

Министерство образования Республики Беларусь

**Учреждение образования
«Гомельский государственный технический
университет имени П. О. Сухого»**

Кафедра «Металлургия и технологии обработки материалов»

М. Н. Верещагин, Ю. В. Мартьянов

ПОЛИМЕРНЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ

ПРАКТИКУМ

**по выполнению лабораторных работ
для студентов специальности 1-36 01 08
«Конструирование и производство изделий
из композиционных материалов»
дневной формы обучения**

Гомель 2024

УДК 621.762(075.8)
ББК 34.39я73
В31

*Рекомендовано научно-методическим советом
механико-технологического факультета ГГТУ им. П. О. Сухого
(протокол № 5 от 20.12.2022 г.)*

Рецензент: доц. каф. «Мобильные и технологические комплексы» ГГТУ им. П. О. Сухого
канд. техн. наук, доц. *В. Б. Попов*

Верещагин, М. Н.
В31 Полимерные композиционные материалы : практикум по выполнению лаборатор. работ для студентов специальности 1-36 01 08 «Конструирование и производство изделий из композиционных материалов» днев. формы обучения / М. Н. Верещагин, Ю. В. Мартьянов. – Гомель : ГГТУ им. П. О. Сухого, 2024. – 68 с. – Систем. требования: PC не ниже Intel Celeron 300 МГц ; 32 Mb RAM ; свободное место на HDD 16 Mb ; Windows 98 и выше ; Adobe Acrobat Reader. – Режим доступа: <https://elib.gstu.by>. – Загл. с титул. экрана.

Содержит список лабораторных работ и практические рекомендации к их выполнению. Рассмотрены способы изготовления композиционных материалов на основе дисперсных наполнителей на металлической и неметаллической матрице.

Для студентов специальности 1-36 01 08 «Конструирование и производство изделий из композиционных материалов» дневной формы обучения.

УДК 621.762(075.8)
ББК 34.39я73

© Учреждение образования «Гомельский государственный технический университет имени П. О. Сухого», 2024

Лабораторная работа № 1

Характеристика полимерных материалов

Цель работы: ознакомиться с основными характеристиками полимерных материалов.

1. Краткие теоретические сведения

Для изготовления потребительской тары и упаковок широко применяются листовые и пленочные полимерные материалы, наиболее распространенный из которых приведен в таблицы один.

В процессе изготовления упаковки полимерной материалы подвергаются нагреву, формованию или сварки, а также охлаждению и другим операциям. Как ты из этих процессов должен осуществляться за минимально возможное время для определения оптимальных технологических параметров этих и других процессов, и создание соответствующего технологического оборудования необходимо точно знать механические, физические, технологические и эксплуатационные свойства используемых материалов.

К механическим показателям относятся такие, как предел прочности при растяжении и статическом изгибе, относительное удлинение, твердость, ударная вязкость. Физическими характеристиками являются плотность, температура стеклования высокоэластического состояния плавления и деструкции, коэффициент температурного расширения, теплостойкость, удельная теплоемкость, энтальпия, энтропия, коэффициент теплопроводности, температуропроводности и диэлектрической проницаемости.

К технологическим свойствам можно отнести способность к формированию свариваемости и другим методам обработки. Показатели усадки материала и текучести расплава к эксплуатационным, показатели токсичности стойкости к агрессивным средам, стойкость к износу и сопротивление стиранию, морозостойкость, водопроницаемость

Изменение физического состояния полимерного материала на различных стадиях технологического процесса влечет за собой и существенные изменения его теплофизических свойств, которые являются функцией температуры. Теплофизические характеристики зависят также от состояния материала, его плотности, влажности, размера частиц и их ориентации степени пропитки имеющихся добавок.

Для полимеров характерны разделение температур, стеклования и текучести, и наличия между ними области температур, при которых реализуется высокоэластическое состояние. Температурные интервалы высокоэластического и вязкотекучего состояния полимера должны быть достаточно широкими, иначе незначительные отклонения от оптимального режима нагрева, существующие в реальных условиях производства, могут привести к дефектам и браку продукции. Переход полимеров в вязкотекучее состояние не должен вызвать существенное изменение формы молекулы и их ориентации, так как этим определяются прочностные свойства материала.

Например, фторопласт еще сравнительно недавно считался не свариваемым и в связи с отсутствием методов соединения находил весьма ограниченное применение. Изучение его свойств показало, что фторопласт может свариваться только термомонтажной сваркой. Путем двустороннего нагрева, приведенных в контакт соединяемых материалов в узком интервале температур от 380 до 390 градусов Цельсия. Необходимо иметь в виду, что многие из известных термопластичных полимеров могут в значительной степени изменять реологические свойства и свариваемость в результате введения добавок и воздействия различных внешних факторов: высокой температуры, ультрафиолетового излучения, воды. Например, существенно снижается способность к свариваемости у полиэтиленовых как стабилизированных, так и нестабилизированных пленок. После кратковременного воздействия на них солнечные радиации или ультрафиолетового излучения, а также после выдержки их в воде в течение 2 суток. И особенно от совместного действия этих факторов. Свариваемость всех экструзионных пленок значительно ухудшается после кратковременной их термообработки при температурах, близких к температуре текучести полимера.

В таблице 1.1 приведены основные показатели свойств полимерных упаковочных материалов.

Таблица 1.1

Основные показатели свойств полимерных упаковочных материалов

Наименование	Плотность, г/см ³	Механические		Теплофизические				
		Предел прочности, МПа	Отн.удлин., %	T стеклования, °C	T размягчения, °C	T плавления, °C	T деструкции, °C	Коэф. Теплопроводности λ, $\frac{Вт}{м \cdot град}$
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Полиэтилен низкого давления (ПЭНД)	0,95	30	800	115	120	125	200	0,271
Полиэтилен высокого давления (ПЭВД)	0,92	17	600	110	140	150	150	0,29
Полипропилен (ПП)	0,9	40	800	15	210	170	180	0,237
Полистирол (ПС)	1,06	42	2	40	170	-	330	0,185
Поливинил хлорид (ПВХ)	1,56	70	50	105	160	220	220	0,178
ПВХ пластифицир.	1,25	15	200	-	-	-	-	0,158
Полиэтилен терефталат (ПЭТФ)	1,35	170	70	80	180	260	320	0,45
Поликарбонат (ПК)	1,2	70	100	100	240	280	385	-
Пентопласт (ПТП)	1,4	55	40	65	185	185	-	0,132
Полиметил-метакрилат (ПММК)	1,18	71	99	45	200	-	-	0,162
Полиакрилат (ПАК)	-	50	5	-	200	-	-	-

2. Порядок выполнения работы

1. Изучить краткие теоретические сведения.
2. Оформить отчет, включив таблицу 1.1.
3. Написать выводы.

Лабораторная работа № 2

Изучение способов изготовления тары из пластмасс, ознакомление с оснасткой и технологическими режимами литья пластмасс на термопластавтоматах

Цель работы: ознакомиться с оборудованием для литья и прессования изделий из пластмасс, видами и конструкцией оснастки, технологической схемой и режимами переработки пластмасс, методами получения полимерной тары и упаковки. Получить общие навыки расчета и проектирования полимерной тары и исполнительных органов прессформ.

1. Краткие теоретические сведения

Полимеры находят широкое применение в различных видах упаковки как в чисто полимерном виде, так и в сочетании с различными материалами: тонколистовой штампованной сталью, проволокой, картоном, алюминиевой фольгой, деревом, стеклом и т. д.

Определяющее влияние на качество упаковки оказывают физико-механические и теплофизические характеристики, стойкость к действию внешней среды и химических реагентов, биологическая стойкость, воспламеняемость, газо- и водопроницаемость полимеров.

Наиболее распространенные виды пластмасс: полиэтилен, полиамиды (капрон), ацетат целлюлозы, полиэфирные пластмассы, полиэтилентерефталат, сополимеры стирола, полиуретан, фенольные смолы. Из пластмасс производят: тару для жидкостей, бочки, бидоны и другие емкости, аналогичные тем, что изготовлены из традиционных материалов; ящики, корзины для пищевой промышленности; коробки, футляры, баки, бутылки, флаконы, пакеты, мешки.

Достоинством упаковки из пластмасс является возможность длительного хранения в ней пищевых продуктов и не пищевых материалов

Методы получения изделий из полимерных материалов

1. Литье под давлением

Формование изделий чаще всего производится в одночервячных литьевых машинах осевым перемещением червяка. Материал из бункера поступает в нагретый цилиндр, под действием вращения червяка

пластифицируется, а затем в вязкотекучем состоянии продавливается в литевную форму. Застывая, пластификат приобретает конфигурацию полости формы, после чего изделие извлекается из нее (рис. 2.1).

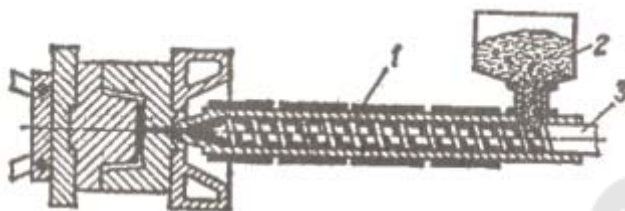


Рисунок 2.1 – Схема червячной литевой машины:
1 – цилиндр; 2 – бункер; 3 – червяк

Разновидностью литья под давлением является интрузия, при которой большая часть формы заполняется под действием давления, создаваемого вращающимся червяком (шнеком)

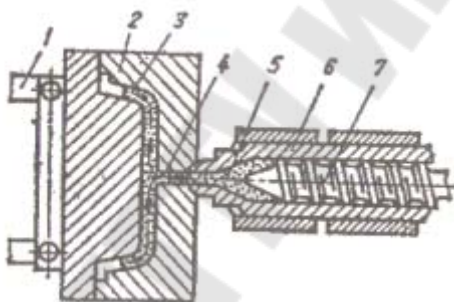


Рисунок 2.2 – Схема процесса интрузии:
1 – механизм замыкания формы; 2 – литевная форма;
3 – пластификат; 4 – литниковый канал; 5 – интрузионное сопло;
6 – пластикационный цилиндр; 7 – червяк

2. Прессование

Прессование осуществляется под воздействием давления на материал, помещенный в нагретую пресс-форму. Основными разновидностями прессования являются прямое (компрессионное) и литевое (трансферное)

По оборудованию и технологии литевое прессование занимает промежуточное место между прессованием и литьем под давлением.

Способ заключается в предварительном размягчении (пластикации) подогретого материала в камере трансферного цилиндра или в

специальном тигле с последующим нагнетанием материала поршнем в закрытую пресс-форму.

