

Міністерство освіти і науки України

Луцький національний технічний університет
Факультет митної справи, матеріалів та технологій
Кафедра матеріалознавства

КВАЛІФІКАЦІЙНА РОБОТА
ЗА СТУПЕНЕМ ВИЩОЇ ОСВІТИ «МАГІСТР»

ВДОСКОНАЛЕННЯ ТЕХНОЛОГІЇ УТИЛІЗАЦІЇ ВІДХОДІВ
МЕХАНООБРОБКИ ВАТ “ВО КОВЕЛЬСІЛЬМАШ” /
IMPROVEMENT OF THE TECHNOLOGY OF UTILIZATION
OF MECHANICAL PROCESSING WASTE OF
VAT "VO KOVELSILMASH"

Спеціальність 132 Матеріалознавство

Освітня програма Матеріалознавство

Виконав: здобувач вищої освіти
Групи ПМ₃-21
Киричук Мирослав Олександрович

(підпис)

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

(підпис)

Кваліфікаційну роботу
допущено до захисту
«__» _____ 20__ р.
к.т.н., доцент
Гарант освітньої програми:
Мельничук Микола Дмитрович

(підпис)

Луцьк – 2025 року

ЛУЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Факультет митної справи, матеріалів та технологій
Кафедра матеріалознавства
Ступінь вищої освіти: магістр
Галузь знань: 13 Механічна інженерія
Спеціальність: 132 Матеріалознавство
Освітня програма: Матеріалознавство

ЗАТВЕРДЖУЮ
Завідувач кафедри

_____ Імбирович Н.Ю.

“ 2 ” вересня 2025 року

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

Киричуку Мирославу Олександровичу
(прізвище, ім'я, по батькові)

1. Тема роботи Вдосконалення технології утилізації відходів механообробки ВАТ “ВО Ковельсільмаш” / Improvement of the technology of utilization of mechanical processing waste of VAT "VO Kovelsilmash"

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

затверджені наказом вищого навчального закладу від "28" серпня 2025 року
№ 556/0107

2. Строк подання здобувачем вищої освіти кваліфікаційної роботи
« 1 » грудня 2025 р.

3. Вихідні дані до роботи: відходи механообробки ВАТ «Ковельсільмаш»;
Природний мінерал – сапоніт Ташківського родовища Хмельницької обл.

4. Зміст розрахунково-пояснювальної записки (перелік питань, які потрібно розробити):

ОГЛЯД ТЕХНІЧНОЇ ЛІТЕРАТУРИ (Характеристика СВС-синтезу; Технології отримання пористих матеріалів); МЕТОДИКИ ДОСЛІДЖЕНЬ (Характеристика властивостей вихідних матеріалів, аналіз обладнання); ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ МЕТОДІВ ОТРИМАННЯ ПОРИСТИХ МАТЕРІАЛІВ (Пресування, спікання, властивості отриманих матеріалів, розробка технології).

5. Перелік графічного матеріалу (з точним зазначенням обов'язкових креслень).

Тема роботи, Мета роботи і задачі на дослідження, Подрібнення, Пресування, Спікання, Характеристика отриманих матеріалів, Вплив температури спікання на пористість, Оцінка відкритої і закритої пористості

АНОТАЦІЯ

Киричук М.О. Вдосконалення технології утилізації відходів механообробки ВАТ «ВО Ковельсільмаш» / Improvement of the technology of utilization of mechanical processing waste of VAT "VO Kovelsilmash"

Рукопис.

Кваліфікаційна робота магістра ОП «Матеріалознавство» спеціальності 132 Матеріалознавство. Луцький національний технічний університет.
Луцьк, 2025.

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

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

Магістерська робота складається з графічної частини та пояснювальної записки.

Пояснювальна записка містить 48 сторінки формату А4, 22 рисунки, 4 таблиці та 36 літературних джерел. Графічна частина містить 10 листів формату А4 у додатку А.

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

					MP 2025.00.000 ПЗ			
Зм.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата	Вдосконалення технології утилізації відходів механообробки ВАТ «ВО Ковельсільмаш»	Літ.	Арк.	Аркушів
Розробив	Киричук						3	48
Перевірив	Рудь							
Н.контр	Мисковець							
Затв.	Імбіривич					ЛНТУ, кафедра матеріалознавства, гр. ПМзм-21		

ANNOTATION

Kyrychuk M.O. Improvement of the technology of utilization of mechanical processing waste of VAT "VO Kovelsilmash"

Manuscript.

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

Lutsk, 2025.

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

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

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

The explanatory note contains 48 pages of A4 format, 22 figures and 36 references.

The graphic part contains 10 sheets of A4 format.

Appendix A.

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

					MP 2025.00.000 ПЗ	Адк.
Змн.	Адк.	№ доквм.	Підпис	Дата		4

ЗМІСТ

ВСТУП	7
РОЗДІЛ 1 ОГЛЯД ТЕХНІЧНОЇ ЛІТЕРАТУРИ	8
1.1. Загальні аспекти СВС-синтезу.	8
1.2. Технології отримання і застосування пористих матеріалів	11
1.3. Стан накопичення відходів у машинобудуванні	13
1.4. Висновки.	14
РОЗДІЛ 2. МАТЕРІАЛИ, МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕНЬ	16
2.1. Характеристика вихідних порошків	16
2.1.1. Порошок окалини сталі 18X2H4MA	16
2.1.2. Порошок природного мінералу – сапоніту	17
2.1.3. Порошок Al_2O_3	18
2.1.4. Пороутворювачі. Карбамід $CO(NH_2)_2$	20
2.2. Методика визначення гранулометричного складу	21
2.4. Методика визначення пористості матеріалу	22
2.5. Методика визначення мікротвердості	24
2.6. Методика визначення водопоглинання	25
РОЗДІЛ 3. ТЕХНОЛОГІЯ ОТРИМАННЯ ПОРИСТИХ ПРОНИКЛИВИХ МАТЕРІАЛІВ	26
3.1. Первинна обробка окалини сталі 18X2H4MA	26
3.1.1 Сушіння	26
3.1.2 Подрібнення	27
3.1.3 Просіювання	29
3.1.4 Магнітна сепарація	29
3.2. Первинна обробка сапоніту	31
3.2.1. Сушіння	31
3.2.2. Подрібнення	31
3.3. Визначення компонентного складу шихти	32
3.3.1. Підбір та дозування компонентів шихти	32

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ докum.	Підпис	Дата		5

3.3.2. Змішування компонентів шихти	33
3.4. Технологія формування та спікання зразків	34
3.4.1. Пресування зразків	36
3.4.2. СВС-спікання	37
3.5. Дослідження структури матеріалу	39
ВИСНОВКИ	44
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	45

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
						6
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

ВСТУП

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

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

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

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		7

РОЗДІЛ 1

ОГЛЯД ТЕХНІЧНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1.1. Загальні аспекти самопоширюваного високотемпературного синтезу

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.

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;
- інтенсивна гомогенізація складу продукту при синтезі 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 – метод отримання керамічних матеріалів». Роботу було доручено вести в рамках спеціально створеної

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
						8
Змн.	Арк.	№ докum.	Підпис	Дата		

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 [1]:



де -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;

«Z» -є тугоплавкий продукт знаходиться в твердому стані (бориди, карбіди).

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:

1) горіння сумішей порошоків «X» і «Y» у вакуумі або інертному газовому середовищі;

2) горіння порошоків «X» у газоподібному окислювачі «Y»;

3) горіння порошоків «X» у рідкому окислювачі «Y»

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

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
						9
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		

спіканню. В результаті продукт характеризує собою спечену губку (пористість 30 – 60%), однорідну по об'єму реактора.

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

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].

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 – зовнішнє підведення 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 підведенням енергії. Другий шлях – введення внутрішніх (хімічних) джерел тепла. Для цього готують багатокomпонентні 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).

Отже, використання СВС-продуктів за рахунок їх високої якості і простоті 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.

