

УДК 621.762

Лаптев А. М.
Руденко Н. А.

ИЗГОТОВЛЕНИЕ ГРАДИЕНТНЫХ ПОРОШКОВЫХ ФИЛЬТРОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ ПОРООБРАЗОВАТЕЛЯ

Пористые порошковые материалы широко используют в качестве фильтров для очистки различных жидкостей и газов в машиностроении, металлургии, химической промышленности, медицине, пищевой промышленности и других отраслях народного хозяйства. Важнейшими характеристиками пористых фильтров являются гидравлическое сопротивление, размер пор и срок эксплуатации до регенерации. Кроме того, фильтры должны обладать механической прочностью, достаточной для их надежной эксплуатации [1]. Размер пор фильтров определяет минимальную величину частиц, которые может задерживать фильтр (тонкость фильтрации). Вместе с тем, с уменьшением размера пор и увеличением толщины фильтра повышается его гидравлическое сопротивление. Уменьшение размера пор приводит также к снижению сроков эксплуатации фильтров до их регенерации и до полного выхода из строя вследствие повышенного засорения пор. Таким образом, улучшение характеристик фильтра по тонкости фильтрации приводит к ухудшению других важных характеристик фильтров – гидравлического сопротивления и срока службы. Решить данную проблему можно путем применения фильтров с градиентной пористой структурой, которая характеризуется тем, что размер пор уменьшается в направлении фильтрации. В таких фильтрах слои с большими порами играют роль фильтра грубой очистки, а слои с мелкими порами осуществляют тонкую очистку. В работе [2] сообщается, что грязеемкость градиентных фильтров в 2–4 раза, а срок службы в 2–3 раза выше, чем однослойных. Для изготовления градиентных порошковых фильтров применяется последовательное прессование различным давлением слоев из порошков разного гранулометрического состава и последующее спекание полученных прессовок [3]. Создание градиентной структуры обеспечивается при этом изменением давления при прессовании отдельных слоев, и получением межчастичных пор разного размера вследствие использования порошков разной крупности в слоях. Однако такой способ малопроизводителен и не позволяет получить качественное соединение отдельных слоев. Это объясняется тем, что при послойном прессовании отдельные слои слабо сцепляются друг с другом и между ними имеется четко выраженная граница. Кроме того, при спекании слоев с разной пористостью и образованные частицами разного размера получают различную усадку, что приводит к искажению формы фильтра, внутренним напряжениям и, в ряде случаев, к разьединению слоев. Другим недостатком данной технологии является сложность получения в слоях пор большого размера ввиду того, что для этого необходимо использовать порошки с крупными частицами, которые очень плохо спекаются. Наконец, прессование в несколько этапов существенно снижает производительность и экономичность этого процесса.

Целью настоящей работы является создание новой технологии изготовления градиентных порошковых фильтров с применением порообразователя, которая позволяет исключить вышеупомянутые недостатки.

Согласно этой технологии, для каждого слоя приготавливается смесь базового порошка и порошка порообразователя. Процентное содержание порообразователя соответствует желаемому уровню пористости, а размер его частиц отвечает заданному в слое размеру пор. При этом размер частиц базового порошка может быть одинаковым или различаться для отдельных слоев. Навеска смеси первого слоя засыпается в матрицу и разравнивается. Затем засыпается навеска смеси второго слоя и, если необходимо, третьего слоя и т. д. После этого производится совместное прессование слоев. Из полученных прессовок термическим разложением или растворением удаляется порообразователь. В качестве порообразователя можно применять карбамид, хлорид натрия, нафталин, бикарбонат аммония и др. Затем полученная прессовка спекается в защитной атмосфере или в вакууме. Слои полученные с применением

порообразователя имеют так называемую бипористую структуру. Часть пор в слое образуется в результате удаления порообразователя. Другая часть, как и в традиционных фильтрах, образуется между отдельными частицами и называется межчастичной пористостью. Приведем пример практической реализации данной технологии.

Изготавливался прототип двухслойного фильтра, состоящего из низкопористого и высокопористого слоев, образованных из порошка железа. Толщина низкопористого слоя задавалась равной 3 мм, а толщина высокопористого слоя – 5 мм. Пористость низкопористого слоя задавалась равной 0,2, а пористость высокопористого слоя – 0,5. Размер пор в низкопористом слое задавался равным 30–60 мкм, а размер пор в высокопористом слое – равным 125–250 мкм. Вначале анализировалась возможность изготовления слоев без применения порообразователя. Из формулы Козени (1) определялся размер частиц порошка, который обеспечивает заданное сочетание пористости и размера пор в слоях.

