

Общие методические указания к составлению и защите отчетов по лабораторным работам

По каждой лабораторной работе студенты готовят письменный отчет. Содержание отчета определяется темой лабораторной работы и заданием на ее выполнение.

Отчет должен содержать 5 рубрик:

1. Цель работы. Как правило, целью работы является экспериментальное изучение зависимости свойств или строения материала от состава и обработки.

2. Материалы, оборудование, ход работы. Перечисляются названия и марки применяемых материалов и приборов. Описывается порядок выполнения работы.

3. Основные результаты. Приводятся требуемые таблицы и рисунки с результатами наблюдений. Таблицы должны иметь наименование и порядковый номер. Графики выполняются на масштабной сетке или миллиметровой бумаге и нумеруются. Измеряемые величины приводятся в СИ. Все графики должны иметь подписи.

4. Обсуждение результатов. Содержит теоретическое объяснение наблюдаемых фактов с обязательной ссылкой на рисунки и таблицы. Здесь же обсуждаются случаи аномальных результатов, их причины, пути устранения.

5. Выводы. Подводятся итоги работы: достигнута ли цель работы и в каком объеме.

К оформлению отчета предъявляются следующие общие требования:

1. Содержание должно излагаться в сжатой форме.

2. Отчет по каждой новой работе следует оформлять с новой страницы. С красных строк пишутся названия лабораторных работ и все рубрики.

3. Отчеты рекомендуется оформлять в учебной тетради в клетку. В конце семестра тетрадь с защищенными работами сдается преподавателю.

4. Каждый отчет выполнять объемом 2–3 страницы рукописного текста, включая рисунки и таблицы. Отчет должен быть написан аккуратно разборчивым почерком. Сокращения слов – только общепринятые.

Отчеты, не отвечающие перечисленным требованиям, возвращаются студентам для доработки. Каждый студент готовит отчет самостоятельно.

Студенты должны защищать отчеты по каждой лабораторной работе. Защищать работы рекомендуется в часы лабораторных занятий в сроки, указанные учебным графиком. Для успешной защиты студенты должны усвоить теоретическое обоснование работы, уметь применять эти знания практически, т. е. знать цели, методику проведения работы и обработки полученных результатов; уметь теоретически объяснить полученные результаты; знать ответы на контрольные вопросы по данной работе.

Техника безопасности при выполнении лабораторных работ по курсу "Порошковые композиционные материалы"

1. Запрещается работать на гидравлическом прессе без надзора со стороны преподавателя и лаборанта.

2. Не допускается работа студентов на приборах, прессовом оборудовании без предварительного инструктажа и подписи в журнале регистрации инструктажа по технике безопасности.

3. Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе с электрооборудованием, сообщенные преподавателем и вывешенные в каждой лаборатории.

Лабораторная работа № 1

Изучение свойств металлических порошков

Основные сведения

Металлические порошки с определенным химическим составом (включая примеси, загрязнения и газы) характеризуются физическими и технологическими свойствами. К физическим свойствам относятся форма и размеры частиц, удельная поверхность, пикнометрическая плотность и микротвердость. Технологические свойства реализуются в процессе производства порошковых материалов и включают насыпную плотность, текучесть, уплотняемость, прессуемость и формуемость.

Основные характеристики порошков регламентируют ГОСТы или технические условия.

Порошок состоит из частиц различной крупности, набор которых по размерам характеризуется гранулометрическим (фракционным) составом.

Фракция порошка – это диапазон размеров частиц между их максимальным и минимальным значением. Гранулометрический состав порошка – выраженное в процентах содержание частиц в определенных фракциях по отношению к их общему количеству. Средний размер частиц порошка можно подсчитать по формуле

$$D_{cp} = \frac{100}{\sum_{i=1}^n \frac{a_i}{D_{icc}}}, \quad (1)$$

где a_i – доля фракции с размером частиц D_i , в процентах по массе;

D_{icc} – средний арифметический размер частиц каждой фракции.

Для анализа гранулометрического состава порошка применяют ситовый, микроскопический, седиментационный и другие методы.

Насыпная плотность порошка – масса единицы его объема при свободной насыпке. Она определяется плотностью материала порошка, формой и размером частиц и состоянием их поверхности. Знание насыпной плотности необходимо при расчете объема полости матрицы прессформы. Величина, обратная насыпной плотности, характеризует объем, занимаемый единицей массы порошка, и называется насыпным объемом.

Текучесть порошка – способность перемещаться под действием силы тяжести – зависит от плотности материала, гранулометрического состава, формы, состояния поверхности и других факторов. Текучесть необходимо учитывать при выборе способа дозирования порошка при прессовании.

1. Оборудование и методика

1.1. Ситовый анализ

Распределение порошка по фракциям производят в соответствии с ГОСТ 18318–73 механическим разделением навески порошка 100 г (при насыпной плотности более $1,5 \text{ г/см}^3$) через набор сит, располагаемых одно под другим (рис. 1).

Станина 1 служит для монтажа всех узлов установки. Крышка 2 является несущей частью всех передаточных механизмов установки. Стол 3 предназначен для установки комплекта сит. Комплект сит 4 служит для определения зернового состава формовочного порошка.

Набор сит приводится во вращательное движение относительно смещенной оси вращения (без вращения самой оси) со скоростью 300 ± 15 об/мин при одновременном встряхивании набора вдоль оси с частотой 180 ± 10 ударов в

минуту. Собранные с каждого сита фракции взвешивают с точностью до 0,01 г с последующим определением процентного содержания относительно общей массы пробы по формуле

$$X = \frac{m_i}{m} \times 100\%, \quad (2)$$

где m_i – масса остатка на i – й сетке, г;

m – масса исходной навески, г.

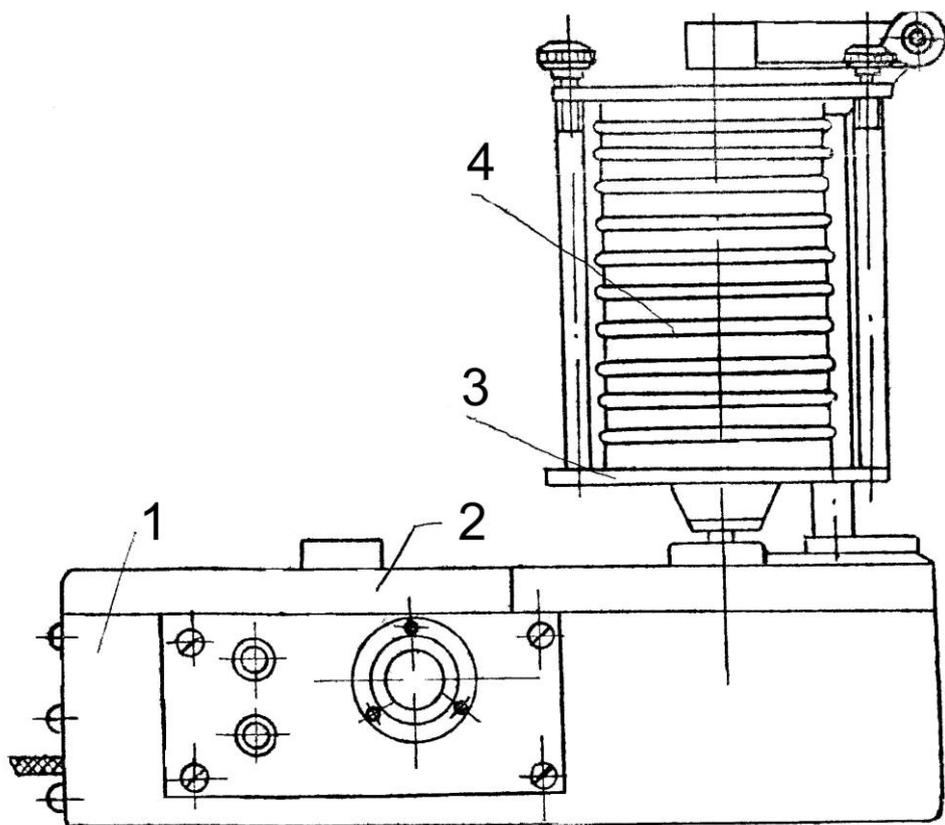


Рис. 1. Установка для отсева порошка:

1 – станина; 2 – крышка; 3 – стол; 4 – комплект сит

Характеристика набора сеток приведена в табл. 1. Всего в состав набора входят 29 сеток с номером от 004 до 1. Номер сетки соответствует размеру стороны ячейки сита в свету, мм.

С целью уменьшения трудоемкости ситового анализа в данной лабораторной работе использовали укрупненный набор сит, применяемый для определения размеров частиц песка.

Таблица 1

Характеристика сеток

№ сетки	Размеры стороны ячейки в свету, мм	Диаметр проволоки, мм	Количество проволок на 1 дм, шт.	Живое сечение сетки, %
004	0,040	0,030	1429,0	32,7
0045	0,045	0,036	1235,0	30,9
005	0,050	0,036	1163,0	33,8
0056	0,056	0,040	1042,0	34,0
0063	0,63	0,040	971,0	37,4
0071	0,071	0,050	826,0	34,4
008	0,080	0,050	769,0	37,9
009	0,090	0,060	666,0	36,0
01	0,100	0,060	625,0	39,1
0125	0,125	0,080	488,0	37,2
016	0,160	0,100	385,0	37,9
02	0,200	0,120	313,0	39,1
025	0,250	0,120	270,0	45,6
0315	0,315	0,160	211,0	44,0
04	0,410	0,160	178,0	51,0
05	0,500	0,250	133,0	44,4
063	0,630	0,300	107,0	45,9
07	0,700	0,300	100,0	49,0
08	0,800	0,300	91,0	53,0
09	0,900	0,400	76,9	47,9
1	1,000	0,400	71,4	51,0

Песок является оптимальным моделирующим порошковым материалом. Набор сит включает 11 сеток с размером ячеек от 0,05 до 2,5 мм. Рассев ведут в течение 15 минут, после чего прибор выключают, а остатки на каждом сите взвешивают и определяют массовую долю по формуле (2).

1.2. Микроскопический анализ

Размеры частиц от 1 до 100 мкм при их сферической или полиэдрической форме оценивают при помощи металлографического микроскопа по ГОСТ 23402-78. За размер частицы принимают измеряемую максимальную хорду частицы в горизонтальном или вертикальном направлении. Увеличение микроскопа подбирают в зависимости от размеров измеряемых частиц. Интервал размеров измеряемых частиц разбивают не менее чем на 6 частей (классов). Частицы, размер которых соответствует нижнему пределу класса, относят к классу более мелкому. В поле зрения должно находиться не более 150 частиц. Измерение частиц производят в поле зрения, ограниченном кругом с нанесенным диаметром. При этом учитывают все частицы внутри круга, а также все частицы, находящиеся на одной полуокружности и на одном конце проведенного диаметра.

1.3. Определение плотности

По ГОСТ 19440-74 насыпную плотность определяют на волюмометре или с помощью воронки, заполняя порошком мерную емкость фиксированного объема в 25 см³. Проба предварительно высушивается при 110°С.

Насыпную плотность $\gamma_{\text{нас}}$ определяют по формуле

$$\gamma_{\text{нас}} = P/V, \quad (3)$$

где P – масса насыпаемого порошка;

V – емкость мерного стакана.

Пикнометрическую (истинную) плотность определяют с помощью пикнометра. Пикнометр – это мерный сосуд. Его заполняют на 2/3 объема порошком и взвешивают, после чего оставшуюся часть объема заполняют

пикнометрической жидкостью, которая должна хорошо смачивать порошок и быть к нему инертной, обладать малой вязкостью.

Подсчет пикнометрической плотности производят по формуле

$$\gamma = \frac{P_2 - P_1}{V - \frac{P_3 - P_2}{\gamma_{ж}}}, \quad (4)$$

где P_1 – масса пикнометра;

P_2 – масса пикнометра с порошком;

P_3 – масса пикнометра с порошком и жидкостью;

V – объем пикнометра;

$\gamma_{ж}$ – плотность пикнометрической жидкости.

1.4. Порядок выполнения работы

Ситовый анализ. Выбранные сухие и чистые сита укладывают по возрастающему размеру ячеек одно над другим, поддон помещают под нижним ситом. Взвешенную пробу высыпают на верхнее сито и закрывают крышкой. Набор сит помещают на встряхиватель и включают его. Время отсева составляет 30 мин, если набор сит № 008 и менее. Если набор сит более крупный, время отсева уменьшается до 15 мин. По окончании отсева прибор отключают, снимают сита, а остатки материала отдельно с каждого сита переносят на глянцевую бумагу (при этом сито тщательно очищают мягкой кистью) и взвешивают. Расчет производят по формуле (2).

Результаты испытаний записывают по форме, приведенной в табл. 2, или в графическом виде.

Микроскопический анализ. Для исследования берут пробу порошка массой 0,5–1 г, затем ее рассыпают полоской длиной 7–8 см и разделяют на 7 или 8 приблизительно равных частей, четные части отбрасывают, а нечетные смешивают и повторно сокращают таким же образом. Из оставшегося

количества порошка стеклянной палочкой берут и переносят на предметное стекло небольшое количество исследуемого материала.

Таблица 2

Пример записи результатов определения гранулометрического состава кварцевого песка и железного порошка

№ сетки	Размер сторон ячеек сита, мм	Остаток на сите			
		Кварцевый песок		Железный порошок	
		Масса частиц, г	Вес, %	Масса частиц, г	Вес, %
2,5	2,5	0,22	0,3	–	–
1,6	1,6	0,8	1,1	–	–
1,0	1,0	4,8	6,8	0,9	1,8
0,63	0,63	6,5	9,3	9,2	18,4
0,4	0,4	10,2	14,5	13,0	26,0
0,315	0,315	16,1	23,0	10,5	21,0
0,2	0,2	22,9	33,0	7,0	14,0
0,16	0,16	7,15	10,1	5,0	10,0
0,1	0,1	0,7	1,0	1,5	3,0
0,063	0,063	0,12	0,2	2,2	4,4
0,05	0,05	–	–	0,5	1,0
Остаток	<0,05	–	–	0,03	0,06
Всего		69,49	99,3	49,83	99,66

К данной пробе добавляют 1–2 капли диспергирующей жидкости и полученную смесь равномерно распределяют на покровное стекло и осторожно надавливают во избежание выхода больших частиц за пределы стекла.

Размеры частиц измеряют при наблюдении отдельных полей зрения. Их выбирают на препарате, перемещая его на величину, большую диагонали прямоугольника или диаметра круга, ограничивающего поле зрения. Если порошок содержит частицы в большом интервале размеров, то малые и большие частицы наблюдают и измеряют при различных увеличениях.

