

На правах рукописи

Лебедева Ольга Алексеевна

**Физико-химические основы технологии получения
пористых проницаемых материалов и изделий из отходов
машиностроения в режиме самораспространяющегося
высокотемпературного синтеза**

05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких
неметаллических материалов

05.03.01 – Технологии и оборудование механической
и физико-технической обработки

Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата
технических наук

Томск 2002

Работа выполнена в Алтайском государственном техническом университете им. И.И. Ползунова

Научный руководитель: доктор физико-математических наук,
профессор, заслуженный деятель науки РФ
В.В. Евстигнеев

кандидат физико-математических наук,
доцент Н.П. Тубалов

Официальные оппоненты: доктор технических наук
Гузеев В.В.
кандидат технических наук Гончаров В.Д.

Ведущая организация: Томский государственный университет

Защита состоится “__” октября 2002 г. в 11 часов на заседании диссертационного совета Д 212.269.08 в Томском политехническом университете по адресу: 634050, Томск, пр. Ленина, 43.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Томского политехнического университета.

Автореферат разослан “2” сентября 2002 г.

Ученый секретарь

диссертационного совета, к.т.н.

Петровская Т.С.

АКТУАЛЬНОСТЬ ТЕМЫ. Современный уровень технологического и промышленного развития машиностроения, характеризующийся качественным повышением интенсивности эксплуатационных режимов машин и оборудования, предполагает ускорение темпов расширения производства композиционных материалов и изделий, в которых обеспечено достижение оптимальных требований к эксплуатации как отдельных элементов, так и изделий в целом.

Эти задачи могут быть решены с применением самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС).

Своеобразие СВС как физико-химического процесса, определяющего уникальность структур и свойств получаемых продуктов, заключается в потенциале, которым обладает СВС как технологический подход, обеспечивающий возможность получения целого ряда продуктов с уникальными комплексами эксплуатационных свойств.

Применение промышленных отходов в качестве материала для СВС-процесса позволяет решить проблему стоимости исходных материалов и утилизации отходов. В настоящее время возникает насущная необходимость в применении пористых проницаемых материалов, которые составляют основу различных устройств. Многообразие конструктивных решений и условий эксплуатации пористых проницаемых материалов предполагает наличие различных типов материалов этого класса, ориентированных на оптимальное с технической и экономической точек зрения использование их для решения конкретных задач.

Самораспространяющийся высокотемпературный синтез – как метод получения пористых материалов соединяет в себе малую энергоемкость, безотходность и возможность динамического варьирования структурных и иных свойств продуктов. Эти предпосылки позволяют использовать

экономичную и простую технологию получения пористых изделий.

Большое значение для получения качественных изделий имеет подбор шихтовых материалов.

Основу композиционных составляющих шихты для получения пористых проницаемых материалов составляют промышленные отходы машиностроительных предприятий, представляющие собой оксиды металлов и металлические порошки. Создание СВС-материалов на основе оксидов металлов (окалины) помимо научной новизны и актуальности имеет также эколого-экономическую значимость.

Практическое применение СВС-пористых материалов явилось следствием научных исследований и методических наработок Центра порошковых технологий АлтГТУ.

Центр порошковых технологий является одним из немногих научных центров, занимающихся изучением и разработкой пористых СВС-материалов, активно продолжает исследования, направленные на расширение круга внедрения в промышленность пористых материалов в качестве фильтрующих материалов для фильтрации жидких и газовых сред от механических примесей.

Работа выполнена в рамках программы Министерства промышленности, науки и технологии РФ “Исследования и разработки по приоритетным направлениям”, в соответствии с программой «Инновации наукоемкие технологии ассоциации «Алтайский технополис» - Сибирскому региону» Министерства образования России и Алтайского регионального Фонда содействия развитию малых предприятий в науке № ГР 01200112711, а также в соответствии с научно-исследовательской тематикой Центра порошковых технологий АлтГТУ

“Разработка физических и технологических производства СВС-изделий”.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ. Целью работы является разработка составов и технологии получения пористых проницаемых материалов с фильтрующими свойствами из отходов машиностроения (окалины) в режиме СВС.

Для достижения поставленной цели были поставлены следующие задачи:

- разработать и проанализировать методы обработки производственных отходов машиностроительных производств (окалины стали);
- исследовать химический и гранулометрический состав дисперсных порошков окалины стали в качестве компонента реактивной смеси;
- выявить влияние технологического процесса получения шихты (смешивание) на качество получаемого материала;
- разработать оптимальные рецептуры шихтовых смесей для получения пористых изделий с заданными свойствами;
- разработать режимы термосинтеза, методы и приборы контроля;
- создать технологию получения пористых нейтрализаторов отработанных газов двигателей внутреннего сгорания;
- разработать технологию улавливания дисперсных отходов цветных металлов Cu, Ni, Fe с использованием пористых фильтров из промышленных стоков с последующим плавлением выделенных металлов в слиток;
- получить пористый проницаемый материал для использования в качестве аэраторов очистных сооружений;

- разработать технологии получения СВС- фильтров для очистки моторных масел.