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ докum.	Підпис	Дата		10

1.2. Технології 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 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 порошків нержавіючої сталі виготовляються за традиційною технологією. Основною властивістю є висока корозійна стійкість. У багатьох титанових порошків застосовують всі відомі способи, які характерні для виготовлення фільтрувальних виробів із інших металічних порошків. Відмінною особливістю отримання великогабаритних титанових фільтрів є використання гідродинамічного пресування [4].

Для виготовлення фільтрів використовуються металічні порошки як зі сферичною, так із несферичною формою частинок, з розмірами від декількох мікрон до міліметрів. 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 [5]. При отриманні ППМ з високою проникливістю необхідно використовувати порошки з великим розміром

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		11

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.

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) [7], 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.

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ докum.	Підпис	Дата		12

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. Стан накопичення відходів у машинобудуванні

Зіткнувшись з проблемою збільшення кількості відходів, науковці, фонди та компанії по всьому світу висунули ідеї та винайшли технології для уповільнення цього процесу. Джерела відходів варіюються від промислових відходів (наприклад, будівельні та демонтажні матеріали, небезпечні відходи, попіл) до твердих побутових відходів (наприклад, харчові відходи, папір, картон, пластик, текстиль) [9–13].

Над вирішенням проблем з переробки окалини працювало багато вчених. У роботі [14] приведено спосіб знемаслення та знежирення окалини прокатного виробництва. Унікальна інноваційна технологія ґрунтується на низькотемпературній обробці замасленої окалини високошвидкісним потоком продуктів повного спалювання палива в установці вихрового (циклонного типу). При цьому видалення масла і води проводиться шляхом їх сублімації при нагріванні матеріалів до температури 400...450 °С без доступу кисню. Потік теплоносія, необхідний для теплової обробки, утворюється в результаті факельного спалювання палива при мінімумі надлишку повітря в печі. У результаті у відведених газах відсутній вільний кисень або його концентрація мінімальна, що запобігає займанню парів масла в робочому просторі реактора.

Технологія утилізації замасленої окалини розроблена С.М. Кріпак [15], що зводиться до наступного: стадія згущення, механічного зневоднення на стрічковому фільтрі з наливним шаром фільтрувального матеріалу одноразового

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		13

використання, технічного знемаслювання в барабанній печі, механічної активації (змішування з порошкоподібними в'язучими), грануляції, а також циклічний процес зміцнення часток в пропарювальній камері і розвантаження часток в бункери-накопичувачі. Дана технологія дозволяє утилізувати не тільки шлам, а й відходи пилю прокатного виробництва. Попри всі переваги запропонованої технології утилізації практичного застосування виготовлених брикетів з відходів не знайдено.

Значну увагу проблемам утилізації металомістких відходів приділяють закордонні дослідники [16,17].

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 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 хвили горіння;
- можливість створення безперервних процесів.

2. Показано, що важливим завданням 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.

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		14

Мета і задачі дослідження.

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

Для досягнення поставленої мети необхідно вирішити наступні задачі:

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

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

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

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

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

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

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

					МР 2025.00.000 ПЗ	Арк.
						15
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		

РОЗДІЛ 2

МАТЕРІАЛИ, МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕНЬ

2.1. Характеристика вихідних порошків

2.1.1. Порошок окалини сталі 18X2H4MA

Окалина легованої сталі 18X2H4MA містить у якості легуючих елементів 18% хрому, 2% нікелю і 4% молібдену. Фазовий склад окалини: 58...59% оксиду заліза, 40...48% залізо (ферит) і 1,5...2,0% оксиди легуючих елементів. Процес гарячої обробки сталі, що супроводжується утворенням окалини, короткочасний, і ферит не зазнає внутрішнього окислення [18]. На рисунку 2.1 наведено зовнішній вигляд окалини сталі 18X2H4MA (а, б) та кристалічна гратка (в) окалини сталі 18X2H4MA.

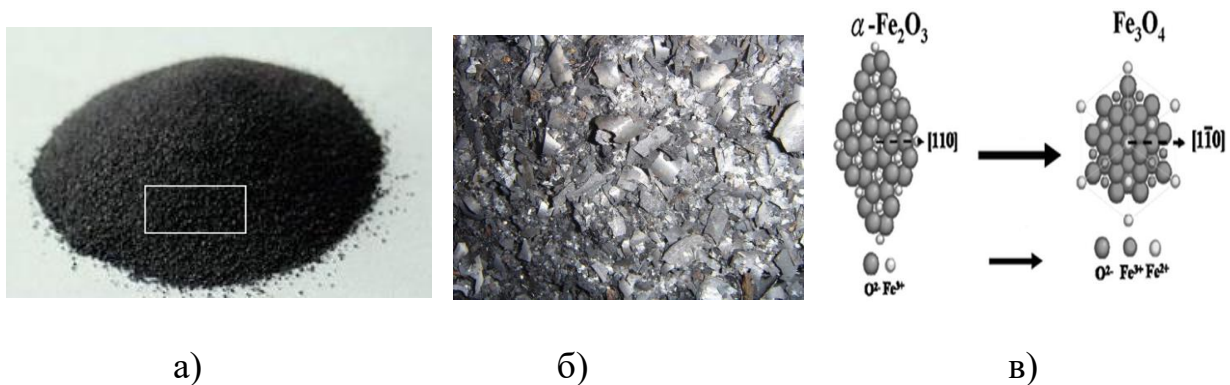


Рисунок 2.1

а – зовнішній вигляд окалини сталі 18X2H4MA;

б – зовнішній вигляд окалини сталі 18X2H4MA при збільшенні x 200;

в – кристалічна решітка окалини сталі 18X2H4MA

Дифрактограма порошкової суміші окалини сталі 18X2H4MA наведена на рисунку 2.2. На дифрактограмі представлено два графіки: нижній – стандартний, вибирається із міжнародної бази даних відповідно до першого матеріалу, верхній

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		16

– відображає результати проведення аналізу даного матеріалу. По осі X відображається кут повороту зразка 2θ , по осі Y – інтенсивність відбивання рентгенівського променя зразком.

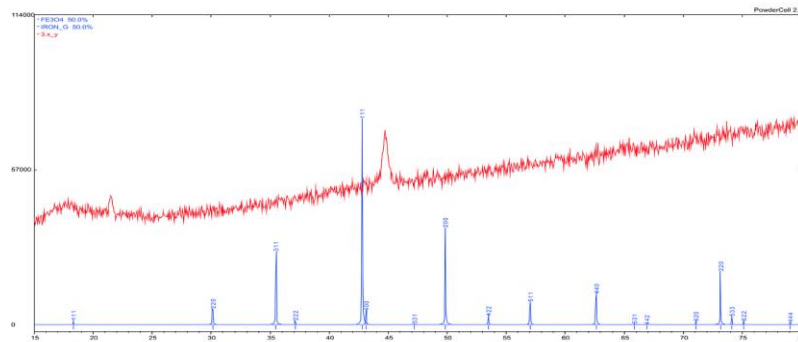


Рисунок 2.2 – Дифрактограма порошкової суміші окалини сталі 18X2H4MA

Результати дослідження показали наявність оксиду заліза – Fe_3O_4 , що свідчить про придатність окалини для реакції СВС. Порошок окалини сталі 18X2H4MA складається з часток голчастої форми. Хімічний спектральний аналіз порошоків проводився в лабораторії Інституту проблем матеріалознавства імені І.М. Францевича. Для дослідження взято проби окалини сталі 18X2H4MA кувалюно-штампувального виробництва ТОВ «ВО Ковельсьільмаш».

2.1.2. Порошок природного мінералу – сапоніту

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

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

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

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		17

На рисунку 2.3 наведено зразки глини з трьох шарів родовища, а на рисунку 2.4 наведено структуру шарів сапонітової глини.