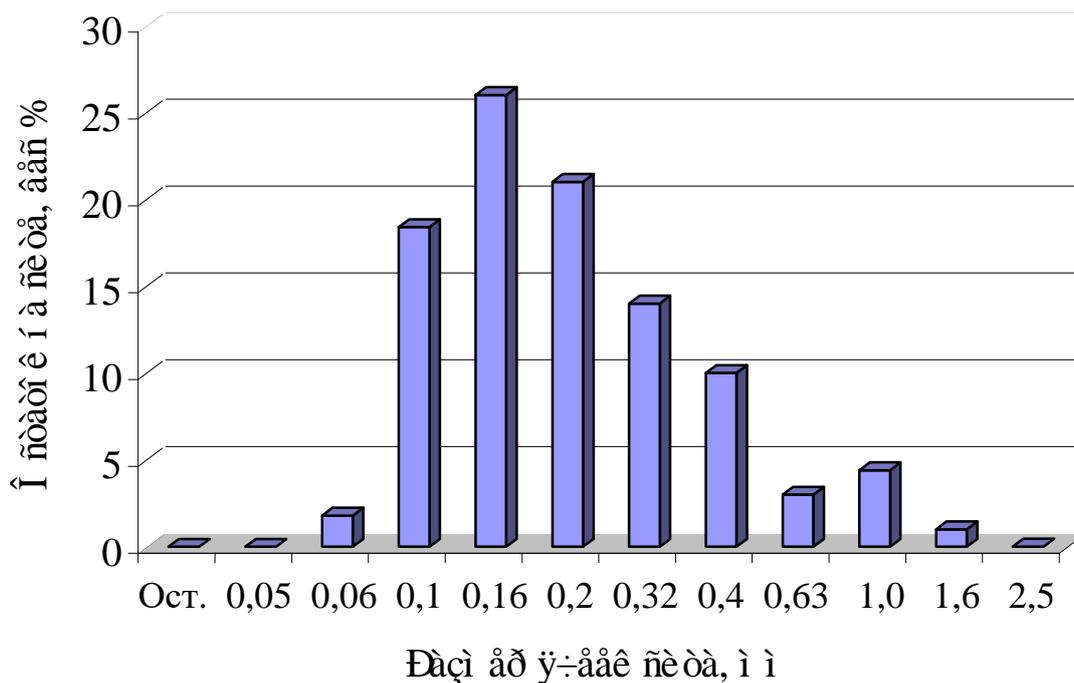


Рис. 2. Диаграмма, иллюстрирующая гранулометрический состав кварцевого песка

При малом увеличении учитывают только большие частицы, при большом увеличении – только малые. Подсчет частиц производят на 10–15 полях зрения при общем суммарном количестве измеренных частиц не менее 200.

1.5. Контрольные вопросы

1. Что такое гранулометрический состав порошка?
2. Что такое фракция порошка?
3. Что такое пикнометрическая плотность?
4. Какие жидкости могут использоваться в качестве пикнометрических?
5. Какие параметры порошка определяются пикнометрическим методом?
6. Как оценивается форма частиц, какое влияние она оказывает на прессуемость и механические свойства прессовок?

Лабораторная работа № 2

Влияние давления прессования на уплотнение порошка

2.1. Цель работы

Приобретение навыков при работе на гидравлическом прессе и определение прессуемости различных порошков.

2.2. Общие положения

Главным назначением процесса прессования различных порошков является формирование из них тела с заданной формой, размерами и плотностью. Сущность этого процесса заключается в образовании некоторого начального объема свободно насыпанного порошка в пресс-форме под воздействием давления. Объем порошкового тела при прессовании изменяется в результате смещения отдельных частиц, заполняющих пустоты между ними, и за счет деформации самих частиц.

Практически все исследования, связанные с установлением любых закономерностей или определением физико-механических свойств пористого тела в процессе деформации, сопровождаются определением плотности. Это объясняется тем, что свойства порошковых тел в значительной степени зависят от их относительной плотности. Относительная плотность Θ представляет собой выраженное в долях единицы или в процентах отношение реальной плотности изделия γ_p к плотности, которую имело бы беспористое (компактное) изделие γ_k :

$$\Theta = \gamma_p / \gamma_k; \text{ или } \Theta = \gamma_p / \gamma_k \times 100\%. \quad (5)$$

Пористость, наряду с плотностью, является одной из важнейших характеристик порошковых изделий и выражается либо в процентах, либо в долях единицы.

Зная реальную плотность изделия γ_p и теоретическую γ_k , легко рассчитать общую пористость $\Pi_{об}$:

$$\Pi_{об} = (\gamma_k - \gamma_p) / \gamma_k \times 100\%. \quad (6)$$

Идентичные результаты можно получить по формуле

$$\Pi_{об} = (V_p - V_k) / V_k, \quad (7)$$

где V_p – объем пористого тела;

V_k – объем компактного тела равной массы.

Относительный объем β показывает, во сколько раз объем пористого (реального) тела больше объема компактного тела одинаковой массы:

$$\beta = V_p / V_k = \gamma_k / \gamma_p. \quad (8)$$

Реальную плотность определяют делением массы изделия M на его объем V_p :

$$\gamma_p = M / V_p. \quad (9)$$

Массу изделия определяют взвешиванием на весах, выбор которых зависит от требуемой точности измерения и размеров изделия. Объем изделия определяют либо расчетом путем обмера размеров, либо гидростатическим взвешиванием. Графики зависимостей изменения относительной плотности прессовки от давления прессования имеют большое практическое значение при оценке свойств порошков и разработке технологии изготовления изделий из них. Построение диаграммы прессования возможно путем определения плотности брикетов, получаемых при различных давлениях в стальной пресс-форме (рис. 3).

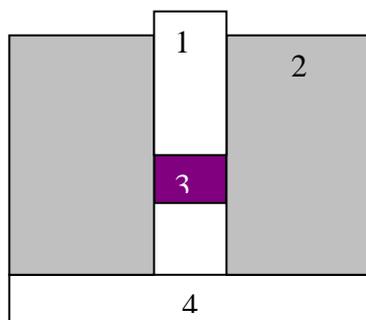


Рис. 3. Пресс-форма для прессования порошков:

1 – верхний пуансон; 2 – матрица; 3 – брикет; 4 – нижний пуансон

В общем виде идеализированную диаграмму прессования порошка схематически можно выразить кривой с тремя характерными участками (рис. 4). Первый участок (а) отражает интенсивное нарастание плотности за счет перемещения частиц и более плотной их упаковки (структурная деформация), второй участок (б) характеризуется существенным сопротивлением сжатию частиц порошка при увеличении давления прессования (упругая деформация), третий участок (в) показывает вклад пластической деформации в нарастание плотности прессовки.

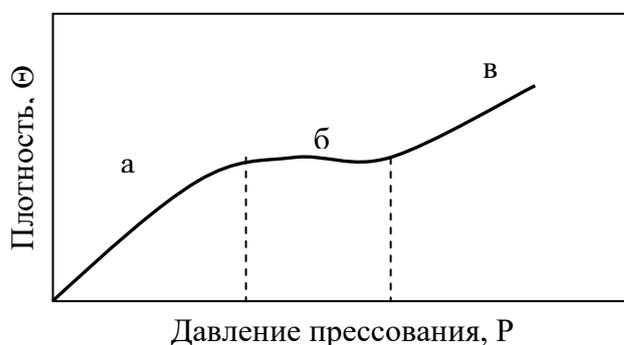


Рис. 4. Общий вид кривой уплотнения порошка

Прессуемость порошков зависит как от твердости, пластичности металлов и их способности к деформации, так и от формы и размера частиц, гранулометрического состава, состояния поверхности, степени ее окисленности и других характерных свойств порошкообразных материалов.

