

в программном комплексе ANSYS, реализующем метод конечных элементов. Модель будет учитывать свойства несферического порошка (модуль упругости, коэффициент Пуассона материала частицы, пористость частицы) и режимы формования (давление). Сравнение с ранее полученными экспериментальными данными будет производиться по характеристикам: пористость, величина пор.

### Список литературы

- 1 Радченко, В.П. Контактно-стержневая модель пластического деформирования порошковых материалов [Текст]/ В.П. Радченко, П.И. Краснощеков, А.Ф. Федотов // Вестник Самарск. гос. техн. ун-та. Сер. Физ.-мат. науки, 2004, выпуск 26. – 2004, с. 102 – 107.
- 2 Залазинский, А.Г. Модель пластически сжимаемого материала и ее применение к исследованию процесса прессования пористой заготовки [Текст]/ А.Г. Залазинский, А.П. Поляков // Прикладная механика и техническая физика/ Сибирское отделение РАН, Институт теоретической и прикладной механики СО РАН. - 2002. - №3. - с.140-151.
- 3 Даниленко, А.В. Эластостатическое прессование тонкостенных стаканов из порошковых материалов [Текст]: дис. ... канд. техн. наук: 05.03.05, 05.16.06/ Даниленко Антон Викторович. - Санкт-Петербург, 2001 – 129 с.
- 4 Нгуен, Т.Т. Технология радиального эластостатического прессования биметаллических трубчатых изделий [Текст]: дис. ... канд. техн. наук: 05.02.09/ НгуенТоанТханг. - Санкт-Петербург, 2010 – 209 с.
- 5 Смолий, Г. И. Эластостатическое прессование тонкостенных втулок из порошковых материалов [Текст]: дис. ... канд. техн. наук: 05.03.05/ Смолий Геннадий Иванович. - Санкт-Петербург, 2000 - 178.
- 6 Савич, В.В. Влияние твердости формирующего инструмента на приповерхностную пористость образца, полученного прессованием и спеканием губчатого порошка титана [Текст] / В.В. Савич, А.И. Шелухина // Инженерия поверхности. Новые порошковые композиционные материалы. Сварка: материалы 8-ого Международного симпозиума (Минск, 10 – 12 апреля 2013 г.) - с. 320 - 325.

## ПРИМЕНЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИ АКТИВИРОВАННЫХ НАНОРАЗМЕРНЫХ И УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПРОНИЦАЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ

Ильющенко А.Ф.<sup>1,2</sup>, Кусин Р.А.<sup>3</sup>, Лецко А.И.<sup>1</sup>, Черняк И.Н.<sup>1</sup>, Жегздринь Д.И.<sup>1</sup>,  
Илюкевич А.И.<sup>1</sup>, Голяков М.В.<sup>1</sup>, Кусин А.Р.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Государственное научное учреждение «Институт порошковой металлургии»,  
Минск, Республика Беларусь, 293-98-58, 237-32-04, e-mail nil23niipm@tut.by

<sup>2</sup> Государственное научно-производственное объединение порошковой металлургии,  
Минск, Республика Беларусь

<sup>3</sup> Учреждение образования «Белорусский государственный аграрный технический университет», Минск, Республика Беларусь

*Представлены результаты исследований порошковых проницаемых материалов на основе гранулированных механически активированных наноразмерных и ультрадисперсных порошков на основе оксидной керамики - ильменита, оксида алюминия и диоксида кремния, предназначенных для стерилизации жидких и газообразных сред в микробиологических производствах.*

**Цель работы** – разработка эффективных проницаемых материалов на основе гранулированных механически активированных керамических наноразмерных и ультрадисперсных порошков.

## Введение

В большинстве случаев практического применения очистка жидкостей и газов производится с помощью фильтрующих материалов, к которым предъявляются жесткие требования по всему комплексу свойств, в первую очередь к тонкости фильтрации и пропускной способности. Качество работы фильтрующих материалов определяется главным образом тонкостью фильтрации, которая зависит от размеров пор – чем они меньше, тем выше тонкость фильтрации. В тоже время, чем меньше размер частиц порошка, из которого изготавливают фильтрующий материал, тем больше вероятность получить материал практически непроницаемым. Известно [1, 2], что одним из распространенных способов создания фильтрующих материалов с высокой пористостью и проницаемостью является введение в шихту различных порообразователей. В данной работе рассматривается способ получения двухслойных проницаемых материалов на основе оксидных порошков керамики по технологии, основанной на совместном прессовании гранулированного и мелкодисперсного порошков, причем мелкодисперсный порошок был предварительно нанесен с помощью связующего (парафина) на один из формообразующих элементов, что позволит повысить проницаемость двухслойных материалов на основе механически активированных порошков оксидной керамики [3, 4, 5].

