

Изобретение относится к порошковой металлургии, а именно к способам изготовления фильтров, предназначенных для фильтрации расплавов высоковязких полимеров, лаков, в частности для фильтрации расплава полиэтилентерефталата, используемого при изготовлении основы магнитных лент и кинофотоматериалов.

Одним из основных направлений повышения качества изделий, выпускаемых предприятиями Минхимпрома СССР, является фильтрация расплавов и растворов полимеров с целью улавливания всевозможных видов загрязнений, пузырьков газов и гелей. Однако, до недавнего времени этому вопросу не уделялось должного внимания, что приводило к сокращению срока службы оборудования, снижению производительности труда и очень низкому (иногда до 10%) выходу годной продукции.

Пористые материалы, предназначенные для фильтрации расплавов и растворов полимеров, должны отвечать следующим требованиям:

- высокая степень фильтрации, вплоть до улавливания частиц размером 2 - 3 мкм;
- высокая теплопроводность и термическая стойкость, обеспечивающие равномерный, без окисления, прогрев всей фильтрующей поверхности (температура расплава 300 - 350°C);
- высокие прочностные характеристики, исключающие возможность миграции фильтрующего материала в полимер (давление в фильтре до 200 атм., вязкость до 1000 Па · с) и обеспечивающие необходимый ресурс работы;
- хорошая очищаемость и многократность использования;
- совместимость с фильтруемыми полимерами (не должно быть окисления, расщепления, разложения или обесцвечивания полимеров).

Наиболее полно вышеперечисленным требованиям отвечают пористые материалы, изготовленные из металловолокна. Известен способ изготовления фильтрующих элементов из отрезков проволоки в виде спиралей, которые прессуются и пропитываются эластичным антикоррозионным наполнителем (см. а.с. №183174, а.с. №895578 по кл. В21 21/00, 27/12 от 27.07.1960).

Существенными недостатками вышеуказанных способов является недостаточная прочность, проницаемость, теплопроводность, сложность изготовления изделий.

Фильтроэлементы, изготовленные путем заполнения перфорированного металлического каркаса порошками металлов или металлическими волокнами с последующим спеканием (см. патент Англии №933825 по кл. В23 п. С22 с от 1961г.), не обладают необходимой высокой теплопроводностью в случае применения материалов на основе нержавеющей стали, никеля и сплавов на основе никеля или их невозможно регенерировать в случае применения медного или бронзового материала из-за химического взаимодействия вышеуказанных материалов с растворителем (полиэтиленгликолем), которым промывают фильтроэлементы.

Наиболее близким по большинству существенных признаков являются серийно выпускаемые по ТУ 6 - 17 - 869. П-87 фильтроэлементы из порошка оловянной бронзы типа фильтроэлементы ВП-Б-40 - 200, которые изготавливают путем свободной засыпки в форму и спекания в среде водорода.

Основными недостатками таких фильтроэлементов является малый ресурс работы из-за невозможности их регенерировать, низкая прочность, что не исключает вторичное загрязнение расплава сферическими частицами, оторвавшимися от поверхности фильтроэлемента, недостаточная совместимость с расплавами (особенно в пусковой момент), что приводит к частичному окислению расплавов полиэтилентерефталата.

Целью изобретения является увеличение ресурса работы, повышение прочности и теплопроводности пористого материала, предназначенного для фильтрации расплавов полимеров.

Поставленная цель достигается за счет того, что в способе изготовления пористого материала, включающем пресование и спекание дискретных медных волокон, наносят композиционное электролитическое покрытие состава никель - бор в течение 0,3 - 0,6 ч, полученную заготовку подвергают диффузионному отжигу в вакууме при 600 - 800°C с выдержкой 1 - 3 ч.

Известен ряд способов, позволяющих придавать пористым материалам различные новые свойства путем нанесения покрытий, в частности, например, хромирование через газовую фазу.