НАУЧНАЯ НОВИЗНА. Определено влияние физико-химической обработки исходных материалов на величину и свойства гранул порошков;

- установлена зависимость общей пористости материалов от размера частиц исходных компонентов. Чем мельче частицы составляющих шихты, тем меньше пористость;

- установлена зависимость механических характеристик пористых материалов от степени однородности смешивания компонентов. Чем выше степень однородности, тем лучше механические характеристики материалов и изделий;

- установлена закономерность изменения проницаемости фильтров от размера микропор материала. С уменьшением размера пор проницаемость материал уменьшается;

- установлено, что введение в систему оксид железа (окалина) - оксид алюминия 8-10 % алюминия обеспечивает протекание самораспространяющегося высокотемпературного синтеза за счет восстановления железа из оксидов;

- установлено, что введение вместо оксида алюминия оксида хрома в системах оксиды железа-оксид алюминия-алюминий обеспечивает повышение прочности и пластичности получаемого пористого продукта за счет формирования однородной пористой структуры;

- установлено, что введение добавки ферросилиция 0.5-2 % в систему оксиды железа-оксид алюминия-алюминий обеспечивает повышение температуры синтеза до 1350 ± 20 °С, увеличивает объем жидкой фазы и вследствие этого

обеспечивает увеличение механической прочности и однородность пористой структуры;

- установлено, что процесс самораспространяющегося высокотемпературного синтеза в системах оксид железа- алюминий- оксид алюминия (оксид хрома) протекает без деформации пористого материала, что обеспечивает получение изделия заданной формы;

- установлена взаимосвязь тонкости фильтрации от максимального размера пор. Чем мельче поры, тем тоньше степень очистки технических жидкостей.

ПРАКТИЧЕСКАЯ ЦЕННОСТЬ. Разработана методика переработки оксидов металлов для использования их в СВС- процессе.

- Разработана технология производства фильтров из материалов с применением оксидов металлов (производственных отходов).

- Разработана и опробована в производственных условиях технология выделения медных отходов с применением СВС- фильтров и восстановления меди из отходов плавлением в режиме горения с получением сплава.

- Разработана технология получения пористых аэраторов. Предлагаемая аэрационная система обеспечивает оптимальный размер пузырьков воздуха при аэрации. При снижении удельного расхода воздуха повышается количество растворенного кислорода до 3.2-3.6 мг/л против установленных 2 мг/л.

- Разработан метод и способ фильтрации и нейтрализации отработавших газов двигателей внутреннего сгорания, позволяющий снизить количество вредных выбросов на 30-60 % в зависимости от составляющих и дымности на 90 %.

- Разработаны конструкция и технология получения фильтров для очистки смазочных масел и дизельного топлива. Фильтры задерживают механические примеси размером 7 мкм и более.

АПРОБАЦИЯ РАБОТЫ. Материалы диссертации докладывались на Международной научно-практической конференции «Промышленные проблемы СВС- технологий» (Барнаул 1994), на Международной конференции, “Совершенствование быстроходных дизелей” (Барнаул 1993), на Международной научно-технической конференции “Проблемы и перспективы развития литейного производства” (Барнаул 1999), на конференции “Прогрессивные методы утилизации отходов” (Барнаул 1991), на Всероссийской научно-технической конференции “Самораспространяющийся высокотемпературный синтез: проблемы и технологии” (Барнаул 2001).

По материалам диссертации опубликована 21 печатная работа, получено 5 патентов, 2 положительных решения о выдаче патента.

СТРУКТУРА И ОБЪЕМ РАБОТЫ. Работа состоит из введения, пяти глав, заключения и перечня использованной литературы. Общий объем диссертации 134 страниц машинописного текста, 26 рисунков, 19 таблиц, 98 библиографических названия, 2 страницы приложения.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обосновывается актуальность темы, отражены направление и цель работы и формулирующая выносимые на защиту положения.

1. Теоретическая часть.

В первой главе представлен обзор общих положений и закономерностей СВС- процесса. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез позволяет использовать его в качестве основы построения технологических процессов при создании и пористых проницаемых материалов, а также в получении интерметаллидных соединений и СВС- металлургии.

Рассмотрены и проанализированы технологические схемы получения СВС-материалов

Использование СВС- технологий позволило решить комплекс задач по получению:

- химических продуктов заданного состава;
- материалов заданной структуры;
- деталей определенной формы и размеров, в том числе с покрытиями;
- изделий с требуемым уровнем эксплуатационных свойств.

