

Металографічні дослідження волокнових свинцевих елементів

Наведено результати металографічних випробувань волокнових свинцевих елементів для фільтрації агресивних середовищ. Висвітлена методика приготування металографічних шліфів із волокнових свинцевих зразків.

свинць, фільтр, волокно, металографія, методика, електроліт, агресивне середовище

Для підвищення корозійної стійкості, зносостійкості і поліпшення декоративного виду виробів в технологічних циклах більшості машинобудівних, металообробних, приладобудівних, ремонтних і інших підприємств широко застосовують гальванічні покриття. В процесі електролітичного нанесення гальванічних покриттів водними розчинами або розчинами розплавлених солей неминуче утворюються забруднені суспензіями водні розчини, які не можна скидати без очищення у водоймища і каналізацію або запускати їх в технологічний обіг. Подібні агресивні водні розчини застосовуються не тільки в гальванічних виробництвах, але і в кольоровій металургії, нафтохімічній, хімічній, медичній, харчовій галузях промисловості і у виробництві добрив. Зокрема, за даними Державного комітету по статистиці України щодоби в навколишнє середовище з промислових підприємств надходить біля 22 тис. м³ забруднених стоків. Жорсткі екологічні вимоги, з одного боку, і складність фільтрації забруднених стоків, з іншого, призвела до того, що на підприємствах стали встановлювати басейни-відстійники і ємності-накопичувачі, які у цілому не вирішують проблему забруднення навколишнього середовища: загальна кількість забруднених стоків, які щорічно накопичуються на очисних спорудах України, складає 77

© В.В. Свяцький, Л.П. Свяцька, 2010

тис. тон при вологості 98% (15 тис. тон у перерахунку на суху речовину).

У всіх випадках методів обробки відпрацьованих агресивних водних розчинів обов'язковою є фільтрація. Наприклад, при виділенні цінних компонентів (кольорових металів) методом вилужнювання термообробленого гальванічного шламу з використанням сірчаної кислоти в технологічній лінії застосовуються вісім фільтрів різної пористості. Відмічено, що основні труднощі при фільтрації пульпи пов'язані з низькою стійкістю фільтруючих елементів [1].

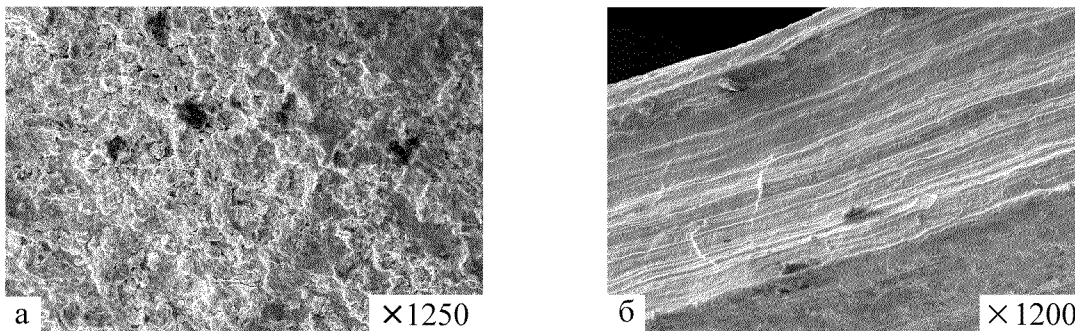
В даний час для очищення відпрацьованих агресивних розчинів найбільш переважними є металоволокнові фільтри. Зігнута система капілярів, хаотичне переплетення волокон і їхнє механічне зчеплення, рівномірний опір крізному потоку і можливість отримання пористості до 95% і, отже, досягнення великої робочої площі визначають їхню однозначну перевагу по відношенню до інших фільтруючих матеріалів. Проте складність отримання металевих волокон за допомогою традиційних технологій, наприклад, волочінням, екструзією розплаву, обмежують застосування пористих волокнових матеріалів в промисловості.

З метою усунення цих недоліків в Кіровоградському національному технічному університеті був розроблений принципово новий, дешевий і ефективний технологічний процес отримання металевих волокон методом пресування литих гранул. Суть способу полягає в тому, що гранули змішують з ізолюючим порошком, наприклад, графітом, і суміш піддають екструзії. Порошок, запобігаючи схоплюванню гранул при пресуванні, дозволяє

деформуватися кожній гранулі окремо, внаслідок чого гранули витягуються у вигляді достатньо ізольованих ниток.