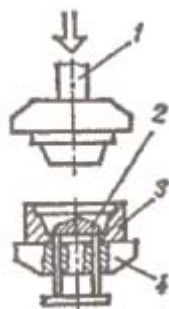


Рисунок 2.3 – Схема прямого прессования:
1 – пуансон; 2 – прессматериал; 3 – матрица; 4 – плита пресса

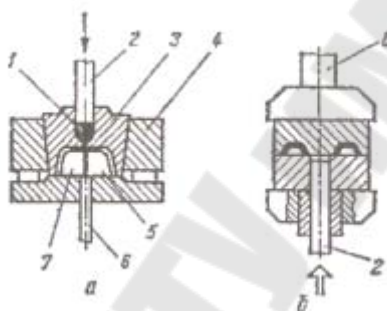


Рисунок 2.4 – Схемы литьевого прессования пластмассовых изделий:
1 – литниковый канал; 2 – поршень; 3 – матрица; 4 – обойма;
5, 7 – пуансоны; 6 – выталкиватель; 8 – верхний плунжер

3. Экструзия

Этот процесс представляет собой выдавливание расплавленного полимера через формующий инструмент (фильеру), который придает ему необходимую форму и конфигурацию, с последующим охлаждением.

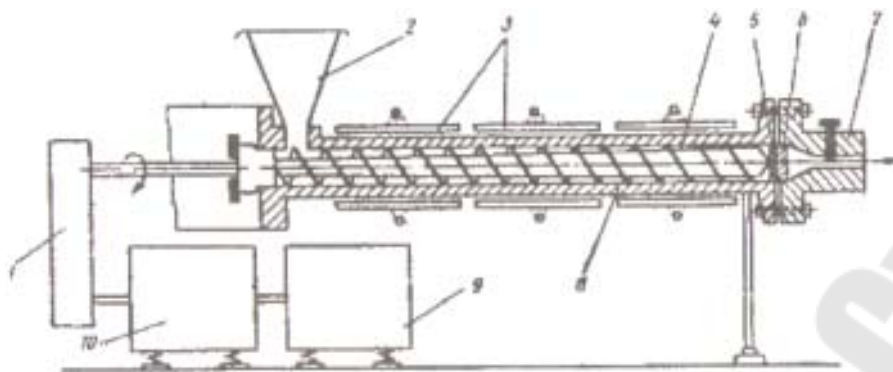


Рисунок 2.5 – Схема работы машины непрерывного выдавливания

Полимерный материал, поступающий из бункера 2, захватывается червяком 4, перемешивается, продвигается в цилиндре 8 и выдавливается через сетку 5, решетку 6 и профилирующее отверстие оформляющей головки 7. Под действием нагревателей 3 и теплоты, возникающей при трении в процессе работы червяка, приводимого в движение от электродвигателя 9 через вариатор 10 передачу 1. Непрерывным выдавливанием изготавливают трубы, пленку, ленту, шланги, листы, различные профили. мелкие изделия с последующим их раздуванием сжатым воздухом.

Полимерная тара получается из экструзионной или литьевой заготовки с последующим раздувом. Это различные виды потребительской тары флаконы, канистры, бутылки и прочие емкости.

4. Термическое формование из листов и пленок

Этим методом производятся лотки, ящики, поддоны, стаканчики, коробки, банки, емкости любых конфигураций и размеров. Может производиться различными способами. пневматическим, вакуумным, пневмовакuumным и механическим.

Термоформование листовых материалов заключается в нагреве термопластов до температуры, близкой к температуре текучести, и придании ему необходимой конфигурации в форме в результате высокоэластических деформаций.



Рисунок 2.6 – Изделия из листовых материалов:
а, б – коробки со съёмной и герметичной крышками;
в – стаканчики; *г, д* – транспортный и групповой лотки;
е – ренопак; *ж* – групповая для таблеток и капсул;
з – коробка-кассета для ампул; *и* – коробка для яиц; *к* – ящик;
л – коробка из гофропласта; *м* – транспортный поддон

На качество полимерной упаковки значительное влияние оказывает правильный выбор параметров технологического процесса.

Основными параметрами литья под давлением являются температурный режим переработки, давление впрыска и формования, температура литьевой формы, время выдержки под давлением и охлаждения (отверждения) материала в литьевой форме. Эти параметры зависят от конфигурации, размеров и толщины стенок упаковки, особенностей оборудования, конструкции литьевых форм и других факторов.

После формования изделия в течение определенного времени происходит стабилизация его размеров в сторону их уменьшения. Этот процесс называется усадкой. Усадкой различаются не только отдельные виды пластмасс, но она может быть различной даже внутри некоторых видов пластмасс в зависимости от показателя текучести расплава. Так, например усадка полиэтилена высокого давления ГОСТ 16337–77 при литье под давлением лежит в пределах от 1 до 3,5 %

Обычно при расчетах изделия и оснастки применяются средние величины усадок, если они не конкретизированы стандартом. При по-

лучении изделий из пластмасс методом прессования и литьем под давлением должны назначаться технологические уклоны. Уклоны обеспечивают беспрепятственное удаление изделий из пресс-формы, облегчают усилие выталкивания и скольжения расплавленного материала в полости прессформы технологические уклоны на чертеже изделия, как правило, не указываются, а лишь задаются в технических условиях к чертежу в конкретных величинах. Они могут указываться или в градусах (минутах) или величиной отношений (например, 1:100). Технологические уклоны назначают на вертикальные наружные и внутренние поверхности параллельно направлению смыкания пресс-формы.

Технологические уклоны не назначают на элементах деталей, если они могут быть выполнены без них, т. е. сферические поверхности, поверхности, отклоняющиеся на угол более 90° (наклонные), плоские монолитные детали толщиной 5–6 мм и т. д.

Технологические уклоны внутренних поверхностей и отверстий должны быть больше уклонов наружной поверхности, т. к. с учетом усадки материала, наружный размер изделия уменьшается и легче выходит из матрицы, а внутренние размеры, уменьшаясь, плотнее охватывают пуансон и увеличивают усилия съема изделия.

Величина технологического уклона может выбираться по таблицам или в зависимости от высоты детали.

Толщина стенки изделия зависит от длины (высоты) стенки, текучести пластмассы, механической прочности материала, конфигурации элемента детали. Наименьшее значение толщины стенки изделий из термопластичных материалов определяется по формуле:

$$S = 0,8(\sqrt[3]{h_c} - 2,1), \text{ мм} \quad (2.1)$$

где S – Наименьшее значение толщины стенки изделий, мм;

h_c – предполагаемая высота стенки, мм.

Для устранения концентрации напряжений в отливке не желательны острые переходы между поверхностями, за исключением случаев, когда это обосновано требованиями конструкции.

2. Порядок выполнения работы

Изучить краткие теоретические сведения.
Оформить отчет, включив рисунки.
Написать выводы.

Библиотека ГГТУ им. П.О.Сухого

Лабораторная работа № 3

Изучение геометрических характеристик используемых в композиционных материалах порошков

Цель работы: ознакомление с методикой определения свойств порошков, экспериментальное определение формы и размеров частиц порошка, изучение их геометрии.

1. Краткие теоретические сведения

Металлические порошки получают путем механического измельчения (размола) твердого или распыления жидкого металла; физико-химическими методами, к которым относятся восстановление окислов металлов газами или твердым восстановителем электролизом водных растворов солей, карбонильным методом и др.

Металлические порошки характеризуются химическим составом, физическими и технологическими свойствами.

Химический состав порошков определяется содержанием в них основного элемента, легирующих веществ, примесей и газов в адсорбированном или растворенном состоянии и устанавливается стандартами, техническими условиями или подбирается в соответствии с требованиями, предъявляемыми к деталям и материалам.

Содержание основного металла или металлов (для сплавов) в порошках бывает, как правило, 98–99 %.

Содержание кислорода в пределах от 0,1 до 1 % в порошках железа, никеля, кобальта, меди, бронзы, молибдена, вольфрама, легированной стали, олова, свинца приближенно определяют по потере массы при прокаливании в водороде по ГОСТ 18897-73. Содержание кислорода в железном порошке определяют также по ГОСТ 16412.6-80.

При содержании кислорода менее 0,2 % для определения его количества используют метод восстановления в потоке газа-носителя. Анализ производится, например, на приборах фирм «Леко», «Лейбольд-Хераус» (ФРГ) и некоторых других. В нашей стране для определения малых количеств кислорода разработан метод вакуумной экстракции. Указанные методы оценки содержания кислорода в порошковых материалах целесообразно применять при наличии трудно-восстанавливаемых в водороде оксидов (например, хрома, алюминия, вольфрама и др.). При этом следует пользоваться рекомендациями предприятий-разработчиков и изготовителей соответствующих при-

боров, так как стандартные методики проведения такого рода анализов отсутствуют.

Влажность порошка при минимальном содержании влаги – до 0,1 % определяют высушиванием навески порошка до установления постоянной массы в электрическом сушильном шкафу. Навеску порошка массой 10 г с погрешностью не более 0,002 г помещают в стаканчик для взвешивания, который предварительно высушивается до постоянной массы, закрывается крышкой и взвешивается. Порошок в стаканчике высушивают при температуре 100–105 °С в течение 2 ч при закрытой крышке, охлаждают и снова взвешивают. Затем сушку повторяют в течение 0,5 ч с целью контроля ее качества.

Содержание в металлических порошках влаги при ее количестве от 0,05 до 0,5 % определяют по СТ СЭВ 1560-79 методом электрометрического титрования. Метод основан на взаимодействии воды, отгоняемой инертным газом при температуре 200 °С из металлических порошков, с реактивом К. Фишера при электрометрическом титровании.

Физические свойства порошков – форма, размер и распределение частиц по фракциям (гранулометрический состав), удельная поверхность, пикнометрическая плотность, микротвердость. Как правило, они указываются в стандартах и технических условиях.

Форма частиц порошка, как правило, зависит от методов получения и обработки порошков. При следующих методах получения порошка она в большинстве случаев бывает:

- сферическая при распылении расплава с кристаллизацией частиц в свободном полете;
- губчатая при восстановлении оксидов;
- осколочная при измельчении в шаровой вращающейся мельнице;
- дендритная при электролизе водных растворов и расплавов солей;
- пластинчатая (чешуйчатая) при распылении расплава с кристаллизацией частиц на охлаждаемых поверхностях; разлом в вихревой мельнице;
- игольчатая при экстракции из расплава; конденсация из паровой фазы.

Форму частиц порошка определяют методами оптической и электроннолучевой микроскопии при оценке проекций частиц.