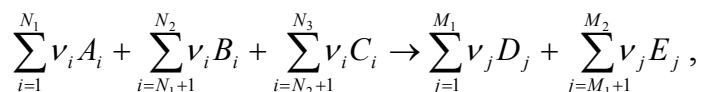
Сегодня можно выделить шесть различных технологических типов самораспространяющегося высокотемпературного синтеза:

1. СВС- технология заготовок и порошков;
2. СВС- спекание;
3. силовое СВС- компактирование;
4. СВС- металлургия;
5. СВС- сварка;
6. технология газотранспортных СВС- покрытий.

В работе использованы три вида СВ- синтеза: СВС- технология заготовок и порошков, СВС- металлургия и СВС- спекание изделий.

Большой интерес вызывает СВС- металлургия, которая применяет широкий круг реакций оксидов металлов и неметаллов с восстановлением

первых. Мы в своей работе использовали в качестве окислов окалину, оксиды хрома, в качестве металла-восстановителя – алюминий. Реакция происходит по следующей схеме:



где A_i - исходные окислы (CrO_3 , FeO , CuO и другие);

B_i – металлы-восстановители (Al , Mg , Ti , Cr и так далее);

C_i – неметаллы (C , B , Si , N_2 , SiO_2 , B_2O_3 и другие);

D_i – конечные продукты горения (Cr_3C_2 , MoSi_2 и так далее);

E_i – окислы металлов-восстановителей (Al_2O_3 , MgO , Cr_2O_3 , TiO_2 и так далее);

ν_i , ν_j – стехиометрические коэффициенты исходных компонентов и конечных продуктов соответственно.

В связи с этим в диссертационной работе поставлена цель – изучение закономерностей и механизма синтеза с восстановительной стадией и использование для получения пористых проницаемых изделий (фильтров для фильтрации технических жидкостей и газов).

2. Во второй главе рассмотрены геометрико-морфологические характеристики порошков, методы определения гранулометрического состава компонентов шихтовых составов, влияние формы частиц на поровое пространство получаемых материалов.

Установлена зависимость среднего размера пор материала от дисперсности основного реакционного компонента – порошка окалины легированной стали (рисунок 1).

По массе

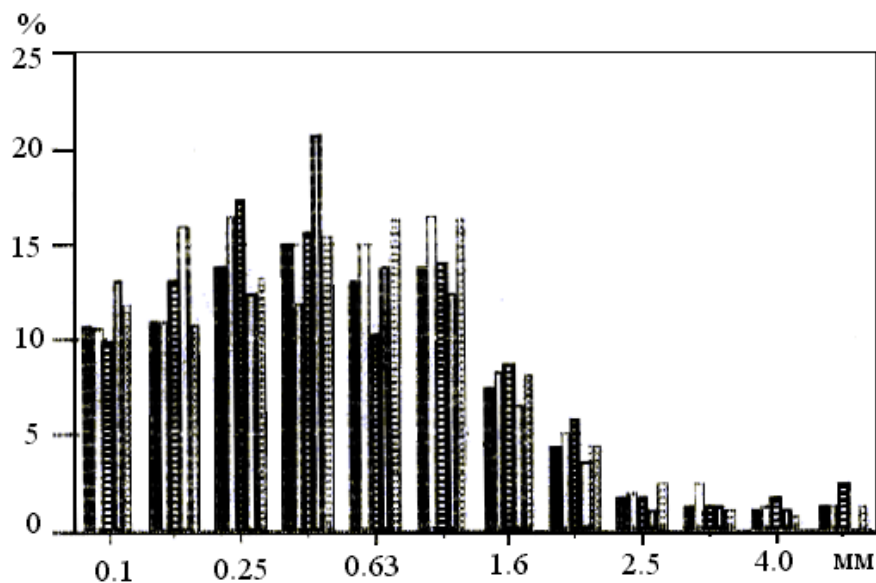
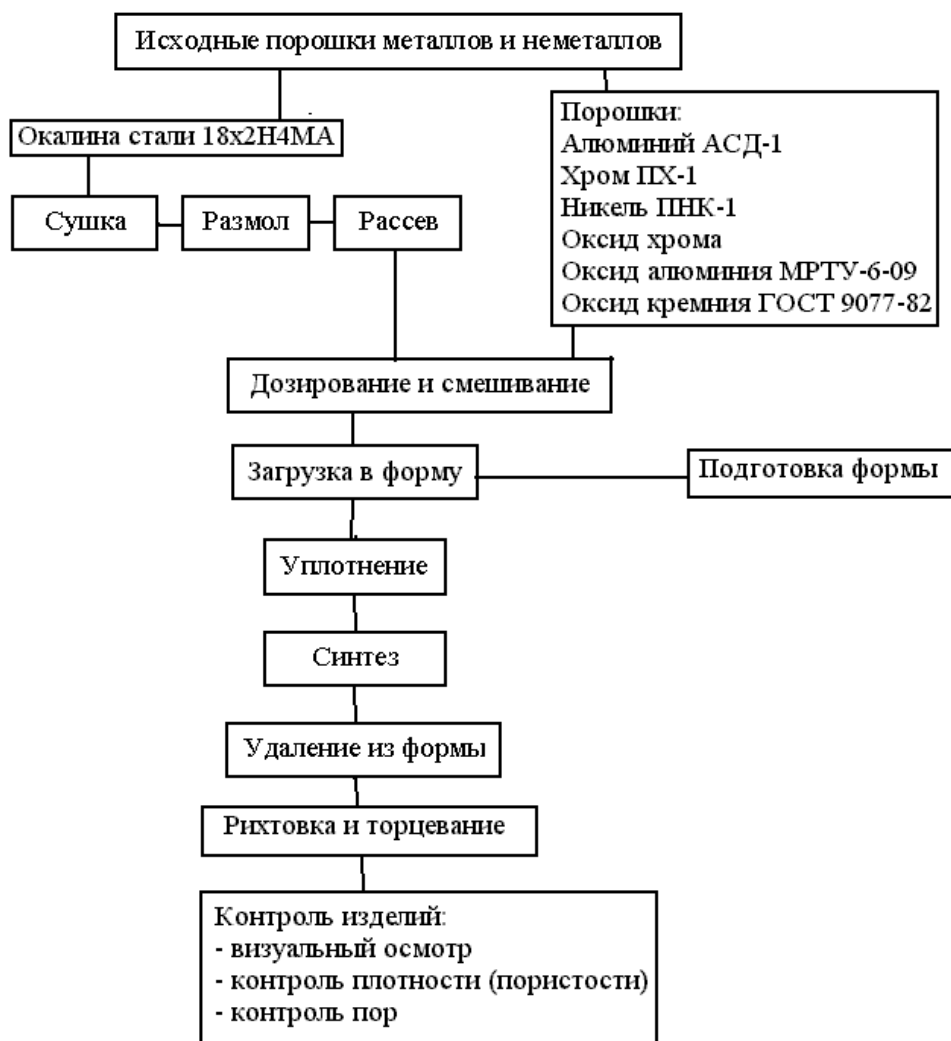


