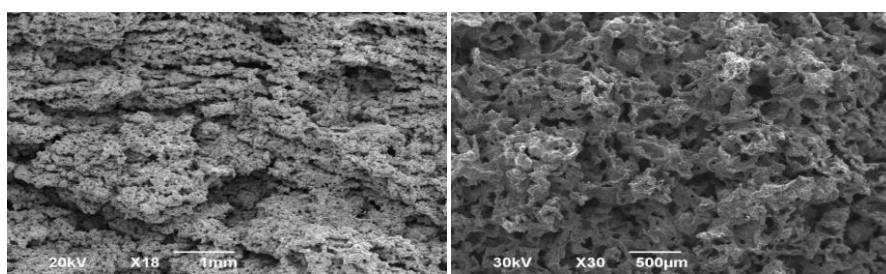


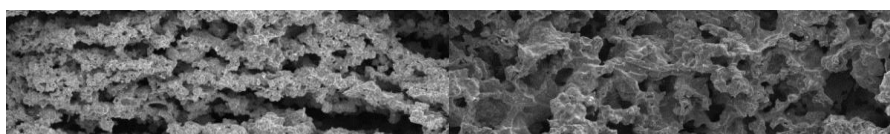
Рисунок 4.2 Загальний вигляд зразків після синтезу: а) титан марки ПТМ-2; б) титан марки ТПП-7.

Морфологія отриманих зразків досліджувалась на растровому електронному мікроскопі Jeol JSM-6390A. На рисунку 4.3 представлені фотографії мікроструктури зламу пористих зразків, отриманих із гранульованих шихт з використанням різних марок титану.



а)

б)



в)

г)

Рисунок 4.3 Фотографії кола зразків, синтезованих із гранульованих шихти складу  $Ti+0,4C$  з використанням різних марок титану: а, в) ПТМ-2; б, г) ТПП-7.

З метою дослідження впливу гранулювання на структуроутворення пористих зразків, що синтезуються, був проведений синтез  $Ti+C$  із звичайної (не гранульованої) шихти. Зразки синтезовані із звичайної шихти  $Ti+C$  з використанням титану марки ТПП-7 зберігали вихідні розміри, у зразків синтезованих із шихти  $Ti+C$  з використанням титану марки ПТМ-2. Система  $Ti-C$  відноситься до так званих безгазових, проте її компоненти, особливо титан, містять розчинені та адсорбовані гази, насамперед водень, що виділяється при горінні. Домішковий газ відіграє суттєву роль при горінні, переводячи теплоперенесення з режиму теплопровідності в режим конвективної теплопередачі, що суттєво впливає на параметри горіння та кінцеві продукти синтезу. Основними чинниками, що впливають зміну розмірів зразка, є швидкість горіння і швидкість фільтрації газів зразка.

«У роботі під час горіння системи  $Ti-C$  було встановлено вплив розміру частинок титану на швидкість горіння. Зі збільшенням розміру частинок титану у системі  $Ti-C$  швидкість горіння зменшується. Також відомо, що загальна кількість газів, що утворюються при горінні, сильно зменшується при збільшенні розміру частинок титану. Таким чином, можна зробити висновок, що зразки, синтезовані з шихт (як гранульованих, так і не гранульованих) з використанням титану марки ПТМ-2, при більш високій швидкості горіння і меншій швидкості фільтрації (щільність зразків вище) мають сильну динаміку газовиділення, в результаті чого відбувається розшарування структури. Зразки синтезовані з шихти з більшими частинками титану (ТПП-7), навпаки, володіючи більшою проникністю, меншою кількістю газів, що утворюються при горінні і меншою температурою горіння, відрізняються однорідною пористою структурою після синтезу. У таблиці 4.3

наведено порівняльні характеристики міцності та пористості зразків, синтезованих із звичайної та гранульованої шихт складу Ti+C з використанням титану марки ТПП-7»[29].

Таблиця 4.3 - Характеристики міцності та пористості зразків, синтезованих із звичайної та гранульованої шихт складу Ti+C з використанням титану марки ТПП-7.

Шихта Ti+C	Межа міцності на стиснення $\sigma_{ст}$ , МПа	Пористість, %	Размір пор мкм
Звичайна	9	35	30-50
Гранульована	7,5	57	50-400

Як видно з таблиці 4.3 гранулювання шихти складу Ti+C дозволило значно збільшити пористість і розмір пор одержуваного матеріалу, при несуттєвому зниженні межі міцності на стиску. Морфологія зламу зразків синтезованих із звичайної та гранульованої шихт складу Ti+C з використанням титану марки ТПП-7 представлена на рисунку 4.4.

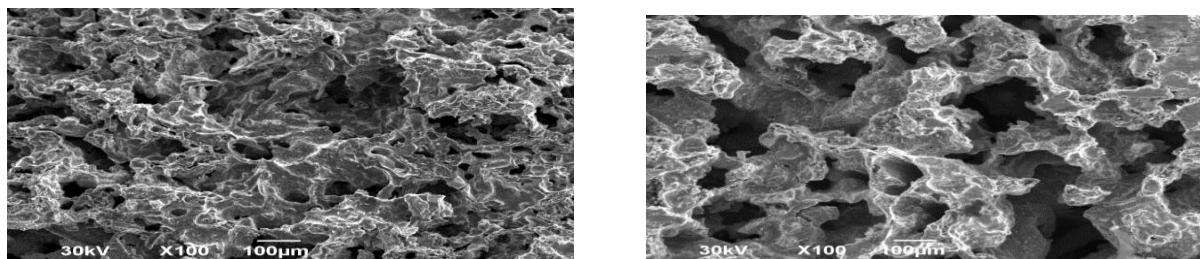


Рисунок 4.4 - Фотографії зразків синтезованих із шихти складу Ti + xC + НЦ з використанням титану марки ТПП-7: а) звичайна шихта; б) гранульована.

Як видно, з рисунку 4.4 продукти синтезу складаються з тривимірних елементів, що взаємопроникають: твердої матриці і порового простору. Матриця має гладку оплавлену поверхню, характерну для матеріалів, що утворюються у присутності рідкої фази. Зразки, синтезовані з гранульованих шихт, мають більш розвинену поверхню порового простору. Пори мають витягнуту форму. Середній розмір становить 200 мкм, загальна пористість - близько 50% при частки відкритої пористості близько 99%.

Були проведені енергодисперсійний (елементний) та рентгенофазовий аналізи зразків синтезованих з гранульованих шихт складу  $Ti+0,4C$  з використанням титану марок ПТМ-2 та ТПП-7. Результати аналізів наведено на рисунках 4.6, 4.7 та у таблиці 4.4.

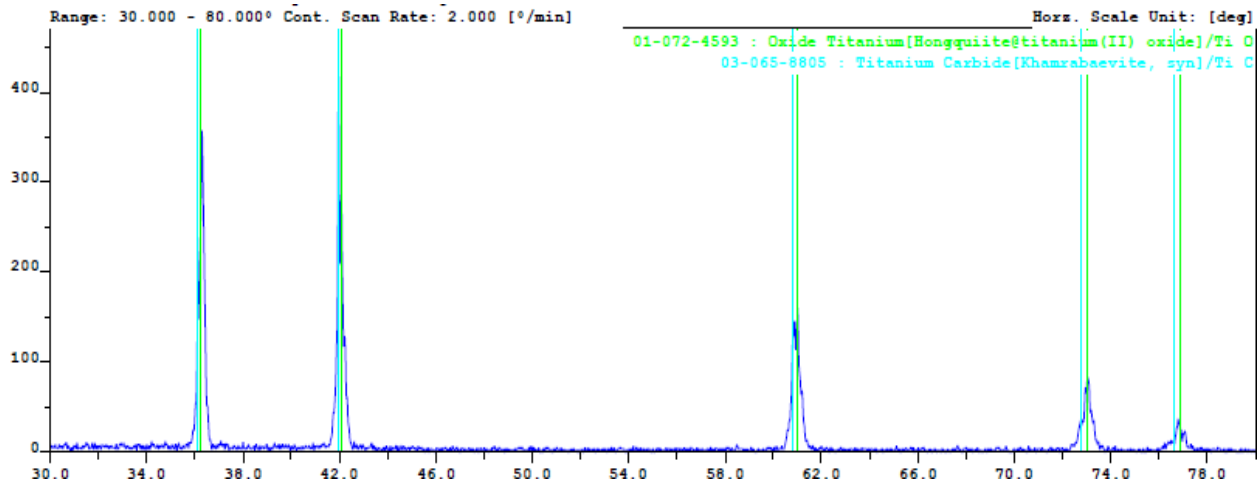


Рисунок 4.6 - Рентгенограма фазового складу продукту синтезу отриманого з гранульованої шихти складу  $Ti+0,4C$  з використанням титану марки ПТМ-2.