Уравнения Бальшина связывают плотность прессовок с давлением прессования и свойствами прессуемого порошка:

$$\lg P = - m \times \lg \beta + \lg P_{\max}; \quad (10)$$

$$\lg P = m \times \lg \Theta + \lg P_{\max}, \quad (11)$$

где P — давление прессования;

P_{\max} — давление прессования, обеспечивающее получение практически беспористой прессовки;

β — относительный объем прессовки;

Θ — относительная плотность (в долях единицы) прессовки;

m – показатель прессования, зависящий от свойств прессуемого материала, $m \geq 3$ для любых металлических порошков.

Для идеального процесса прессования при отсутствии в нем трения (трение прессуемого порошка о стенки матрицы пресс-формы) и наклепа (упрочнение при пластической деформации) материала в окрестностях зоны контактных частиц уравнения (1) и (2) принимают вид

$$P \times \beta^m = P_{\max} = P_k = \text{Const} \quad (12)$$

или
$$P/\Theta^m = P_{\max} = P_k = \text{Const}, \quad (13)$$

где P_k – критическое давление прессования, равное по величине давлению истечения.

При выводе уравнения Бальшина сделаны следующие допущения:

1. Упрочнение при пластических деформациях материала в окрестностях контактной зоны отсутствует, что обуславливает постоянство контактных напряжений.
2. Закон Гука соблюдается и для пластической области.
3. Материал частицы в зоне контакта находится в напряженном состоянии, близком к одноосному сжатию.
4. Деформирование компактного и порошкового материалов происходит идентично.

В графической форме уравнение прессования дает прямую линию (рис. 5).

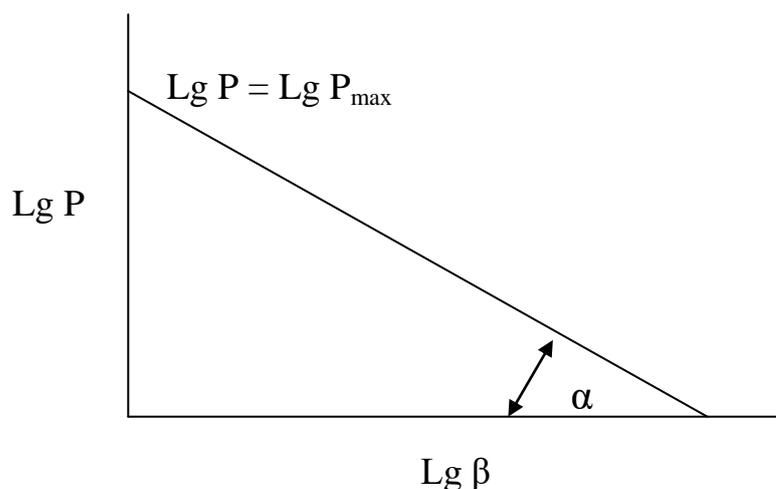


Рис. 5. Логарифмическая диаграмма прессования

Тангенс угла наклона прямой к оси абсцисс численно равен показателю прессования m , а отрезок, отсекаемый прямой от оси ординат, равен логарифму максимального давления прессования P_{\max} .

При прессовании различных материалов часто наблюдается отклонение от прямолинейной зависимости. Если кривая имеет изгиб выпуклостью вниз, то это означает, что контактное напряжение не остается постоянным, а растет с повышением давления прессования. В случае когда кривая имеет выпуклость вверх, наружные слои частиц порошка оказываются более твердыми, чем внутренние, например из-за окисления.

Уравнения прессования (10), (11) не имеют физического смысла при начальных условиях прессования и справедливы только для области средних и относительно высоких давлений прессования и плотности прессовки.

2.3. Методика проведения эксперимента

Исследование прессуемости различных порошков проводят на лабораторных гидравлическом или механическом прессах.

Взвешиваем по 5 навесок из заданного порошкового материала, каждая массой по 5 граммов. Давление прессования используется (ориентировочно) 0,5; 1; 2; 4 и 6 тонн/см²

Каждый студент работает самостоятельно, выполняет работу с навеской и производит прессование по указанию преподавателя.

При расчете плотности материала следует учесть, что прессование проводится в стальной цилиндрической пресс-форме с внутренним диаметром 10 мм.

Перед каждым прессованием полость матрицы и пуансон тщательно очищаются и смазываются машинным маслом. После прессования полученный брикет обмеряют с помощью штангенциркуля и взвешивают на аналитических весах. Затем рассчитывают относительную пористость,

относительную плотность и другие параметры, требуемые для выполнения индивидуального задания.

Данные, полученные студентами, представляются в виде графических зависимостей в соответствии с вариантами задания.

2.4. Порядок выполнения работы и обработки результатов

Работу по указанию преподавателя выполняют с 2–3 видами порошков или смесей (по 2–3) образца по одному из следующих вариантов.

Вариант 1. 2–3 вида порошка с известными характеристиками, но отличающиеся способностью к деформированию, например, медь, железо, алюминий, хром.

Вариант 2. 2–3 вида порошка из смесей одного и того же состава, но имеющие различные физические и технологические свойства, например порошки железа, полученные разными способами.

Каждый вариант разрабатывается следующим образом.

Полученные экспериментальные данные записать в табл. 3.

По данным табл. 3 построить следующие зависимости:

а) относительной плотности прессовки от давления прессования $\Theta = f(P)$;

б) пористости прессовки от давления прессования $\Pi = f(P)$;

в) относительной плотности и относительного объема прессовки от давления прессования в логарифмических координатах $\lg \Theta = f(\lg P)$ и $\lg \beta = f(\lg P)$.

Логарифмические значения величин уравнения прессования в зависимости от приложенного давления предварительно записать в виде табл. 4.

Графически определить коэффициенты уравнения прессования P_{\max} и m и внести в табл. 4. Если m не постоянно, то следует определить два значения показателя прессования для двух выбранных значений (минимального и максимального) по формуле

$$m = 2 + \Theta / \Delta\Theta, \quad (14)$$

где $\Delta\Theta = \Theta - \Theta_0$, а Θ_0 – относительная плотность исходного порошкового тела до приложения нагрузки.

Таблица 3

Результаты определения параметров прессования образцов

	Размеры прессовки			Вес, г	Относит. плотность, Θ , %	Относит. объем, β , %	Метод получения порошка
	D, см	H, см	V, см ³				
Алюминий							Механическое измельчение
Медь							Электролиз
Железо							Восстановление
Легированная сталь							Распыление расплава

Таблица 4

Численные значения величин уравнения прессования

Материал порошка	Давление прессования P, т	Lg P	Lg Θ	Lg β	P _{max}	Lg P _{max}	Показатель прессования m
Алюминий							
Медь							
Железо							
Легированная сталь							

Лабораторная работа № 3

Определение усилия прессования, затрачиваемого на определение внешнего трения порошка о стенки пресс-формы

3.1. Цель работы

Научиться определять усилие прессования, затрачиваемое на преодоление внешнего трения, и работать на гидравлическом прессе.