Разработка гранулированных механически активированных порошков на основе оксидной керамики позволит использовать наноразмерные и ультрадисперсные порошки для изготовления проницаемых материалов, обеспечивающих высокую тонкость очистки жидкостей и газов.

Одним из преимуществ разрабатываемых материалов является не высокая стоимость исходного сырья – керамики. Вторым - механическое разрушение в атриторе самый экономичный метод получения активированных наноразмерных и ультрадисперсных керамических порошков. Поэтому разработка эффективных проницаемых материалов на основе гранулированных механически активированных наноразмерных и ультрадисперсных порошков является актуальной.

**Результаты исследования.** Для проведения исследований были использованы материалы оксидной керамики – ильменит, оксид алюминия и оксид кремния в состоянии поставки.

Ильменит относится к оксидам и представляет собой порошок черного цвета со стально-серым блеском часто с малиновым или пурпурным оттенком, содержащим  $\text{FeO}$  – 47,3 и  $\text{TiO}_2$  – 52,7 %. Химический состав его непостоянен и обычно содержит  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , а также примеси  $\text{Mg}$ ,  $\text{Mn}^{+2}$ ,  $\text{Sn}$ ,  $\text{Co}$ ,  $\text{Ni}$  [6].

На рис. 1 представлен внешний вид частиц ильменита, на рис. 2 – распределение частиц по размерам в исходном порошке, полученное с помощью сканирующего электронного микроскопа Cam Scan.



Рисунок 1 – Внешний вид частиц ильменита.

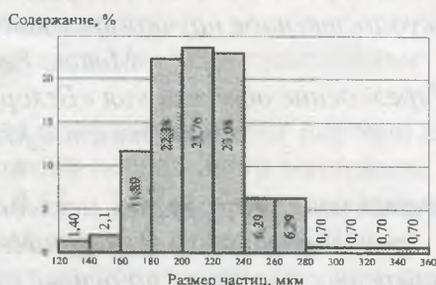


Рисунок 2 – Распределение частиц по размерам в исходном порошке ильменита

Исходный порошок ильменита был механически активирован путем размолва в шаровом аттриторе А4. На рис. 3 показан внешний вид, а на рис.4 – гистограмма распределения частиц по размерам молотого порошка ильменита.



Рисунок 3 - Молотый порошок ильменита.

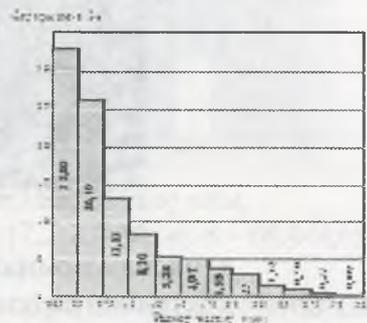


Рисунок 4 - Распределение частиц по размерам в молотом порошке ильменита.

Для увеличения проницаемости подложку изготавливали из молотого порошка ильменита, гранулированного порообразователем (карбамидом). Для получения двухслойной структуры, молотый ильменит, образующий фильтрующий слой, наносили с помощью связующего на пуансон по технологии, описанной в работе [7]. Прессование осуществляли при давлении 110 МПа и спекание в атмосфере воздуха при температуре 1000 °С. Полученные образцы имели субмикронные размеры пор, обладали сквозной пористостью и удовлетворительной проницаемостью. Структура материала приведена на рис. 5.

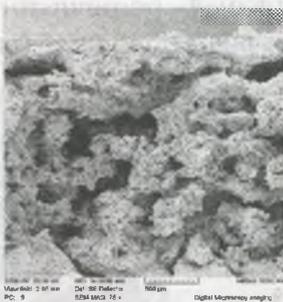


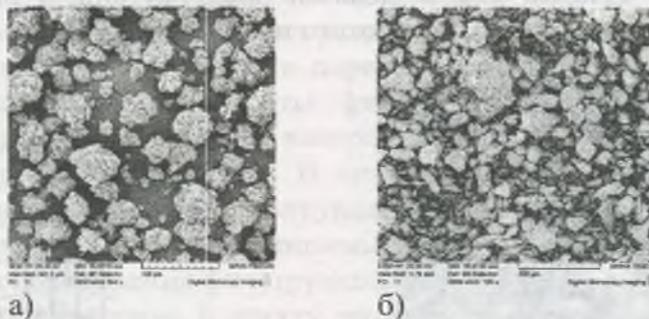
Рисунок 5 - Фотография излома экспериментального образца двухслойного проницаемого материала, изготовленного на основе ильменита.

