

УДК 621.762

# МЕТОД ОДЕРЖАННЯ ДРІБНОДИСПЕРСНИХ МЕТАЛІЧНИХ ПОРОШКІВ НІКЕЛЮ З ПОРИСТОЮ СТРУКТУРОЮ

**Т.А. Довбій**

Аспірант\*

Контактний тел.: (057) 707-67-45

E-mail: tanyushechka\_d@ukr.net

**П.А. Козуб**

Кандидат технічних наук, доцент\*

Контактний тел.: (057) 707-67-45

E-mail: pkozub@cit-ua.com

**Г.М. Резніченко**

Кандидат технічних наук, асистент\*

Контактний тел.: (057) 707-67-45

**С.М. Козуб**

Кандидат технічних наук, асистент кафедри

Кафедра медичної та біоорганічної хімії

Харківський національний медичний університет

пр. Леніна, 4, м. Харків, Україна, 61022

Контактний тел.: (057) 707-73-07

**Н.М. Мірошніченко**

Кандидат технічних наук, доцент кафедри

Кафедра інтегрованих технологій, процесів та апаратів\*\*

Контактний тел.: (057) 707-61-99

**А.О. Лавренко**

Кандидат технічних наук, старший науковий співробітник\*

Контактний тел.: (057) 707-67-45

**Л.М. Бондаренко**

Науковий співробітник\*

Контактний тел.: (057) 707-67-45

\*Кафедра технології неорганічних речовин, каталізу та екології

\*\*Національний технічний університет «Харківський політехнічний

інститут»

вул. Фрунзе, 21, м. Харків, Україна, 61002

*У статті вирішується проблема одержання порошкового нікелевого матеріалу з пористою структурою. Встановлений вплив виду осаджувача на тип структури нікелевого матеріалу, вплив виду солі нікелю і концентрації її розчину на розмір часток нікелевого порошку*

*Ключові слова: нікелевий пористий матеріал, аморфний осад*

*В статье решается проблема получения порошкового никелевого материала с пористой структурой. Установлено влияние вида осадителя на тип структуры никелевого материала, влияние вида соли никеля и концентрации ее раствора на размер частиц никелевого порошка*

*Ключевые слова: никелевый пористый материал, аморфный осадок*

*In this article the problem of getting nickel powder-like material with the porous structure is solved. The influence of the type of precipitant on the type of structure of the nickel material and the influences of type of nickel salt and concentration of its solution on the size of particles nickel powder were defined*

*Keywords: nickel porous material, amorphous sediment*

## 1. Вступ

У зв'язку з виникненням потреби в нових матеріалах для виготовлення металевих виробів активно розвивається порошкова металургія - одна з галузей сучасної металургії. Застосування порошків

є більш економічно доцільним, ніж робота з цілісними металами, воно дозволяє виготовляти продукти різноманітних форм і призначення, та створювати принципіально нові матеріали, одержання яких іншим шляхом або занадто складне або взагалі неможливе.

Одним з найбільш поширених в застосуванні металів в галузі порошкової металургії є нікель, оскільки він має ряд важливих характеристик: велику хімічну стійкість у різноманітних агресивних середовищах, є феромагнітним металом, не окислюється в атмосферних умовах при кімнатній температурі, високу жаростійкість, проявляє каталітичні властивості, які є аналогічними тим же властивостям платини та паладію. Як наслідок, порошки металічного нікелю знаходять найрізноманітніше застосування в сучасній промисловості: як хімічно стійкий та феромагнітний матеріал в апаратобудівництві, як каталізатор у реакціях гідрогенізації циклічних альдегідів, спиртів, ароматичних вуглеводів, як матеріал для акумуляторів, а також для виготовлення деталей приладів та машин, захисних покриттів тощо [1].

## 2. Постановка проблеми та мета даної роботи

Серед основних існуючих методів одержання металічних порошків нікелю, таких як електроліз водних розчинів солей нікелю; термічна дисоціація карбонілу ніколу; хімічне відновлення із оксидів та інших твердих сполук нікелю, із газоподібних сполук нікелю (плазмохімічних метод), із водних розчинів солей Ni, найпоширенішим є метод хімічного відновлення металічного нікелю із водних розчинів солей ніколу гіпофосфітом натрію, оскільки він є більш дешевим, характеризується високим ступенем продуктивності і не вимагає складного технологічного обладнання.