3.2. Общие положения

Энергия, затраченная на прессование порошка, расходуется на преодоление трения между частицами и внешнего трения (между частицами и стенками прессформы), а также на деформирование частиц. В результате плотность брикета оказывается неравномерной как по диаметру, так и по его высоте.

Неоднородное распределение плотности по объему брикета обусловлено затратой усилия прессования на преодоление внешнего трения порошка о контактирующую с ним поверхность пресс-формы и торцевые поверхности верхнего и нижнего пуансонов. Потери давления прессования на преодоление внешнего трения могут составлять до 80–90% от общего усилия прессования. На величину потерь давления прессования оказывает влияние природа и химический состав материала порошка, форма и размер его частиц и другие факторы. Для уменьшения потерь на внешнее трение в порошок вводят смазки, которые подразделяют на инертные и поверхностно-активные. Под действием внешнего трения матрица пресс-формы оказывает давление на опорную поверхность.

Межчастичное трение, влияя на величину уплотнения порошка, не вызывает появления градиента плотности по высоте и сечению брикета. Потеря давления прессования на трение порошка о стенки пресс-формы определяется по формуле

$$\Delta P / P = 4 \times f \times \xi \times (h / D), \quad (15)$$

где f – коэффициент трения частиц порошка о стенки пресс-формы;

ξ – коэффициент бокового давления;

h – высота прессовки, мм;

D – диаметр пресс-формы, мм.

Считается, что величина произведения $4 \times f \times \xi$ является постоянной для данной площади поперечного сечения брикета, не зависящей от давления прессования. С ростом давления наблюдается увеличение ξ и соответствующее уменьшение f из-за притирания и выглаживания поверхности частиц. Численное значение произведения $4 \times f \times \xi$ колеблется в пределах 3–5% , т.е. остается примерно постоянным в широком интервале давлений прессования. Величина ξ может быть определена по формуле

$$\xi = v / (1 - v), \quad (16)$$

где v – коэффициент Пуассона.

Коэффициент внешнего трения f рассчитывают по формуле

$$f = (2,97 \times M_{тр}) / P_d, \quad (17)$$

где $M_{тр}$ – момент сил внешнего трения на торце пуансона;

P – усилие пресса;

d – диаметр пуансона.

Коэффициент внешнего трения находится также по опытным кривым в зависимости от давления прессования для железного (а) и медного (б) порошков (рис. 6). Потери давления прессования на преодоление внешнего трения можно определить прямым опытным путем по методике, приведенной ниже.

3.3. Методика проведения эксперимента

Для определения потерь давления на преодоление внешнего трения используют пресс-форму, изображенную на рис. 7

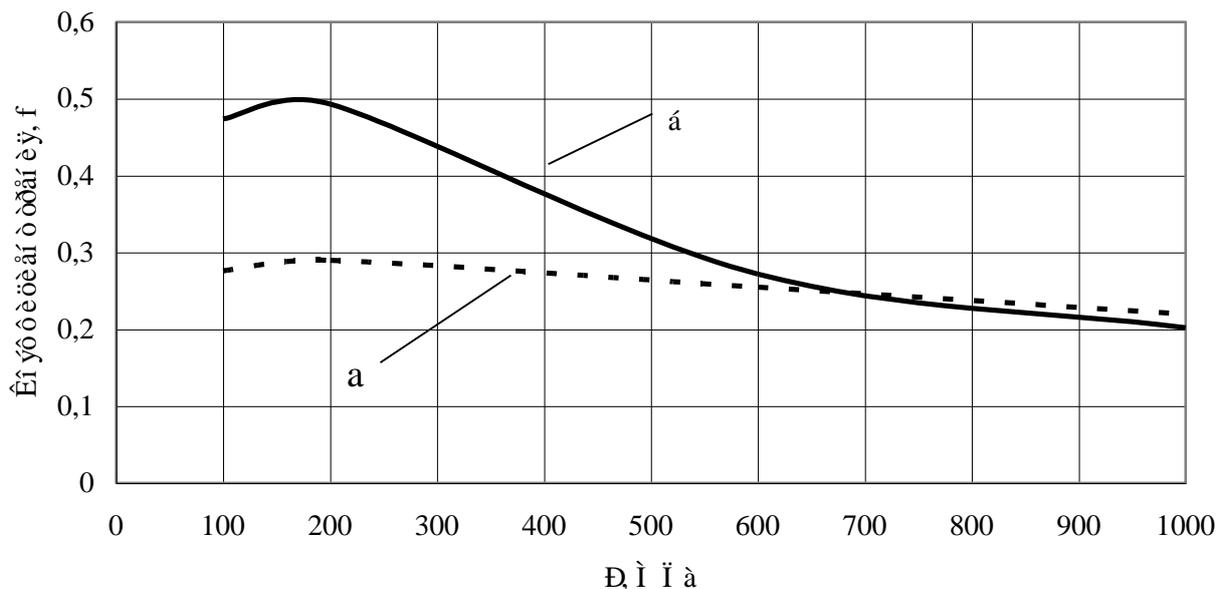


Рис. 6. Зависимость коэффициента внешнего трения от давления прессования для железного (а) и медного (б) порошков

В процессе прессования усилие N передается порошку и через него пуансону N_1 . Поместив закаленный стальной шарик на пластичную прокладку на верхнем пуансоне, можно определить усилие N как произведение площади отпечатка шарика на прокладке на предел текучести материала прокладки σ_T :

$$N = F \times \sigma_T. \quad (18)$$

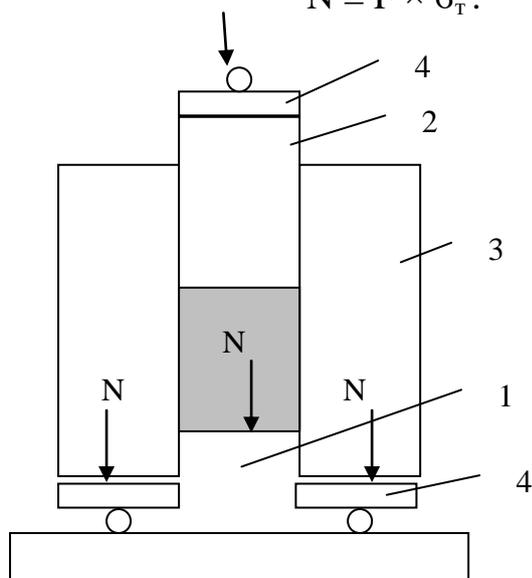


Рис. 7. Пресс-форма для определения потерь давления прессования на преодоление внешнего трения:

1 – нижний пуансон; 2 – верхний пуансон; 3 – матрица; 4 – прокладки

Сила трения порошка о стенки матрицы N_2 передаются пластичной прокладке, находящейся на 3-х опорных шариках. Усилие N_2 можно вычислить как произведение суммы площадей 3-х отпечатков шариков $3F_2$ на прокладке на предел текучести материала прокладки:

$$N_2 = 3F_2 \times \sigma_T \quad (19)$$

Доля давления, теряемого при трении, будет равна отношению соответствующих площадей отпечатков шариков на прокладках:

$$\Delta P = 3F_2 / F, \quad \Delta P = 3F_2 / F \times 100\%. \quad (20)$$

3.4. Порядок выполнения работы

По указанию преподавателя студенты выполняют работу по одному из вариантов.