Форма частиц порошка оказывает определяющее влияние на технологические свойства, а также на многие свойства порошковых материалов: плотность, проницаемость, прочность, однородность свойств и т. д.

Размер частиц порошка в сочетании с его другими свойствами определяет удельное давление при прессовании, необходимое для достижения заданной пористости, усадку при спекании и механические свойства спеченных материалов.

Величина частиц порошков от 1 до 100 мкм определяется по ГОСТ 23402–78 (СТ СЭВ РС 5105–75) с помощью оптического микроскопа, форма частиц – по ГОСТ 25849–83, отбор и подготовка проб – в соответствии с требованиями ГОСТ 9721–79.

Прочную прессовку, сохраняющую заданную пористость после спекания, получают из порошка с определенными размерами частиц и набором их по крупности.

Порошок состоит из частиц с различными размерами. Для определения относительного содержания фракций порошка, различающихся по размерам частиц, проводят гранулометрический анализ с помощью набора сит (ситовый), разделением частиц порошка по массе при их осаждении в жидкости (седиментационный) или с помощью микроскопа.

Гранулометрический состав (количественное содержание частиц в определенных фракциях по отношению к общему количеству порошка) грубых и средних порошков определяют ситовым анализом в специальном приборе. Например, доля порошка, оставшаяся на сите с номером сетки 01 (плюсовая фракция), но прошедшая через более крупное сито 0125 (минусовая фракция), обозначается 0125+01. Номер сита указывает на размер его ячейки в долях мм, например для номера сита 01 размер ячейки 0,1 мм.

Металлические порошки состоят из большого количества частиц размером от 0,5 до 500 мкм. Порошки с размерами частиц свыше 500 мкм называются гранулами. В зависимости от размера частиц порошки разделяются на ультратонкие (до 0,5 мкм), весьма тонкие (0,5–10 мкм), тонкие (10–40 мкм), средние (40–150 мкм) и грубые (150–500 мкм). Частицы могут быть плотными или пористыми. Окислы и поры в частицах снижают плотность металла, а газы, адсорбированные частицами, отрицательно влияют на качество готовых изделий.

Гранулометрический состав порошка определяется по ГОСТ 1831873 методом просеивания пробы через набор сит, взвешивания отдельных фракций и расчета их процентного содержания. Используется комплект сит с сетками по ГОСТ 3584–73, устанавливаемый на встряхивающее устройство. Масса пробы порошка при насыпной плотности более 1,5

Результаты испытаний оформляются в виде таблицы или графика. Для каждого порошка испытания проводят не менее 2 раз.

Гранулометрический состав порошков с размером частиц от 0,5 до 40 мкм определяют по ГОСТ 22662–77 весовым методом седиментации и методом фотоседиментации.

По методу седиментации гранулометрический состав порошка оценивается по времени оседания частиц.

При фотоседиментационном методе скорость оседания частиц определяют по скорости изменения оптической плотности суспензии порошка, которую оценивают по фото-ЭДС или фототоку, возникающему в фотоэлементе от светового потока, прошедшего через суспензию.

Удельная поверхность порошка представляет собой суммарную поверхность всех частиц, составляющих его единицу массы или объема.

Удельная поверхность порошков определяется по ГОСТ 23401–78 по тепловой десорбции аргона или азота путем установления их количества, адсорбируемого из потока аргоно- или азотогелиевой смеси заданной концентрации при температуре жидкого азота и последующей десорбции их в ту же смесь при повышении температуры до 20–5 °С.

Значения удельной поверхности для различных порошков составляют от 0,01 до 10–20 м²/г. Величина удельной поверхности – одна из важнейших характеристик металлических порошков, определяющая активность протекания физико-химических процессов, происходящих при компактировании частиц, их спекании и др.

Удельная поверхность порошка определяется дисперсностью, формой и состоянием поверхности его частиц.

Микротвердость порошков характеризует их прессуемость и устанавливается по стандартной методике при небольших нагрузках (0,5 – 200 г).

Технологические свойства порошков характеризуются насыпной плотностью, текучестью, уплотняемостью, формуемостью и прессуемостью. Также к этим свойствам относят угол естественного откоса, образованный поверхностью конуса свободно насыпанного

порошка и горизонтальной плоскостью в его основании, и плотность утряски, определяемая отношением массы порошка к величине его объема после утряски.

Насыпная плотность представляет собой массу единицы объема свободно насыпанного порошка. Она зависит от плотности укладки частиц порошка и обуславливается в основном размером частиц и их распределением по фракциям, а также формой частиц. Насыпная плотность определяется по ГОСТ 19440–74 с помощью волюметра или воронки с калиброванным отверстием. Порошок засыпают в волюметр сверху через воронку, под выходной воронкой устанавливают стакан объемом 25 см³. Насыпная плотность порошков, обладающих хорошей текучестью и самопроизвольно истекающих через отверстие заданного диаметра, может быть определена с помощью воронки с калиброванным отверстием диаметром 5 мм и стакана емкостью 25 см³.

Порошки с разветвленной формой частиц обладают меньшей насыпной плотностью. Для ее увеличения порошок подвергают обработке в шаровой мельнице или отжигу, в результате чего его частицы приобретают форму, близкую к сферической. Регулировать величину насыпной плотности можно также изменением режимов изготовления порошка, т. е. изменением температуры и длительности восстановления, продолжительности размола, параметров электролиза и т. д.

Плотность металлических порошков после утряски в мерном цилиндре определяется по ГОСТ 25279–82 (СТ СЭВ 2284–80). Утряска производится на приборе, обеспечивающем амплитуду вибрации 3,0±0,2 мм и частоту вибрации от 1,5 до 5 с⁻¹ (от 100 до 300 ударов в минуту), до тех пор, пока не прекратится изменение объема порошка.

Испытание проводится 3 раза, затем подсчитывается среднее арифметическое, которое округляется до первого знака после запятой.

Насыпная плотность - важная характеристика порошка. Чем она меньше, тем больший объем порошка нужен для изготовления детали определенной величины. Объем и масса утряски являются другой объемной характеристикой порошка. Для определения объема утряски мензурку небольшого диаметра заполняют навеской порошка (20–50 г) и легким постукиванием ее о стол производят утряску до установления постоянного объема порошка. Определение объема утряски производится по делениям мензурки. Объем утряски является величиной, обратной массе утряски порошка.

Текучесть порошка – способность порошка к пересыпанию, которая зависит от трения, формы и размера частиц, влажности и со-

держания поглощения газа. Плохая текучесть замедляет и затрудняет равномерное заполнение прессформы порошком. Текучесть порошка определяется массой порошка, вытекающего из отверстия за 1 с

Текучесть определяется временем истечения из воронки порошка, самопроизвольно просыпающегося через калиброванное отверстие. Текучесть влияет на скорость и равномерность заполнения пресс-формы, т. е. на производительность и качество процесса прессования. Она зависит главным образом от размера частиц, их формы, состояния поверхности и внутреннего трения. Содержание в порошке большого количества мелких фракций, поглощение газа, а также высокая влажность ухудшают текучесть порошка. Для ее определения по ГОСТ 20899-75 порция порошка (50 г) засыпается в конусную воронку с углом 60° и диаметром отверстия 2,5 мм, которая открывается после заполнения.

Повышают текучесть порошков теми же методами, что и насыпную плотность - применением отжига или изменение технологических режимов изготовления порошков.

Уплотняемость порошков показывает их способность к уменьшению занимаемого объема под воздействием давления или вибрации.

Уплотняемость и формуемость металлических порошков определяются по ГОСТ 25280-82 (СТ СЭВ 2286-80). Уплотняемость оценивается путем изучения плотности прессовок, изготовленных при заданных давлениях прессования в цилиндрической пресс-форме. Масса пробы порошка для испытаний – 300 г, диаметр рабочей полости прессформы – 11,3 мм. В качестве смазывающего вещества используется раствор стеариновокислого цинка в ацетоне (100 г стеариновокислого цинка на 1000 см^3 ацетона).

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение данных трех испытаний, округленное до второго десятичного знака. Уплотняемость порошка представляется в виде таблицы или диаграммы зависимости плотности прессовок от давления прессования.

Формуемость - способность порошка (прессовки) сохранять заданную форму после уплотнения при минимальном давлении. Она зависит в основном от формы и состояния поверхности частиц. Формуемость порошков оценивается интервалом значений плотности, при которых прессовки после извлечения из пресс-форм не осыпаются и не имеют расслоенных трещин. Масса пробы порошка для испытаний - не менее 200 г. Образцы прессуются в специальной пресс-форме,

прессовки из которой извлекаются после выталкивания матрицы из обоймы.

Изготавливают три образца, которые подвергают осмотру с помощью лупы с двукратным увеличением по ГОСТ 25706-83. Измеряют расстояние от торца прессовки меньшей высоты до ближайшего места, в котором наблюдается осыпание кромок или расслойные трещины. Определяют значения пористости по номограмме

Прессуемость порошка – способность образовывать под действием давления тело, имеющее заданные размеры, форму и плотность. Эта характеристика дает качественную оценку свойств порошка, комплексно связанную с уплотняемостью и формуемостью.

Оборудование, материалы, инструмент

Для проведения работы необходимы: порошки алюминия, олова, свинца, меди, железа, титана, цинка, никеля, кобальта, вольфрама, бронзы, латуни; микроскоп (металлографический или от микротвердомера ПМТ-3) с разрешающей способностью, обеспечивающей измерение габаритных размеров частиц порошка и изучение их формы.

2. Порядок выполнения работы

Изучить краткие теоретические сведения

Пробы порошков до 2 г тщательно перемешивают, посыпают очень тонким слоем на бумагу и помещают на предметный стол микроскопа или порошок вводят в одну-две капли воды на предметном стекле микроскопа. (Количество исследуемых порошков распределяется между студентами подгруппы.)

Исследуя порошки под микроскопом, визуально определяют частицы максимальных и минимальных размеров, из числа которых выбираются по пять частиц.

При наблюдении частиц определяются два габаритных размера для каждой частицы и эскизируется форма или контуры частиц.

Отразить в отчете результаты эскизирования формы частиц с габаритными размерами для каждой частицы.

Написать выводы.

Лабораторная работа № 4

Определение влажности порошкового материала

Цель работы: определить влажность порошкового материала

Аппаратура и материалы:

1. Печь камерная лабораторная SNOL 2,5.1/11M1
2. Весы PM2000
3. Шихта (порошок), 150 г.

1. Краткие теоретические сведения

Влажность определяют как отношение массы испарившегося растворителя (воды, нефраса, спирта и др.) после просушивания к массе всего материала (в весовых процентах).