Проте однією з основних проблем при одержанні свинцевих волокон за допомогою пресування литих гранул є схоплення деформованих ниток у випресовці. З цієї позиції актуальною є задача дослідження реологічних особливостей на контакті деформованих гранул при їхньому пресуванні і одержання роз'єднаних волокон при виході їх з вогнища деформації.

Процес отримання металевих волокон за допомогою направленої деформації (пресування) гранул характеризується інтенсивними зсувними деформаціями і утворенням на контактній поверхні вторинної структури [2, 3], що за своїми фізико-механічними властивостями різко відрізняється від металу волокна (рис. 1).



а – лита гранула; б – волокно, отримане при $\mu = 81$
Рисунок 1 – Фрактографії поверхонь

Різні пружні характеристики металу волокон і вторинної структури, неоднаковість характеристик їх пластичності і деформаційного зміцнення, адгезійна взаємодія між ними – все це визиває складну реологічну картину, що безперервно змінюється, перетворення вихідної рівновісної частинки (рис. 2, а) в нерівновісну (рис. 2, б).

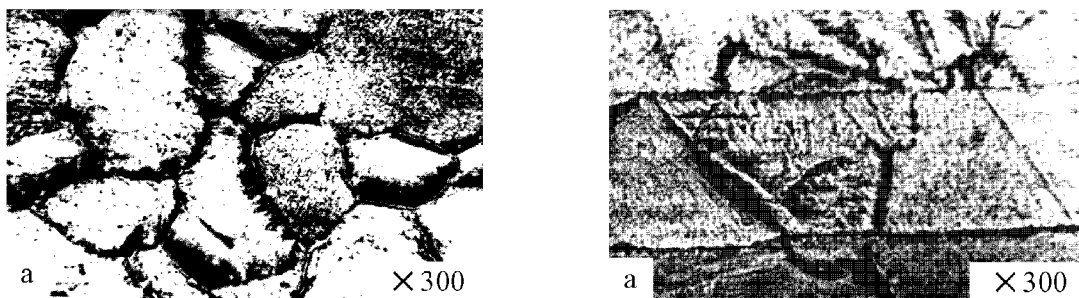


Рисунок 2 – Мікроструктури вихідної гранули (а) і долового перерізу волокнової свинцевої випресовки (б), отриманої при $\mu = 81$

Для проведення металографічних досліджень складних реологічних процесів, які проходять на контакті адгезійно сумісних тіл при інтенсивних зсувних деформаціях, авторами була розроблена методика приготування металографічних шліфів з волокнових свинцевих зразків.

Відомо, що продовж робочого процесу від взяття зразка до огляду протравленого шліфа, якщо не виконувати необхідних умов, можуть відбутися зміни, які утруднюють розпізнавання фактичної структури або роблять розпізнавання неможливим. Вибір робочих операцій визначається перед усім природою металу, який досліджується. В теперішній час розроблені способи обробки металографічних шліфів, які враховують властивості різних металевих матеріалів.

З урахуванням складності приготування металографічних шліфів із свинцю [4, 5] були проведені пошукові дослідження для виявлення оптимальних режимів виготовлення мікрошліфів з волокнистих випресовок по схемі, наведеній на рис. 3.

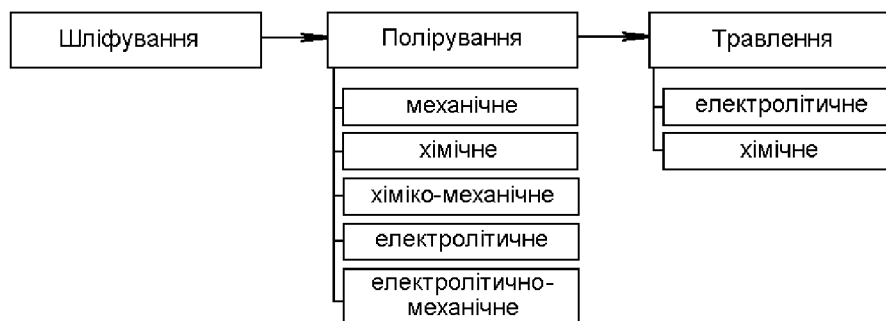


Рисунок 3 – Загальна схема приготування металографічних шліфів металів і сплавів

Зразки для дослідження вирізали обережно гострою ножівкою зі змащенням. Після заливки зразків швидкотвердіючою пластмасою “Протокрил-М” ТУ 64-2-267-78 і витримки зразків проводили їх подальшу механічну обробку.