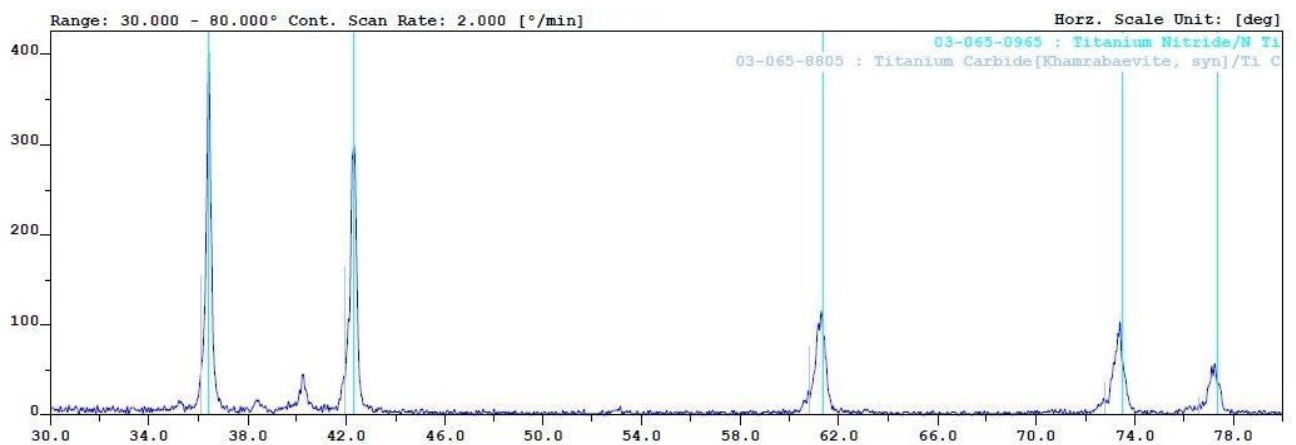


Рисунок 4.7 Рентгенограма фазового складу продукту синтезу отриманого з гранульованої шихти складу  $Ti+0,4C$  з використанням титану марки ТПП-7

Таблиця 4.4. - Результати енергодисперсійного та рентгенофазового аналізів зразків, синтезованих з гранульованих шихт складу  $Ti+0,4C$  з використанням титану марок ПТМ-2 та ТПП-7.

Марка титана	Фази	Сумішні елементи	
		Кисень, (O) , %	Азот, (N) , %

ПТМ-2	TiC, TiO	0,8 - 2,7	1,8-2,2
ТПП-7	TiC, TiN	0,15 - 0,3	2,1-2,6

«Як показав елементний аналіз, є домішки у вигляді оксиду та азоту. Результати рентгенофазового аналізу показали, що продукти синтезу в основному складаються з двох фаз: карбіду титану TiC і нітриду титану TiN для зразків синтезованих і гранульованих шихт з використанням титану марки ТПП-7 і карбіду титану TiC і оксиду титану TiO для зразків синтезованих використання титану марки ПТМ-2. Загальна кількість домішок у зразках отриманих із шихт з більшим титаном (ТПП-7) менша порівняно з дрібним титаном марки ПТМ-2. У таблицях 4.5 та представлені результати досліджень вплив гранулювання, кількості та дисперсності титану на температуру та швидкість горіння» [30].

Таблиця 4.5.- Вплив кількості та дисперсності титану в шихті на температуру горіння

Шихта	Температура горіння, °C	
	Звичайна шихта	Гранульована
Ti(ПТМ-2) + C	2400	2600
Ti(ТПП-7) + C	2200	2350
Ti (ПТМ-2)+ 0,5C	1950	2300
Ti (ТПП-7)+ 0,5C	1800	2100

Таблиця 4.6. - Вплив кількості та дисперсності титану в шихті на швидкість горіння.

Шихта	Швидкість горіння, °C	
	Звичайна шихта	Гранульована
Ti (ПТМ-2)+ C	5,5	5,9
Ti (ТПП-7)+ C	4,7	5,0
Ti (ПТМ-2)+ 0,5C	4,0	4,4
Ti (ТПП-7)+ 0,5C	3,4	4,1

Як видно з таблиць 4.5 та 4.6 зі збільшенням кількості та дисперсності титану температура та швидкість горіння знижується. Шихти синтезовані із звичайних негранульованих шихт мають нижчі температури та швидкості горіння порівняно з аналогічними гранульованими шихтами.

#### 4.3. Дослідження закономірностей та продуктів синтезу з гранульованої шихти системи Ti-B

У підрозділі представлені результати досліджень закономірностей при синтезі пористого монобориду титану на титановій зв'язці, отриманого методом СВС з використанням гранульованої та звичайної (негранульованої) вихідних шихт. Досліджено вплив кількості титану у вихідній шихті, питомого тиску пресування, а також розміру гранул на структуроутворення та характеристики міцності одержуваних пористих матеріалів. Визначено значення пористості синтезованих матеріалів.

«При проведенні експерименту із звичайної (негранульованої) шихти було досліджено мікроструктуру, хімічний та фазовий склад, а також основні характеристики пористості та міцності синтезованого пористого матеріалу. Для проведення синтезу використовувалися порошки таких марок: титан ПТС та ПТМ; бор аморфний коричневий. Дослідженню піддавалася шихта  $(Ti+B) + xTi$ , де  $x$  — надлишковий процентний вміст титану в шихті. Формування пористих заготовок здійснювалося одностороннім пресуванням у циліндричній матриці при питомому тиску  $P = 55 \text{ МПа}$ »[31].

Було досліджено вплив дисперсності титану та кількості титану в шихті на структуроутворення та міцність одержуваних пористих зразків. Як основний параметр характеризує міцність синтезованого матеріалу було обрано межу міцності на стиск  $\sigma_{ж}$ , який застосовується для оцінки механічних властивостей металевих і керамічних матеріалів. Дослідження піддавали зразки з шихти складу  $(Ti+B) + xTi$  з використанням титану марок ПТМ-2, ПТС-2 та комбінації марок ПТМ-2 та ПТС-2.

Шихта складалася із двох частин:

- 1) Стехіометрична суміш порошку титану та коричневого бору з розрахунку на утворення монобориду титану.

2) Варіюваний надлишок порошку титану в кількості 10, 20, 30, 40%.

Для зразків синтезованих з шихт з використанням комбінації марок титану: 1 частина містила титан марки ПТМ-2, 2 частина, що представляє собою надлишок титану, що варіюється, титан марки ПТС-2. У таблицях 4.7-4.9 та на рисунку 4.5 представлені результати досліджень.