Для изготовления проницаемого материала на основе оксида алюминия и диоксида кремния проводили механическое разрушение порошков с использованием высокоэнергетической мельницы планетарного типа «Pulverisette 6» фирмы Fritsch (Германия). При обработке порошков в высокоэнергетических мельницах обрабатываемому веществу передается механическая энергия. В результате происходит диспергирование измельчением (уменьшение размеров частиц) (активация) с образованием новой поверхности частиц, обладающей гораздо большей суммарной площадью на единицу массы.

Основными технологическими параметрами механического активирования порошков, влияющими на свойства наноразмерных и ультрадисперсных керамических порошков, являются число оборотов планетарного диска и время обработки. Механическое активирование порошков проводили в течение 10-30 мин при скорости вращения планетарного диска  $550 \text{ мин}^{-1}$  для оксида алюминия и  $540 \text{ мин}^{-1}$  для оксида кремния (IV). Морфологию поверхности экспериментальных образцов порошка исследовали на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения "Mira" фирмы "Tescan" (Чехия).

На рис. 6 представлены фотографии частиц порошка оксида алюминия, и диоксида

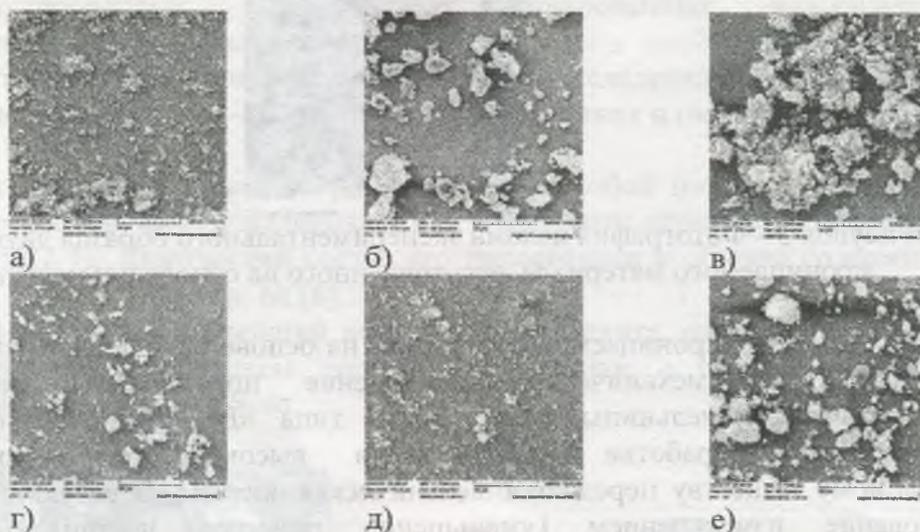
кремния в состоянии поставки до механического разрушения.



а) оксид алюминия  $Al_2O_3$ ,  $\times 500$ ; б) оксид кремния  $SiO_2$ ,  $\times 100$

Рисунок 6 – Морфология поверхности частиц исходного порошка до механического разрушения.

Следует отметить, что оба порошка ( $Al_2O_3$  и  $SiO_2$ ) после размолва характеризуются высокой склонностью к агломерации и имеют сложную многоуровневую структуру. Первичные ультрадисперсные и наноразмерные частицы объединяются в агломераты размером от 0,5 до нескольких микрометров, в структуре которых можно выделить отдельные наноразмерные зерна (частицы). Эти агломераты, в свою очередь, объединяются в более крупные (от 10 до 100 мкм) вторичные агрегаты и агломераты. Учитывая сложность определения реального размера частиц агломератного типа, а также то обстоятельство, что в процессе диспергирования полностью разделить все индивидуальные частицы не удастся, для сравнительной оценки использовали размер первичных частиц и максимальный (типичный) размер агломератов, оцениваемый визуально по СЭМ-микрофотографиям порошков (рис. 7).