а



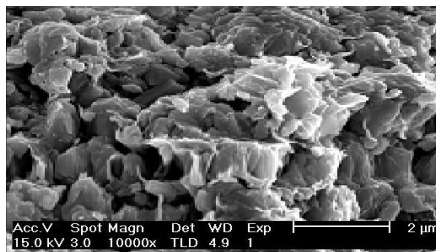
б



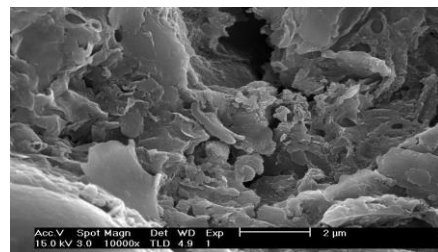
в

Рисунок 2.3 – Загальний вигляд порошку природного мінералу сапоніту:

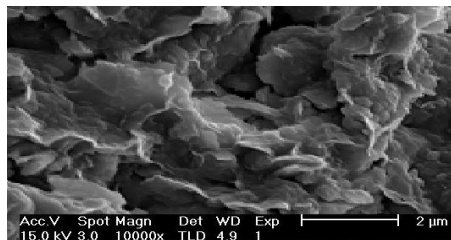
а – перший шар; б – другий шар; в – третій шар



а



б



в

Рисунок 2.4 – Структура шарів сапонітової глини при збільшенні у 450 разів:

а – перший шар, б – другий шар, в – третій шар

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		18

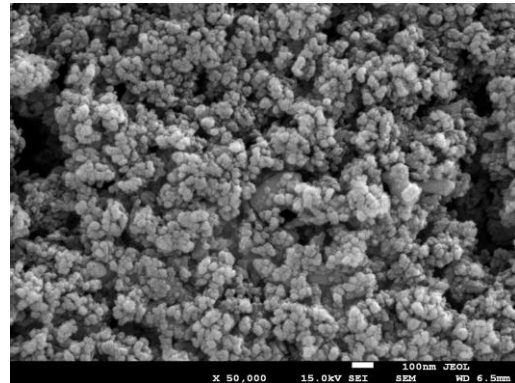
Із знімків видно, що сапоніт має велику кількість капілярів та пор мікронного розміру та характеризується аморфною структурою.

2.1.3. Порошок Al_2O_3

Порошок Al_2O_3 – білий аморфний порошок, молекулярна маса – 101,96; густина – 3,97 г/ см³; температура плавлення – 2053°C; температура кипіння – 3000 °C. На рисунку 2.5 показано зовнішній вигляд порошку Al_2O_3 (а) та його структуру (б).



а)



б)

Рисунок 2.5 – Зовнішній вигляд порошку Al_2O_3 (а) та його структура (б)

Порошок Al_2O_3 складається з частинок круглої форми із згладженою поверхнею.

Основні модифікації оксиду алюмінію наведені в таблиці 2.1.

Таблиця 2.1 – Основні модифікації оксиду алюмінію [23]

Модифікація	Густина, г/см ³
$\alpha - Al_2O_3$	3,99
$\theta - Al_2O_3$	3,61
$\gamma - Al_2O_3$	3,68
$\kappa - Al_2O_3$	3,77

2.1.4. Пороутворювачі. Карбамід $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$

Карбамід $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ – у чистому вигляді являє собою безбарвні кристали з густиною $1,335 \text{ г/см}^3$ і температурою плавлення $132,4^\circ\text{C}$ ($405,4 \text{ К}$). Технічний карбамід – білі або жовтуваті кристали, що мають форму голкоподібних ромбічних призм; його насипна вага коливається в межах $0,52\text{--}0,64 \text{ ТМЗ}$ (залежно від вологості). У чистому карбаміді міститься $46,6\%$ азоту або, у перерахунку на аміак, $56,7\%$. Стандартна ентальпія утворення ΔH (298 К , кДж/моль): $-333,3$ (т). Стандартна енергія Гіббса ΔG (298 К , кДж/моль): $-197,3$ (т). Стандартна ентропія утворення S (298 К , Дж / моль К): $104,67$ (т). Стандартна мольна теплоємність C_p (298 К , Дж / моль К): $93,198$ (т) [70]. Загальний вигляд карбаміду зображено на рисунку 2.6.



Рисунок 2.6 – Загальний вигляд карбаміду $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$

У таблиці 2.2 наведені фізико-хімічні властивості карбаміду.

Таблиця 2.2 – Показники якості карбаміду [24]

Зовнішній вигляд	Технічний карбамід (Марка А)
Вміст азоту в перерахунку на сухий продукт, %, н/м	46,3
Вміст домішок, %,	
Біурет	0,2-0005
Сульфати	0,003
Fe_2SO_3	0,02
Вологість, %,	0,2

Таблиця 2.2 – Фізико-хімічні властивості карбаміду [25]

Молекулярна вага	60,06
Густина при 20 ⁰ С, г/см ³	1,335
Насипна густина, г/см ³	0,63–0,71
Питома теплоємність при 20 ⁰ С, кал / (г * град)	0,321
Температура плавлення, ⁰ С при 1 атм	132,6
Температура плавлення, ⁰ С при 300 атм	150,0
Теплота утворення з простих речовин, ккал/моль	79,634
Теплота плавлення, ккал/моль	3,6
Теплота розчинення у воді, кал/г	57,8

2.2. Методика визначення гранулометричного складу

Для визначення гранулометричного складу подрібнених сипких матеріалів використовується ситовий аналіз, що являє собою механічне розділення частинок сипкого матеріалу на фракції при його просіванні через набір стандартних сит, розмір отворів яких послідовно зменшується зверху вниз; частинки, що пройшли ці отвори, показують фракцію меншу від даного розміру, а ті, що не пройшли – фракцію більшу від даного розміру [26]. Використання ситового аналізу має ряд обмежень:

- для проведення аналізу потрібно, як правило, достатньо велику кількість матеріалу (зазвичай, не менше 25 г);
- метод не застосовується до несипучих або матеріалів, які забивають отвори сита порошкоподібних матеріалів (маслянисті, липкі, схильні до комкування тощо);

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ докum.	Підпис	Дата		21

– якщо досліджувані зразки гігроскопічні або, навпаки, легко втрачають вологу, при проведенні аналізу слід контролювати вологість і температуру навколишнього середовища.

Визначення зернистого складу сипких матеріалів визначається за допомогою спеціального набору сит, розміри отворів яких зменшуються від сита до сита у сталому співвідношенні. Для виконання ситового аналізу просівається середня проба матеріалу. Після закінчення просівання зважуються залишки матеріалу у кожному з сит, які пройшли через нижнє сито. Відношення одержаних мас до навішування матеріалу, який взято для аналізу, дає вміст різних класів зерен у матеріалі, тобто, зерен, розміри яких обмежені верхньою і нижньою межами. Просіваючи матеріал через набір різних сит, можна розділити пробу на декілька фракцій. При ситовому аналізі число фракцій не повинно бути меншим 5 і не більше 20. Розміри частинок отриманих фракцій обмежені розмірами отвору сита [26].

2.3. Методика визначення пористості матеріалу

Пористість – відношення об'єму пор V_n до повного об'єму пористого тіла V :

$$P = V_n / V . \quad (2.1)$$

Для визначення пористості розроблений ряд методів: розрахунковий метод, заснований на визначенні щільності фільтрувальних матеріалів (ФМ), методи просіювання, гідростатичного зважування, металографічний метод.

Під час використання розрахункового методу пористість визначають з виразу:

$$P = 1 - m_1 / V_\rho , \quad (2.2)$$

де m_1 – маса сухого зразка;

V – його об'єм;

ρ – густина компактного матеріалу [27].

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		22

Основна перевага вказаного методу полягає в тому, що властивості ФМ під час його застосування не змінюються.

Під час використання методу просочення пористість розраховують, використовуючи вираз:

$$P = \frac{(m_2 - m_1)}{V \rho_p}, \quad (2.3)$$

де m_2 – маса зразка, просоченого рідиною;

V – його об'єм;

ρ_p – густина рідини.