Таблиця 4.7. - Характеристики зразків, синтезованих із негранульованої шихти з використанням титану марки ПТМ-2[31]

Шихта	Межа міцності на стиск, $\sigma_{ст}$ , МПа	Висота зразка до синтезу, h, мм	Висота зразка після синтезу h, мм
Ti+B	2	15	32
TiB+10% Ti	3	15	29
TiB+20% Ti	5,5	15	26
TiB+30% Ti	8	15	25
TiB+40% Ti	11	15	19
TiB+50% Ti	Не ініціювались	15	15

Таблиця 4.8. - Характеристики зразків, синтезованих із негранульованої шихти з використанням титану марки ПТС-2

Шихта	Висота зразка до синтезу, h, мм	Висота зразка до синтезу, h, мм	Висота зразка після синтезу h, мм
Ti+B	8	15	15
(Ti+B)+10% Ti	11	15	15
(Ti+B)++20% Ti	Сильне недогорання	15	15
(Ti+B)++30% Ti	Не ініціювалась	15	15
(Ti+B)++40% Ti	Не ініціювалась	15	15

Таблиця 4.9. - Характеристики зразків, синтезованих із негранульованої шихти з використанням комбінації марок титану ПТМ-2 та ПТС-2[31]

Шихта	Висота зразка до синтезу, h, мм	Висота зразка до синтезу, h, мм	Висота зразка після синтезу h, мм
(Ti+V)++10% Ti	5	15	25
(Ti+V)++20% Ti	9,5	15	23
(Ti+V)++30% Ti	14	15	18
(Ti+V)++40% Ti	42	15	15
(Ti+V)++50% Ti	Не ініціювалась	15	15



Рисунок 4.5 Загальний вигляд зразків вмісту  $(Ti+V) + xTi$  після синтезу: а) ПТМ-2, б) ПТС-2.

З даних видно, що зі збільшенням вмісту вільного титану, межа міцності матеріалу підвищується [30]. Зразки, синтезовані з шихти з використанням марки титану ПТМ-2, відрізняються яскраво вираженою шаруватою структурою. Спостерігалось значне збільшення розміром зразків по висоті. Використання більшого титану марки ПТС-2 стабілізувало режим горіння, що покращило однорідність структури та підвищило міцність одержуваних зразків, але через низьку екзотермічність шихти було суттєво знижено межі горіння (максимальний надлишок

титану склав лише 10 %). Найбільша межа міцності на стиск була отримана при надлишку титану 40% з використанням комбінації марок титану ПТМ-2 і ПТС-2 і склала 42 МПа при питомому тиску пресування 55 МПа.

На рисунку 4.6 представлені фотографії мікроструктури зразків (бічна стінка), отриманих з використанням комбінації марок титану ПТМ-2 і ПТС-2 при різному вмісті порошку титану у вихідній шихті.

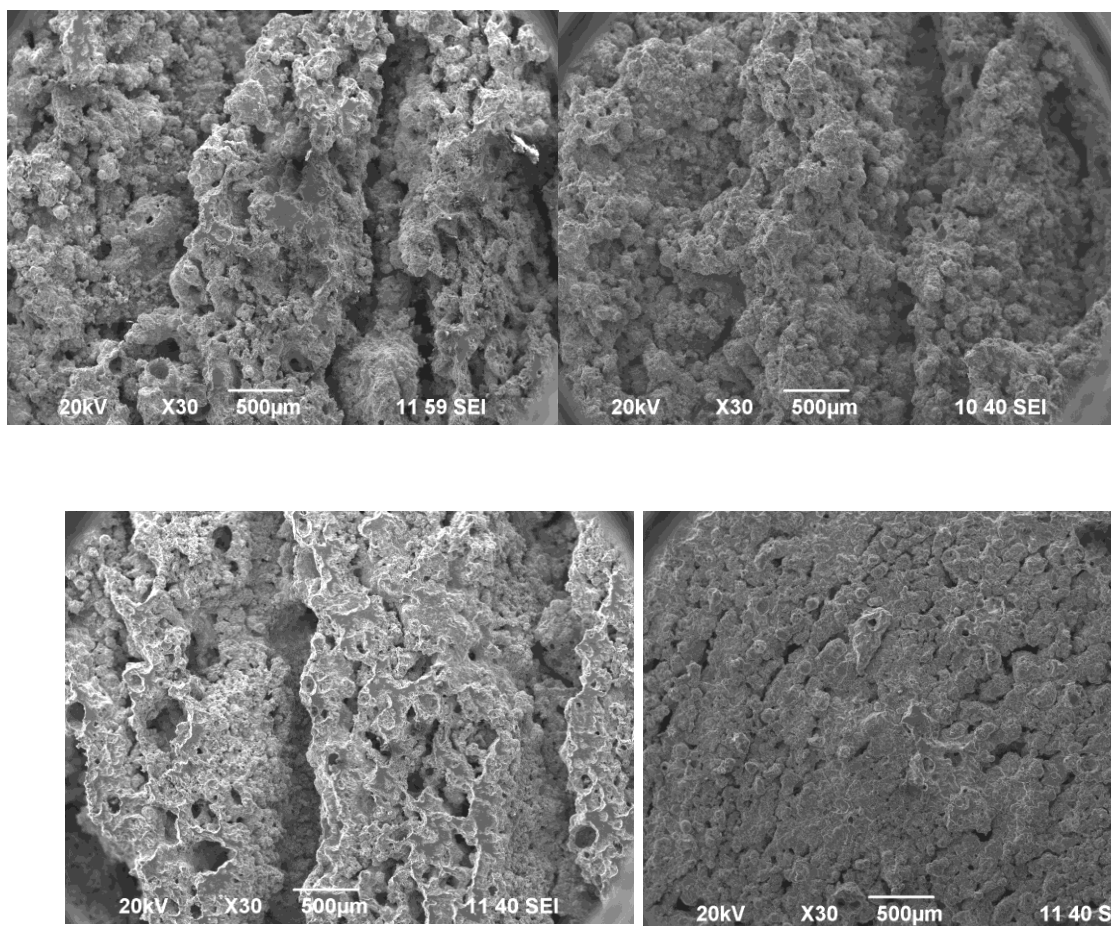


Рисунок 4.6 Мікроструктура пористого  $(Ti+V)+x\%Ti$ , де  $x$  а) 10%, б) 20%, в) 30%, г) 40.

«З рисунка 4.6 наочно видно, що зі збільшенням кількості вільного титану, структура зразків стає одноріднішою, що викликано більш стійким горінням вихідної шихти» [31]. На рисунку 4.7 представлено типову рентгенограму фазового складу продукту синтезу.

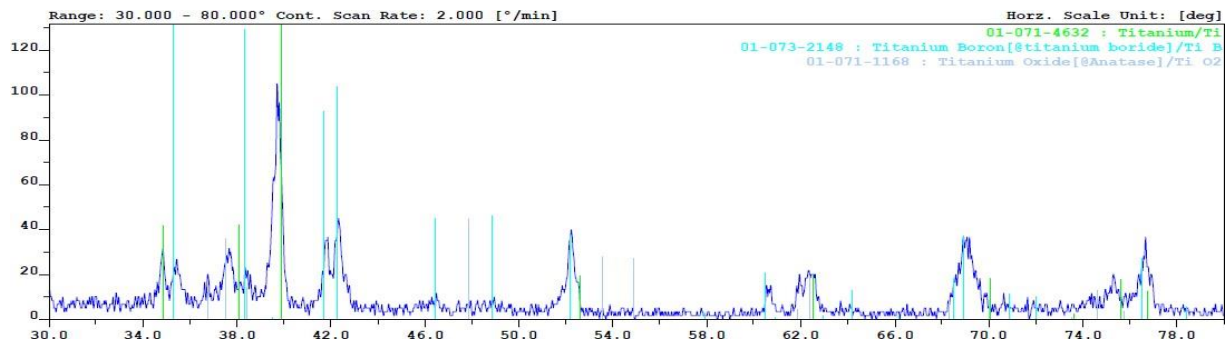


Рисунок 4.7 - Типова рентгенограма фазового складу продукту синтезу TiB+40% Ti (ПТМ-2)

«Результати рентгенофазового аналізу показав, що продукти синтезу в основному складаються з трьох фаз: бориду титану TiB, титану Ti та оксиду титану TiO<sub>2</sub>. Відомо, що щільність вихідної шихти істотно впливає на пористість одержуваного матеріалу. У таблиці 4.10 наведено залежність величини пористості зразків з 40% надлишком титану при різних значеннях питомого тиску пресування (20, 35, 55 МПа)» [31].