По содержанию влаги сыпучие материалы делятся на:

- сухие, содержащие конституционную влагу (химически связанную с материалом);
- содержащие гигроскопическую влагу (гигроскопическая влага содержится в порошках, склонных к поглощению влаги из воздуха, таких, как порошок меди, железа и другие);
- сырые и мокрые, содержащие внешнюю влагу; внешняя влага может быть пленочной, образующей водяную пленку на поверхности частиц сыпучего материала (в этом случае сыпучий материал считают сырым), и гравитационной, заполняющей свободные пространства между частицами (в этом случае сыпучий материал считают мокрым, так как он фактически превращается в суспензию) таковой, например, является недосушенная шихта.

Влажность сыпучего материала определяет подвижность его частиц. Увеличение влажности, как правило, ухудшает характеристику истечения сыпучего материала. Сыпучий материал с повышенной влажностью обладает большими силами сцепления частиц, что способствует образованию комьев и статических сводов над отверстием воронки бункера. Истечение такого материала из отверстия емкости крайне затруднено. Затруднено и заполнение полости прессформы.

Обычно мелкофракционные материалы относят к легко связанным материалам, если их влажность не превышает 1,5 %.

Поскольку влажность порошка определяет его поведение при транспортировке и прессовании, то эту важную технологическую характеристику всегда определяют для порошков, предназначенных для прессования на автоматах.

Для определения влажности применяют специальные точные весы, установленные в инфракрасной печи. Пробу массой 50 или 100 г помещают на чашу (платформу) весов и взвешивают в исходном состоянии. Включают инфракрасный нагреватель и отмечают уменьшение массы пробы. Испытания завершают при достижении пробой температуры выше температуры кипения увлажняющего вещества. Отношение разности исходной пробы и пробы просушенной к массе исходной пробы и определяет влажность порошка.

Следует отметить, что пересушенные порошки плохо формируются и поэтому влагу из шихты (пресс-порошка) полностью удалять не рекомендуется.

Обычно путем технологических экспериментов определяют оптимальную влажность шихты, которую затем и оговаривают в технических условиях.

Заметим, что существуют способы "мокрого" прессования, при которых пресс-порошок доставляется в прессформу в виде пульпы. Влага отсасывается через систему каналов в прессформе вакуумным насосом в момент прессования. Так прессуют, например заготовки магнитов из ферритов, керамические детали электротехнического назначения и другие изделия из керамических масс.

2. Порядок выполнения работы

Влажность порошка или шихты определяют, используя лабораторную печь, показанную на рис. 4.1.

Порядок работы при измерении влажности шихты (порошка) следующий: Вначале взвешивают пробу порошка массой 30 г с точностью 0,01 г. Затем пробу помещают в печь и нагревают со скоростью не выше 5°C/с до температуры испарения увлажняющих веществ – воды, растворителей и др. Обычно нагревают до температуры 170±10°C и выдерживают при этой температуре 20–30 мин. После охлаждения образца до комнатной температуры, которое производят вместе с печью, образец взвешивают.

Определяют относительную влажность в процентах, которая равна:

$$\xi = \frac{m_1 - m_2}{m_1}, \quad (4.1)$$

где ξ – относительная влажность;
 m_1 – масса образца до просушивания;
 m_2 – масса образца после просушивания.

Определение выполняют на две порции каждого испытуемого порошка.

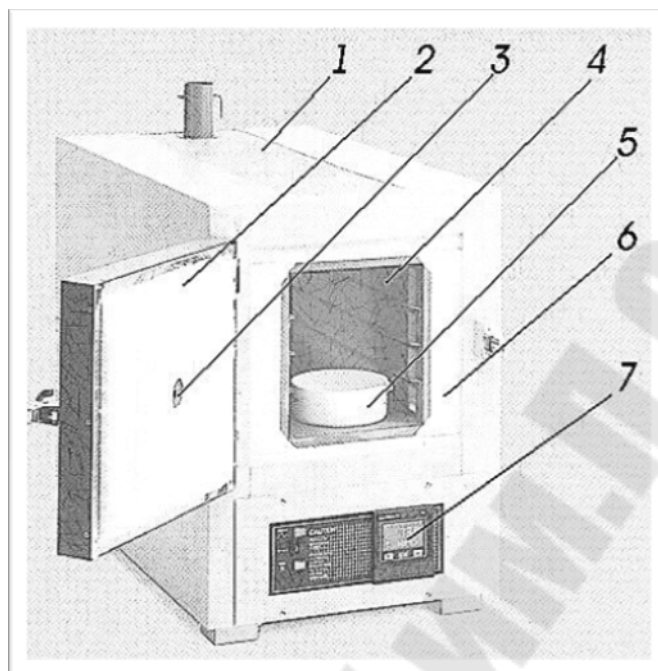


Рисунок 2.1 – Лабораторная камерная печь:

- 1 – кожух печи; 2 – дверца печи со слоем теплоизоляции;
- 3 – отверстие в дверце для наблюдения; 4 – камера печи;
- 5 – тигель с образцом; 6 – теплоизоляция камеры; 7 – приборы

Отчет должен содержать краткое описание значения влажности на технологические свойства шихты: насыпную плотность, текучесть, угол естественного откоса и другие, а также порядок выполнения работы. В отчете должен содержаться протокол испытаний.

В протоколе записываются: описание порошка (шихты), материал порошка, фракционный состав, характеристика формы частиц (гранул) по паспортным данным и дается таблица измерений, шапка которой приведена ниже.

Таблица 4.1

Тип шихты	Масса порошка в исходном состоянии, г	Масса порошка после просушивания, г	Изменение массы порошка, г	Относительная влажность, %

Лабораторная работа № 5

Определение насыпной плотности шихты

Цель работы: определить насыпную плотность различных порошковых материалов.

Аппаратура и материалы:

1. Установка для определения насыпной плотности ГОСТ 19440-74;
2. Весы РМ2000;
3. Плоскопараллельная плитка-калибр с установочным размером 25 мм*;
4. Линейка металлическая 100 мм;
5. Шихта (порошок), 100 г.

1. Краткие теоретические сведения

Технологические свойства шихты – свойства шихты, определяющие выбор способов и режимы транспортировки, дозирования, прессования, спекания и других переделов или операций технологического процесса. Как правило, технологические свойства шихты одного и того же материала, но разных партий отличаются друг от друга. Все это требует постоянного контроля за технологическими свойствами и обычно в цехах порошковой металлургии имеется специальная лаборатория, постоянно наблюдающая за изменением свойств порошков от партии к партии, а если партии большие и их переработка длится более одной смены – то и за изменением свойств шихты в течение смены или суток.

Шихта является сыпучим материалом. Частицы, образующие структуру сыпучего материала, имеют друг с другом различную связь, зависящую от формы частиц, их формы, влажности и других факторов, составляющих технологические свойства шихты. Знания размеров частиц, свойств материала частиц, их формы и состава смеси недостаточно для полного определения свойств порошковой массы и ее возможного поведения при проведении технологических операций. Поэтому проводят различные испытания, имитирующие отдельные операции по переработке порошков. Такие испытания позволяют технологам судить о пригодности порошка для изготовления изделий.

Технологические свойства шихты – это влажность, насыпная плотность, гранулометрический состав, текучесть, зависание (сводо-

образование), прессуемость, спекаемость и усадка, угол естественного откоса, связность и слеживаемость, сегрегация.

Насыпная плотность – это отношение массы порошка при свободной насыпке к его объему.

Величина ей обратная – это насыпной объем.

Насыпная плотность зависит от:

- действительной плотностью материала порошка;
- размера и формы частиц;
- гранулометрического состава;
- свойств поверхности частиц и еще многих факторов.

Гранулометрический состав – это характеристика распределения частиц порошка по размерам, которая показывает из частиц какого размера и в каких долях составлена данная партия порошка. Интервал размеров частиц называют фракцией.

Размер частиц порошка является важнейшей характеристикой, обязательно оговариваемой в технических условиях.

От крупности порошков, в сочетании с другими характеристиками, зависят:

- удельное давление прессования,
- усадка при спекании;
- насыпной вес порошка;
- конструкция прессформ;
- механические свойства готовых спеченных изделий.

Чем мельче порошки, тем больше нужно давление прессования (для достижения заданной плотности), зато тем больше прочность прессовки, тем ниже требуемая температура спекания и тем прочнее готовые (спеченные) изделия.

Весьма интересна зависимость усадки при спекании от крупности порошка, наблюдаемая у порошков черных и цветных металлов: мелкие порошки дают при спекании усадку (уменьшение размеров, объемное сжатие), крупные показывают рост (увеличение размеров, объемное расширение).

Комбинируя в известных пропорциях различные фракции крупности порошка, можно получить шихту, с незначительной усадкой

Как и текучесть, насыпную плотность невозможно нормировать, но ГОСТ определяет единую методику определения насыпной плотности.

Насыпная плотность, как технологический фактор:

- определяет объем прессформы, необходимый для заполнения ее при свободной засыпке;
- высоту подъема верхнего пуансона;
- размеры бункера пресса и емкостей для хранения заданного количества порошка;
- усадку при спекании, поскольку она зависит от гранулометрического состава смеси.

Чем меньше насыпная плотность, тем больше усадка и искажения формы спеченного изделия.

Смешивая порошки различной насыпной плотности, можно получить безусадочную шихту, вернее – шихту с минимальной усадкой.

Применение порошка постоянной насыпной плотности обеспечивает постоянство усадки и постоянство размеров спеченных изделий. Это особенно важно при объемном дозировании во время прессования.

Одновременно следует отметить, что при одинаковой насыпной плотности порошки могут иметь различный ситовый состав, форму частиц, прессуемость, текучесть и т.д.

Очень тонкие порошки при определении этой массы засыпают в мерный сосуд по специальным стеклянным пластинам (прибор называется волюметр Скотта).

Степень укладки частиц порошка в засыпке определяется их формой, размерами и гранулометрическим составом.

Насыпной объем зависит главным образом от взаимного расположения частиц порошка, контактов и сцепления между частицами, а также от междучастичных полостей (в эти полости могут попадать более тонкие частицы).

Иногда возможно правильное расположение частиц.

Насыпная плотность порошков со сферическими частицами (например, распыленных) больше, чем с угловатыми. Порошки со сферическими частицами менее склонны к образованию мостиков (связок) и вследствие относительно хорошей текучести сравнительно плотно располагаются в засыпке.

Их насыпная плотность может составить до 50 % плотности соответствующего компактного вещества. Крайне низки насыпные плотности чешуйчатых порошков, составляющие иногда ~ 10 % плотности компактной массы. Меньшие частицы тех же материалов из-за

их большей удельной поверхности (и более сильного трения) обладают меньшей насыпной массой, чем более крупные частицы.