Шліфування проводили на добре пропарафіненому шліфувальному папері. Парафінування паперу виконували підігрітим розчином складом: 100 г парафіну, 200 мл гасу або уайт-спіріту. Використовували шліфувальний папір із зернистістю за схемою: М63 – М50 – М40 – М28 – М20 по ГОСТ 10054-82, змінюючи при шліфуванні на кожному папері напрямок обробки поверхні на 90° для полегшення визначення кінця шліфування і запобігання “заваленню” металографічного шліфа.

Механічне полірування при підготовці металографічних свинцевих волокнистих шліфів не дало бажаних результатів. Це пов'язано в значній мірі з бейльбі-шаром, який утворюється під час механічної обробки. В теперішній час його природа з'ясована [6]. Утворення такого шару залежить від сили тиску при обробці і в значній мірі притаманне м'яким матеріалам. Під час механічної обробки утворюється дрібнозернистий шар (надструктура). Встановлено, що чим м'якше матеріал, тим на більшій глибині змінюється структура матеріалу. Так по даним [6] для міді після п'яти хвилинної обробки товщина цього шару складає 4 мкм, для алюмінію 10 мкм, для кадмію зміна структури простежується на глибину до 0,5 мм. З цієї причини протравити навіть ідеально механічно відполірованих свинцевий мікрошліф практично не можливо.

Приповерхневий деформований шар не вдалося повністю видалити хімічним поліруванням. Розчин Мак-Ефі для хімічного полірування [4] вміщує пероксид водню, гідроксид амонію, оцтову, молібденову і азотну кислоти. Під час полірування кислоти активізують поверхню мікрошліфа, а пероксид водню легко віддає кисень, утворюючи на поверхні металу окисну плівку, товщина якої збільшується із збільшенням часу хімічного полірування. Як зазначають дослідники [6] процес утворення окисної плівки підпорядковується степеневому закону, тому процес хімічного полірування свинцевих зразків є майже некерованим. Окисна плівка не дала змоги протравити свинцевий шліф.

Комбіновані методи полірування (хімічно-механічне і електролітично-механічне) із за утворення надструктури і окисної плівки також виявились непридатними для приготування свинцевих металографічних шліфів.

Найкращих результатів було досягнуто при електролітичному поліруванні. Шляхом анодного розчинення металу в електроліті було отримано відполіровану поверхню свинцевого волокнистого зразка без рисок і наклепаного шару.

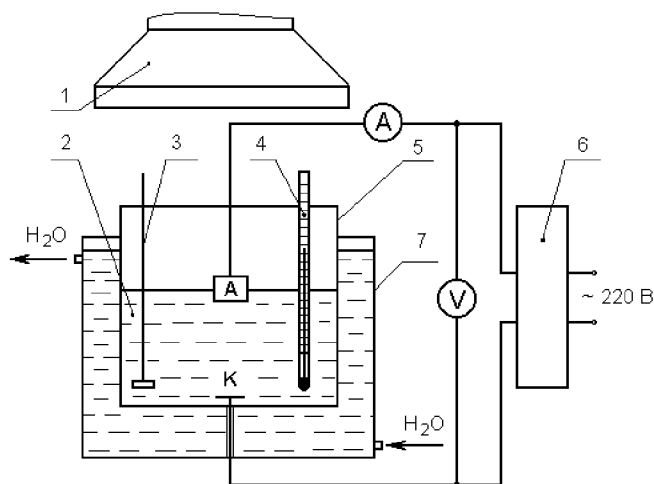
Електрополірування проводили на пристрої, схема якого наведена на рис. 4.

Виходячи з фізико-хімічних властивостей свинцю [7], було вибрано оптимальний склад електроліту з ряду розчинів, наведених в [4 – 6]. Так як свинець є стійким до водних і

спиртових розчинів кислот, в таких електролітах відполірована поверхня виявляється пасивною і її важко травити. Навпаки, так як свинець розчиняється в розчині лугу, за оптимальний електроліт було визнано розчин складом: 10 г гідроксиду натрію, 90 мл води.