Таблиця 4.10. - Значення пористості зразка (Ti+B) + 40%Ti

Значення питомого тиску пресування, P, МПа	Пористість, %
20	53
35	49
55	46

Як видно з таблиці 4.10, пористість одержаних зразків зі збільшенням питомого тиску пресування зменшується. При проведенні експерименту впливу розміру гранул та питомого тиску пресування на структуроутворення, пористість та межу міцності синтезованих пористих матеріалів отриманих з гранульованих шихт використовувалися порошки наступних марок: титан ПТС-2 та ПТМ-2; бор аморфний коричневий. Дослідження піддавалася гранульована шихта (Ti+B) + 40% Ti. Для дослідження впливу розміру гранул на межу міцності одержуваних пористих зразків використовувалися сітки з розміром осередків 1,5 та 3 мм. Як основний параметр

характеризує міцність синтезованого матеріалу було обрано межу міцності на стиск. У таблиці 4.11 подано результати досліджень.

Таблиця 4.11. - Межа міцності зразків із гранульованої шихти (Ti+V) + 40% Ti[31]

Тиск пресування, Р, МПа.	Межа міцності, $\sigma_{ст}$ , МПа. (розмір гранул 3 мм )	Межа міцності, $\sigma_{ст}$ , МПа. (розмір гранул 1,5 мм)
20	9	20
35	9,5	27
55	10	35

З таблиці 4.11 видно, що межа міцності зразків з гранульованої шихти залежить від розміру гранул і питомого тиску пресування. Зі зменшенням розміру гранул, з 3 мм до 1,5 мм, межа міцності зразків збільшилася в 2-3 рази. Також зі збільшенням питомого тиску пресування вихідної шихти межа міцності синтезованих пористих зразків збільшується. Найбільшою межею міцності на стиск  $\sigma = 35$  МПа серед досліджуваних зразків має матеріал, синтезований з гранульованої шихти (Ti+V) + 40% Ti (розмір гранул 1,5 мм) при питомому тиску пресування вихідної шихти  $P = 55$  МПа.

На рисунку 4.8 представлені фотографії зразків, одержаних в результаті синтезу гранульованої шихти (Ti+V) + 40% Ti при різному розмірі гранул.



а)

б)

Рисунок 4.8. – Зразки з гранульованої шихти  $(\text{Ti}+\text{V}) + 40\% \text{Ti}$  при тиску пресування 35 МПа при різному розмірі гранул: а – 3 мм, б – 1,5 мм.



На рисунку наведені фотографії зразків після синтезу. Фотографії синтезованих зразків із шихт складу  $(\text{Ti}+\text{V}) + (\text{Ti}+0,5\text{C}) + x\text{Ti}$ , де  $x$  - надлишок титану: а) 15%; б) 30%.



Рисунок 4.9. - Фотографії зразків, синтезованих із шихти складу  $(\text{Ti}+\text{V}) + (\text{Ti}+0,5\text{C}) + 45\%\text{Ti}$  за допомогою СВС-реактора.

На рисунку 4.10 представлені фотографії мікроструктури зламу (поверхні руйнування) пористих зразків, отриманих при тиску пресування  $P = 215 \text{ МПа}$  при різному збільшенні.

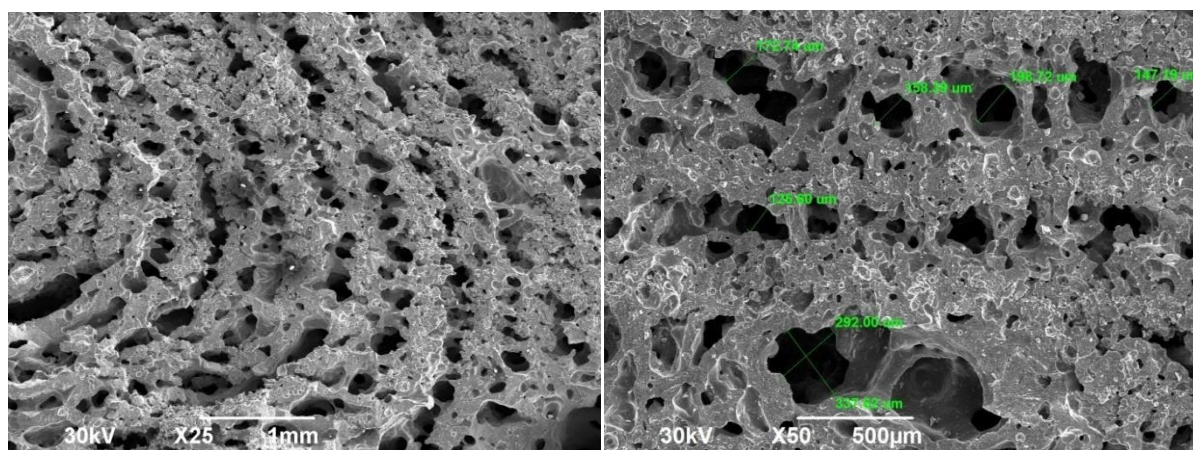
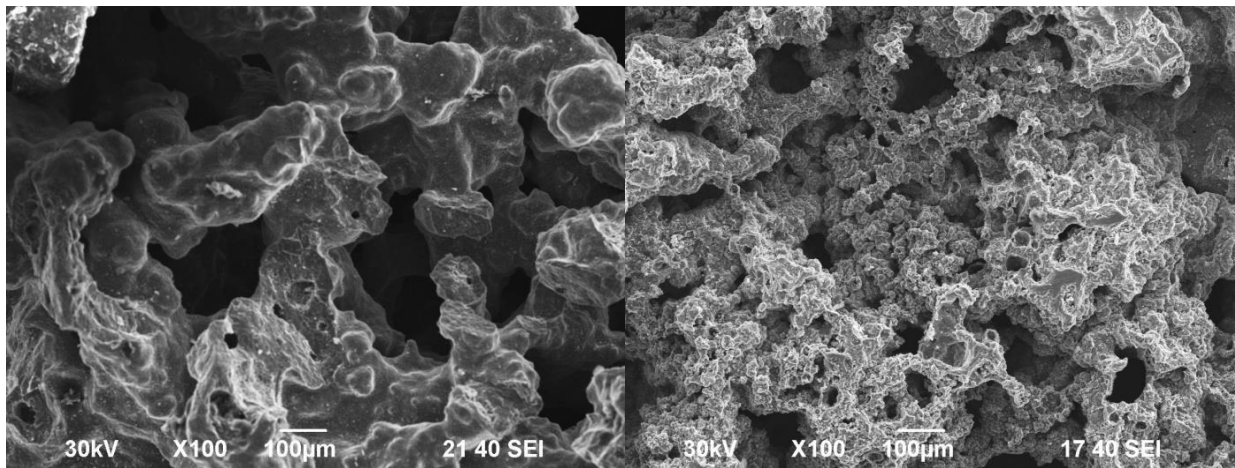


Рисунок 4.10. - Фотографії зламу зразка складу  $(\text{Ti}+\text{V}) + (\text{Ti}+0,5\text{C}) + 45\%\text{Ti}$  а)  $\times 10$ ; б)  $\times 25$ .

«Як видно, з малюнків 4.10 зразки, синтезовані з шихти складу  $(\text{Ti}+\text{V}) + (\text{Ti}+0,5\text{C}) + 45\%\text{Ti}$  з використанням СВС реактора, мають анізотропію і мають пористу шарувату структуру. Синтезовані зразки характеризуються періодичною структурою у вигляді шарів, що чергуються, мають різну пористість. Спостерігається зміна порової структури у бік від периферії до центру. Розмір частинок становить 100-300 мкм. Мають сферичну форму. Загальна пористість синтезованого матеріалу становить 15-25%. Пористість одержаних зразків визначалася методом гідростатичного зважування» [31].