Плотность укладки определяется всей совокупностью физических свойств порошка. Чем крупнее и чем более компактную и правильную форму имеют частицы порошка, тем больше будет насыпная плотность; однако большее значение имеет не абсолютный размер частиц, а соотношение частиц разных размеров (кривая распределения зернистости).

Например, независимо от абсолютного размера, одинаковые шары имеют постоянный коэффициент заполнения объема; комбинируя же шары разной величины, можно добиться значительного увеличения плотности в предельном случае до 100 %. Если для идеальных частиц правильной формы возможно путем математического расчета определить оптимальные соотношения и абсолютные значения размеров частиц, обеспечивающих получение заданной пористости, то для практически применяющихся порошков это невозможно. Более того, как показывает практика, зная насыпные веса двух порошков, нельзя при значительном их различии заранее с достаточной точностью предугадать насыпной вес смеси.

Например, смесь 1 : 1 порошков одного и того же металла с насыпными весами $1,0 \text{ г/см}^3$ и $2,0 \text{ г/см}^3$ имеет насыпной вес не $1,5 \text{ г/см}^3$, а $1,7\text{--}2,0 \text{ г/см}^3$; при еще большем различии насыпной вес смеси может быть даже выше, чем у более тяжелого порошка. Состояние поверхности порошка также имеет значение: частицы с гладкой «скользящей» поверхностью, естественно, укладываются плотнее, чем шероховатые, покрытые окисными пленками.

Таким образом определение насыпной плотности позволяет косвенно учитывать такие факторы, которые не поддаются прямому количественному определению, но оказывают влияние на технологические свойства порошка.

Насыпная плотность является чрезвычайно важной характеристикой, и ряд свойств порошка связан с насыпной плотностью простыми количественными отношениями.

Прежде всего, насыпная плотность (или точнее насыпной объем) учитывается при конструировании пресс-форм и выборе прессы.

Дозировка порошка для прессования производится в большинстве случаев объемным методом, при этом соблюдение постоянства насыпного веса является совершенно необходимым условием.

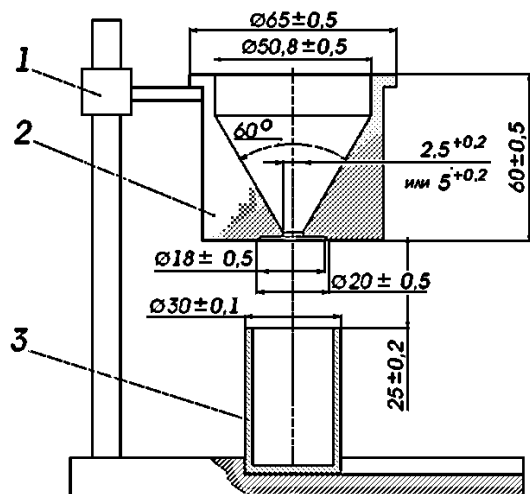


Рисунок 5.1 – Воронка для определения насыпной плотности:
 1 – стойка; 2 – воронка; 3 – сосуд-приемник; и волюметр Скотта
 (справа): 1 – латунное сито; 2 – сторона коробки из стекла;
 3 – переходник; 4 – нижняя квадратная воронка; 5 – приемная
 емкость; 6 – боковые стороны коробки из дерева или пластмассы;
 7 – стойка

2. Порядок выполнения работы

Установка для определения насыпной плотности показана на рис. 1.2.

Порядок работы по ГОСТ 19440 при измерении насыпной плотности следующий:

Вначале взвешивают пустую сухую мерку (стакан) 3. Мерку подставляют под отверстие в воронке дюзы 2 и устанавливают расстояние между нижним краем воронки и верхним обрезом мерки равным 25 мм при помощи контрольной плоскопараллельной плитки. Затем сухим пальцем снизу закрывают отверстие $D = 5$ мм воронки, заполняют ее сухим порошком, открывают отверстие и дают порошку истечь в мерную калиброванную емкость. Ребрами линейки однообразным движением, не оказывая давления на поверхность порошка и не встряхивая его, снимают "верх". Для удобства переноски мерки с порошком на весы после выравнивания поверхности порошка слегка постукивают по внешней поверхности мерки, чтобы порошок слегка осел и не рассыпался при перемещении. Мерку с порошком взвешивают с точностью до 0,05 г, от веса заполненной порошком мерки вычитают вес мерки, определенный ранее, и чистый вес порошка делят

на объем калиброванной емкости _____ см³. Определение выполняют на трех порциях каждого испытуемого порошка.

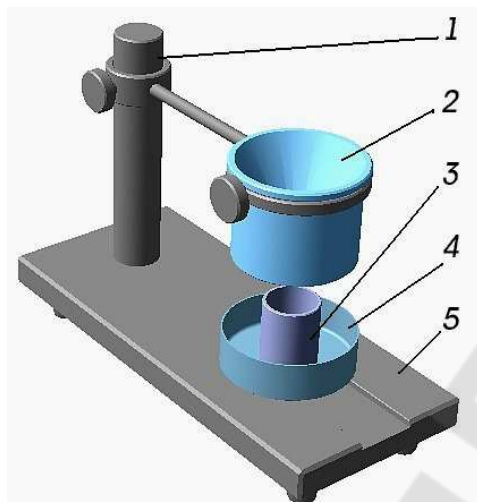


Рисунок 5.2 – Установка для определения насыпной плотности.
1 – штатив (стойка); 2 – дюза с калиброванным отверстием Ø 5 мм;
3 – мерная емкость

2. Порядок выполнения работы

Насыпную плотность определяют в порядке, описанном выше, затем рассчитывают по формуле:

$$\gamma_{\text{нас}} = \frac{G_2 - G_1}{V} \text{ кг/м}^3, \quad (5.1)$$

где G_1 – масса мерки, кг;
 G_2 – масса мерки с порошком, кг;
 V – объем мерки, м³.

Испытания проводят три раза и берут среднее арифметическое.

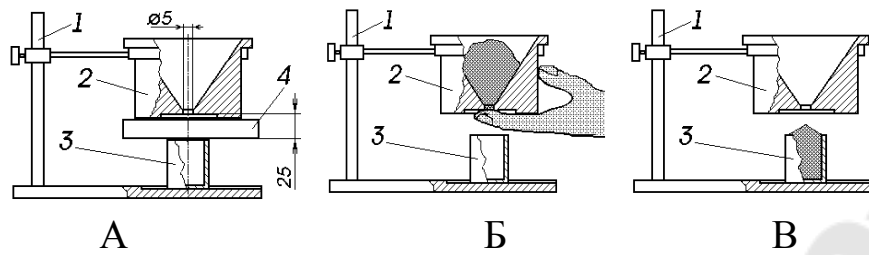


Рисунок 5.3 – Порядок определения насыпной плотности:

1 – штатив; 2 – воронка; 3 – стакан емкостью 25 см³; 4 – мерная плитка. А – Установка воронки на требуемой высоте над меркой, Б – Засыпка порошка в воронку, В – мерка, заполненная порошком «с верхом».

Отчет должен содержать краткое описание технологических характеристик порошковых материалов, с указанием значения определения насыпной плотности при изготовлении деталей из порошков и порядок выполнения работы. В отчете должен содержаться протокол испытаний.

В протоколе записываются: описание порошка (шихты), материал порошка, фракционный состав, характеристика формы частиц (гранул) по паспортным данным и дается таблица измерений, шапка которой приведена ниже.

Номер измерения	Тип шихты	Масса порошка, г	Насыпная плотность, г/см ³	Среднее значение насыпной плотности, г/см ³	значение плотности

Лабораторная работа № 6 Изучение текучести порошков

Цель работы: определить текучесть порошкового материала.

Аппаратура и материалы:

1. Установка для определения насыпной плотности ГОСТ 19440-74;
2. Весы РМ2000;
3. Плоскопараллельная плитка-калибр с установочным размером 25 мм*;
4. Секундомер;

1. Краткие теоретические сведения

Текучесть определяется временем истечения из воронки порошка, самопроизвольно просыпающегося через калиброванное отверстие. Текучесть влияет на скорость и равномерность заполнения пресс-формы, т. е. на производительность и качество процесса прессования. Она зависит главным образом от размера частиц, их формы, состояния поверхности и внутреннего трения. Содержание в порошке большого количества мелких фракций, поглощение газа, а также высокая влажность ухудшают текучесть порошка. Для ее определения по ГОСТ 20899–75 порция порошка (50 г) засыпается в конусную воронку с углом 60° и диаметром отверстия 2,5 мм, которая открывается после заполнения. Текучесть порошка рассчитывается по формуле

$$\tau = k \frac{G}{t}, \text{ г/с} \quad (6.1)$$

где k – корректирующий коэффициент;

t – время истечения порошка, с.

Корректирующий коэффициент воронки равен частному от деления величины 25,3 на число, указанное на клейме воронки, и может быть больше или меньше 1.

Повышают текучесть порошков теми же методами, что и насыпную плотность – применением отжига или изменением технологических режимов изготовления порошков.

2. Порядок выполнения работы

С помощью весов определить массу порошкового материала. Полученную навеску пересыпать в вискозиметр, зажав нижнее отверстие. По команде начать отсчет времени и открыть отверстие в вискозиметре. Отсчет времени закончить в момент падения последних песчинок. По полученным данным рассчитать текучесть для порошка. Повторить испытания для различных порошков.

Отчет должен содержать краткие теоретические сведения, описание выполнения работы, расчеты текучести порошков, выводы о проделанной работе.

Лабораторная работа № 7

Определение склонности шихты порошка к зависанию и сводообразованию

Цель работы: определить склонность шихты к зависанию и сводообразованию.

Аппаратура и материалы:

1. Установка для определения склонности шихты к зависанию
2. Шихта (порошок), 450 г.

1. Краткие теоретические сведения

Зависание (сводообразование) – это явление застревания порошкового материала во внутренних полостях бункера, точек перегиба трубопроводов и в прессформе, которое обуславливается особенностями течения таких материалов, с одной стороны проявляющих свойства жидкости, а с другой – являющимися совокупностью твердых частиц, активно взаимодействующих друг с другом (трение, сцепление, схватывание) вследствие неупорядоченного расположения. Порошковые текучие (сыпучие) материалы способны принимать форму сосуда и движутся потоком – в этом они похожи на жидкости. Каждая частица обладает вместе с тем свойствами твердого тела и их совокупность также способна воспринимать внешние сжимающие нагрузки – в этом сходство порошкового тела с твердым.