Параметри електрополірування:

– щільність току, A/m^2	від 100 до 300;
– напруга, В	від 3 до 5;
– температура, °С	від 20 до 25;
– час полірування, с	від 5 до 30;
– відстань між електродами, мм	від 30 до 50;
– катод	нержавіюча сталь.



1 – витяжка; 2 – електроліт; 3 – мішалка; 4 – термометр;
5 – посуд з електролітом; 6 – випрямляч; 7 – посуд з охолоджувальною рідиною

Рисунок 4 – Схема пристрою для електрополірування

Для видалення грубих рисок і дрібних частинок з поверхні металу перед електролітичним поліруванням виконували тонке шліфування – проміжну операцію між шліфуванням і поліруванням. Тонке шліфування проводили вручну на тонкому шовковому оксамиті або м'якому сукні. За поліруючий матеріал використовували найтонший порошок оксидів алюмінію, взмучений в мильному розчині.

Відомо, що під час електролітичного полірування можливо плавно перейти до травлення зразків, знизивши щільність току в ванні приблизно до однієї десятої величини, при якій проводилося полірування [6]. Але, так як під час полірування в нашому випадку щільність току вже є надто малою величиною (від 100 до 300 A/m^2), знизити її в десять разів і, головне, підтримувати постійною під час травлення дуже важко. Тому електролітичне травлення виявилось із-за технічних складностей непридатним для виявлення мікроструктури свинцевих волокнових шліфів.

Так як свинець є хімічно стійким до водних і спиртових розчинів кислот, подальше травлення волокнових свинцевих шліфів проводили в слабо дисоціюючому розчині Вілелла [6] складом:

– азотна кислота, мл	від 9 до 25;
– оцтова кислота, мл	від 9 до 25;
– технічний гліцерін, мл	100.

Час травлення складав від 30 с до 5 хвилин, температура травлення – від 40 до 80 °С.

Після травлення проводили нейтралізацію травлячого розчину 10% розчином КОН або NaOH для того, щоб перервати виявлення структури, зразки ретельно промивали і сушили під струменем гарячого повітря.

Загалом, наведена методика може успішно використовуватись при виготовленні металографічних шліфів із монолітних свинцевих зразків.

Список літератури

1. Оборудование цехов электрохимических покрытий: Справочник. – Л.: Машиностроение, 1987. – 210 с.
2. Шепельский Н.В., Свяцкий В.В. Механизм разрушения по границам раздела деформируемых частиц при прессовании // Перспективні технології і обладнання обробки тиском в машинобудуванні і металургії: Зб. наук. праць ДДМА. – Краматорськ: ДДМА, 2000. – С. 38 – 40.
3. Свяцкий В.В., Свяцька Л.П. Дослідження характеру руйнування поверхні контакту дискретних частинок при зсувних деформаціях // Техніка в сільськогосподарському виробництві, галузеве машинобудування, автоматизація: Зб. наук. праць КДТУ. – Кіровоград: КДТУ, 2007. – Вип. 18. – С. 131 – 135.
4. Баранова Л.В., Демина Э.Л. Металлографическое травление металлов и сплавов: Справочник. – М.: Металлургия, 1986. – 256 с.
5. Смитлз К.Дж. Металлы: Справочник. – М.: Металлургия, 1980. – 206 с.
6. Беккерт М., Клемм Х. Способы металлографического травления: Справочник. – М.: Машино-строение, 1988. – 400 с.
7. Козин Л.Ф., Морачевский А.Г. Физикохимия и металлургия высокочистого свинца. – М.: Металлургия, 1991. – 223 с.

В.Свяцкий, Л.Свяцкая

Металлографические исследования волоконных свинцовых элементов

Рассмотрены результаты металлографических исследований волоконных свинцовых элементов для фильтрации агрессивных сред. Приведена методика приготовления металлографических шлифов из свинцовых волоконных образцов.

V. Svjatskiy, L. Svjatska

The metallurgical study of lead fiber elements

The results of metallurgical study of lead fiber elements for hostile environment filtration are considered. The preparation methodology of metallographic sections from lead fiber samples is presented.

Одержано 21.12.09