На рисунку 4.11 представлено морфологію отриманих зразків.



Малюнок 4.11. - Мікроструктура зразків із гранульованої шихти  $(\text{Ti}+\text{V})+40\%\text{Ti}$  при питомому тиску пресування 35 МПа, розмір гранул: а - 3 мм б - 1,5 мм.

Як очевидно з рисунків 4.10 і 4.11, при синтезі більших гранул у зразках утворюється пористий простір великих розмірів, близько 300-900 мкм. Внаслідок чого отриманий матеріал має низьку щільність і низьку міцність, відповідно. Зменшення розміру гранул дозволило отримати більш однорідні за структурою зразки, розмір пір становив 50-200 мкм. Що підвищило щільність і міцність одержуваного пористого матеріалу. При проведенні експерименту впливу надлишку титану в гранульованій шихті використовувалися порошки наступних марок: титан ПТМ-2 та бор аморфний коричневий.

«Дослідженню піддавалася шихта  $(\text{Ti}+\text{V}) + x\text{Ti}$ , де  $x$  – надмірний відсотковий вміст титану у шихті. Гранули готувалися продавлювання суміші через сітку з розміром осередків 1,5 мм. Як основний параметр, що характеризує міцність синтезованого матеріалу, було обрано межу міцності при стисканні  $\sigma_{ст}$ . Випробовували циліндричні зразки після синтезу, діаметром 23 і висотою 10-15 мм. Результати випробувань впливу надлишку титану в гранульованій шихті та питомого тиску пресування на межу міцності при стиску представлені на рисунку 4.12»[31].

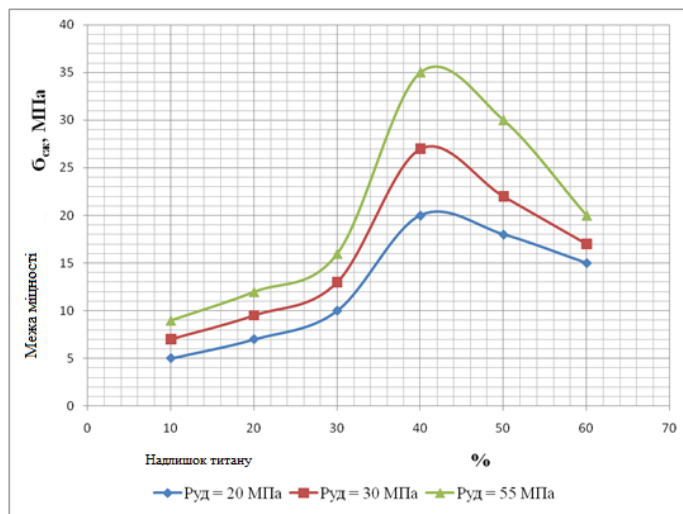


Рисунок 4.12. - Залежність межі міцності при стисканні від процентного вмісту надлишку титану в гранульованій шихті (Ti+V) + xTi при різному тиску пресування.

Як видно з рисунку 4.12 зі збільшенням питомого тиску пресування вихідної шихти межа міцності збільшується. Також було виявлено, що в гранульованій шихті (Ti+V) + xTi зі збільшенням вмісту надлишку титану в шихті спочатку йде збільшення значення межі міцності, при вмісті надлишку титану в шихті від 10 до 40 %, при 40% досягає свого максимального значення і при подальшому збільшенні від 40 до 60% спостерігається зниження значень межі міцності при стисканні. При збільшенні надлишку титану в шихті понад 60%, реакція синтезу не ініціювалася, внаслідок сильного розведення шихти інертним титаном і низькою екзотермічністю вихідних шихт, що отримуються .

«Максимальне значення межі міцності на стиск = 35 МПа, серед проведених дослідів, було отримано в результаті синтезу гранульованої шихти складу (Ti + V) + 40% Ti при питомому тиску пресування  $P = 55$  МПа. Зниження міцності синтезованих зразків можна пояснити скороченням кількості екзотермічної частини вихідної шихти, що призводить до зменшення температури горіння та частки титану, що піддається плавленню за рахунок тепла реакції утворення монобориду титану»[31].

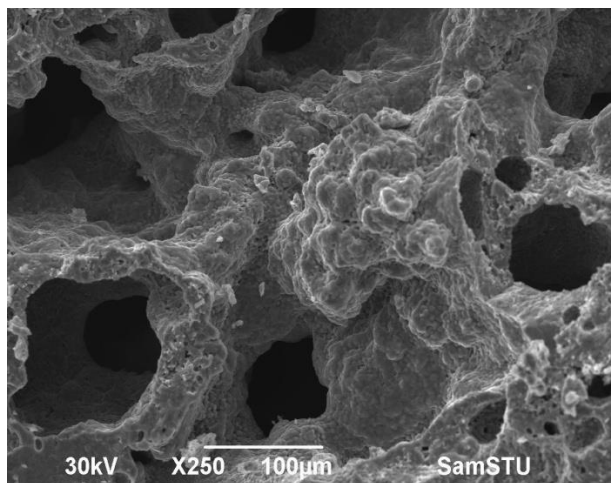


Рисунок 4.11. - Мікроструктура зразка, отриманого з гранульованої шихти (Ti+V)+40%Ti

На рисунку 4.11 представлені фотографії мікроструктури пористих зразків, отриманих з гранульованої шихти (Ti+V)+40%Ti, при питомому тиску пресування  $P = 55$  МПа. Як видно з рисунка 4.11, отриманий пористий матеріал мають структуру, типову для високопористих матеріалів і складається з тривимірних елементів, що взаємопроникають: твердої матриці і порового простору. «Матриця має гладку оплавлену поверхню, характерну для матеріалів, що утворюються у присутності рідкої фази. Дослідженню пористість піддавали зразки, синтезовані з гранульованої шихти складу (Ti+V)+40%Ti, отримані при різному питомому тиску пресування: 20, 35 і 55 МПа. Пористість отриманих зразків склала 67%, 59% та 52%, відповідно. Розмір пор становить  $50 \div 250$  мкм. На рисунку 4.12 представлені результати рентгенофазового аналізу зразка синтезованого з гранульованої шихти складу (Ti+V)+40%Ti»[31]

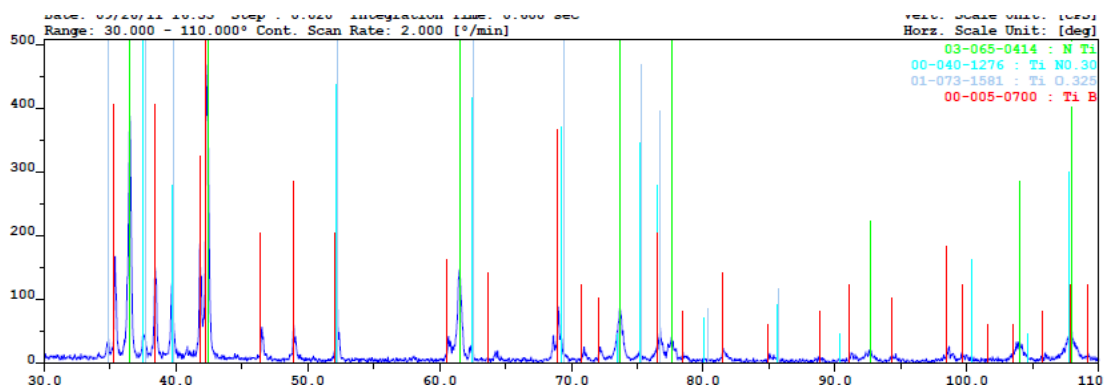


Рисунок 4.12. - Рентгенограма фазового складу продукту синтезу одержаного з гранульованої шихти складу (Ti+V)+40%Ti.