Цей метод передбачає повне заповнення всіх пор рідиною. Описані два методи визначення пористості застосовуються у разі використання зразків правильної форми, коли неважко визначити їх об'єм. Для визначення пористості зразків неправильної чи складної форми використовують метод гідростатичного зважування. У відмінності від методу просочення після заповнення пор зразка, що досліджується, водою додатково визначається маса цього зразка у воді, а пористість розраховують за формулою:

$$P = (m_3 - m_2) / (m_1 - m_4), \quad (2.4)$$

де m_1 – маса сухого зразка;

m_2 – маса зразка, просоченого рідиною;

m_3 – маса зразка, просоченого водою на повітрі;

m_4 – маса зразка у воді.

2.4. Методика визначення мікротвердості

Мікротвердість зразків визначали за методом Віккерса (ГОСТ 9450-60) – визначення мікротвердості з використанням чотиригранного алмазного пірамідального індентора з кутом між гранями 136° і змінними навантаженнями, що дозволяють використовувати один масштаб визначення твердості для усіх амплітуд твердості. Параметри устаткування: навантаження 98, 245, 490, 980,

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
						23
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		

1960, 2940, 4900, 9800 Нм або 10, 25, 50, 100, 200, 300, 500, 1000 gf; час витримки навантаження від 5 до 99 сек.

Оптична система: об'єктив – х 10, х 40; окуляр – х 10; загальне збільшення – х 100, х 400; область вимірювання – 200 мкм; розширення – 0,01 мкм.

Мікротвердість розраховується за формулою:

$$HV = 0,102 \frac{F}{S} = 0,102 \frac{2F \sin \frac{\Theta}{2}}{D^2} = 0,1891 \frac{F}{D^2}, \quad (2.8)$$

де HV – значення мікротвердості за Вікерсом;

F – зусилля, що докладається, Н;

S – площа втисненої ділянки, мм²;

Θ – кут піраміди – 136°;

D – діагональ ділянки, мм.

Діагоналі відбитків лежали в інтервалі значень від 20 до 26 мкм. На кожен зразок, що випробовувався, робилося 8 натискань, потім з набутих значень мікротвердості для кожного зразка розраховували середнє арифметичне.

2.5. Методика визначення водопоглинання

Водопоглинання – здатність матеріалу вбирати й утримувати в своїх порах вологу. Водопоглинання може бути за масою та за об'ємом. Об'ємне водопоглинання завжди менше 100 %, а водопоглинання за масою може бути і більше ніж 100 % (наприклад, для пористих матеріалів).

Водопоглинання за масою W_m – це максимальна кількість води, яку поглинає зразок матеріалу, витримуючись у воді, у відношенні до його маси в сухому стані.

Водопоглинання за об'ємом W_o – це максимальна кількість води, яку поглинає зразок матеріалу, у відношенні до його об'єму в природному стані.

Водопоглинання в % визначають за наступними формулами:

– за масою [28]:

$$W_m = \frac{m_n - m_c}{m_c} \cdot 100\%; \quad (2.9)$$

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		24

– за об'ємом [28]:

$$w_o = \frac{V_{H_2O}}{V_n} \cdot 100 = \frac{m_n - m_c}{V_n} \cdot \frac{1}{\rho_{H_2O}} \cdot 100\% ; \quad (2.10)$$

де m_n – маса матеріалу в насиченому водою стані, г;

m_c – маса сухого матеріалу, г;

V_n – об'єм сухого матеріалу в природньому стані, см³;

$\rho_{H_2O} = 1$ г/см³.

Відношення водопоглинання за об'ємом до водопоглинання за масою відповідає середній густині матеріалу [28]:

$$\frac{w_o}{w_m} = \frac{(m_n - m_c)}{V_n \cdot \rho_{H_2O}} \cdot \frac{m_c}{(m_n - m_c)} = \frac{m_c}{V_n} = \rho_o \quad (2.11)$$

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		25

РОЗДІЛ 3

ТЕХНОЛОГІЯ ОТРИМАННЯ ПОРИСТИХ ПРОНИКЛИВИХ МАТЕРІАЛІВ

3.1. Первинна обробка окалини сталі 18Х2Н4МА

Вибір методу та матеріалів для виготовлення порошкових (пористих) заготовок та деталей залежить від їх типорозмірів, вимог до фізико-механічних та функціональних призначень, розмірної точності, пропускну здатності, пористості. Зважаючи на те, що одним з основних компонентів для виготовлення пористого матеріалу було запропоновано використовувати відходи машинобудівного виробництва (окалина сталі 18Х2Н4МА кузально-штампувального виробництва ВАТ «Ковельсьільмаш») доцільним є проведення досліджень властивостей даної сировини та розробка технологій попередньої її підготовки. Використання саме окалини обґрунтовується тим, що вартість таких порошоків на 65...75% нижча вартості стандартних порошоків оксиду заліза. Використання відходів виробництва позитивно впливає на екологічний стан ґрунтів та водойм, так як відбувається мінімізація місць захоронення металевих відходів [29].

Процес отримання пористих проникних матеріалів методами порошкової металургії складається із трьох послідовних операцій: приготування шихтової суміші, формування виробів з необхідними геометричними параметрами та спікання або синтез [30]. Оскільки в роботі використані відходи машинобудування та природні мінерали у технологічний процес були включені операції їх попередньої підготовки.

Сушіння.

Необхідність просушування окалини зумовлена тим, що вона в залежності від умов виробництва завжди відповідає стандартам і технічним умовам, має різні значення фізичних і технологічних параметрів. Властивості окалини можуть

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		26

змінюватися в процесі зберігання за рахунок окиснення, та адсорбційного поглинання вологи.

Окалина, хоч і є вторинним продуктом гарячо-штампувального виробництва, однак, володіє відносно високою вологістю та вмістом мастильних речовин. Щоб видалити вологу та мастило окалина стала просушувалась протягом 2-х год. при температурі 230 °С (503 К) в електропечі марки СНОЛ 6/11.

Подрібнення

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

Саме тому, необхідно проводити первинну переробку окалини, а саме її подрібнення. Для визначення оптимальних режимів подрібнення було проведено комплекс досліджень, які полягають у визначенні гранулометричного складу та форми подрібненого порошку окалини протягом різних інтервалів часу.

Подрібнення проводиться у вібраційному барабанному млині із зміщеною віссю обертання. Час подрібнення становить 30, 60, 120 та 180 хвилин. Для достовірності отриманих результатів для кожного з інтервалів часу досліджується по три проби. Оскільки окалина є крихким матеріалом при подрібненні дотримується режим вільного падіння.

Маса завантаження матеріалу у барабан визначається зі співвідношення маси кульок до маси порошку та становить 0,75:1. Ступінь подрібнення контролюється визначенням гранулометричного складу в процесі подрібнення. На рисунку 3.1 показано загальний вигляд окалини після 1 години подрібнення.

На рисунку 3.2 показано загальний вигляд окалини після 2-х годин подрібнення.

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		27

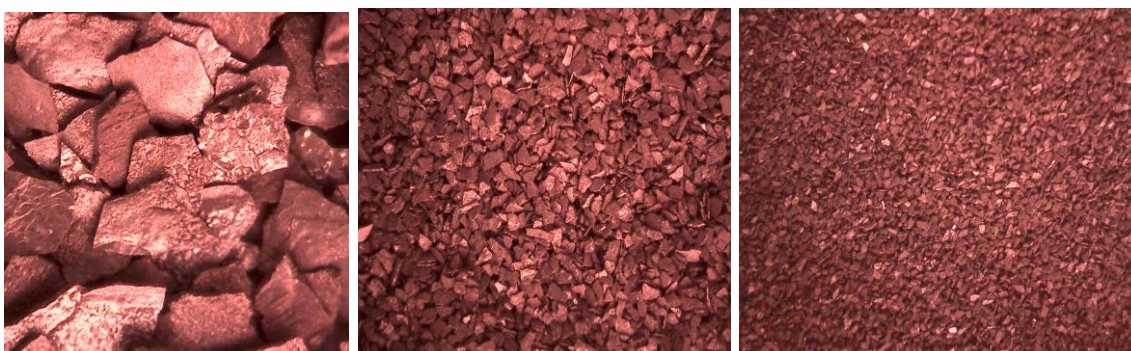


а)

б)

в)

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



а)

б)

в)

Рисунок 3.2 – Загальний вигляд зразків окалини після 2-х годин подрібнення при збільшенні $\times 50$: а – окалина фракції 1000–1200 мкм; б – окалина фракцією 400– 315мкм; в – окалина фракції 200–160 мкм.