Сила сцепления частиц зависит от:

- степени влажности;
- пористости;
- размера и формы частиц;
- гранулометрического состава.

Так как сила сцепления пропорциональна суммарной площади контактов между частицами материала, то чем мелкозернистей порошок, то тем больше силы поверхностного сцепления между ними.

Если порошок загрузить в бункер, то под действием сил тяжести верхних слоев в нижних материал уплотняется, сила сцепления увеличивается и текучесть уменьшается, что приводит к увеличению насыпной плотности и числа точек контакта между частицами. При этом из зазоров между частицами частично вытесняется воздух и возникают точки контакта между частицами, в которых действуют межмолекулярные силы. В результате этого затрудняется истечение порошка из отверстия бункера, в трубопроводах возникают зоны

уплотнения порошка и пробки, полость пресс-формы, имеющая сужения, не заполняется.

Зависание и сводообразование – нежелательные явления, которые приводят к нарушению процессов дозирования, транспортировки и прессования порошков и которые следует учитывать при проектировании бункеров, трубопроводов и пресс-форм.

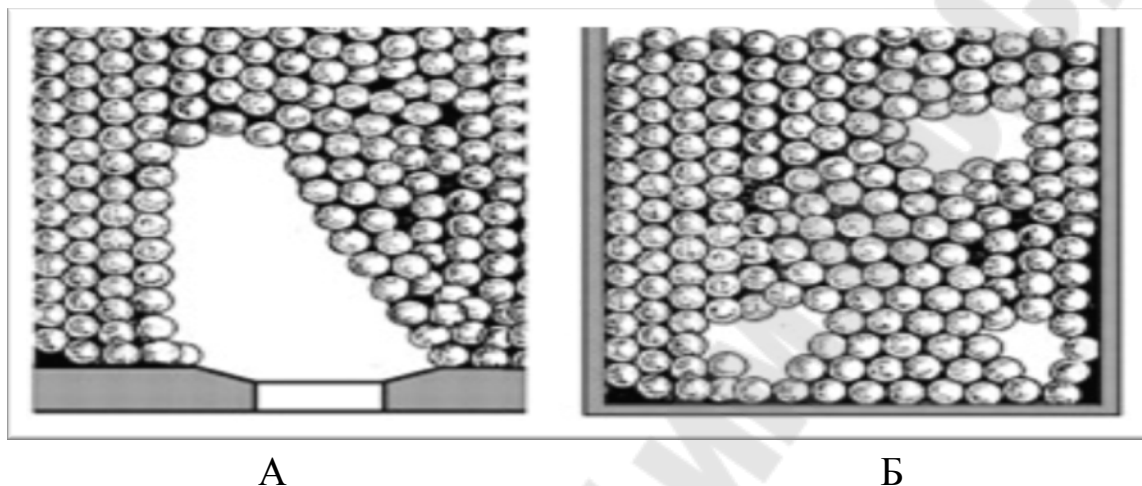


Рисунок 3.1 – Схема зависания:

А – в виде свода над отверстием в модели бункера и *Б* – схема образования пустот при заполнении пресс-формы

Диаметр отверстия в бункере или проходное сечение трубопровода $d_{\text{крит}}$, в которых начинается зависание могут быть определены по эмпирической формуле

$$d_{\text{крит}} = 4,5e^{0,24A}, \quad (7.1)$$

где e – основание натуральных логарифмов;

A – средний размер зерна по Фишеру.

Часто для борьбы с явлением зависания в конструкцию пресс-автоматов вводят так называемые «встряхиватели» – небольшие устройства механического или электромеханического типа, которые периодически ударяют молоточком по местам бункеров или трубопроводов, где прогнозируется зависание или сводообразование.

Этой же цели служат вибраторы, устанавливаемые в соответствующих местах системы питания пресса.

2. Порядок выполнения работы

Установка для определения склонности шихты (порошка) к зависанию и сводообразованию показана на рис. 7.2.

Порядок работы на установке следующий:

В воронку вставляют калиброванную дюзу (фильеру) диаметром 5 мм. Затем сухим пальцем снизу закрывают отверстие, заполняют воронку сухим порошком, открывают отверстие, и дают порошку истечь в приемную емкость. Затем дюзу с диаметром отверстия 5 мм заменяют на дюзу с отверстием диаметром 4 мм и опыт повторяют. Постепенно заменяя дюзы, определяют момент прекращения истечения порошка через отверстие – дюза с таким отверстием и будет той, при которой начинается зависание шихты и сводообразование.

Определение выполняют на трех порциях каждого испытуемого порошка.

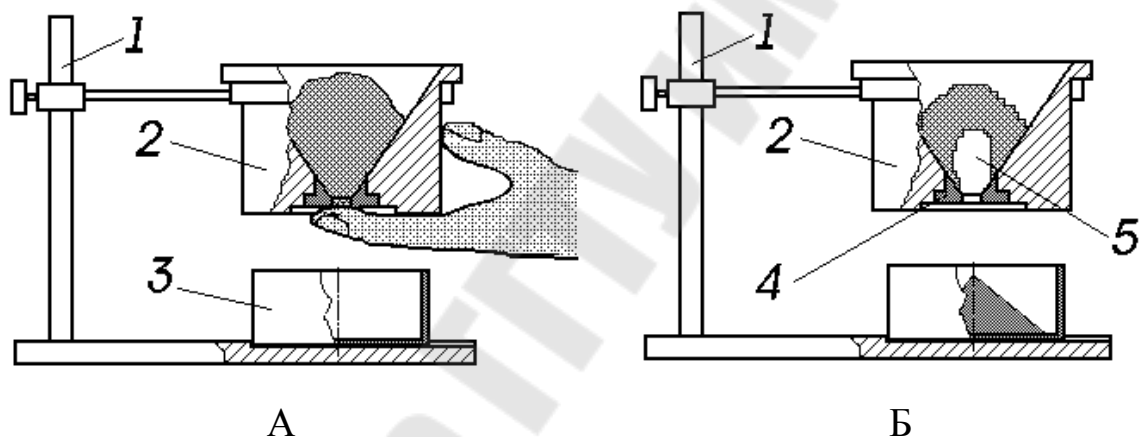


Рисунок 3.2 – Установка для определения склонности шихты к сводообразованию и зависанию:

1 – штатив; 2 – воронка; 3 – приемная емкость; 4 – сменные сопла (дюзы); 5 – свод при зависании порошка. А – установка воронки и засыпка порошка в воронку, Б – истечение порошка

Отчет должен содержать краткое описание технологических характеристик порошковых материалов, с указанием значения определения склонности порошков к сводообразованию и зависанию, значение этого параметра при проектировании бункеров, трубопроводов и пресс-форм. Следует особо отметить влияние размеров частиц и их формы на склонность порошков к зависанию и сводообразованию

В отчете должен содержаться протокол испытаний.

В отчете записываются: описание порошка (шихты), материал порошка, фракционный состав, характеристика формы частиц (гранул) по паспортным данным и дается таблица измерений, шапка которой приведена ниже.

Таблица 7.1

Номер измерения	Тип порошка	Диаметр дюзы, мм	Отметка о наличии явления
-----------------	-------------	------------------	---------------------------

Лабораторная работа № 8

Изучение процесса получения порошковых композиционных материалов на металлической матрице

Цель работы: ознакомление с технологическим процессом изготовления композиционного материала методом порошковой металлургии и исследование некоторых его закономерностей.

1. Краткие теоретические сведения

Порошковая металлургия – область техники, охватывающая совокупность методов изготовления порошков металлов и металлоподобных соединений, а также изделий из них путем компактирования и спекания без расплавления основного компонента.

Производство порошков и спеченных материалов из них начало развиваться в связи с необходимостью получения тугоплавких металлов (W, Mo, Ta и др.) и изготовления материалов и изделий со специфическими свойствами из смеси нескольких материалов, сплав которых нельзя получить обычной металлургией. Примерами таких изделий могут служить щетки электрических машин (Cu + графит), электроконтактные материалы (W+Cu, W+Ag), твердые спеченные сплавы на основе карбидов, керметы, состоящие из тугоплавких соединений и металлов при содержании тугоплавкой фазы более 50 % по объему, и другие материалы.

Порошковая металлургия является единственным методом изготовления металлических фильтров, пористых подшипников, контактных материалов на основе тугоплавких металлов и других изделий. Важным преимуществом метода порошковой металлургии является резкое снижение потерь металла при изготовлении изделий. Если при обычном изготовлении деталей методом литья с последующей станочной обработкой потери металла составляют 60 % и более, то при использовании данного метода потери не превышают 7-10 %.

Широкое применение порошковая металлургия нашла при изготовлении автомобильных деталей (шестерен, втулок, валиков и др.), фасонных и других изделий из обычных материалов (Fe, Cu) и с достижением обычных свойств, но с более высокими техникоэкономическими показателями по сравнению с высоким производством аналогичных деталей.

Особый интерес представляют антифрикционные порошковые композиционные материалы, из которых изготавливаются подшипники скольжения для работы в различных условиях трения. К таким материалам на металлической матрице относятся материалы на основе железа, меди, никеля, кобальта, алюминия. Матрица может состоять из комбинации

данных основных материалов и иметь наполнители из других материалов, повышающих антифрикционные и прочностные характеристики композита. В частности, для трения со смазкой применяется композит со следующими компонентами в весовых процентах: Cu – 69,5 %, Pb – 29 %, Sn – 1 %, C – 0,5 %. Коэффициент трения такого материала со смазкой составляет 0,005 при хороших прочностных характеристиках. Для трения без смазки, т.е. в условиях самосмазывания можно отметить антифрикционный материал со следующими компонентами в объемных процентах: Al – 60 %, Cu – 10 %, Sn – 10 %, C – 1 %. Данный материал предложен в Японии и впервые упомянут в японском патенте № 7819. Трудностью, ограничивающей в известной степени масштабы производства, является сравнительно высокая стоимость исходных порошков и прессового инструмента.

Технология порошковой металлургии включает получение порошков, смешивание их (подготовка шихты), формование путем прессования (прокатки, экструзии,ковки), спекание и в некоторых случаях дополнительную обработку (пропитка маслами или металлами, химикотермическая, механическая обработка и др.) для придания изделиям специальных свойств

Некоторые свойства порошков указаны в табл. 8.1.