Однак, порошки металічного нікелю, одержані хімічним відновленням, мають структуру дрібнодисперсних окремих часток. В більшості випадків для подальшого застосування такі відновлені матеріали потребують механічного формування з них нікелевого порошку з розвиненою пористою структурою. Це обумовлено тим, що в порошковій металургії найчастіше використовуються саме пористі матеріали, оскільки вони мають ряд переваг над непористими матеріалами: наявність системи взаємопов'язаних пор сприяє проникненню та утриманню рідин і газів в середині матеріалу, висока міцність, пластичність, стійкість до теплових ударів та корозії. Завдяки цим властивостям пористі матеріали знаходять застосування в промисловості у якості фільтрів, каталізаторів, елементів тепло навантажених конструкцій тощо [2].

Для вирішення проблеми одержання дрібнодисперсного нікелевого порошкового матеріалу з пористою структурою було запропоновано проводити відновлення Ni не в іонному вигляді із водних розчинів, а з аморфного осаду гідроксиду/карбонату ніколу гіпофосфітом натрію. На практиці цей метод дійсно дозволив одержати нікелевий матеріал, що має вигляд розвиненої пористої структури, яка складається з мілко дисперсних металічних часток нікелю. Такий матеріал одразу може використовуватися в промисловості без застосування додаткової механічної стадії формування з нього виробів з розвиненою пористою структурою.

Метою даної роботи є дослідження процесу одержання дрібнодисперсного порошкового нікелевого матеріалу з пористою структурою шляхом відновлення нікелю з аморфного осаду гідроксиду/карбонату Ni та встановлення впли-

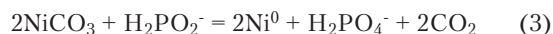
ву реагентів, що застосовуються на структуру отриманого порошку і розмір його часток.

## 3. Експериментальні дослідження

Аморфний осад гідроксиду/карбонату ніколу одержували осадженням розчину солі Ni карбонат та гідроксид іонами. Як джерело іонів Ni<sup>2+</sup> застосовувались наступні види кристалогідратів солей Ni: оцтовикислий (ацетат) - Ni(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> · 4H<sub>2</sub>O, азотнокислий - Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6 H<sub>2</sub>O, сульфатнокислий - NiSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O, хлористий - NiCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O, а як джерело іонів OH<sup>-</sup> та CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> використовувались такі осаджувачі: гідроксид натрію, карбонат амонію, бікарбонат натрію, карбонат натрію. Взаємодія між переліченими вище реагентами [3] протікає за реакціями 1 та 2:



Розчин солі ніколу концентрацією 200 г/л, підігрівали до 70 °С та додавали наважку осаджувача, взяту із 10%-им надлишком, при постійному перемішуванні. По завершенню протікання реакції осадження, з утворенням на поверхні густої піни, випарували надлишок рідкої фази отриманого аморфного осаду до утворення сухого залишку. Готували розчин гіпофосфіту натрію (NaPH<sub>2</sub>O<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>O) концентрацією 200 г/л, до якого додавали одержаний аморфний осад карбонату/гідроксиду ніколу та підігрівали до 80 °С, в результаті чого відбувався процес хімічного відновлення металічного нікелю гіпофосфітом натрію [4] за реакціями 3 та 4:



Отриманий відновлений нікелевий матеріал промивали 4 рази проточною водою та 1 раз гарячою дистильованою водою, після відстоювання промитий порошок висушували.

Для вивчення впливу технологічних параметрів на структуру і розмір часточок нікелевого матеріалу було проведено серію експериментів. У подальшому на скануючому електронному мікроскопі зробили знімки одержаних дрібнодисперсних металічних порошків, які показали, що всі вони мають пористу структуру, яка складається з мікро часток та має губчасту будову.

На рис.1 представлена залежність розміру часток нікелевого металічного матеріалу, з яких складається його пориста структура, від виду солі ніколу, що використовувалась під час одержання аморфного осаду карбонату ніколу. Для об'єктивної оцінки одержаних порошків експерименти проводили за однакових експериментальних умов та з використанням одного осаджувача – карбонату амонію, який обрали через його гарну реакційну здатність, що він проявив під час проведення експериментів. А також через те, що при висушуванні надлишку рідкої фази одержаного аморфного осаду карбонату ніколу, аміачний та вуглекислий залишки карбонату амонію розкладаються та

випаровуються, що дозволяє отримувати більш чистий аморфний осад, ніж при використанні інших вище перерахованих осаджувачів, і як наслідок, більш чистий кінцевий металічний нікелевий продукт. Як видно із рис. 1 (а) при застосуванні солі оцтовокислого ніколу частки пористого матеріалу мають розмір порядку 0,25-0,5 мкм, на рис. 1 (б) при застосуванні солі хлористого ніколу – 0,25-1 мкм, на рис. 1 (в) при застосуванні солі сірчанокислого ніколу – 0,5-2 мкм, на рис. 1 (г) при застосуванні азотнокислого ніколу – 0,75-3 мкм.