Як видно із рисунку 3.1 та рисунку 3.2 як після однієї, так і після двох годин подрібнення форма частинок практично не змінюється. Частинки окалини мають пластинчасту форму товщиною 100...200 мкм з гострими краями та сильно розгалуженою поверхнею. Наявність виступів та нерівностей призводить до підвищення міжчасткового тертя між частинками та зменшує насипну густину. При компонуванні порошку такої форми з порошком меншої дисперсності підвищується насипна густина та ступінь змішування. Це відбувається за рахунок розподілу менших частинок поміж більшими.

3.1.1. Просіювання

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
						28
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		

Найбільш поширеним способом визначення гранулометричного складу продуктів подрібнення є ситовий аналіз. Просіювання здійснювали у вібриситі моделі 029 №124–85. Використовуються сита із діаметром отворів: $d - 1 \text{ мм}, 0,63 \text{ мм}, 0,4 \text{ мм}, 0,315 \text{ мм}, 0,2 \text{ мм}, 0,16 \text{ мм}, 0,1 \text{ мм}, 0,063 \text{ мм}$. Конструктивна схема набору лабораторних сит зображена на рисунку 3.3, а. Зважування проводиться на цифровій електронній вазі- рисунок 3.3, б.



а)



б)

Рисунок 3.3 – Загальний вигляд: а – набір сит,
б – цифрова електронна вага

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

3.1.2. Магнітна сепарація

Магнітна сепарація проводиться для вилучення неметалевої складової порошку окалини сталі за допомогою магнітного сепаратора марки ЭСШ–100, в якому передбачено регулювання швидкості переміщення матеріалу, що сепарується по робочій поверхні.

Загальний вигляд установки представлено на рисунку 3.4

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		29



Рисунок 3.4 – Магнітний сепаратор ЭСШ-100

Для визначення кількості вмісту неметалевих включень у порошку окалини відбирається вісім партій масою 1 кілограм та фракцією 1; 0,63; 0,4; 0,315; 0,2; 0,16; 0,1; 0,063 мм відповідно. Вміст неметалевих домішок для різних фракцій порошку окалини наведено на рисунку 3.5

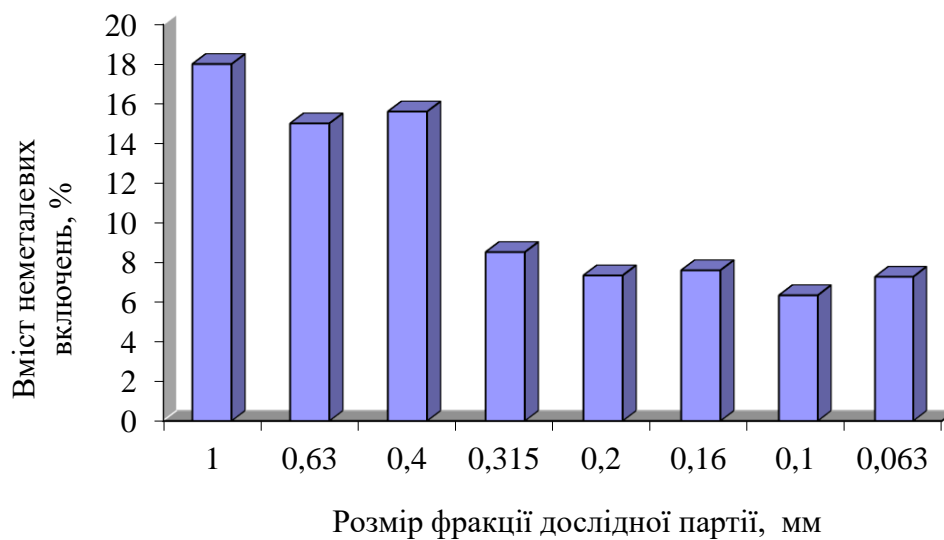


Рисунок 3.5. – Вміст неметалевих включень у порошку окалини різної фракції

Як видно з рисунку 3.5 найбільше неметалевих домішок у партіях з фракцією більше 0,4 мм, це пояснюється тим, що домішки присутні у первинній сировині менше здатні до подрібнення.

3.2. Первинна обробка сапоніту

У зв'язку із великими запасами сапоніту постає питання у розширенні областей його застосування. Саме тому, визначення способів застосування сапонітової глини є актуальним та досить перспективним напрямком.

Під час дослідження фізико-хімічних процесів, що проходять у глинистих масах із додаванням сапонітової породи під час їх нагрівання [31] встановлено, що додавання сапонітової породи до глинистої маси змінює характер отриманої структури. Так, введення 10...50 % сапонітової породи супроводжується зниженням температури початку пластичних деформацій на 30...50 °С, а також спостерігається зміщення аномальної ділянки на кривій в'язкості, характерній для глини, в область нижчих температур [31].

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

3.2.1. Сушіння

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

3.2.2. Подрібнення

Автори робіт дослідили [21,22], що середній розмір порошку сапоніту для отримання пористого тіла – 100...63 мкм. Для визначення режимів подрібнення з максимальним виходом порошку потрібної фракції було проведено дослідження зміни дисперсності порошку в залежності від режимів подрібнення. Результати досліджень наведено на рисунку 3.6

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		31

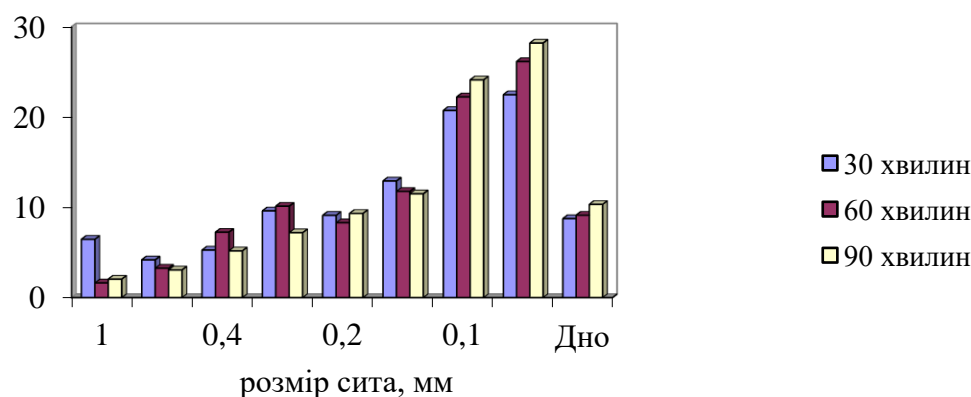


Рисунок 3.6 – Залежність розподілу частинок порошку сапоніту від часу подрібнення

Із наведених даних рисунка 3.6 видно, що оптимальний час подрібнення становить 90 хвилин, оскільки за такого режиму найбільший вихід порошку потрібної фракції.

3.3. Визначення компонентного складу шихти

3.3.1 Підбір та дозування компонентів шихти

Велике значення для отримання якісних виробів має підбір шихтових матеріалів. У роботі основу композиційних складових шихти для отримання пористих матеріалів складають промислові відходи машинобудівного виробництва, які являють собою оксиди металів і металічні порошки. У якості вихідних матеріалів були взяті наступні матеріали: окалина сталі 18Х2Н4МА, порошок оксиду алюмінію ТУ (48-5-22-87), природний мінерал – сапоніт Ташківського родовища та пороутворювач. Шихтовий склад компонентів визначається експериментально.

Вибрано оптимальний склад шихти: окалина – 30 %; сапоніт – 30 %; Al_2O_3 – 30 %; пороутворювач – 10 %.