Таблица 8.1

Свойства некоторых порошков

Порошки	Температура плавления, °С	Плотность компактного материала, г/см ³	Насыпная масса, г
Оловянный			4,5
Алюминиевый	660	2,5-2,7	0,7-1,0
Вольфрамовый	3400	19,1	5,0-10,0
Графитовый	-	2,22	0,3-0,5
Железный	1530	7,8-7,85	1,5-2,5
Медный	1083	8,3-8,9	1,5-1,8
Никелевый	1450	8,8-8,9	1,8
Свинцовый	327	11,3-11,4	5,4-5,7

Подготовка порошков и расчет шихты. Формованию заготовок деталей из порошка предшествует процесс подготовки, который заключается в классификации порошков по размерам, их смешивании и предварительной обработке. Предварительная обработка порошков (механическая, термическая и др.) производится с целью повышения пластичности, прессуемости и спекаемости порошков.

После просеивания на ситах или воздушной сепарации (для более мелких частиц) составляется смесь порошков нужного гранулометрического и химического состава. Полученную смесь (шихту) для получения однородного состава подвергают тщательному перемешиванию в специальных барабанах, мельницах и других устройствах. Добавка к шихте спирта или дистиллированной воды (мокрое смешивание) способствует лучшему перемешиванию компонентов шихты.

В процессе смешивания иногда вводят технологические присадки пластификаторы, облегчающие процесс прессования (парафин, стеарин, глицерин, олеиновая кислота и др.), легкоплавкие присадки, активизирующие процесс спекания и летучие вещества, способствующие получению изделий с гарантированной пористостью. Полученную таким образом шихту дозируют по массе или объему. Дозу шихты, предназначенную для прессования, вычисляют по формулам:

$$G = \gamma_k V_d \left(1 - \frac{\Pi}{100} \right) K, \quad (8.1)$$

где G – масса навески шихты, г;
 γ_k – плотность шихты, г/см³;
 Π – пористость готовой детали, %;
 K – коэффициент потерь при спекании ($K=1,04$);

$$\gamma_k = \frac{1}{\sum \frac{G_i}{\gamma_i}}, \quad (8.2)$$

Прессование. Заготовкам из порошка или волокна при помощи формования придают форму, размеры, плотность и механическую прочность, необходимые для последующего изготовления изделий.

Применение того или иного метода формования зависит от прессуемости порошков данного металла, формы и размеров получаемого изделия. Для изготовления, например, крупных заготовок (труб, стержней) из порошков тугоплавких металлов применяют гидростатический метод. Прокаткой порошков получают листы, полосы и ленты. Мелкие детали прессуют в стальных прессформах на гидравлических или механических прессах.

Процесс прессования производится следующим образом: сборка прессформы, дозировка и засыпка порошка в полость (матрицу) прессформы, прессование до заданной плотности и удаление спрессованного брикета из прессформы.

Сущность процесса прессования заключается в деформировании объема порошка обжатием, при котором происходит уменьшение первоначального объема. При прессовании большинства порошков наблюдается трехкратная степень обжатия.

Процесс деформирования сыпучего тела (порошка) сопровождается уменьшением первоначального объема, чем существенно отличается от процесса деформирования компактного материала, при котором его объем остается постоянным (изменяется только форма). На графике (рис. 8.1) показана кривая, выражающая зависимость относительной плотности в процентах от давления прессования. Как видно из графика, на первой стадии процесса (участок а) происходит интенсивное уплотнение порошка за счет перераспределения (свободного

перемещения) частиц и более плотной их упаковки под действием внешних сил. По окончании первой стадии процесса получается максимально плотная упаковка частиц. При дальнейшем увеличении давления (участок б) порошок некоторое время не уплотняется, так как плотно упакованные частицы оказывают сопротивление сжатию. На третьей стадии процесса (участок в) давление прессования превышает сопротивление частиц сжатию, и уплотнение происходит за счет деформации частиц.

На практике наблюдается деформация отдельных частиц в начале процесса прессования, а скольжение некоторых частиц - при высоких давлениях (в конце уплотнения), т.е. стадии уплотнения как бы накладываются и протекают одновременно. В результате прессования металлического порошка в прессформе резко увеличивается контакт между частицами порошка и уменьшается пористость. Прочность полученной прессовки зависит от давления прессования формы, размера, состояния поверхности и пластичности частиц.

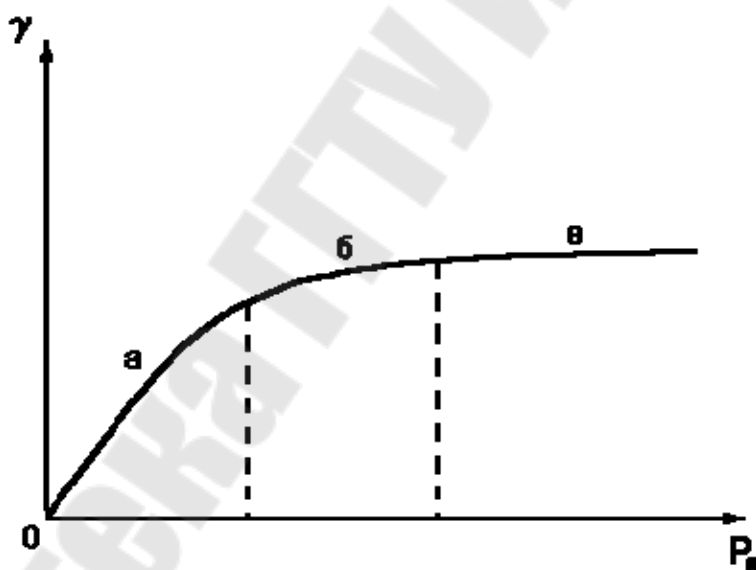


Рисунок 8.1 – Кривая процесса уплотнения порошка

Высоту матрицы прессформы принимают в зависимости от степени обжата (отношение насыпного объема порошка к объему заготовки). Обычно высота матрицы в 3–3,5 раза больше высоты заготовки. Внутренний диаметр матрицы D равен внешнему диаметру заготовки D_n с учетом припуска на обработку (калибрование) K , допуска на размер изделия A , усадки при спекании Δ_p и упругого последствия L_D .

Внешний диаметр матрицы прессформы рассчитывают в зависимости от давления прессования и прочности материала матрицы. Давление прессования колеблется в пределах 200...1000 МПа в зависимости от требуемой плотности заготовки, твердости порошка и других факторов. Давление прессования значительно снижается при вибрационном прессовании.

Усилие прессования контролируется по манометру гидравлического пресса. При прессовании частицы порошка находятся в условиях неравномерного объемного сжатия. Силы трения, возникающие между стенками прессформы и частицами порошка, способствуют уменьшению осевого давления, вследствие этого возникает неравномерное распределение плотности по высоте прессовки (уменьшается при одностороннем прессовании по направлению от верхнего пуансона к нижнему). Для уменьшения неравномерности распределения плотности применяют двустороннее прессование, смазку стенок матрицы и пуансона и пр.

Силы трения порошка о стенки прессформы определяют усилие выпрессовывания прессовки из матрицы. Увеличение размеров прессовки происходит под воздействием упругих сил, освободившихся после снятия давления прессования. Такое расширение, называемое упругим последствием, учитывается при конструировании прессформ. Упругое последствие возрастает с повышением давления прессования, увеличением насыпной массы шихты, количества окислов и твердости частиц порошка (составляет 3 % по диаметру и 5 - 6 % по высоте прессовки).

Величина упругого последствия S_d определяется по формуле

$$S_d = \frac{d_1 - d_0}{d_0}, \quad (8.3)$$

где d_0 – первоначальный диаметр прессовки (в прессформе), мм;

d_1 – диаметр прессовки после извлечения ее из прессформы, мм.

Для определения относительной плотности и пористости полученной прессовки при помощи микрометра измеряют диаметр и высоту, а затем находят ее объем. Прессовка взвешивается на технических весах с точностью до 0,02 г и определяется ее плотность γ . Относительная плотность (ν) и пористость (Π) вычисляются по формулам:

$$\nu = \frac{\gamma}{\gamma_k}, \quad (8.4)$$

$$\Pi = (1 - \nu) \cdot 100\%. \quad (8.5)$$

Под пористостью понимают отношение объема пор к полному объему пористого тела.

Спекание. Это процесс развития межчастичного сцепления и формирования свойств материала, полученного нагревом сформированного или свободно насыпанного порошка или волокна без расплавления основного компонента. В процессе спекания происходит диффузия, рекристаллизация, восстановление окислов и другие процессы, между частицами образуются прочные межмолекулярные связи. В результате прессовка превращается в прочное твердое тело заданной плотности. Спекание проводят в инертной среде (аргон, гелий, вакуум) во избежание окисления металла или в присутствии восстановителей (водород, природный газ и др.) для устранения поверхностной оксидной пленки. Интервал температур спекания находится в пределах от 0,6 до 0,9 абсолютной температуры плавления t °С основного металла. Длительность спекания обычно не превышает 1–2 часов но может колебаться в широких пределах.

При спекании обычно происходит повышение плотности прессовок и их усадка (уменьшение размеров по высоте и диаметру). Подбором гранулометрического состава порошка можно частично устранить усадочные явления. Ускорить процесс спекания можно различными методами - применением слегка окисленных прессовок, воздействием на них во время спекания ультразвуком, магнитным полем, введением в состав шихты легкоплавких добавок и др.

Спекание многокомпонентных систем (смесей порошков двух и более металлов) возможно без образования жидкой фазы (ни один из компонентов смеси не расплавляется) или с образованием ее. В последнем случае один или несколько компонентов расплавляется при спекании, но основа остается в твердом состоянии. Увеличение температуры и длительности процесса как при твердофазном, так и жидкофазном спекании приводит к уменьшению пористости, увеличению плотности и твердости, повышению механических свойств изделия.

Для спекания изделий применяются электрические печи сопротивления, индукционный нагрев или нагрев электрическим током, пропускаемым непосредственно через спекаемый порошок. Порис-

тость спеченных прессовок определяется по формуле (8.5), где «П» принимается для спеченного тела.

Дополнительная обработка. После спекания изделия часто подвергаются дополнительной обработке с целью дальнейшего повышения их физико-механических свойств. Наиболее часто применяется допрессовывание с последующим спеканием для получения изделий с более высокой плотностью, прочностью и пластичностью. Пропитка смазками пористых изделий производится для улучшения антифрикционных свойств, так как присутствие масла в порах позволяет деталям «самосмазываться». Термическая (закалка, отжиг и др.) и химикотермическая (науглероживание, сульфидирование и др.) обработки применяется для улучшения физико-механических свойств и защиты от коррозии.

Точность размеров спеченных изделий достигает 5–7 классов точности и шероховатость поверхности до 4–5 классов чистоты. Калиброванием в специальных прессформах повышается точность размеров до 3–4 класса точности при шероховатости поверхности, достигающей 6–7 класса чистоты.