Результати рентгенофазового аналізу показали, що продукти синтезу складаються з чотирьох фаз: монобориду титану TiB, оксиду титану TiO, нітриду титану TiN та TiNO. У таблиці 4.12 наведено порівняльні характеристики міцності та пористості зразків, синтезованих із звичайної та гранульованої шихт, складу (Ti+B)+40%Ti з використанням титану марок ПТМ-2 та ПТС-2. З таблиці 4.12 видно, що гранулювання шихти складу (Ti+B)+40%Ti дозволило збільшити розмір пір та загальну пористість одержуваних зразків при незначному зниженні межі міцності.

Таблиця 4.12. - Характеристики міцності та пористості зразків, синтезованих із звичайної та гранульованої шихт складу (Ti+B)+40%Ti[31]

Шихта	Межа міцності на стиск, $\sigma$ , МПа	Пористість, %	Розмір пор, мкм
Звичайна	23-42	46-53	30-100
Гранульована	20-35	54-67	100-300

У таблицях 4.13 та 4.14 представлені результати досліджень впливу гранулювання та кількості титану на температуру та швидкість горіння.

Таблиця 4.13. - Вплив гранулювання та кількості титану в шихті на температуру горіння »[31].

Шихта	Температура горіння, °C	
	Звичайна шихта	Гранульована
Ti+B	2350	2500
(Ti+B) + 20% Ti	2200	2350
(Ti+B) + 40% Ti	1650	2085

Таблиця 4.14. - Вплив гранулювання та кількості титану в шихті на швидкість горіння [31].

Шихта	Швидкість горіння, °С	
	Звичайна шихта	Гранульована
Ti+V	4,5	5,1
(Ti+V) + 20% Ti	3,8	4,6
(Ti+V) + 40% Ti	2,7	3,2

Як видно з таблиць 4.13 та 4.14 зі збільшенням кількості титану в шихті температура та швидкість горіння знижується. Зразки, синтезовані із звичайних негранульованих шихт, мають більш низькі температури та швидкості горіння в порівнянні з аналогічними гранульованими шихтами. На рисунку 4.13 представлена мікроструктура зламу, при збільшенні на  $\times 30$ , зразків синтезованих із шихти складу  $(Ti+V)+40\%Ti$ , отриманих із звичайної та гранульованої шихт.

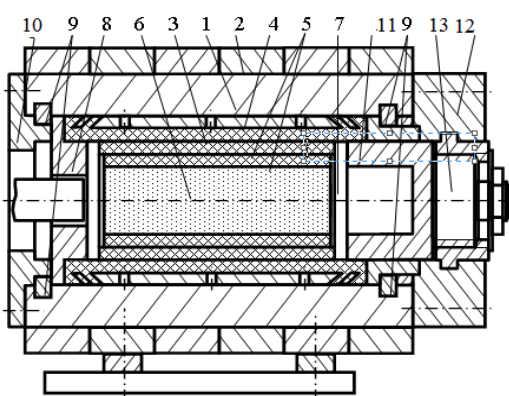
«Зразки, синтезовані з гранульованої шихти, відрізняються більш розвиненою поровою структурою. Гранулювання шихти  $(Ti+V)+40\%Ti$  дозволило отримати в процесі СВС синтезу зразок високопористої мікроструктурою, що володіє. При цьому можливе регулювання кінцевої пористості зразка за рахунок варіювання розміру гранул та питомого тиску пресування, що дозволяє одержувати матеріали із заданою пористістю»[31].

На підставі проведених досліджень був розроблений спосіб отримання пористих багат шарових проникних матеріалів методом високотемпературного синтезу (СВС). Формування заготовки проводиться пошарово з гранул різних фракцій при однаковому або різних тисках пресування, що дозволяє отримувати в результаті синтезу пористі зразки, що мають високу пористість із заданим розміром пор.

#### 4.4. Дослідно-промислова технологія виготовлення пористих проникливих матеріалів в режимі СВС

З метою практичної реалізації отриманих результатів була виготовлена дослідна партія фільтрів для очистки промислових рідин (технічної води, змазуючо-охолоджувальної рідини, оливи). Технологічний процес складається з приготування

шихти (відсіяти фракції порошоків Ti, C, B – 50+40, Змішувати компоненти шихти впродовж години ), підготовки матеріалу до формування (формування вихідної заготовки методом сухого радіального ізостатичного пресування), контрольна операція (пресовка не повинна мати розривів, тріщин і інших дефектів), термічна операція (помістити вихідну заготовку у реактор для здійснення СВС- спікання, здійснити ініціювання СВС- процесу, охолодження заготовки), контрольна операція (виміряти пористість виробу; вона повинна знаходитись в межах 50 ÷ 60%). Фільтри виготовлені радіально-ізостатичним методом (схема конструкції та загальний вид наведені на рис. 4.13) та спечені за рахунок СВС - реакції[32,33].



а)



б)

Рисунок 4.13. Схема конструкції (а) та загальний вид (б) прес-блоку напівпромислової установки для СР-ПІ в замкнутому об'ємі: 1 – корпус, 2 – кільця (бандаж), 3 – вкладиш еластичний, 4 – армуючий елемент, 5 – набір оболонки еластичних, 6 – порошок, 7 – пробка, 8 – упорний диск, 9 – кулачки розрізні, 10, 12 – кришки, 11 – стакан, 13 – повзун.

Використання радіальної схеми пресування з розміром частинок 50 – 100 мкм дозволяє отримувати фільтруючі ППМ з рівномірним розподілом пор по всій довжині фільтрувального елемента [34, 35]. «На ПАТ „СКФ – Україна“ проводились дослідно-промислові випробування із регенерації технічного масла. Робочий тиск  $P=0,6$  МПа, тонкість очищення 20 мкм, розхід 250 л/хв, розміри дослідного фільтра становили: висота – 220 мм, діаметр – 40 мм, товщина стінки – 3 мм. На рис. 4.14. показані фільтри виготовлені радіально-ізостатичним методом та спечені за рахунок СВС-

реакції. Фільтри з порошкових матеріалів спечені методом СВС в порівнянні з іншими пористими виробами володіють рядом переваг: високою мірою очищення, високою жаростійкістю, міцністю. Виробничі випробування довели, що запропонований пористий фільтрувальний матеріал на основі відходів металообробки можна використовувати для регенерації технічної рідини та технічних мастил» [36, 37].

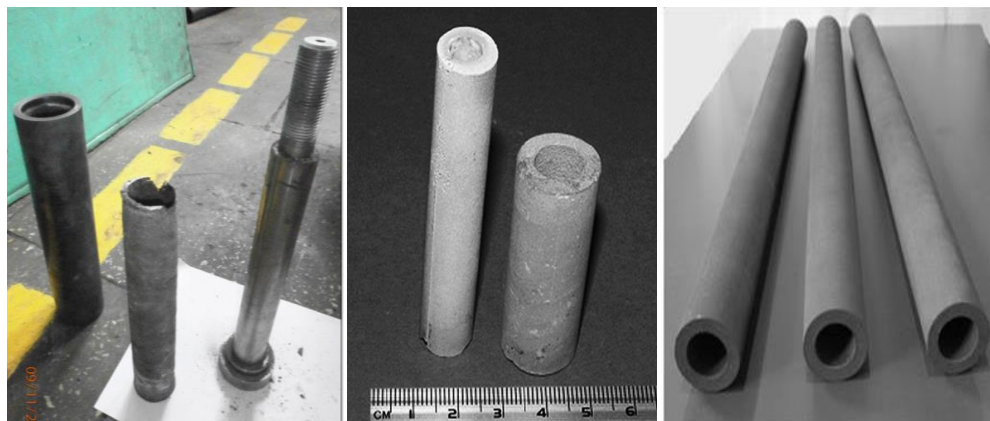


Рис. 4.14. Фільтри розмірами  $\varnothing 40 \times 220$  виготовлені радіально-ізостатичним методом та спечені за рахунок СВС-реакції

Створення фільтрів із доступної сировини із забезпеченням всього комплексу властивостей та характеристик, необхідних для тривалої і якісної їх роботи, робить їх конкурентоспроможними в умовах ринкової економіки.