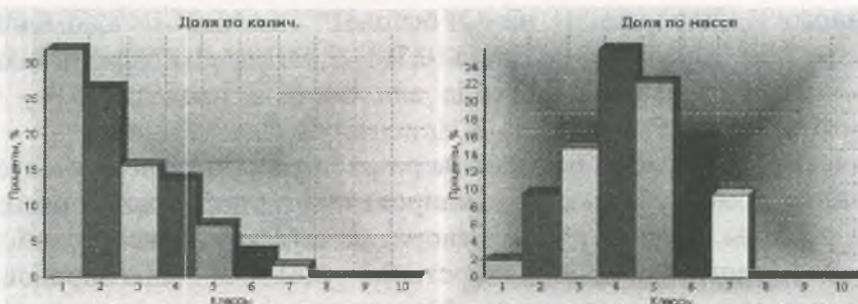


И) порошок оксида алюминия: а) 10 мин; б) 20 мин; в) 30 мин,  $\times 1\ 000$ ;

II) порошок диоксида кремния: г) 10 мин; д) 20 мин; е) 30 мин,  $\times 1\ 000$

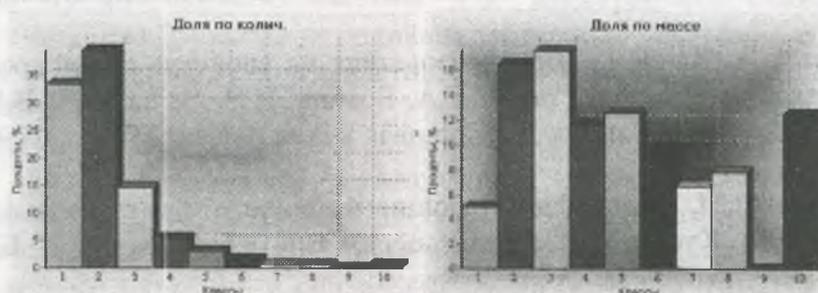
Рисунок 7 – Динамика изменения размера частиц порошков в зависимости от времени измельчения.

Количественный стереологический анализ образцов порошка после механического разрушения проводили с помощью программного комплекса обработки и анализа изображений «Autoscan». Распределение частиц экспериментальных порошков по размерам приведено на рис. 8-9.



1 – (0-1,2) мкм; 2 – (1,2-2,4) мкм; 3 – (2,4-3,6) мкм;  
 4 – (3,6-4,8) мкм; 5 – (4,8-6) мкм; 6 – (6-7,2) мкм; 7 – (7,2-8,4) мкм; 8 – (8,4-9,6) мкм;  
 9 – (9,6-10,8) мкм; 10 – (10,8-12) мкм

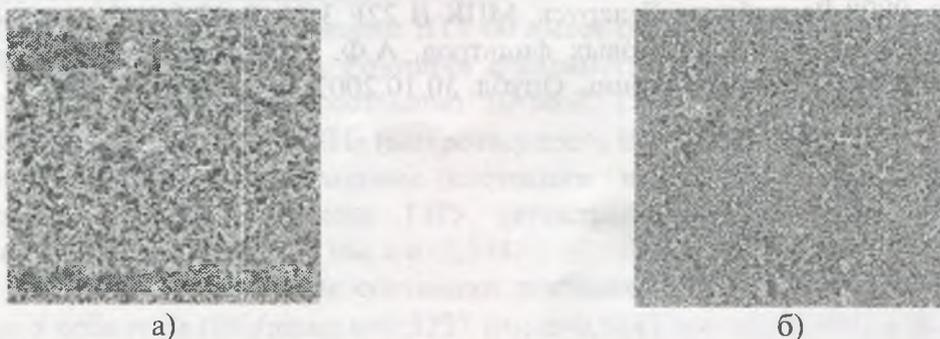
Рисунок 8 – Распределение частиц по размерам в порошке оксида алюминия ( $Al_2O_3$ ) после механического разрушения в планетарной мельнице в течение 20 мин.



1 – (0-0,12) мкм; 2 – (0,12-0,24) мкм; 3 – (0,24-0,36) мкм; 4 – (0,36-0,48) мкм;  
 5 – (0,48-0,6) мкм; 6 – (0,6-0,72) мкм; 7 – (0,72-0,84) мкм; 8 – (0,84-0,96) мкм;  
 9 – (0,96-1,08) мкм; 10 – (1,08-1,2) мкм

Рисунок 9 – Распределение частиц по размерам в порошке диоксида кремния ( $SiO_2$ ) после механического разрушения в планетарной мельнице в течение 20 мин.