Рисунок 1. Гистограмма распределения пор по размерам в образцах материала на основе различных фракций порошка окалины стали

1 - общая; 2 - фракция менее 50 мкм; 3 - 50-100 мкм; 4 - 100-200 мкм; 5 - 200 и более мкм

На основе полученных данных возможен синтез материала с заданными параметрами порового пространства путем введения в реакционную смесь специально выделенной фракции порошка. Увеличение размера частиц порошка окалины приводит, согласно теории горения, к снижению интенсивности тепловыделения в реакционной ячейке, снижению температуры реакционной зоны и расширению этой зоны. Снижается, как следствие, термически активированных процессов, растекания компонентов, повышается вязкость расплава реакционной зоны, что приводит к торможению перераспределения среды в зоне реакции и что является основным фактором порообразования.

3. В третьей главе представлена технологическая схема, оборудование и техника контроля получения пористых проницаемых материалов (ППМ)



(рисунок 2).

Рисунок 2. Схема технологии получения пористых проницаемых изделий методом СВС

В соответствие с технологической схемой представлено оборудование для превращения окалины стали в дисперсный материал для реакционной смеси.

Использовали щековые дробилки типа ДС и конусные инерционные дробилки с динамическим уравниванием КИД-100 и КИД-200, которые позволяют получать дробление материала 0.2-3мм.

Для обеспечения качества получаемого дисперсного материала предусмотрена классификация его по фракциям от 0.01 до 2мм (рисунок 3). Для этой цели использовали виброклассификатор конструкции Центра порошковых технологий АГТУ.