При огляді літературних джерел було проаналізовано, що для отримання пористої кераміки використовуються наступні пороутворювачі: карбамід (CH_4N_2O), поліетиленгліколь ($C_{2n}H_{4n+2}O_{n+1}$), карбонат кальцію ($CaCO_3$),



а)

б)

Рисунок 3.7 – Сформовані зразки:

а – без додавання клею;

б – з додаванням клею

3.3.2. Змішування компонентів шихти

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

3.4. Технологія формування та спікання зразків

Пресування та спікання порошків – це заключні етапи виготовлення порошкових матеріалів. Саме ці фактори є вирішальними для характеристик виробів порошкової металургії. Зміна параметрів, способів реалізації та методів формування дозволяє отримати виріб з керованими фізичними та міцністними характеристиками [35]. Одним з найпростіших є метод однобічного пресування. Щодо технології спікання – особливу увагу заслуговує метод СВС-синтезу. Важливу роль у виборі такого методу спікання відіграє малий час спікання та, за рахунок проходження металотермічної реакції, малих витрат на його

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		34

проходження. Технологію отримання пористих матеріалів із використанням відходів машинобудування та природних мінералів наведено на рисунку 3.8.

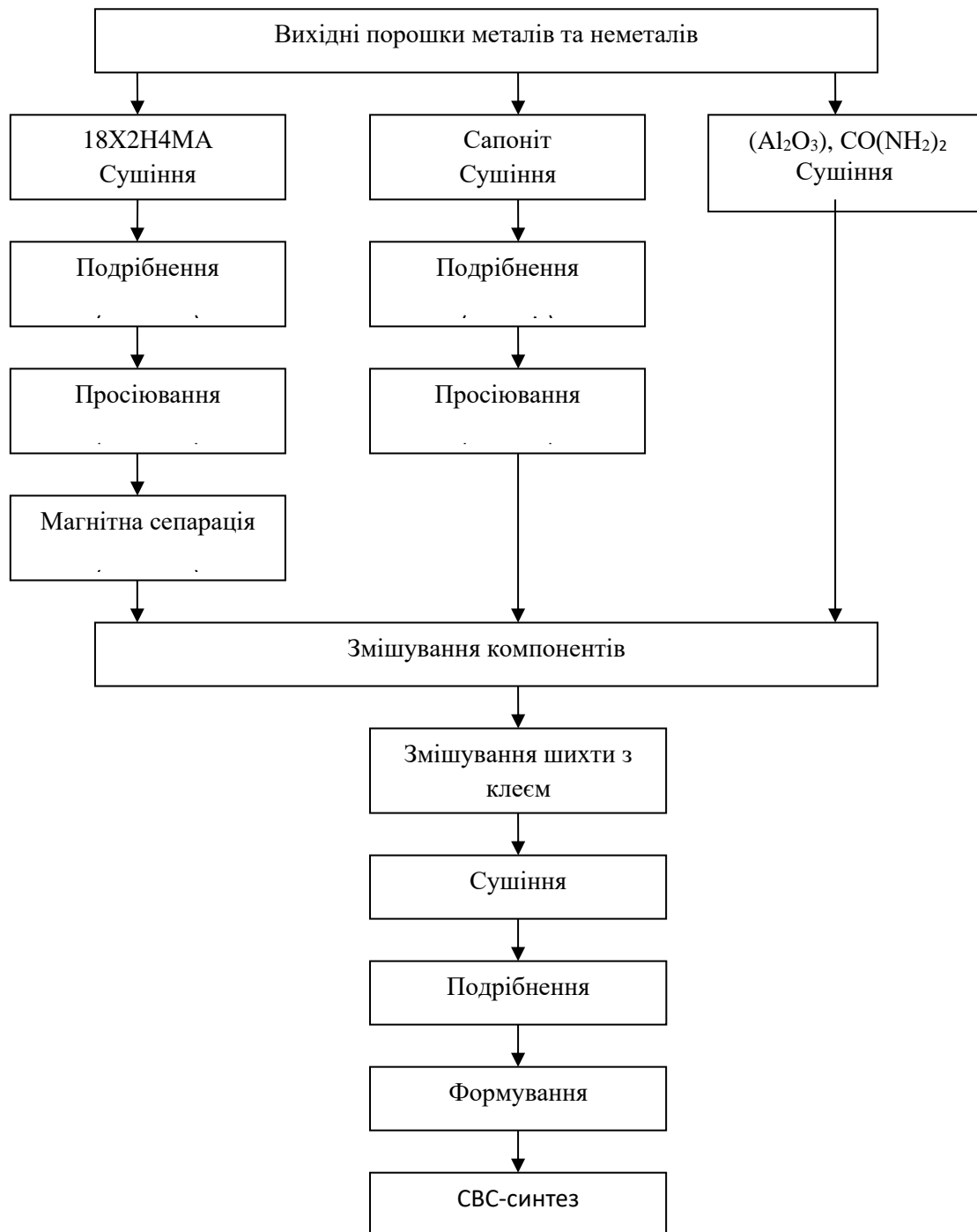


Рисунок 3.8 – Технологічна схема отримання пористих проникливих матеріалів

3.4.1. Пресування зразків

Пресування суміші здійснювалося на гідравлічному пресі моделі ПСУ–125. Для формування зразків була використана прес-форма для одностороннього пресування, виготовлена із нержавіючої сталі марки 12Х18Н10Т. Пресування здійснювалось у діапазоні тисків 10...25 МПа. Зразки мали циліндричну форму \varnothing 30 та висотою 40 мм. Зовнішній вигляд гідравлічного пресу та сформованого виробу зображено на рисунку 3.9.



Рисунок 3.9 – Загальний вигляд пресу марки ПСУ – 125 та дослідних зразків

3.4.2. СВС-спікання

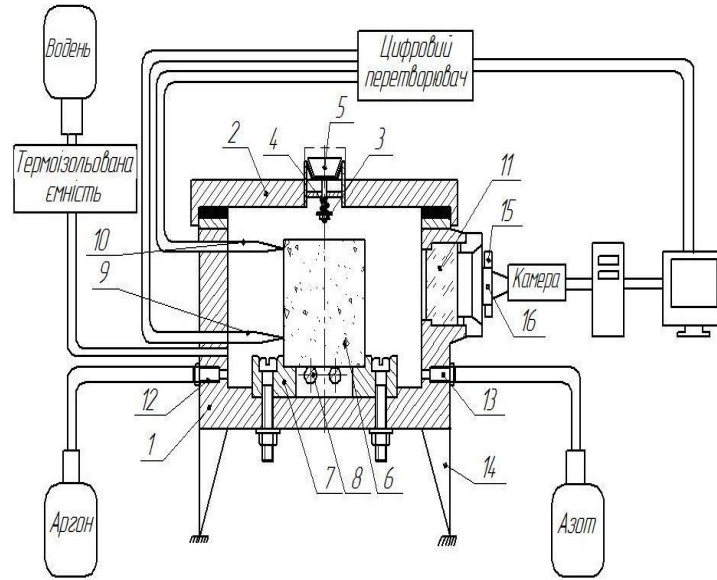
Спікання зразків проводиться у модернізованому реакторі для проведення самопоширюючого високотемпературного синтезу, розробленому науковцями Луцького НТУ [36].

Реактор виконаний у вигляді термоізольованої ємності, із роз'ємною кришкою 2, яка дозволяє ставити зразки на підковоподібну підложку 7 всередині реактора. У кришку вмонтований клапан 5, який складається із корпусу, пружини 4 і регулювальної гайки 3. Клапан 5 служить запобіжником у випадку вибухонебезпечної ситуації. Корпус реактора 1 виготовлений з нержавіючої сталі і розміщений на стійках 14. Зразок 6, який знаходиться на підковоподібній підложці 7, нагрівається за допомогою вольфрамових спіралей 8. Вольфрамові спіралі 8 під'єднані до блоку живлення. Фронт горіння розповсюджується від низу зразка 6 до протилежного боку. Температура нагрівання зразка 6 контролюється за допомогою вольфрамренийових термопар 9, 10, підключених до комп'ютера через аналого-цифровий перетворювач. До термоізольованої ємності приєднується балон з воднем, для забезпечення захисту поверхні зразка від процесу окислення. Через штуцери 12 і 13 приєднуються балони із аргоном та азотом. З одної із бокових сторін розміщується вікно спостереження, в яке вмонтовується кварцове скло 11. Спостереження за процесом горіння здійснюється за допомогою камери. Камера під'єднується до комп'ютера, за допомогою якого на основі комп'ютерних програм будуються графічні залежності: поширення хвилі горіння у дослідному зразку, зміна температури від часу. Модернізований реактор для проведення самопоширюючого високотемпературного синтезу зображено на рис. 3.10.