Висновки: 1. Досліджено вплив гранулювання, розміру гранул, питомого тиску пресування, розміру частинок титану та кількості титану у вихідній шихті на температуру і швидкість горіння, структуроутворення, хімічний та фазовий склад, пористість та характеристики міцності одержуваних пористих матеріалів. 2. В результаті проведених досліджень отримано пористу металокераміку на основі тугоплавкого з'єднання титану (карбід і борид титану) із загальною пористістю понад 50%. Продукти синтезу мають пористу структуру, що складається з твердої матриці та порового простору. Матриця має гладку оплавлену поверхню. Поровий простір є безперервним каркасом з відкритими порами, що мають розмір в інтервалі 50 - 400 мкм. Пори мають невизначену форму з шорсткою губчастою поверхнею. 3. Межа міцності при стискуванні для зразка синтезованого з гранульованої шихти складу  $Ti+0,4C$  з використанням титану марки ТПП-7 склала  $\sigma_{ст} = 29$  МПа, при тиску

пресування  $P = 55$  МПа. 4. Межа міцності при стискуванні для зразка синтезованого з гранульованої шихти складу  $(Ti+V)+40\%Ti$  з використанням комбінації марок титану ПТМ-2 та ПТС-2 становила  $\sigma_{ст} = 35$  МПа, при тиску пресування  $P = 55$  МПа. 5. Розроблено спосіб отримання пористих проникних матеріалів методом самопоширюваного високотемпературного синтезу, при якому формування заготовки проводиться пошарово з гранул різних фракцій при однаковому тиску пресування.

## ВИСНОВКИ

На основі результатів теоретичних і експериментальних досліджень приведено рішення науково-технічної задачі – використання саморозповсюджуючого високотемпературного синтезу (СВС) для одержання пористих проникливих матеріалів на основі систем Ti-C, Ti-V, Ti-V-C.

1. Розроблено методику експериментальних досліджень СВС - процесу з використанням порошків Ti, V, C, для реалізації якої виготовлено устаткування. Водень отримували у енергозберігаючому генераторі нового типу продуктивність якого становить  $1200 \text{ см}^3/\text{год}$  при силі струму  $75\text{A}$  та напрузі  $35 \text{ В}$ . Процес горіння здійснювався у лабораторному реакторі об'ємом  $5 \text{ дм}^3$ .

2. Показано, що процес синтезу системи Ti-C, Ti-V, Ti-V-C відбувається в режимі без кисневого горіння. Хвиля горіння складається з ряду зон: нагрівання, синтезу, охолодження. Встановлено, що спостерігається плоский фронт хвилі горіння, що забезпечує рівномірне проходження хвилі горіння та забезпечення однорідної структури.

3. Досліджено закономірності саморозповсюджуючого високотемпературного синтезу (СВС) для отримання пористих металокерамічних матеріалів при горінні систем Ti-V, Ti-C і Ti-V-C з надлишком титану з не гранульованих і гранульованих шихт. Визначено температури, швидкості та межі горіння вибраних сумішей, фазовий склад продуктів горіння, пористість та межу міцності при стисканні синтезованих пористих зразків.

4. Показано перспективність використання гранульованої вихідної шихти систем Ti-V та Ti-C для отримання пористих матеріалів. Досліджено вплив гранулювання та розміру гранул на закономірності горіння, структуроутворення,

хімічний та фазовий склад, пористість та характеристики міцності одержуваних пористих матеріалів. Встановлено, що швидкість та температура горіння гранульованої шихти вища, ніж у не гранульованої. Швидкість горіння збільшилася на 0,3-0,6 мм/с. Пористість синтезованих зразків і розмір пор збільшилась до 54-67% та 100-400 мкм, відповідно.

5. Для не гранульованих шихт системи Ti-V-C експериментально визначені температури, швидкості та межі горіння. Встановлено, що зі збільшенням кількості та розміру частинок титану в шихті спостерігається зниження температури горіння та збільшення міцності у всіх досліджуваних зразків. Межа міцності при стисканні зразків, синтезованих із шихти складу  $(Ti+V) + (Ti+0,5C) + 30\%Ti$  при тиску пресування  $P = 130$  МПа, склала  $\sigma = 69$  МПа. Синтезований пористий матеріал має безперервний каркас з відкритими порами.

6. За допомогою сухого радіального ізостатичного пресування та СВС - процесу виготовлена дослідна партія фільтрів для очищення змазувально - охолоджувальної рідини. Виробничі випробування довели, що запропонований пористий фільтрувальний матеріал на основі Ti-V-C можна використовувати для регенерації технічної рідини та технічних мастил.

## ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ

1. Wang, Y. F. Finite element analysis of residual thermal stress in ceramic-lined composite pipe prepared by centrifugal-SHS / Y. F. Wang, Z. G. Yang// *Materials Science and Engineering*. – 2007. – No 6. – 130-134.
2. Luzan S.O., Sytnykov P.A. Device for initiating the SHS process. *Science and innovation of modern world: materials VI International scientific and practical conference*. (London, 23-25 February 2023). London, 2023. P. 237–239.
3. Середа, Б.П. Термодинамічний аналіз реакцій СВС- систем одержання багатокomпонентних силіційованих покриттів в режимі горіння / Б. П. Середа, І. В. Кругляк, Ю. О. Белоконь, Д. О. Кругляк // *Металургія : наукові праці Запорізької державної інженерної академії*. – Запоріжжя : РВВ ЗДІА, 2011. – Вип. 19. – С. 67-72.
4. Piuschenko A., Pilinevich L. Porous Powder Material for Effective Cleoning Gases and Liquids // *Proceeding of the PM-2001 Congress & Exhibition Nice, France, 22-24 October, 2001*. – Vol. 1. – p. 354–358.
5. Повстяной О. Ю. Удосконалення технології виготовлення пористих проникливих матеріалів з використанням відходів промислового виробництва [Текст] : дис. канд. техн. наук: 05.02.01 / Повстяной Олександр Юрійович ; Луцький держ. технічний ун-т. - Луцьк, 2007. - 156 арк. - арк. 134-151
6. Самчук Л.М. Технологія самопоширюваного високотемпературного синтезу системи TiC-ШХ15 з використанням відходів металообробки [Текст] : дис. канд. техн. наук : 05.02.01 / Самчук Людмила Михайлівна ; Луц. нац. техн. ун-т. - Луцьк, 2012. - 150 арк. - Бібліогр.: арк. 113-129
7. Гулієва Н. М. Технологічний процес виготовлення пористих проникних матеріалів / Н. М. Гулієва // *Вісник Національного університету "Львівська політехніка"*. Оптимізація виробничих процесів і технічний контроль у машинобудуванні та приладобудуванні. - 2015. - № 822. - С. 78-85.
8. Технологія та обладнання одержання питної та технічної води: Фізикохімічні основи і алгоритми розрахунків процесів водопідготовки [Електронний ресурс] : навч. посіб. для студ. спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія», спеціалізації «Хімічні технології неорганічних речовин та водоочищення» / Н.М. Толстопалова, А.Л. Концевой, І.В. Косогіна, С.А. Концевой ; КПІ ім. Ігоря

Сікорського. – Електронні текстові данні (1 файл: 5,347 Мбайт). – Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2018. – 130 с.

9. Конспект лекцій з дисципліни «Технологія очищення води від розчинених домішок» (для студентів 5 курсу денної форми навчання спеціальності 7.092601 – «Водопостачання і водовідведення») / Авт.: К.Б. Сорокіна. – Харків: ХНАМГ, 2007. – 103 с.

10. Фізико-хімічні методи очищення води. Керування водними ресурсами / Під редакцією І.М. Астреліна та Х. Ратнавіри – Проект «Водна гармонія», – К.: ТОВ «Друкарня Вольф», 2015. – 578 с.