По массе

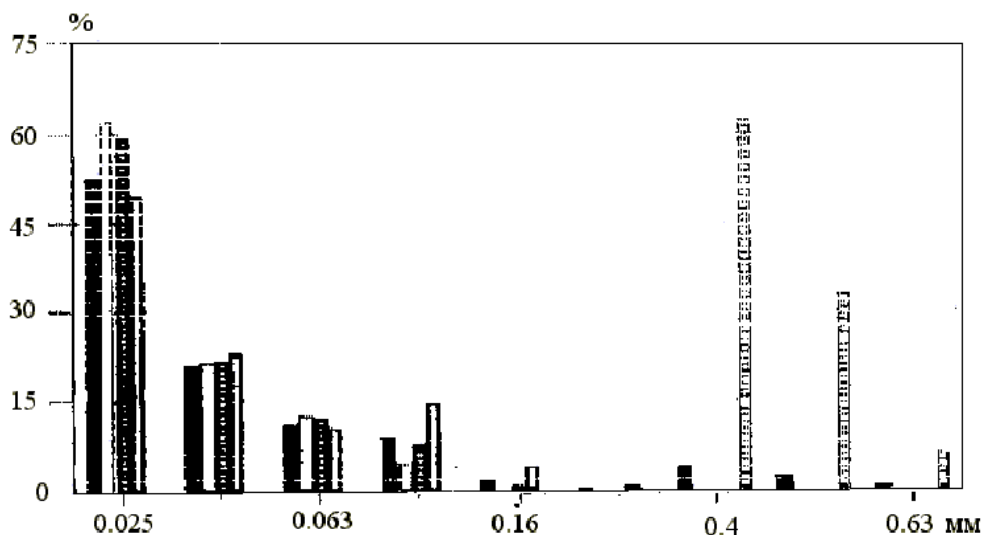


Рисунок 3. Общая и фракционная гистограмма распределения частиц порошка окалины стали по размерам

1 - общая; 2 - фракция менее 50 мкм; 3 - 50-100 мкм; 4 - 100-200 мкм; 5 - 200 и более мкм

Кинематическая схема машины позволяет обеспечить требуемую частоту и амплитуду вибраций подвижной системы, а также траекторию колебаний. В результате достигается резонансный режим классификации, позволяющий повысить производительность процесса и качество (полноту разделения по фракциям).

Для приготовления многокомпонентных реакционных смесей и получения изделий нами разработана установка для смешивания шихты и получения изделий СВ-синтезом.

Отличительной особенностью рассматриваемой конструкции является возможность заполнения рабочей полости реакционной смесью с контролируемой степенью уплотнения и обеспечение требуемой начальной температуры синтеза.

Реализована комплексная методика контроля формирования продуктов в быстро протекающих процессах горения, сочетающая температурную яркостную пирометрию фронта горения современными методами физического материаловедения, с погрешностью в определении температуры 5K и скорости фронта горения 1-20 мм/с.

Создан автоматический анализатор изображений, позволяющий осуществлять исследование различных металлографических объектов с расчетом количественных геометрико-морфологических параметров.

Использованный метод определения газопроницаемости позволяет контролировать потери материала с проницаемостью от 500 до 2000 единиц.

4. В четвертой главе представлена разработанная СВС- технология изготовления пористых проницаемых материалов для решения производственных задач. Представлены пути утилизации производственных отходов, исследована структура и фазовый состав полученного материала.

Выявлено, что полученный в сложной системе продукт, характеризуется сложностью фазового состава и наличием сложных соединений.

Определено, что полученные авторами пористые материалы являются альтернативными по отношению к существующим, значительно упрощая и удешевляя существующие технологии. Компоненты, применяемые для получения пористых изделий, доступны (отходы механической и термической обработки) и решают проблему утилизации отходов. Очищая водную и воздушную среду от механических примесей, решают экологические проблемы, насущные в настоящее время.

Выявлено, что возможность получать готовые изделия заданной конфигурации за один технологический передел исключает потребность в трудоемких приспособлениях, оснастке и оборудовании.

Простота применяемого оборудования, технологической оснастки позволяют организовать производственный процесс на любом машиностроительном производстве.

В результате проведенных исследований установлено, что фильтрующие системы на основе полученных СВС- пористых материалов задерживают микропримеси с размером частиц 10 мкм и более.

Разработанные пористые материалы имеют следующие физико-механические характеристики:

- механическая прочность на сжатие не менее 20 МПа;
- размер пор не более 0.1 – 0.3 мм;
- коэффициент удержания механических примесей размером не менее 7 мкм составляет 98 – 99%.

5. В пятой главе приведены примеры промышленного использования СВС- пористых материалов, полученных с применением отходов машиностроительных производств.

а) СВС- технологии открывают большие возможности для создания конструкций универсальных противодымных фильтров для дизелей. Дизели выбрасывают до одного процента по массе от расхода топлива сажи. Поэтому сажа, после окислов азота, является вторым основным компонентом отработавших газов, подлежащих нейтрализации.

При изготовлении противодымных фильтров методом СВС- технологий должны учитываться состав фильтрующих газов, их температура, составляющая 120 – 650 °С, наличие свободного кислорода в агрессивных компонентах типа оксида азота и серы.

При использовании СВС- технологий появилась возможность получения материалов с заданными свойствами, одновременно выполняющих функцию сажевых фильтров и катализаторов для нейтрализации отработанных газов ДВС.

Пористые металлокерамические фильтры имеют замечательные свойства гасить колебания в выпускных системах двигателей, снижать шумность выпуска до уровня не ниже, чем штатный глушитель. Это обстоятельство дает право говорить не о создании специальных устройств для снижения вредных выбросов, а о совмещении функций глушителей и нейтрализаторов двигателя. Эксперименты по оценке каталитического нейтрализатора с СВС- фильтрами на автобусе с дизелем Д-461 показали, что снижение выбросов азота в начале испытаний составляло 61 – 62 %, через 240 часов работы – 62 %, через 320 часов работы – до 66 %. По окиси углерода эффективность очистки в начале испытаний 57-58 %, через 240 часов – 47-48 %, через 320 часов – 45-46 %.