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

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ докum.	Підпис	Дата		37

За критерій оцінки взято швидкість поширення хвилі горіння, оскільки цей параметр найбільш виражено показує ступінь взаємодії між компонентами шихти у СВС-процесі. Спечені зразки представлено на рисунку 3.11.



а)



б)

Рисунок 3.10 – Модернізований реактор для проведення самопоширюючого високотемпературного синтезу: а – креслення реактора; б – зовнішній вигляд реактора

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ док.м.	Підпис	Дата		38



Рисунок 3.11 – Дослідні зразки, спечені в режимі СВС

3.5. Дослідження структури матеріалу

Для підготовки шліфів до металографічного дослідження здійснюється розрізання зразків на відрізнаму верстаті із застосуванням алмазних кругів. Використовується мокре абразивне різання, оскільки застосування охолоджувальної рідини знижує температуру в місці зрізу і тим самим зменшує нагартування матеріалу в зоні різання. Вирізаний сегмент вставляється зрізаною площиною в сталеву обойму, заливається епоксидною смолою із затверджувачем та залишається для полімеризації на 24 год. Вирівнювання площини шліфа і початкове шліфування здійснюється на плоскошліфувальному верстаті з охолодженням зони шліфування емульсією. Подальша підготовка шліфів полягає у зрізуванні нерівностей поверхні абразивними частками на шліфувальних паперах. Обробка проводиться в декілька стадій, постійно зменшуючи розмір цих часток. При підготовці шліфа абразивним методом шліфівка проводиться в сім переходів на шліфувальних паперах № P100, P220, P500, P800, P1200, P2000, P2500. Шліфування проводиться до повного видалення рисок, що залишилися після попередніх операцій. Шліфування повторюється, використовуючи послідовно папір із більшим умовним номером, що відповідає зменшенню розміру часточок абразиву, кожного разу змінюючи напрям руху шліфа на 90° .

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		39

Зміна напрямку руху шліфа дозволяє повністю знищити риси, що залишилися після попереднього шліфування.

Враховуючи значну поруватість досліджуваних матеріалів, у пори яких набиваються часточки абразиву при шліфуванні, перед кожним переходом на тонший абразив залишки абразиву з шліфа видаляється із застосуванням ультразвукового очищення, потім шліф промивається водою і просушується фільтрувальним папером. Для остаточного вирівнювання поверхні шліф полірується алмазною пастою. Полірування проводиться на таких же верстатах, що і шліфування. Для полірування застосовуються алмазні пасти ГОСТ 25593-83. Алмазне полірування виконується в 3–4 етапи пастами в наступній послідовності: АСМ 10/7, 7/5, 2/1, 1/0. Поверхня відполірованого зразка промивається зневодненим етиловим спиртом (C_2H_5OH) і просушується. З метою отримання чіткого зображення меж зерен шліфи протравлюються 4% H_2SO_4 . Дослідження мікроструктури проводиться на оптичному мікроскопі «НЕОРНОТ» (Німеччина) при різних збільшеннях ($\times 250$, $\times 350$ та $\times 500$). На рисунку 3.12 наведенні знімки приготування шліфів для металографічного аналізу.

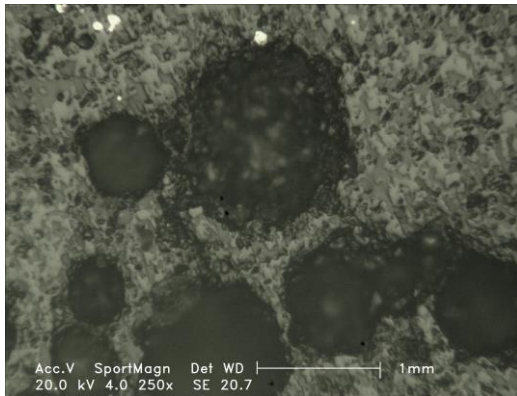


Рисунок 3.12 – Підготовка шліфів

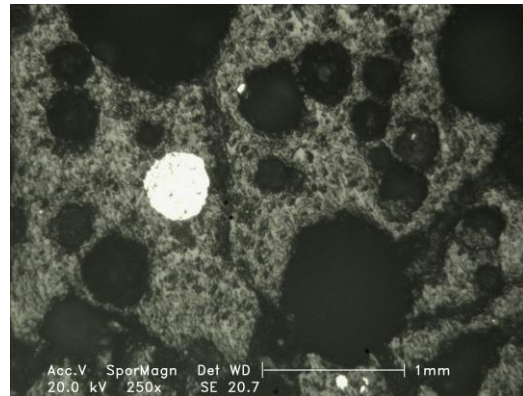
На рисунку 3.13. наведено фотознімки структур отриманого матеріалу без додавання пороутворювача. Аналіз електронних мікрофотографій при спостереженні показав світлі включення в структурі, це оксиди заліза. Розподіл ділянок відновленого заліза дозволяє припустити, що відбувається подальше

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
						40
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		

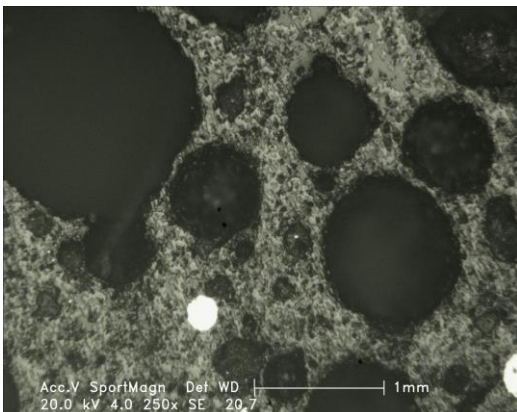
зростання металевих фрагментів, одночасно із зростанням областей відновленого заліза відбувається фазорозділення – переміщення заліза в напрямку оксиду алюмінію.



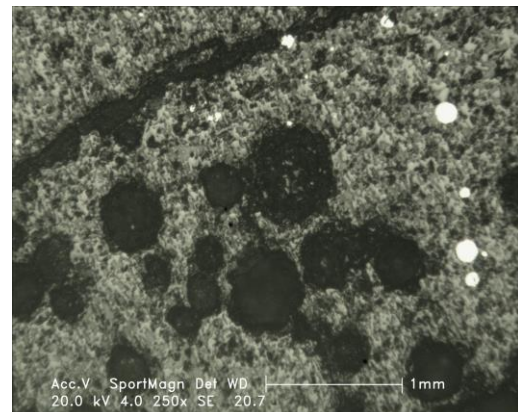
x 500



x 500



x 500



x 500

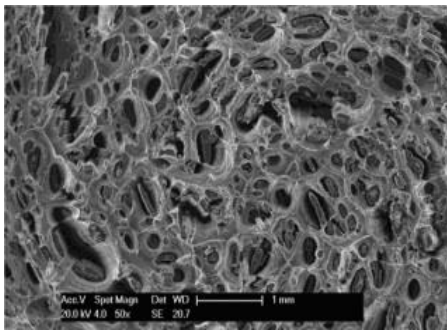
Рисунок 3.13 – Мікроструктури зразків без додавання пороутворювача

Основною фазою продукції є також оксид алюмінію з рівноважними параметрами решітки. У структурі кінцевого продукту алюміній присутній у вигляді полів розміром від 10 до 300 мкм, структура яких подібна із структурою областей відновлення заліза в продуктах реакцій відновлення оксиду заліза (IV).