11. Гулієва, Н.М. Отримання пористих проникних матеріалів з використанням природного мінералу-сапоніту в режимі самопоширюючого високотемпературного синтезу [Текст]: автореферат дис. кандидата техн. наук: спец. 05.02.01 / Н.М. Гулієва. – Луцьк, 2015. – 20 с.

12. Rud' V.D. Determination of drinking water quality using new information technology / V.D. Rud', N.M. Guliieva // Actual Problems of Economics: Scientific economic journal. Kyiv, 2014. – V. 4 (154). – С. 481–488.

13. Пат. 12822, 28 UA, МПК 2006, D1F 8/00 B01J 20/28. Спосіб отримання адсорбційного фільтрувального матеріалу: М.В. Цебрєнко, І.О. Цебрєнко, Н.М. Резанова, Р.О. Луцик, Є.П. Куваєва, В.Г. Резанова, О.О. Сап'яненко, П.П. Горбик, Л.С. Дзюбенко – Опубл.15.03.2006. – Бюл. № 3.

14. Озарків І.М. Фізичні основи очищення газових сумішей з допомогою фільтрування / І. М. Озарків, І. В. Петришак, Ю. В. Книш, В. С. Гродз'як // Науковий вісник НЛТУ України, 2018, т. 28, № 8 – С. 92–94.

15. Поверхневі явища при нагріванні порошку гідриду титану [Текст] / О. М. Івасишин, О. Б. Бондарчук, М. М. Гумен'як, Д. Г. Саввакін. // Фізика і хімія твердого тіла. – 2011. – т.12. – №4. – с. 900-907.

16. LaSalvia J. C. Production of dense titanium carbide by combining reaction synthesis with dynamic compaction. — San Diego : University of California, 1990. — 292 с.

17. Жигуц, Ю. Ю. Методика розрахунку складу екзотермічних шихт на основі термохімічного аналізу [Текст] / Ю. Жигуц, В. Широков // *Машинознавство*. — 2005. — № 4. — С. 48-50.

18. Жигуц Ю.Ю. Сплави, синтезовані металотермією і СВС-процесами / Ю.Ю. Жигуц— Ужгород: Гражда, 2008. — 276 с.

19. Стась О.М. Комп'ютерні методи дослідження в металографічному аналізі // *Методи дослідження та контролю якості металів* / О.М. Стась, В.П. Гаврилук. — 2000. — №1–2. — С. 48–52.

20. Повстяной О.Ю., Заболотний О.В., Чміль І.І. Комп'ютерні методи дослідження в металографічному аналізі за допомогою прикладних програм // *Наукові нотатки*. — Луцьк: ЛДТУ, 2004. — Випуск 15. — С. 244–251.

21. Попович В.В. Технологія конструкційних матеріалів і матеріалознавство / В.В. Попович, В.В. Попович — Львів: Світ, 2006.

22. Патент України на корисну модель МКИ 7 В 01 D35/02. Газогенератор / В. Д. Рудь, Л. М. Самчук, М. І. Колядинський, О. О. Дуда. — Опубл. 16.03.09; Бюл. № 4.

23. Самчук Л.М. Визначення режимів роботи газогенератора / Л.М. Самчук, М.І. Колядинський, С.С. Панасюк // *Наукові нотатки: Міжвузівський збірник (за галузями знань „Машинобудування та металообробка”, „Інженерна механіка”, „Металургія та матеріалознавство”)*. — 2009. — Випуск 25. — С. 224–226.

24. Патент на винахід №2001129089. Металотермічний реактор. Ю.Ю Жигуц; Бюл. №1. — 2003.

25. Самчук Л. М. Розрахунок теплового— балансу для СВС - реактора / Л. М. Самчук // *Матеріалознавство і розробка електронної техніки*. — Науковий вісник КУЕІТУ: Нові технології — Кременчук, 2013. — № 1-2 (39-40) — С. 33–38.

26. Патент України 91287, МПК В22F 3/23 (2006.01) С01G 1/00 (2014.01). Реактор для проведення самопоширюючого високотемпературного синтезу (СВС-процесу) / заявник: Л. М. Самчук, Н. М. Гулієва, В. Д. Рудь, О. Ю. Повстяной, І. В. Савюк, Ю. В. Воробей, М. М. Заїкін; власник: Луцький національний технічний університет, Луцьк; заявл. 11.02.2014; опубл. 25.06.14, Бюл. № 12.

27. Бодун В.Н. Технологія отримання дослідних зразків з порошкових матеріалів для дослідження механічних властивостей // Збірн. наук. праць: Наукові нотатки, вип. 13. – Луцьк: ЛДТУ, 2003. – С. 9-15.

28. Ляшенко В.П. Моделювання процесів пресування та спікання порошкових матеріалів / В.П. Ляшенко, Т.А. Григорова // Вісник Запорізького державного університету. Сер. Фіз.-мат. науки №1. – Запоріжжя, 2008. – С. 124–130.

29. Жигуц Ю.Ю. Структура і властивості синтезованих твердих сплавів / Ю.Ю. Жигуц // Фізико-хімічна механіка матеріалів. – Львів. –2003. –№1.–С.109–110.

30. Andriyanov, D.I. SHS of porous cermets from Ti-B-C preforms [Text] / A.P. Amosov, A.R. Samboruk, D.M. Davydov// Book of abstracts XII International Symposium on Self-propagating High-Temperature Synthesis In memory of Professor Alexander Merzhanov « SHS 2013», South Padre Island, Texas, USA, 21-24 October 2013.

31 . Andriyanov, D.I. Development of Porous Composite Self\_Propagating High\_Temperature Ceramics of the Ti-B-C System [Text] / D.I. Andriyanov A.P. Amosov, A.R. Samboruk, D.M. Davydov, V.S. Ishchenko// Russian Journal of Non-Ferrous Metals, 2014. - Vol. 55. - No. 5. - P. 485 - 488.

32. Патент України № 63675 А МПК 7 B22F3/04. Пристрій для сухого радіально-ізостатичного пресування порошкових матеріалів на матрицю/ В.Д. Рудь, О.В. Заболотний, О.Ю. Повстяной; Заявл.28.05.03; опубл. 15.01.04. Бюл.№1, 2004.

33. Пат. № 52227 А Україна, МПК 7 B22F3/04. Пристрій для сухого радіально-ізостатичного пресування порошкових матеріалів / О.В.Заболотний; Заявл. 20.03.2002; Опубл. 16.12.2002, Бюл. № 12.

34. Заболотний О. В. Розвиток процесів ізостатичного пресування ущільнювальних порошкових середовищ / О. В. Заболотний, О. Ю. Повстяной, В. Д. Рудь // Наукові нотатки: зб. наук. праць. – Луцьк: ЛДТУ, 2001. Вип. 9. – С. 152-156.

35. Заболотний О.В., Сомов Д.О., Повстяной О.Ю., Сичук В.А. Використання модульних конструкцій при отриманні виробів методом радіально-ізостатичного пресування. Міжнародна науково-технічна конференція // Застосування теорії

пластичності в сучасних технологіях обробки тиском і автотехнічних експертизах.  
Тези доповідей – Вінниця: ВНТУ, 2006. – с.113-116.

36. Клепач Л.М. Використання методу самопоширюваного високотемпературного синтезу для отримання фільтрувальних матеріалів/ Л.М. Клепач, В.Д. Рудь, О.Ю. Повстяной // Збірник наукових праць Полтавського національного технічного університету імені Ю. Кондратюка (Серія: галузеве машинобудування, будівництво). – 2006. – Випуск 18. – С. 202–206.

37. Рудь В.Д. Оцінка якості фільтрів виготовлених з порошкових матеріалів в режимі СВС/ В.Д. Рудь, Н.М. Защепкіна, Л.М. Самчук, О.Ю. Чужкова // Наукові нотатки: Міжвузівський збірник (за галузями знань „Машинобудування та металообробка”, „Інженерна механіка”, „Металургія та матеріалознавство”). – 2012. – Випуск 36. – С. 280–282.