б) Для фильтрации кислот и щелочей, применяемых при травлении металлов растворами кислот и щелочей, разработан и испытан СВС-фильтр. При травлении образуется большое количество отходов порошкообразных металлов: Cu, Cr, Fe, Co и их оксидов, которые загрязняют травильные растворы. В зависимости от технологической мощности производства количество отходов по каждому компоненту может достигать 12-15 т/год.

Утилизация таких отходов затруднена вследствие угара при плавке и экономически невыгодна, с учетом этого нами разработаны и апробированы: 1) технология выделения и концентрирования отходов (медного и других порошков); 2) установка для перекачки и осветления травильных растворов с целью повторного их использования; 3) технология получения пористого фильтра в режиме горения из отходов производства для передвижной установки; 4) технология утилизации кондиционированного порошка меди.

Для улавливания и концентрирования медных порошков из сточных вод разработана конструкция и технология изготовления передвижного фильтра. Фильтр смонтирован на передвижной установке производительностью 300 л/ч, последовательно обеспечивающий выделение медного порошка из травильных ванн.

Отмытый от примесей медный порошок направляют в смеситель для подготовки шихты. В результате высокотемпературного синтеза выход монолитного медного сплава с содержанием меди до 90 % достигал 50-60 % от массы шихты.

Простота технологии позволяет организовать передел отходов без капитальных затрат. Комплексный подход позволил, таким образом, не только утилизировать отходы производства, но и использовать полученные фильтры для выделения отходов.

Полученные пористые проницаемые материалы (ППМ) и разработанная технология изготовления изделий позволяет использовать СВС-фильтры в качестве диспергаторов в аэрационной системе для качественной очистки сточных вод на краевых очистных сооружениях. Разработана конструкция аэротенка с включением фильтросных элементов (аэраторов), изготовленных с применением СВС- технологии (рисунок 4, 5). Произведен расчет параметров аэрационной системы на основе фильтросных элементов. Рассчитано количество фильтросных элементов, обеспечивающих качественное насыщение жидкости кислородом.