$$d_p = \frac{1 - \Pi}{\Pi} d. \quad (1)$$

В формуле (1) d – размер пор, d_p – размер частиц и Π – пористость. Подставляя в эту формулу значения $\Pi = 0,2$ и $d = 30\text{--}60$ мкм для низкопористого слоя получаем, что для его изготовления нужно применять порошок с частицами $d_p = 120\text{--}240$ мкм. Ближайшая стандартная фракция порошка, которую можно выделить рассевом на ситах составляет 125–250 мкм [4]. На рис. 1 приведена зависимость пористости прессовки от давления прессования по данным работы [5]. Из этого рисунка следует, что, порошок в данном слое нужно прессовать давлением 400 МПа. Аналогично для высокопористого слоя подставляем в (1) значения $\Pi = 0,5$ и $d = 125\text{--}250$ мкм. Получается, что для изготовления высокопористого слоя теоретически также можно применить фракцию порошка 125–250 мкм. Однако, из рис. 1 следует, что давление прессования этого слоя должно быть меньше 100 МПа. При таком низком давлении невозможно получить качественный слой без осыпания порошка. Поэтому для его изготовления применялся порообразователь в количестве, соответствующем 0,5 объема спрессованного слоя.

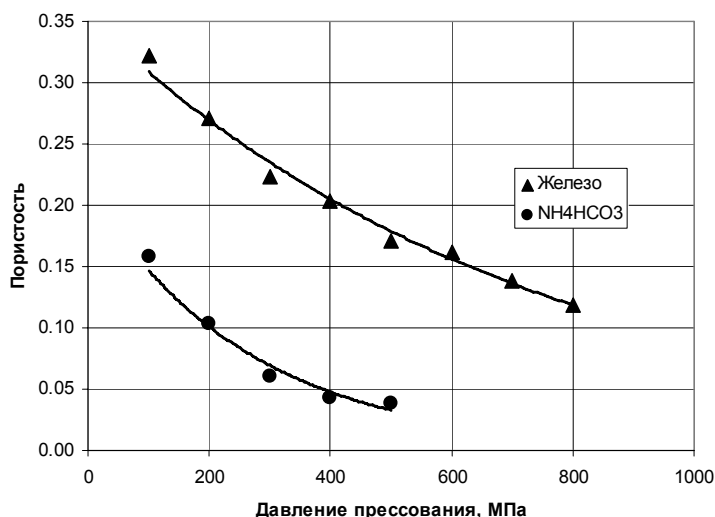


Рис. 1. Зависимости пористости прессовок из порошка железа (Fe) и порошка бикарбоната аммония (NH_4HCO_3) от давления прессования по данным работы [5]

Далее в качестве базового использовался порошок железа, полученный распылением расплава водой (ГОСТ 9849–86) и в качестве порообразователя – порошок бикарбоната аммония (ТУ У 6-04687873.025-95). Химическая формула бикарбоната аммония имеет вид NH_4HCO_3 . Частицы порошка железа имели губчатую форму, частицы порошка бикарбоната аммония представляют собой кристаллы неправильной формы (рис. 2).



Рис. 2. Морфология частиц порошков железа (а) и бикарбоната аммония (б)

Порошки рассеивали на ситах и выделяли фракцию 125–250 мкм, как для железа, так и для порообразователя. Для низкопористого слоя порообразователь не использовался. Навеску порошка железа для его получения рассчитывали по формуле:

$$m_{1Fe} = 0,25 \cdot \rho_{Fe} \cdot \pi \cdot d^2 \cdot h_1 \cdot (1 - \Pi_{ip}), \quad (1)$$

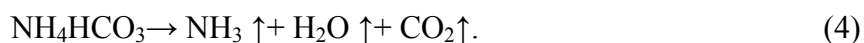
где ρ_{Fe} – плотность железа равная 7,874 г/см³; d – диаметр матрицы равный 16,8 мм; h_1 – высота пористость низкопористого слоя и Π_{ip} – пористость слоя равная межчастичной пористости, получаемой при давлении прессования 400 МПа. В рассматриваемом случае $\Pi_{ip} = 0,8$. Для определения массы порошка железа в высокопористом слое применяли зависимость:

$$m_{2Fe} = 0,25 \cdot \rho_{Fe} \cdot \pi \cdot d^2 \cdot h_2 \cdot (1 - \Pi_{ip}) \cdot (1 - \Pi_{pf}), \quad (2)$$

где h_2 – высота высокопористого слоя и Π_{pf} – часть пористости этого слоя, получаемая при удалении порообразователя. В рассматриваемом случае $\Pi_{pf} = 0,5$. Массу порошка порообразователя, необходимого для изготовления высокопористого слоя определяли по формуле:

$$m_{2pf} = 0,25 \cdot \rho_{pf} \cdot \pi \cdot d^2 \cdot h_2 \cdot (1 - \Pi_{ipf}) \Pi_{pf}, \quad (3)$$