Однако без композиционного электролитического покрытия одновременно получить комплекс свойств, оказывающих влияние как на фильтрующий материал, так и на фильтрующую среду, невозможно.

Одним из главных условий получения композиционных электролитических покрытий определенного состава и свойств является количество дисперсных частиц в покрытии.

Известно, что при получении композиционных электролитических покрытий (КЭП) максимально возможное количество зарастиваемого бора в покрытие составляет 5 мас. %.

Из основных технологических параметров процесса осаждения КЭП определяющее влияние на содержание бора в покрытии оказывает его количество в электролите. Последующая термообработка КЭП приводит к взаимодействию бора с никелевой матрицей и образованию боридов и, таким образом, изменяются свойства покрытий. Поэтому состав композиционных электролитических покрытий существенно влияет на их свойства.

Установлено, что оптимальным содержанием бора в электролите, обуславливающим

максимальное их содержание в покрытии и, соответственно, повышение свойств, является 60 - 80г/л.

Пример 1. Фильтроэлемент пористостью 45%, диаметром 175мм, высотой 1мм изготавливался из дискретных медных волокон диаметром 70мкм, длиной 6мм методом виброволокования при частоте 50 - 20Гц и последующем двухстороннем прессовании при удельном давлении 50 - 70МПа. Спекался в среде остроосушенного водорода при 950°C с выдержкой 2ч. Перед нанесением КЭП Ni-B фильтроэлемент травился в 15% - ном растворе HCl в течение 5мин. Состав электролитической ванны:

NiCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	300г/л
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	40г/л
B	20г/л

что соответствует его содержанию в покрытии 2 - 2,2мас.%. Плотность тока 10А/дм<sup>2</sup>, pH 3 - 4, температура раствора 40°C, время осаждения 0,4ч. После промывки в воде и сушке при 40°C фильтроэлемент подвергался диффузионному отжигу в вакууме 10<sup>-4</sup>мм рт.ст. при 600°C в течение 3ч. Значения величины прочности при изгибе приведены в табл.1.

Пример 2. Фильтроэлемент пористостью 45%, диаметром 175мм, высотой 1мм изготавливался из дискретных медных волокон, диаметром 70мкм, длиной 6мм, методом виброволокования при частоте 50 - 20Гц и последующем двухстороннем прессовании при удельном давлении 50 - 70МПа. Спекался в среде остроосушенного водорода при 950°C с выдержкой 2ч. Перед нанесением КЭП Ni-B фильтроэлемент травился в 15% - ном растворе HCl в течение 5мин. Состав электролитической ванны:

NiCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	300г/л
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	40г/л
B	80г/л

что соответствует его содержанию в покрытии 3,5 - 4мас.%. Плотность тока 10А/дм<sup>2</sup>, pH 3 - 4, температура раствора 40°C, время осаждения 0,4ч. После промывки в воде и сушке при 40°C фильтроэлемент подвергался диффузионному отжигу в вакууме 10<sup>-4</sup>мм рт.ст. при 600°C в течение 3ч. Значения величины прочности при изгибе приведены в табл.1.

Пример 3. Фильтроэлемент пористостью 45%, диаметром 175мм, высотой 1мм изготавливался из дискретных медных волокон диаметром 70мкм, длиной 6мм методом виброволокования при частоте 50 - 20Гц и последующем двухстороннем прессовании при удельном давлении 50 - 70МПа. Спекался в среде остроосушенного водорода при 950°C с выдержкой 2ч. Перед нанесением КЭП Ni-B фильтроэлемент травился в 15% - ном растворе HCl в течение 5мин. Состав электролитической ванны:

NiCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	300г/л
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	40г/л
B	120г/л

что соответствует его содержанию в покрытии 3,8 - 4мас.%. Плотность тока 10А/дм<sup>2</sup>, pH 3 - 4, температура раствора 40°C, время осаждения 0,4ч. После промывки в воде и сушке при 40°C фильтроэлемент подвергался диффузионному отжигу в вакууме 10<sup>-4</sup>мм рт.ст. при 600°C в течение 3ч. Значения величины прочности при изгибе приведены в табл.1.