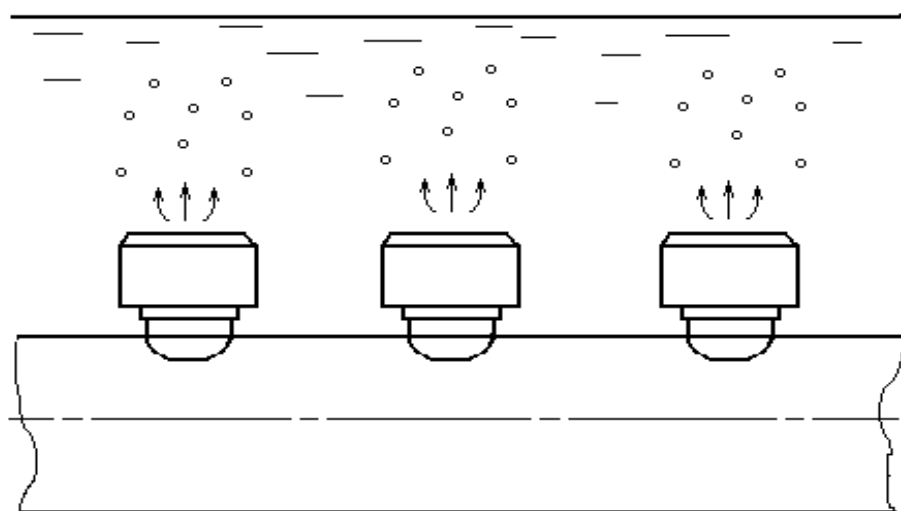


Рисунок 4. Схема аэрационной системы с разъемным переходным устройством

1 - сточные воды; 2 - аэрационная система; 3 - воздух

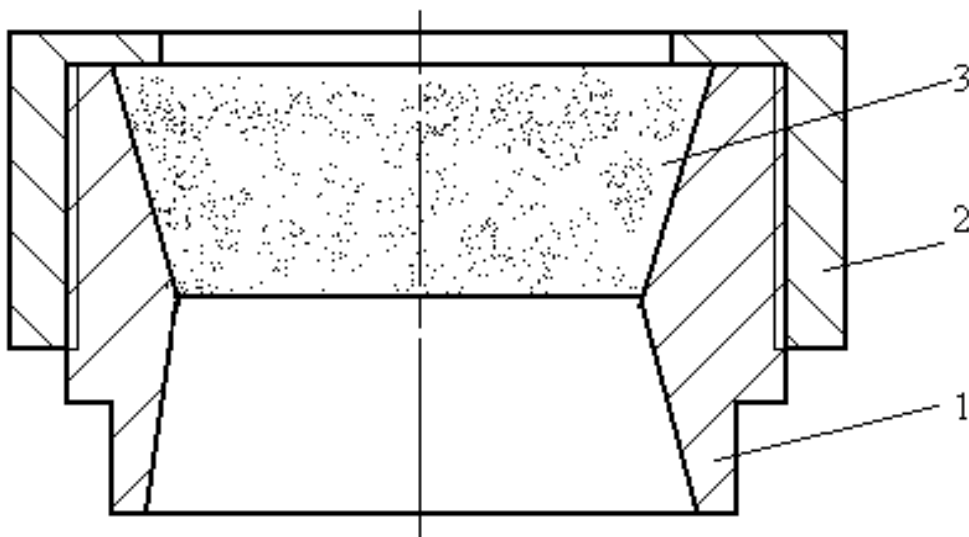


Рисунок 5. Разъемное переходное устройство в металлическом исполнении

1 – корпус; 2 – гайка; 3 – фильтросный элемент

Разработаны рекомендации по размещению фильтросных элементов на трубе. Оптимальное размещение фильтросных элементов – в нижней части воздухоподающей трубы под углом к вертикали $0 \pm 15^\circ$. В этом случае обеспечивается величина остаточного заполнения жидкости не более 2-5 % от ее сечения, что не снижает эффективности воздухоподогревателя.

Для тонкой очистки моторного масла двигателя А-41, произведенного объединением «Алтайдизель» разработана технология, оснастка промышленного изготовления СВС-фильтров. Испытания их на сборочном конвейере показали степень фильтрации масла от микропримесей размером 7 мкм и более.

ВЫВОДЫ ПО ДИССЕРТАЦИИ.

- 1) Разработанный метод переработки окалины легированных сталей в дисперсный порошок для реакционного спекания может быть использован для получения пористых материалов;
- 2) Порошок окалины стали предложенного химического и гранулометрического состава может быть использован в качестве компонента шихты для СВС-синтеза ППМ;
- 3) Выявлено влияние технологического процесса получения шихты (смешивания) на качество получаемого материала;
- 4) Разработанные оптимальные рецепты шихтовых смесей могут быть использованы для получения пористых изделий с заданными свойствами;
- 5) Введение в систему оксид железа (окалина) - оксид алюминия 8-10 % алюминия обеспечивает протекание самораспространяющегося высокотемпературного синтеза за счет восстановления железа из оксидов;
- 6) Введение вместо оксида алюминия оксида хрома в системах оксиды железа-оксид алюминия- алюминий обеспечивает повышение прочности и пластичности получаемого пористого продукта за счет формирования однородной пористой структуры;
- 7) Введение добавки ферросилиция 0.5-2 % в систему оксиды железа-оксид алюминия-алюминий обеспечивает повышение температуры синтеза до 1350 ± 20 °С, увеличивает объем жидкой фазы и вследствие этого обеспечивает увеличение механической прочности и однородность пористой структуры;
- 8) Применение самораспространяющегося высокотемпературного синтеза в системе оксид железа-алюминий обеспечивает жесткость

каркаса пористого материала без деформации, что обеспечивает получение изделий заданной формы;

9) Процесс самораспространяющегося высокотемпературного синтеза в системах оксид железа- алюминий- оксид алюминия (оксид хрома) протекает без деформации пористого материала, что обеспечивает получение изделия заданной формы.

10) Разработанный и изготовленный СВС-фильтр для очистки моторного масла позволяет осуществлять фильтрацию от микропримесей размером до 7мкм.

11) Промышленная апробация разработанных конструкций СВС-фильтров показала, что полученные изделия проявляли коррозионную стойкость в щелочных и кислых растворах, жаростойкость при температурах до 1273К и достаточную механическую прочность на сжатие не менее 20 МПа.

Список опубликованных работ по теме диссертации:

1. Воронков Н.Г., Лебедева О.А. Пористый проницаемый материал на основе отходов производства./Тез. докл. конф. «Прогрессивные методы утилизации отходов, ресурсосбережение». Ленинград.- С.29-30.

2. Шечков Г.Т., Лебедева О.А., Аржанова И.Н. Проблемы создания каталитических нейтрализаторов отработавших газов ДВС./Труды конф. «Совершенствование быстроходных дизелей».-Барнаул: Изд-во АГТУ, 1993.- С.100-102.

3. Новоселов А.Л., Лебедева О.А., Беседин С.П. К вопросу создания универсальных противодымных фильтров для дизелей // Проблемы промышленных СВС-технологий. Труды междунаро. Науч. – техн

Конф/АлтГТУ им. И.И. Ползунова. – Барнаул: Изд-во АлтГТУ, 1994. – с. 248-254.