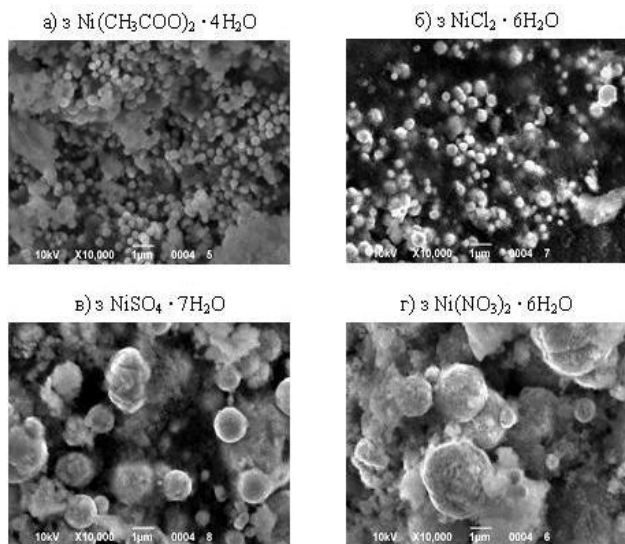


Рис. 1. Залежність розміру часточок нікелевого металічного матеріалу від виду солі ніколу, що застосовувалась під час одержання аморфного осаду карбонату ніколу

На рис.2 представлена залежність типу структури нікелевого металічного матеріалу від виду осаджувача, який застосовували. Експерименти проводили за однакових експериментальних умов з застосуванням  $Ni(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ , оскільки порошки одержані з нього мають найменший розмір часточок, що дозволяє більш наглядно оцінити структуру і тип нікелевого матеріалу. А також у ацетату ніколу є перевага перед іншими солями Ni – його оцтовокислий залишок при висушуванні аморфного осаду карбонату/гідроксиду ніколу розкладається та випаровується (так як він є сіллю слабкої оцтової кислоти), що в подальшому дозволяє одержувати більш чистий нікелевий матеріал. Як видно із рис. 2 (а) при застосуванні у якості осаджувача  $(NH_4)_2CO_3$  нікелевий матеріал має найрозвиненішу пористу губчатую структуру, на рис. 2(б) при застосуванні  $NaHCO_3$  – монолітну структуру, яка складається з мікро часток, на рис. 2 (в) при застосуванні  $NaOH$  – суму монолітних кристалів та на рис. 2 (г) при застосуванні  $Na_2CO_3$  – розвинену пористу губчатую структуру з включенням монолітних зростків мікро кристалів.

На рис.3 наведена залежність розміру часток металічного нікелевого матеріалу від концентрації розчину солі ніколу. Було проведено серію.

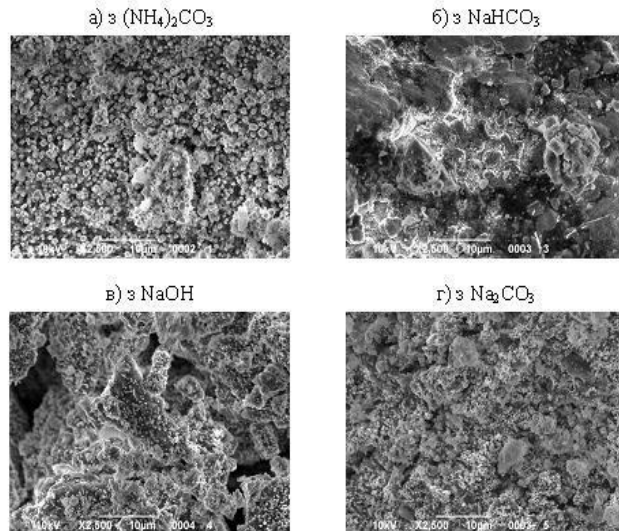


Рис. 2. Залежність типу структури нікелевого металічного матеріалу від виду осаджувача, який застосовували під час одержання аморфного осаду карбонату/гідроксиду ніколу

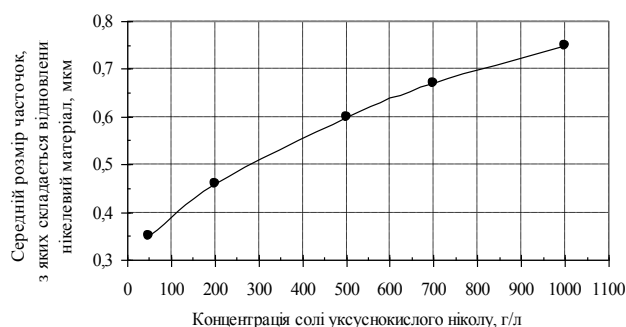


Рис. 3. Залежність середнього розміру часточок металічнонікелевого матеріалу від концентрації солі ніколу експериментів з використанням на стадії одержання аморфного осаду карбонату ніколу оцтовокислого ніколу різної концентрації, в інтервалі 50 – 1000 г/л, та карбонату амонію за однакових технологічних умов проведення процесу.