Гранулирование механически активированных порошков оксида алюминия и диоксида кремния проводили с использованием поливинилового спирта. Растворенный поливиниловый спирт в дистиллированной воде смешивали с порошком оксида алюминия или с порошком диоксида кремния, протирали через сито и выделяли фракцию (-0,4+0,315) мм. Прессование проводили при давлении 70 и 140 МПа, спекание при температуре 1500 °С. На рисунке 10 представлены фрагменты структуры поверхности со стороны мелкодисперсного слоя экспериментальных образцов, изготовленных из порошков оксидной керамики.



а) оксида алюминия; б) диоксида кремния

Рисунок 10 - Фрагменты структуры поверхности со стороны мелкодисперсного слоя экспериментальных образцов, изготовленных из порошков оксидной керамики.

Как показал анализ полученных данных, размер пор экспериментальных образцов проницаемого материала на основе наноразмерного гранулированного механически

активированного порошка на основе оксида алюминия составляют 0,3 - 0,6 мкм, для диоксида кремния 0,3 - 0,43 мкм. Коэффициент проницаемости экспериментальных образцов из оксида алюминия в пределах  $0,3 - 0,65 \times 10^{-13} \text{ м}^2$ , из диоксида кремния  $0,2-0,55 \times 10^{-13} \text{ м}^2$ .

**Заключение.** Приведены результаты разработки проницаемых материалов на основе гранулированных механически активированных порошков оксидной керамики. Полученные образцы обладают удовлетворительным комплексом свойств: размером пор 0,3-0,6 мкм, коэффициентом проницаемости  $0,2 - 0,65 \times 10^{-13} \text{ м}^2$ , а опробованная технология не требует сложного и дорогостоящего оборудования.

#### Список литературы

1. Капцевич В.М. Регулирование свойств пористых порошковых материалов, полученных путем прессования с порообразователем / В.М. Капцевич, Р.А. Кусин, А.А. Гуревич, Г.А. Бокань // Методы и оборудование для прессования порошков: Тезисы докладов Республиканской научно-технич. конф. - Рига: Риж. политехн. ин-т, 1988. С. 20-21.
2. Бокань Г.А. Влияние порообразователя на свойства порошковых материалов из порошка коррозионностойкой стали / Г.А. Бокань, И.В. Валькович, В.М. Капцевич, Р.А. Кусин и др. // Межд. Сборник Порошковая металлургия. Минск, 1999. – Вып. 22. – С. 112-115.
3. Капцевич В.М. Новые фильтрующие материалы и перспективы их применения / В.М. Капцевич, Р.А. Кусин, Д.М. Кривальцевич, В.К. Корнеева и др. – БГАТУ, 2008. – 232 с.
4. Кусин Р.А. Теория и практика создания эффективных порошковых фильтрующих материалов путем необратимого деформирования пористых тел и дисперсных систем/ Р.А. Кусин // Пористые проницаемые материалы: технологии и изделия на их основе: Материалы докладов Междунар. симпозиума 21–22 октября 2008 г., Институт порошковой металлургии ГНПО ПМ НАН Беларуси, Минск, 2008 г. – Минск: ГНУ ИПМ, 2008. – С. 158–169.
5. Капцевич В.М. Повышение равномерности порораспределения фильтрующих материалов с бипористой структурой гранулированием порообразователем металлических порошков / В.М. Капцевич, Р.А. Кусин, И.Н. Черняк, А.Р. Кусин // Порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка: Материалы докладов 8-й Межд. научно-технич. конференции Новые материалы и технологии, г. Минск, 27-28 мая, 2008. – Минск: ГНПО ПМ, 2008. – С. 25-26.
6. Ярцев В.И. Минералогия. Изучение и определение обломочных минералов антропогенных пород Беларуси / В.И. Ярцев, Я.И. Аношко. - Мн.: Дизайн ПРО, 1998. – 368 с.
7. Пат. 9898 Республика Беларусь, МПК В 22F 3/11, В 22F 7/02. Способ получения двухслойных пористых порошковых фильтров. А.Ф. Ильющенко, В.М. Капцевич, Р.А. Кусин, И.Н. Черняк, Д.И. Жегздринь. Опубл. 30.10.2007, бюл. №5, стр. 73.