4. Новоселов А.Л., Лебедева О.А., Беседин С.П. Использование СВС-технологий для снижения вредных выбросов двигателей автотракторной техники. – Барнаул: Изд-во АлтГТУ, 1994. – с. 254-260.

5. Шечков Г.Т., Лебедева О.А. Разработка комплексной технологии утилизации отходов производства и нейтрализации вредных выбросов ДВС./ Труды межд. конф. «Транспортные средства в Сибири». 1995.- С274-277.

6. Шечков Г.Т., Винокуров В.М., Лебедева О.А. Разработка технологий переработки мелкодисперсных отходов металлов./ Мат-лы межд. конф. «Резервы производства строительных материалов».- Барнаул, 1994.- Т.58.- С.145-149.

7. Лебедева О.А., Шечков Г.Т., Корнеев А.Д. Технология каталитических нейтрализаторов отработавших газов./ Труды науч.-техн. конф. «Композиты в народном хозяйстве». – Барнаул: Изд-во АлтГТУ, 1997. – с. 76-77.

8. Лебедева О.А., Шечков Г.Т. Применение термохимического синтеза для решения экологических задач в машиностроительной отрасли./ Тез. Докл. науч.-техн. конф. Студентов и аспирантов, проф.-преп. состава АлтГТУ. - Барнаул: Изд-во АлтГТУ, 1997. – 203 с.

9. Мельберт А.А., Лебедева О.А., Новоселов А.Л. Экологически чистый трактор XXI века.// Ползуновский альманах. – Барнаул: Изд-во АлтГТУ, 1998. - с.31-33.

10. Лебедева О.А., Шечков Г.Т. Комплексный подход к утилизации отходов машиностроительных предприятий.// Вестник АлтГТУ. – Барнаул: Изд-во АлтГТУ, 1999. – № 2.- с.54-56.

11. Евстигнеев В.В., Лебедева О.А., Тубалов Н.П. Применение СВС-технологий для создания пористых каталитических нейтрализаторов./ Материалы межд. науч.-техн. конф. «Совершенствование быстроходных дизелей». - Барнаул: Изд-во АлтГТУ, 1999. – с. 136.

12. Евстигнеев В.В., Лебедева О.А., Тубалов Н.П., Яковлев В.И. Получение пористых изделий методом термосинтеза из промышленных отходов для решения экологических проблем // Проблемы и перспективы развития линейного производства. – Барнаул: изд. АлтГТУ, 1999. - Вып.1. – с. 190-191.с. 190-191.

13. Красов В.Н., Евстигнеев В.В., Тубалов Н.П., Лебедева О.А., Филиппов Г.Ю. Изучение некоторых свойств материала СВС-фильтров./ Сб. науч. тр. Алт.ГТУ им. И.И. Ползунова: “Самораспространяющийся высокотемпературный синтез: материалы и технологии.” – Новосибирск: Наука, 2001. – с. 40-43.

14. Лебедева О.А., Тубалов Н.П., Евстигнеев В.В., Красов В.Н., Пролубников В.И. Разработка промышленных фильтров на основе отходов машиностроения./ Сб. науч. тр. Алт.ГТУ им. И.И. Ползунова: “Самораспространяющийся высокотемпературный синтез: материалы и технологии.” – Новосибирск: Наука, 2001. – с. 44-47.

15. Евстигнеев В.В., Гусельников В.М., Лебедева О.А., Воронков Н.Г., Косса Е.Н., Вольпе Б.М. Шихта для получения пористого проницаемого материала. Патент SU1811683A3, 25.12.90

16. Вольпе Б.М., Евстигнеев В.В., Лебедева О.А., Косса Е.Н. Шихта на основе никеля для получения пористого проницаемого материала. Патент RU2009017C1, 150.03.94. Бюл.№5.

17. Лебедева О.А., Шечков Г.Т., Воронков Н.Г., Беседин С.Л. Шихта для получения пористого проницаемого материала. Патент №208 1731 опубл. 6.11.1991.

18. Лебедева О.А., Шечков Г.Т., Новоселов А.Л., Матиевский Д.Д. Способ получения меди из отходов производства. Патент № 2104318. Опубл. 1.07.1996.

19. Лебедева О.А., Шечков Г.Т., Шихта для получения пористого проницаемого материала. Патент RU2154550C1, 20.08.2000.

20. Лебедева О.А., Евстигнеев В.В., Тубалов Н.П., Яковлев В.И. Шихта для получения пористого проницаемого материала. Решение о выдаче патента № 112698/02 от 15.01.2002.

21. Лебедева О.А., Красов В.Н., Евстигнеев В.В., Тубалов Н.П. Способ получения сплава железа из отходов производства. Решение о выдаче патента № 2001115926/02 от 16.05.2002.