Як видно із рис. 3 залежність є прямо пропорційною: середній розмір мікро часток металічного нікелевого матеріалу збільшується зі збільшенням концентрації розчину солі ніколу, взятої на стадії одержання аморфного осаду.

#### 4. Висновки

Таким чином, проведена серія експериментів показала, що шляхом відновлення нікелю гіпофосфітом натрію аморфного осаду гідроксиду/карбонату Ni можна одержати дрібнодисперсний порошок нікелевий матеріал з розвинутою пористою губчатогою структурою. Цей матеріал може бути застосований в промисловості одразу без використання додаткової стадії механічного формування з нього виробів з розвинутою пористою структурою. А також були встановлені наступні залежності впливу реагентів, що застосовувались в процесі одержання аморфного осаду гідроксиду/

карбонату ніколу на структуру та розмір кінцевого нікелевого пористого матеріалу: залежність розміру часток нікелевого металічного порошку від виду солі

ніколу та концентрації її розчину; залежність типу пористої структури відновленого нікелевого матеріалу від виду осаджувача.

### Література

1. Кипарисов С.С., Либенсон Г.А. Порошковая металлургия. – М.: Металлургия, 1980. – 496 с.
2. Либенсон Г.А. Основы порошковой металлургии. – М.: Металлургия, 1987 – 208 с.
3. Кудрявцева А.А. Составление химических уравнений. – М.: Высшая школа – 320 с.
4. Вансовская К.М. Металлические покрытия, нанесенные химическим способом. – Л.: Машиностроение, 1985 – 103 с.

*Досліджено вплив товщини бічного шунта на теплоенергетичний стан печі графітації Ачесона. Сформульовано енергетичний критерій, використання якого в системі керування дозволяє визначити оптимальну схему формування керна печі*

*Ключові слова: графітація, піч Ачесона, бічний шунт, система керування*

---

*Исследовано влияние толщины бокового шунта на теплоэнергетический состояние печи графитации Ачесона. Сформулирован энергетический критерий, использование которого в системе управления позволяет определять оптимальную схему формирования керна печи*

*Ключевые слова: графитация, печь Ачесона, боковой шунт, система управления*

---

*The influence of the side shunt thickness on Heat-Power state of Acheson graphitization kiln is investigated. Energy criterion is formulated, it's using in control system allows to define the optimal scheme of forming the kiln core.*

*Keywords: graphitization, Acheson kiln, side shunt, control system*

УДК 661.666.2

## ДОСЛІДЖЕННЯ БІЧНОГО ШУНТА ПЕЧІ ГРАФІТАЦІЇ

**М.В. Коржик**

Кандидат технічних наук, доцент\*  
Контактний тел.: (044) 236-57-97  
E-mail: korzhyk@kpi.ua

**Г.І. Гурчик**

Магістрант\*

Контактний тел.: (044) 248-04-16

\*Кафедра автоматизації хімічних виробництв  
Національний технічний університет України  
„Київський політехнічний інститут”  
пр. Перемоги, 37, м. Київ, 03056

### Вступ

У вітчизняній промисловості виробництво великогабаритної графітованої продукції здійснюється електричними печами за технологією Ачесона. Графітація – це процес утворенні кристалічної структури вуглецевого матеріалу під дією високих температур (більше 2000°C) за рахунок джоулевого тепла, яке вивільнюється при проходженні електричного струму крізь kern печі графітації. Kern печі Ачесона формується з рядів вуглецевих заготовок, керованої пересипки, що заповнює міжрядовий простір, а також шунтвних областей (див. рис. 1). Для теплоізоляції kern оточено шаром шихти, питомий електричний опір (ПЕО) якої значно перевищує ПЕО матеріалів керна, що дозволяє вважати теплоізоляцію також і електричним ізолятором [1].

Спосіб графітації великогабаритної продукції за технологією Ачесона характеризується істотними перепадами температур у виробках [1], що викликають термонапруження, які є обмежуючим швидквстю розігріву керна чинником, та призводять до деякої нерівномірності властивостей кінцевої продукції. Для вирівнювання температури в перерізі керна використовують таку схему укладки, при якій частина електричного струму при графітації переспрямовується до його периферії, що досягається введенням в kern шунтвних шарів, сформованих з гранульованих вуглецевих матеріалів (див. рис. 1).

Графітація вуглецевих виробів надзвичайно енергоємна (до 7000 кВт·год на тону продукції [1]), тому зниження енерговитрат на кампанію графітації при забезпеченні високої якості кінцевої продукції є актуальною науковою та практичною задачею.