Вариант 1. Порошки чистых металлов (Fe, Cu, Cr) прессуют при давлении от 50–200 МПа (0,5; 1; 1,5; 2 т/см²).

Вариант 2. Порошки смесей (Al, Fe, Cu, Cr) прессуют при давлении от 50–200 МПа (0,5; 1; 1,5; 2 т/см²).

В обоих вариантах нужно следить за тем, чтобы отпечатки шариков не накладывались друг на друга, чтобы шарики опирались на ровную чистую поверхность.

3.5. Обработка результатов эксперимента

1. Измерить микрометром диаметры шариков.
2. Измерить с помощью измерительной лупы диаметры отпечатков шариков на прокладках.
3. Рассчитать суммарную площадь поверхностей сегментных отпечатков на каждой из прокладок.
4. Определить величину потерь давления на внешнее трение порошка о стенки матрицы по опытным данным и сравнить расчетным путем полученные значения.

5. Построить графики зависимостей: потерь на трение от усилия прессования и потерь на трение от состава прессуемого материала. Дать объяснение полученных результатов.

6. Оформить отчет по работе.

3.6. Контрольные вопросы

1. Объясните последовательность действий при выполнении работы.

2. Назовите причины, вызывающие потери давления при прессовании порошков.

3. Назовите факторы, способствующие уменьшению потерь давления на трение.

4. Как рассчитать площадь отпечатка?

5. Как измерить диаметр отпечатка и диаметр шарика?

6. Объясните влияние олова и графита на уменьшение потерь давления на внешнее трение порошка.

7. Объясните, почему и как величина и форма поверхности частиц порошка влияет на потери давления, связанные с преодолением трения порошка о стенки пресс-формы.

8. Объясните, для чего необходимо знать величину потерь давления прессования на внешнее трение порошка.

9. Почему прокладки должны быть из одного материала?

Лабораторная работа № 4

Спекание однокомпонентных систем

4.1. Цель работы

Приобретение навыков изотермического спекания однокомпонентных систем.

4.2. Общие указания

Твердофазное спекание однокомпонентных металлических систем является одним из наиболее распространенных в практике порошковой металлургии.

При нагревании формовок удаляются адсорбированные газы и влага, смазочные и связующие вещества, восстанавливаются оксидные пленки, если спекание проводится в восстановительной среде, что приводит к образованию металлических контактов между соприкасающимися частицами.

При повышении температуры атомы приобретают дополнительную подвижность (в первую очередь на свободных поверхностях), перемещаются в сторону уменьшения запаса свободной энергии, т.е. с выступов с большим запасом свободной энергии во впадины, углубления на поверхности частиц. В брикете происходят рост и упрочнение контактов, сглаживание поверхностей частиц и сфероидизация пор. Поверхностная диффузия атомов, способствуя упрочнению всего брикета, не приводит к усадке спекаемого порошкообразного тела.

Заращение пор при спекании происходит путем объемной самодиффузии атомов. Одним из основных механизмов усадки при спекании является ползучесть (диффузионный крип). Она состоит в направленном перемещении вакансий от поверхности, где приложено давление, к свободным поверхностям (границам зерен) и соответственно в обратном движении атомов. Это направленное перемещение атомов приводит к макроскопической деформации формовок при спекании или усадке.

Скорость усадки на разных стадиях процесса спекания различна. Характерной особенностью кинетики усадки является ее высокая скорость в начальный период и постепенное замедление по мере изотермической выдержки. Другой важной особенностью процесса усадки брикетов при

спекании является то, что после изотермической выдержки, когда усадка практически прекратилась, при дальнейшем повышении температуры снова наблюдается увеличение скорости усадки.

Для большинства металлов температура спекания находится в пределах 0,7–0,8 $T_{пл}$. Режим спекания определяется не только температурой, но и длительностью выдержки: чем выше температура, тем меньше может быть выдержка. Как правило, режим спекания подбирается в каждом отдельном случае в зависимости от требуемых свойств готового изделия.

На свойства спеченного изделия большое влияние оказывает атмосфера в печи. Часто в качестве газовой среды при спекании используют хорошо очищенный водород или более дешевые газы и газовые смеси (азот, диссоциированный аммиак и др.). В некоторых случаях применяют спекание в засыпке из древесного угля, графита или отработанного карбюратора и образующийся оксид углерода обеспечивает защиту нагреваемых порошковых тел от окисления. В ряде случаев, например при спекании изделий из титана и его сплавов, процесс проводят в вакууме.

Обычно практическая задача спекания состоит в получении изделий с заданной или допустимой пористостью. Процесс уплотнения при спекании можно описать уравнением Ивенсена

$$(dV/d\tau)_1 / (dV/d\tau)_2 = (V_1 / V_2)^n, \quad (21)$$

где V_1 – объем пор после времени спекания τ_1 ;

V_2 – объем пор после времени спекания τ_2 .

Если в уравнение ввести скорость относительного сокращения объема пор в момент начала изотермического спекания, то скорость относительного сокращения объема пор после уменьшения объема до V

$$DV/d\tau \times V = -q \times (V / V_n)^m, \quad (22)$$

где V_n – начальный объем пор;

$q = dV/d\tau \times V_n$ – скорость относительного сокращения объема пор в

начале изотермического процесса спекания при $\tau = 0$; $m = n-1$.

При отсутствии влияния факторов, искажающих ход уплотнения, зависимость, выражаемая уравнением (22), наблюдается практически в любых условиях спекания однофазных тел. Уравнение действительно как для материалов, обнаруживающих быстрое изменение скорости уплотнения во времени, так и для порошков, скорость уплотнения которых снижается относительно медленно.

Интегрирование уравнения (22) приводит к выражению, описывающему изменение объема пор во времени:

$$V = V_n \times (q \times m \times \tau + 1)^{-1/m}. \quad (23)$$

Величины V и V_n могут быть измерены в любых, в том числе относительных, единицах. В описанных далее расчетах объем пор в спрессованном теле обозначен V_n . Величина V , определяемая в этом случае по уравнению (23), равна V_c/V_n , где V_c – объем пор после некоторой изотермической выдержки.

$$V_n = V_{c_0} / V_n. \quad (24)$$

Здесь V_{c_0} – объем пор при $\tau = 0$.

Величину относительного сокращения объема пор можно выразить в виде

$$V_c / V_n = (d_k \times V_c / V_n - d_n) / (d_k - d_n), \quad (25)$$

где d_k – плотность компактного материала;

d_n – плотность спрессованного брикета до спекания;

V_n , V_c – объем брикета после прессования и спекания соответственно.

Пористость спеченного брикета

$$\Pi = (V_c - V_k) / V_c. \quad (26)$$

Отсюда $V_c = V_k / (1 - \Pi).$ (27)

Из уравнений (24) и (23) следует:

$$V_n \times (q \times m \times \tau + 1)^{-1/m} = (d_k \times V_c / V_n - d_n) / (d_k - d_n). \quad (28)$$

Подставляя выражение (27), получим

$$V_n \times (q \times m \times \tau + 1)^{-1/m} = (d_k \times V_k / (V_n \times (1 - \pi)) - d_n) / (d_k - d_n). \quad (29)$$

Учитывая, что масса брикета $M = d_k \times V_k$, из уравнения (29) для оценки величины пористости получим следующее выражение:

$$\pi = 1 - M / \{V_n [V_n \times (q \times m \times \tau + 1)^{-1/m} \times (d_k - d_n) - d_n]\}, \quad (30)$$

В данном уравнении известными величинами являются M , V_n , τ , d_k и d_n . Значение V_n при $\tau = 0$ следует получить экспериментально.