где ρ_{pf} – плотность бикарбоната аммония равная $\rho_{pf} = 1,586$ г/см³; Π_{ipf} – межчастичная пористость, образующаяся при прессовании порошка порообразователя. Из рис. 1 следует, что при прессовании давлением 400 МПа она равна $\Pi_{ipf} = 0,05$. По формулам (1)–(3) были найдены следующие значения масс порошков: $m_{1Fe} = 4,19$ грамма, $m_{2Fe} = 3,49$ грамма и $m_{1pf} = 0,834$ грамма. Эти навески взвешивали на аналитических весах AR 3130 (фирма Ohaus, США) с точностью до 0,001 грамма. Для получения высокопористого слоя готовили смесь из навесок порошков железа и бикарбоната аммония в количестве указанном выше. Плотности железа и бикарбоната аммония существенно различаются. Поэтому для предотвращения их сегрегации к смеси добавляли керосин в количестве 1 % по массе. Смешивание осуществляли вручную в течение 15 минут. Однородность смеси контролировали визуально. В матрицу сначала засыпали навеску порошка железа, разравнивали слой и затем засыпали навеску смеси порошков железа и порообразователя. Заготовку прессовали в цилиндрической матрице с внутренним диаметром 16,8 мм. Применялась односторонняя схема прессования и давление 400 МПа. После прессования из заготовок фильтра удалялся порообразователь путем нагрева в сушильном шкафу до температуры 120 °С и выдержки при этой температуре в течение 30 минут. При этом бикарбонат аммония полностью разлагался на две газообразные составляющие и воду согласно реакции:



Вода удалялась из прессовки в результате испарения. Спекание градиентных прессовок проводили при температуре 1150 °С в течение 1 часа в восстановительной среде СО.

Нагрев осуществляли со скоростью 7 °С/мин с промежуточной выдержкой при 850 °С в течение 30 минут для выравнивания температуры и завершения полиморфного преобразования железа. После высокотемпературной выдержки образцы охлаждали вместе с печью до 300 °С, а затем вне рабочей зоны печи до комнатной температуры.

Полученные образцы градиентных порошковых фильтров имели правильную цилиндрическую форму, так как усадка слоев была одинаковой. На рис. 3, а показана микроструктура высокопористого слоя. Темные области соответствуют порам. Светлые области представляют собой спеченные частицы железа. Видны мелкие межчастичные поры и крупные поры, образовавшиеся при удалении порообразователя. На рис. 3, б показана зона сопряжения низкопористого и высокопористого слоев. Не отмечается каких-либо дефектов, например расслоений, в районе этой зоны.

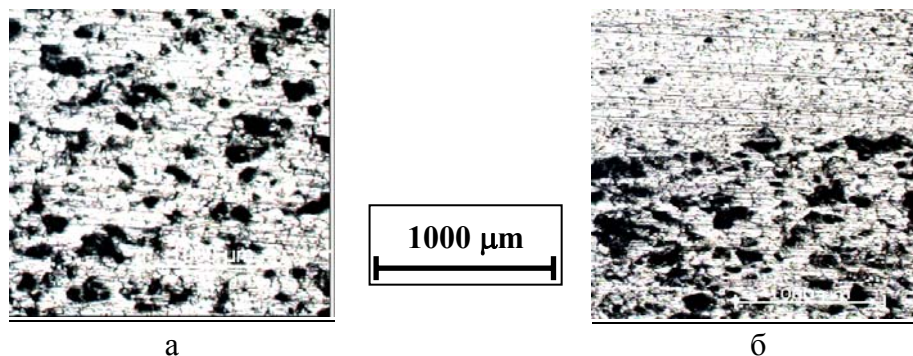


Рис. 3. Микроструктура градиентного порошкового образца с пористостью в слоях 0,2 и 0,5: а – микроструктура высокопористого слоя; б – зона раздела слоев

ВЫВОДЫ

Предложен новый способ изготовления качественных градиентных порошковых фильтров, позволяющий контролировать размер пор и пористость в слоях путем применения порообразователя.

Разработана методика составления смесей базового порошка и порошка порообразователя для обеспечения заданных характеристик градиентных фильтров.

По сравнению с традиционными фильтрами, при одинаковой тонкости очистки, полученные фильтры обладают пониженным гидравлическим сопротивлением и повышенным сроком эксплуатации до регенерации.

ЛИТЕРАТУРА

1. Белов С. В. Пористые металлы в машиностроении / С. В. Белов. – М. : Машиностроение, 1981. – 247 с.
2. Проскуряков В. А. Очистка сточных вод в химической промышленности / В. А. Проскуряков, Л. И. Шмидт. – Л. : Химия, 1977. – 463 с.
3. Витязь П. А. Пористые порошковые материалы и изделия из них / П. А. Витязь, В. М. Капцевич, В. К. Шелег. – Мн. : Вышэйшая школа, 1987. – 164 с.
4. ГОСТ 18318-94 Порошки металлические. Определение размера частиц сухим рассеиванием. Введ. 01.01.1997. – М. : Изд-во стандартов, 1994. – 8 с.
5. Руденко Н. А. Получение и свойства высокопористого материала на основе порошка железа / Н. А. Руденко, А. М. Лаптев // Вестник Харьковского национального автомобильнодорожного университета. Харьков : ХНАДУ, 2009. – Вып. 46. – С. 105–107.

Лаптев А. М. – д-р техн. наук, проф., зав. кафедрой МТиТОМ ДГМА;

Руденко Н. А. – аспирант ДГМА.

ДГМА – Донбасская государственная машиностроительная академия, г. Краматорск.

E-mail: laptev@dgma.donetsk.ua