Прочностные характеристики определялись в соответствии с ГОСТ 18228 - 85.

Таким образом, оптимальный состав покрытий Ni 3,5 - 4мас.% B, что достигается при введении в электролитическую ванну 60 - 80г/л бора.

Пример 4. Фильтроэлемент пористостью 45%, диаметром 175мм, высотой 1мм изготавливался из дискретных медных волокон диаметром 70мкм, длиной 6мм методом виброволокования при частоте 50 - 20Гц и последующем двухстороннем прессовании при удельном давлении 50 - 70МПа. Спекался в среде остроосушенного водорода при 950°C с выдержкой 2ч. Перед нанесением композиционного электролитического покрытия Ni-B фильтроэлемент травился в 15% - ом растворе HCl в течение 5мин. Состав электролитической ванны:

NiCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	300г/л
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	40г/л
B	80г/л

Катодная плотность тока 10А/дм<sup>2</sup>, pH 3 - 4, температура раствора 40°C. Время осаждения 0,16ч. После промывки в воде и сушке при 40°C фильтроэлемент подвергался диффузионному отжигу в вакууме 10<sup>-4</sup>мм рт.ст. при 400°C в течение 0,5ч. Значения величины прочности при изгибе и теплопроводность приведены в табл.2.

Пример 5. Фильтроэлемент пористостью 45%, диаметром 175мм, высотой 1мм изготавливался из дискретных медных волокон диаметром 70мкм, длиной 6мм методом виброволокования при частоте 50 - 20Гц и последующем двухстороннем прессовании при удельном давлении 50 - 70МПа. Спекался в среде остроосушенного водорода при 950°C с выдержкой 2ч. Перед нанесением композиционного электролитического покрытия Ni-B фильтроэлемент травился в 15% - ом растворе HCl в течение 5мин. Состав электролитической ванны:

NiCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	300г/л
H <sub>2</sub> BO <sub>3</sub>	40г/л

В 80г/л

Катодная плотность тока  $10\text{А/дм}^2$ , pH 3 - 4, температура раствора  $40^\circ\text{C}$ , время осаждения 0,3ч. После промывки в воде и сушке при  $40^\circ\text{C}$  фильтроэлемент подвергался диффузионному отжигу в вакууме  $10^{-4}$ мм рт.ст. при  $600^\circ\text{C}$  в течение 1ч. Значения величины прочности при изгибе и теплопроводность приведены в табл.2.

Пример 6. Фильтроэлемент пористостью 45%, диаметром 175мм, высотой 1мм изготавливался из дискретных медных волокон диаметром 70мкм, длиной 6мм методом виброволокования при частоте 50 - 20Гц и последующем двухстороннем прессовании при удельном давлении 50 - 70МПа. Спекался в среде остроосушенного водорода при  $950^\circ\text{C}$  с выдержкой 2ч. Перед нанесением композиционного электролитического покрытия Ni-B фильтроэлемент травился в 15% - ом растворе HCl в течение 5мин. Состав электролитической ванны:

NiCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	300г/л
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	40г/л
В	80г/л

Катодная плотность тока  $10\text{А/дм}^2$ , pH 3 - 4, температура раствора  $40^\circ\text{C}$ , время осаждения 0,4ч. После промывки в воде и сушке при  $40^\circ\text{C}$  фильтроэлемент подвергался диффузионному отжигу в вакууме  $10^{-4}$ мм рт.ст. при  $700^\circ\text{C}$  в течение 2ч. Значения величины прочности при изгибе и теплопроводность приведены в табл.2.