Константы q и m , значения которых зависят от температуры спекания, рассчитываются по уравнениям

$$Q = -3,014 + 4,64 \cdot 10^{-3} \cdot T; \quad (31)$$

$$M = 101\,147 - 0,18 T + 8,2 \cdot 10^{-5} T^2. \quad (32)$$

Таким образом, при заданной температуре спекания можно однозначно решить уравнение (30) для определения пористости после заданного времени изотермического спекания.

При выполнении работы следует помнить, что наиболее полно и эффективно спекание происходит при температуре 0,7–0,8 абсолютной температуры плавления материала брикета. Кроме того, использованное при формировании брикетов давление не должно превышать определенного значения, выше которого образцы становятся "перепрессованными" и при спекании может произойти не усадка, а увеличение линейных размеров образцов. Обозначим элемент в уравнении (30), расположенный в знаменателе, символом G :

$$G = V_n \times (q \times m \times \tau + 1)^{-1/m}; \quad (G \leq 0,98). \quad (33)$$

В противном случае будет нарушен признак неискаженности процесса спекания (терминология В.А. Ивенсена).

4.3. Порядок выполнения работы

Спекание проводят в муфельной или трубчатой электропечи сопротивления.

По указанию преподавателя работа выполняется по одному из вариантов.

Вариант 1. Каждый студент изготавливает (получает) комплект брикетов из медного порошка. В комплект входят образцы, полученные прессованием в стальной прессформе при давлении:

0,5 т/см² – 2 шт.; 1 т/см² – 2 шт.; 2 т/см² – 6 шт.; 4 т/см² – 2 шт.;

Каждый образец необходимо взвесить на технических весах, измерить его диаметр и высоту, нанести метку.

Образцы укладывают в три железных или алундовых тигля (коробки) № 1–3 и засыпают графитовой крупкой. Укладка образцов производится в следующем порядке: вначале в каждый тигель укладывают по 2 образца, полученных при давлении прессования 2 т/см², затем в один из тиглей (по указанию преподавателя) укладывают все оставшиеся от исходного комплекта образцы.

Длительность спекания отсчитывается с того момента, когда тигель (коробка) с образцами прогреется до заданной температуры. Коробка № 1 с двумя образцами, полученными при давлении 2 т/см², выдерживается в печи в течение 20 минут. Тигель № 2 с образцами, полученными при давлении 0,5; 1; 2 и 4 т/см² (по 2 шт. для каждого давления), выдерживается 40 минут, тигель № 3 с двумя образцами, аналогичными загрузке в № 1, выдерживается 60 минут. После окончания выдержки при спекании тигель с образцами вынимают из печи и охлаждают на воздухе до комнатной температуры.

Брикеты необходимо взвесить на технических весах, измерить микрометром диаметр и высоту, рассчитать плотность и пористость.

Вариант 2. Выполнить операции, описанные в варианте 1. Дополнительно студент получает еще 2 образца, которые прессованы при давлении 2 т/см². Измерить объем, массу, рассчитать плотность брикетов. Образцы помещают в коробку (тигель) № 4, загружают в нагревательное устройство и выдерживают до достижения заданной температуры спекания, извлекают из зоны нагрева, охлаждают и определяют объемную усадку этих образцов.

4.4. Постановка задачи и обработка результатов

1. Заданы плотность компактного материала d_k , температура плавления металла, из которого изготовлен брикет (для меди 1083°C), длительность изотермического спекания (20, 40 и 60 мин, шаг 20 мин).

2. Согласно набору значений выдержек при изотермическом спекании получить по уравнению (9) соответствующие значения пористости спеченных образцов.

3. Получить значения пористости в зависимости от длительности изотермического спекания и температуры спекания.

4. Построить график зависимости пористости от длительности изотермической выдержки при заданной преподавателем температуре.

4.5. Требования к отчету по работе

Отчет по работе должен содержать: описание опытов (с учетом индивидуального задания); теоретическую часть; таблицы и графики по результатам экспериментов и расчетов; анализ результатов.

4.6. Контрольные вопросы

Проверка готовности к проведению работы

1. Перечислите процессы, происходящие при твердофазном спекании.
2. Дайте характеристику сил, приводящих к усадке брикетов.
3. Охарактеризуйте изменение объема брикета при спекании со ступенчатым изменением температуры в печи.
4. Перечислите факторы, влияющие на величину усадки при спекании.
5. Объясните, как производится выбор температуры спекания.
6. Объясните влияние атмосферы на ход процесса спекания.

Основные вопросы для сдачи работы

1. Объясните влияние давления прессования на усадку при спекании.
2. Дайте характеристику кинетики; уплотнения при спекании однокомпонентных систем,
3. Объясните возможные причины отклонений в экспериментальных и расчетных результатах определения пористости спеченных брикетов.
4. Охарактеризуйте влияние длительности спекания на усадку и прочность спеченных брикетов.

Лабораторная работа № 5

Микроструктурный анализ порошковых сплавов

5.1. Цель работы

Приобретение навыков микроструктурных исследований порошковых твердых материалов.

5.2. Общие положения

Широко применяемые порошковые твердые сплавы представляют собой карбиды металлов, цементированные металлами железной группы. Эти материалы сочетают большую твердость и прочность с высоким сопротивлением износу, что позволяет их использовать для изготовления ответственных конструкционных изделий и высокопроизводительного режущего инструмента (резцы, дисковые ножи и т. п.).

Технология получения наиболее распространенных сплавов типа ВК включает:

- 1) получение порошков вольфрама и кобальта;
- 2) приготовление карбидов вольфрама за счет науглероживания порошка вольфрама в среде углеводородов при 1300°C ;
- 3) приготовление смесей, соответствующих составу заданной марки твердого сплава;
- 4) прессование. В связи с малой пластичностью при прессовании вводят пластификатор – стеарат цинка. Давление прессования составляет 50–150 МПа;
- 5) спекание. Спекание твердых сплавов проходит только в присутствии жидкой фазы. Механизм такого спекания следующий: сначала происходит диффузия в твердой фазе, затем с появлением жидкой фазы происходит интенсивное уплотнение за счет перемещения частиц жидкостью под действием сил поверхностного натяжения, перекристаллизация карбидов через жидкую фазу и дополнительное уплотнение за счет срастания зерен. На рис. 8 приведен упрощенный вид разреза по линии Co–WC диаграммы состояния системы W–C–Co, из которого видно, что в кобальте растворяется около 5–10% WC с образованием γ -фазы, представляющей собой однородный твердый раствор кобальт – углерод – вольфрам, а при 35% WC сплав дает эвтектику с температурой плавления $1300\text{--}1370^{\circ}\text{C}$ (по данным разных авторов). Температура спекания при изготовлении технических сплавов WC–Co обычно составляет $1350\text{--}1480^{\circ}\text{C}$.

Количество жидкой фазы зависит от состава сплава и от температуры спекания. Чем больше состав сплава приближается к эвтектическому и чем выше температура нагрева, тем больше образуется жидкой фазы.

В заэвтектических сплавах, к которым относятся практически все существующие в настоящее время твердые сплавы, при продолжительной выдержке в процессе спекания между жидкостью и твердой карбидной фазой устанавливается подвижное равновесие, сопровождающееся растворением мелких карбидных частиц в жидкости и одновременно ростом крупных

кристаллов карбидов. При этом крупные частицы карбида, имеющие после размола острые выступы и углы, приобретают форму хорошо ограненных кристаллов. При охлаждении после окончания выдержки, при температуре спекания из жидкой фазы на основе кобальта выделяются избыточные кристаллы WC.