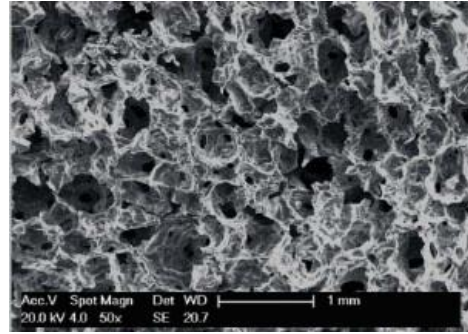
Механізм утворення феритних полів, як можна зробити висновок з дослідження структур матеріалу, включає стадії розплавлення вихідного фериту окалини, утворення первинних зародків у результаті відновної реакції, їх

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		41

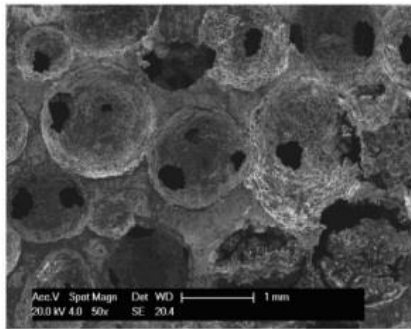
зростання і злиття в протяжні області в процесі фазорозділення. У структурі продукції представлена також оксидна матриця, основу якої складає оксид алюмінію Al_2O_3 з включенням залишків оксидів заліза Fe_2O_3 . Металевий компонент продукту представлений твердим розчином на основі заліза, які мають змінний склад по площі шліфа. На рисунку 3.14 наведено структури матеріалу при додаванні пороутворювачів різних за хімічною природою.



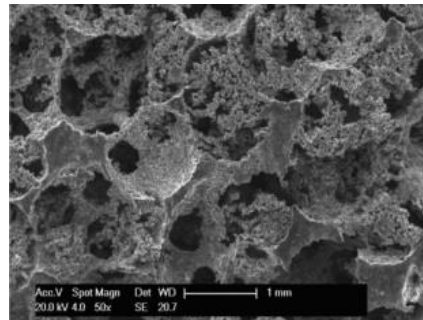
а) x 250



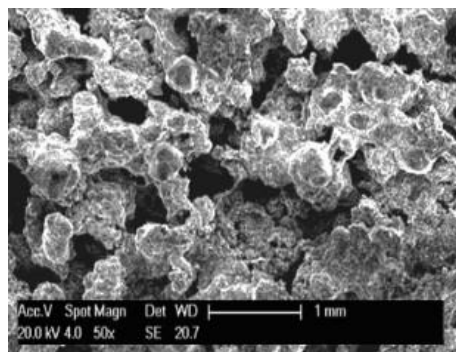
б) x 350



в) x 500



г) x 500



д) x 350

Рисунок 3.14 – Мікроструктура пористих проникливих матеріалів з додаванням різних пороутворювачів: а – хлорид натрію, б – карбамід, в – поліетиленгліколь, г – гідрокарбонат натрію, д – карбонат кальцію.

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		42

При аналізі розміру та форми пор найбільш прийнятною для пористого тіла буде структура з додаванням пороутворювачів – карбонат кальцію (CaCO_3) або карбамід $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$.

Площинну пористість визначали за мікрофотографіями шліфів за допомогою програми Smart-eye. Встановлено, що середня пористість для всіх зразків рівна 15...20 % (рисунок 3.15). Об'ємну пористість визначали ваговим методом за геометричними параметрами зразків.

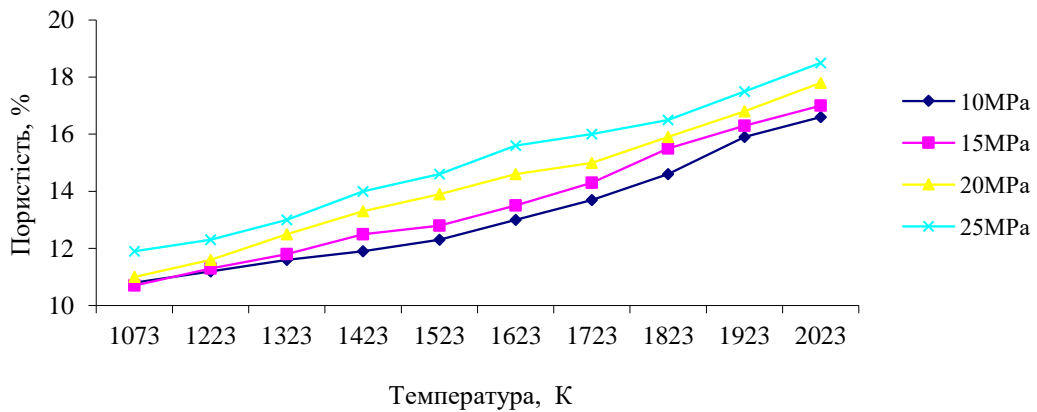


Рисунок 3.15 – Залежність відносної пористості від температури спікання пористої кераміки.

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

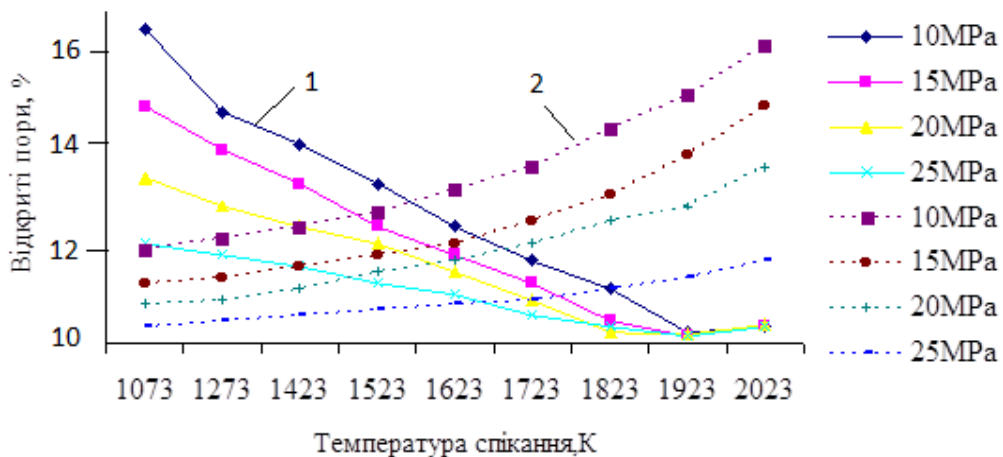


Рисунок 3.16 – Кількість відкритих – 1 та закритих – 2 пор залежно від температури спікання

ВИСНОВКИ

В результаті проведеної роботи можна зробити наступні висновки:

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

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

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

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

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

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
						44
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

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

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

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

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

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

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

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

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

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

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		45

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

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

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

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

14. Golev A., Corder G. D. Article Typology of Options for Metal Recycling: Australia’s Perspective. MDPI/ *Resou1*. <https://doi.org/10.3390/resources5010001>

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

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

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

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

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

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
						46
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

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

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

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

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

24. ДСТУ ISO 2753:2003 Сечовина (карбамід) технічна. Інтернет-ресурс. URL: <http://www.vsegost.com/Catalog/49/49930.shtml>.

25. ДСТУ 7312:2013 Сечовина (карбамід). Технічні умови. Інтернет-ресурс. URL: <http://www.plasma.com.ua/ua/chemistry/chemistry/carbamide.html>

26. Порошковая металлургия. Материалы, технология, свойства, области применения / И. М. Федорченко, И. Н. Францевич, И. Д. Радомысельский и др. // Справочник. Київ: Наук. думка, 1985. 624 с.

27. Ристич М. М., Трефилов В. И., Мильман Ю. В. И др. Структура и механические свойства спеченных материалов: монография. Белград: Сербская академия наук и искусств. 1999. 261 с.

28. ДСТУ Б В.2.7-170:2008 Будівельні матеріали. Бетони. Методи визначення середньої густини, вологості, водопоглинання, пористості і водонепроникності. Інтернет ресурс. URL: <http://www.vsegost.com/Catalog/49/49930.shtml>.

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

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

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
						47
Змн.	Арк.	№ доквм.	Підпис	Дата		

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

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

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

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

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

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

					MP 2025.00.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		48