Пример 7. Фильтроэлемент пористостью 45%, диаметром 175мм, высотой 1мм изготавливался из дискретных медных волокон диаметром 70мкм, длиной 6мм методом виброволокования при частоте 50 - 20Гц и последующем двухстороннем прессовании при удельном давлении 50 - 70МПа. Спекался в среде остроосушенного водорода при  $950^\circ\text{C}$  с выдержкой 2ч. Перед нанесением композиционного электролитического покрытия Ni-B фильтроэлемент травился в 15%-ом растворе HCl в течение 5мин. Состав электролитической ванны:

NiCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	300г/л
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	40г/л
В	80г/л

Катодная плотность тока  $10\text{А/дм}^2$ , pH 3 - 4, температура раствора  $40^\circ\text{C}$ , время осаждения 0,6ч. После промывки в воде и сушке при  $40^\circ\text{C}$  фильтроэлемент подвергался диффузионному отжигу в вакууме  $10^{-4}$ мм рт.ст. при  $800^\circ\text{C}$  в течение 3ч. Значения величины прочности при изгибе и теплопроводность приведены в табл.2.

Пример 8. Фильтроэлемент пористостью 45%, диаметром 175мм, высотой 1мм изготавливался из дискретных медных волокон диаметром 70мкм, длиной 6мм методом виброволокования при частоте 50 - 20Гц и последующем двухстороннем прессовании при удельном давлении 50 - 70МПа. Спекался в среде остроосушенного водорода при  $950^\circ\text{C}$  с выдержкой 2ч. Перед нанесением композиционного электролитического покрытия Ni-B фильтроэлемент травился в 15%-ом растворе HCl в течение 5мин. Состав электролитической ванны:

NiCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	300г/л
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	40г/л
В	80г/л

Катодная плотность тока  $10\text{А/дм}^2$ , pH 3 - 4, температура раствора  $40^\circ\text{C}$ , время осаждения 1ч. После промывки в воде и сушке при  $40^\circ\text{C}$  фильтроэлемент подвергался диффузионному отжигу в вакууме  $10^{-4}$ мм рт.ст. при  $850^\circ\text{C}$  в течение 4ч. Значения величины прочности при изгибе и теплопроводность приведены в табл.2.

Прочностные характеристики определялись в соответствии с ГОСТ 18228 - 85, а теплопроводность оценивалась на установке для измерения теплопроводности ИТ-А-400.

Технический эффект от использования изобретения приведен в табл.2 и в акте промышленных испытаний проведенных на НПО "Свема".

Промышленные испытания показали, что фильтроэлементы, изготовленные заявляемым способом, прочнее чем прототип в 2 - 3 раза, из-за более высокой теплопроводности удалось улучшить равномерность основы по толщине разнотолщинность не более 2мкм, обладают более высоким ресурсом. В настоящее время фильтроэлементы прошли шестикратную регенерацию и ресурсные испытания продолжаются.

Таблица 1

Зависимость прочности при поперечном изгибе от состава композиционных электролитических покрытий

№ п/п	Количество В в электролите, г/л	Количество В в покрытии, мас. %	Прочность, МПа
1	20	2,0-2,2	63,14
2	80	3,5-4,0	72,56
3	120	3,8-4,0	71,32
4	Фильтроэлемент из бронзы пористой порошковой ФЭВП-Б-40		38,5

Таблица 2

№	Фильтроэлемент	Режим термообработки после нанесения покрытия	Время нанесения покрытия, ч	Прочность, МПа	Теплопроводность, Вт/м·К	Ресурс, ч	Химическая стойкость в полиэтиленгликоле
1	Прототип ФЭВП-Б-40	—	—	38,5	18	120	Растворяется
2	Предлагаемый способ	400°C, 0,5 ч	0,16	24	26,5	—	Хорошая
3	— " —	600°C, 1 ч	0,3	49	36	720	—
4	— " —	700°C, 2 ч	0,4	68,5	39	720	—
5	— " —	800°C, 3 ч	0,6	73,5	41,5	720	Хорошая
6	— " —	850°C, 4 ч	1,0	84	42,2	—	Хорошая
7	Никель НП-2	—	—	90	12,5	—	—
8	Нержавеющая сталь 12Х18Н9Т	—	—	130	1,7	—	—