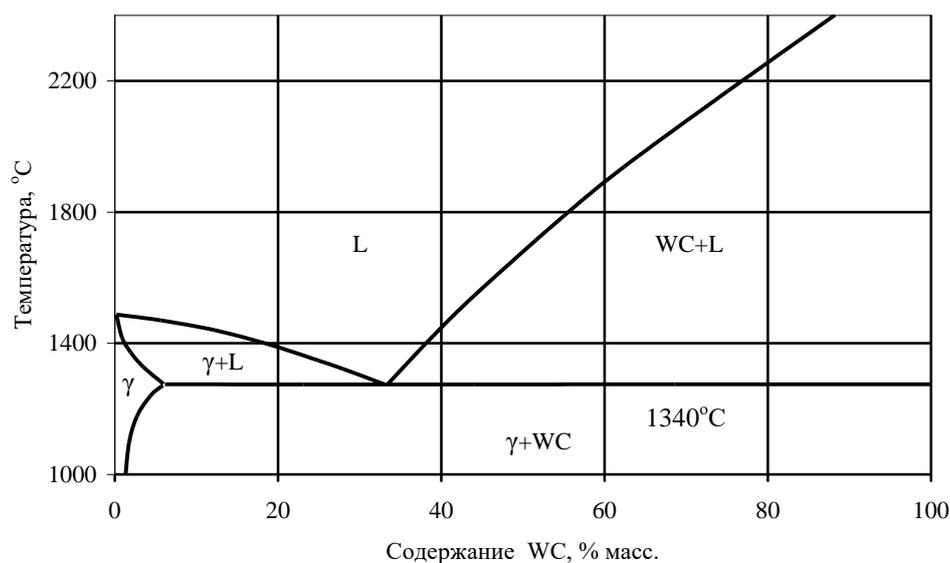


Рис. 8. Разрез по линии Co–WC диаграммы состояния системы W–C–Co

Затем по мере понижения температуры в соответствии с диаграммой состояния должна была бы начаться кристаллизация двойной эвтектики γ +WC. Однако структура всех технических сплавов WC–Co представлена кристаллами фазы WC и участками кобальтовой фазы (рис. 9). Два вида кристаллов WC, т. е. кристаллы исходного порошка и кристаллов, выпавшие при охлаждении из жидкой кобальтовой фазы, не наблюдаются. Следовательно, выпадающий из расплава карбид вольфрама кристаллизуется на имеющихся в большом избытке исходных кристаллах WC. На этих готовых центрах кристаллизации выделяется также карбидная составляющая WC эвтектического раствора. В окончательно охлажденном сплаве цементирующая кобальтовая фаза содержит незначительное количество карбида вольфрама, обладает высокой вязкостью и прочно связывает карбидные зерна.



Рис. 9. Структура сплавов WC–Co с содержанием кобальта 10% [травление щелочным раствором $K_3Fe(CN)_6$], $\times 1360$

Усадка при спекании начинается от температур порядка $1200^{\circ}C$, однако наиболее интенсивно она проходит при несколько более высоких температурах и достигает в зависимости от состава сплава 20–30% (линейная усадка) или 40–50% (объемная усадка).

Процесс спекания сплавов ТК и ТТК аналогичен рассмотренному, но температура изотермической выдержки выше и составляет $1450–1550^{\circ}C$. Спекание проводят в водороде или вакууме. Для спекания в водороде используют муфельные печи с нихромовыми и молибденовыми нагревателями. При спекании применяют засыпки, предохраняющие спекаемые изделия от обезуглероживания и окисления.

Спекание в вакууме осуществляют в индукционных печах периодического действия или печах сопротивления непрерывного действия. Время выдержки при температуре спекания зависит от формы и толщины спекаемого изделия и колеблется от одного до нескольких часов. После спекания изделия очищают в пескоструйных аппаратах. Затем их направляют на разбраковку в отдел технического контроля. Разбракованные изделия маркируют и отправляют потребителю.

За последние двадцать лет широкое распространение получил метод изготовления изделий из пластифицированных твердосплавных заготовок.

Сущность его заключается в том, что сначала прессуют брикеты простой формы, например пластинки, диски, цилиндры; затем пропитывают их расплавленным парафином и подвергают механической обработке с целью придания требуемой формы, получение которой прессованием зачастую абсолютно исключено; после отгонки парафина полученные заготовки спекают. Этим методом, например, готовят изделия для часовой промышленности. Разновидностью метода пластифицирования является метод производства изделий со спиральной поверхностью, например сверл; подогретую смесь продавливают через фильеру, имеющую форму получаемого изделия. Улучшения свойств твердых сплавов существующих марок достигают в результате усложнения состава карбидной составляющей твердых сплавов, а также усложнения состава цементирующей составляющей твердых сплавов.

Существуют сплавы на основе алюминия и карбида титана, а также группа сплавов, имеющих в составе двуокись циркония, окись бериллия, карбиды молибдена, циркония, ванадия, и других тугоплавких соединений.

5.3. Методика проведения эксперимента

Образцы порошковых твердых сплавов марок ВК, ТН и др. запрессовываются в пластмассовые таблетки. Для этих целей используется пресс «Пнемет», предназначенный для формовки прессованием термореактивного фенольного слоя и термореактивных порошков. Загружаются образец и порошок в формовочный цилиндр, накладывается давление $0,7 \text{ МН/м}^2$ и включается нагреватель. Когда температура достигнет $135\text{--}150^\circ\text{C}$ давление повышается до 29 МН/м^2 , затем нагреватель отключается и извлекается таблетка с запрессованным образцом. Для металлографического исследования изготавливается микрошлиф. Поверхность запечатанных в таблетку образцов следует обработать алмазным инструментом с последующей полировкой на специальном полировальном станке. После полировки образцы помещаются в эксикатор для предохранения шлифов от окисления.

Микроструктурный анализ образцов производится на металлографическом микроскопе по стандартной методике.

5.4. Порядок выполнения работы и обработка результатов.

Работу по указанию преподавателя выполняют с 3–4 видами порошковых сплавов различных марок.

1. Произведите схематическую зарисовку микроструктур заданных сплавов.

2. Методом количественного анализа определите процентное соотношение карбидной фазы и связующей основы.

3. Определите размер карбидных включений и оцените их форму.

4. На приборе ПМТ-3 измерьте микротвердость структурных составляющих.

5. По полученным результатам определите положение сплава на разрезе по линии Co–WC диаграммы состояния системы W–C–Co.

6. Постройте кривую охлаждения полученного сплава и опишите процессы, происходящие при охлаждении.

7. Дайте ориентировочное заключение о марке исследованного сплава. Зарисуйте микроструктуру.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Кипарисов, С.С. Порошковая металлургия /С.С. Кипарисов, Г.А. Либенсон. М.: Металлургия, 1980. – 495 с.

2. Анциферов, В.Н. Порошковая металлургия и напыленные покрытия /В.Н. Анциферов, Н.В. Бобров. М.: Металлургия, 1987. – 620 с.

3. Андриевский, Р.А. Порошковое материаловедение /Р.А. Андриевский М.: Металлургия, 1991. – 208 с.