Оборудование, инструмент, материалы

Для проведения работы необходимы: гидравлический пресс, прессформа, печь для спекания, тигель для спекания, карбюризатор, мерные пробирки, технические весы, микрометр, порошки алюминия, меди, олова и графита.

2. Порядок выполнения работы

1. Приготовление компонентов порошковой шихты антифрикционного композиционного материала Al – 60 %, Cu – 10 %, Sn – 10 %, C – 20 % по объемным долям. Общий объем шихты указывает преподаватель.

2. Определение весовых долей компонентов шихты и их смешивание.

3. Прессование шихты в прессформах круглого или квадратного профиля с полным заполнением шихтой уровня насыпки матрицы прессформы с различными усилиями прессования.

4. Взвешивание полученных прессовок и определение их плотности П.

5. Определение плотности компактного материала шихты γ_k по формуле (8.2). При этом используется деление по весовому содержанию компонентов шихты, а значения плотности компактных материалов компонентов шихты принимаются из таблицы 8.1.

6. Определение пористости Π для полученных прессовок по формуле (8.5) с использованием полученных значений γ и γ_k .

7. Определение упругого последействия S_d по формуле (8.3) для каждой прессовки.

8. Построение графика зависимости пористости прессовки и упругого последействия от давления прессования.

9. Спекание прессовок в специальных тиглях под слоем карбюризатора, создающего защитную среду (углекислый газ) в печи при температуре спекания 0,85 температуры плавления основного компонента шихты, продолжительностью 30 мин.

10. Определение усадки при спекании Π_D по зависимости

$$\Pi_D = \frac{V_d - V_c}{V_d}, \quad (8.6)$$

где V_c – объем спеченной прессовки.

Определение пористости спеченных прессовок.

Отчет должен содержать название и цель работы, краткие теоретические сведения, порядок проведения работы с результатами экспериментальных измерений и проведенных теоретических расчетов, оформление таблицы 8.2 с исходными, расчетными и замеряемыми данными, график, выводы.

Таблица 8.2

Результаты измерений

№ опыта	Химический состав компонента, %	Давление прессования p , МПа	Упругое последействие S_d , %	Пористость образца Π , %		Температура спекания, °С	Усадка при спекании и Π_D
				спрессованного	спеченного		

Лабораторная работа № 9

Приготовление порошковых многокомпонентных смесей

Цель работы: изучить способы приготовления порошковых многокомпонентных смесей.

Материалы и оборудование: настольные весы с точностью 0,01г., емкости для смешивания, вибросито, порошки фторопласта, никеля, графита, меди, бронзы.

1. Краткие теоретические сведения

В производстве для изготовления изделий используют смеси порошков разных металлов. Смешивание порошков есть одна из важных операций и задачей ее является обеспечение однородности смеси, так как от этого зависят конечные свойства изделий. Наиболее часто применяют механическое смешивание компонентов в шаровых мельницах и смесителях.

Равномерное и быстрое распределение частиц порошков в объеме смеси достигается при близкой по абсолютной величине плотности смешиваемых компонентов. При большой разнице абсолютной величины плотностей наступает расслоение компонентов. В этом случае полезно применять раздельную загрузку компонентов по частям: сначала более легкие с каким-либо более тяжелым, затем остальные компоненты. Смешивание всегда лучше происходит в жидкой среде, что не всегда экономически целесообразно из-за усложнения технологического процесса.

Дозирование – это процесс отделения определенных объемов смеси порошка. Различают объемное дозирование и дозирование по массе. Объемное дозирование используют при автоматизированном формировании изделий. Дозирование по массе наиболее точный способ, этот способ обеспечивает одинаковую плотность формирования заготовок.

Для формирования изделий из порошков применяют следующие способы: прессование в стальной прессформе, изостатическое прессование, прокатку порошков, мундштучное прессование, шликерное формование, динамическое прессование.

2. Порядок выполнения работы

- 1 Определить состав и массовое содержание порошков;
- 2 Осуществить мерную насыпку порошков, предварительно перемешав их и взвесив на точных весах;

3 Смешать порошки в отдельной емкости и осуществить предварительное перемешивание вручную;

4 Осуществить просеивание полученной смеси на вибросите с механизмом грохота;

5 Осуществить мерную насыпку полученной смеси по емкостям;

6 Оформить отчет и написать выводы по работе.

Лабораторная работа № 10

Выбор температуры спекания порошковых смесей после прессования

Цель работы: изучить влияние процесса спекания на плотность, пористость и усадку заготовок, полученных при различных давлениях прессования.

Материалы и оборудование: штангенциркуль, весы, сушильная печь.

1. Краткие теоретические сведения

Спекание – одна из основных технологических операций в порошковой металлургии. Прессовка представляет из себя непрочное тело, которое, как и исходный порошок, обладает огромной удельной поверхностью, содержит высокую концентрацию других дефектов. Все это обуславливает высокую термодинамическую неравновесность такой системы.

Плотность, прочность и другие физико-механические свойства спеченных изделий зависят от условий изготовления: давления, прессования, температуры, времени и атмосферы спекания и других факторов.

В зависимости от состава шихты различают твердофазное спекание (т.е. спекание без образования жидкой фазы) и жидкофазное, при котором легкоплавкие компоненты смеси порошков расплавляются.

Твердофазное спекание. При твердофазном спекании протекают следующие основные процессы: поверхностная и объемная диффузия атомов, усадка, рекристаллизация, перенос атомов через газовую среду.

Все металлы имеют кристаллическое строение и уже при комнатной температуре совершают значительные колебательные движения относительно положения равновесия. С повышением температуры энергия и амплитуда атомов увеличивается и при некотором их значении возможен переход атома в новое положение, где его энергия и амплитуда снова увеличиваются и возможен новый переход в другое положение. Такое перемещение атомов носит название диффузии и может совершаться как по поверхности (поверхностная диффузия), так и в объеме тела (объемная диффузия). Движение атомов определяется занимаемым ими местом. Наименее подвижны атомы, распо-

ложенные внутри контактных участков частичек порошка, наиболее подвижны атомы, расположенные свободно – на выступах и вершинах частиц. Вследствие этого, т.е. большей подвижности атомов свободных участков и меньшей подвижности атомов контактных участков, происходит переход значительного количества атомов к контактным участкам. В результате расширяются контактные участки и округляются пустоты между частицами без изменения объема при поверхностной диффузии. Сокращение суммарного объема пор возможно только при объемной диффузии. При этом происходит изменение геометрических размеров изделия – усадка. Обычно усадка в направлении прессования больше, чем в поперечном направлении. Движущей силой процесса усадки при спекании является стремление системы к уменьшению запаса поверхностной энергии. По этой причине порошки с развитой поверхностью уплотняются при спекании с наибольшей скоростью, как обладающие большими запасом поверхностной энергии.

При спекании иногда наблюдается нарушение процесса усадки. Это нарушение выражается в недостаточной степени усадки или в увеличении объема. Причинами этого является: снятие упругих остаточных напряжений после прессования, наличие невосстанавливающихся окислов, фазовые превращения и выделение адсорбированных и образующихся при химических реакциях восстановления окислов газов. Рост объема спекаемых тел наблюдается при образовании закрытой пористости и объеме пор более 7 % (когда расширение газов в закрытых порах вызывает увеличение объема). Пленки невосстанавливающихся окислов тормозят процессы диффузии, препятствуя усадке.

Рекристаллизация при спекании приводит к росту зерен и уменьшению суммарной поверхности частиц, что энергетически выгодно. Однако рост зерен ограничен тормозящим влиянием посторонних включений на поверхностях зерен: порами, пленками, примесями. Различают рекристаллизацию внутризеренную и межчастичную.

Структура изделий, спеченных из тонкоизмельченных порошков, отличается наличием большого числа крупных зерен, образовавшихся в результате рекристаллизации при спекании. Увеличение давления прессования приводит к уменьшению усадки (объемной и линейной), повышению всех показателей прочности – сопротивления разрыву и сжатию, твердости. С повышением температуры плотность и прочность спеченных изделий возрастает тем быстрее, чем ниже

было давление прессования. Обычно температура спекания составляет 0,7-0,9 температуры плавления наиболее легкоплавкого материала, входящего в состав шихты (смеси порошков). Выдержка при постоянной температуре вызывает сначала резкий, а затем более медленный рост плотности, прочности и других свойств спеченного изделия. Наибольшая прочность достигается за сравнительно короткое время и затем почти не увеличивается. Плотность изделий при спекании в восстановительной среде выше, чем при спекании в нейтральной среде. Очень полно и быстро проходит спекание в вакууме, которое по сравнению со спеканием в нейтральной среде обычно начинается при более низких температурах и дает повышенную плотность изделия.

Температурный интервал спекания разделяют на три этапа. На первом этапе температура составляет лишь 0,2-0,3 $T_{пл}$ и плотность шихты почти не изменяется. Задача первого этапа заключается в удалении пластифицирующих присадок, частичном снятии остаточных напряжений, ослаблении физического взаимодействия между частицами порошка. На втором этапе (температура около 0,5 $T_{пл}$) развиваются процессы восстановления окислов и удаления газообразных продуктов. Плотность может несколько снижаться. Третий – высокотемпературный (температура около 0,9 $T_{пл}$) этап интенсивного спекания, характеризуемый значительным увеличением скоростей диффузионных процессов, рекристаллизацией, развитием металлических контактов и существенным увеличением плотности материала.

Горячее прессование – процесс одновременно прессования и спекания порошков при температуре 0,5-0,8 $T_{пл}$ основного компонента шихты. Это позволяет увеличить текучесть шихты при повышенных температурах и получить малопористые изделия. При этом силы давления формования суммируются с внутренними физическими силами, приводящими к уплотнению. Наиболее существенными результатами горячего прессования являются максимально быстрое уплотнение и получение изделия с минимальной пористостью при сравнительно малых давлениях. Механизм уплотнения идентичен наблюдаемому при обычном спекании: образование межчастичного контакта, возрастание плотности с одновременным увеличением размеров частиц и дальнейший их рост при незначительном дополнительном уплотнении. Изделия после горячего прессования обладают более высоким пределом текучести, большим удлинением, повышенной твердостью, лучшей электропроводностью и более точными размерами, чем изделия, полученные путем последовательного прессо-

вания и спекания. Указанные свойства тем выше, чем больше давление прессования. Горячепрессованные изделия имеют мелкозернистую структуру.

Горячее прессование нагретого порошка или заготовки выполняют в прессформе. Нагрев осуществляют обычно электрическим током.

До приложения давления к порошку прессформа с порошком или только порошок могут быть нагреты и каким-либо другим способом. Материалом для изготовления прессформ служат жаропрочные стали (при температурах до 1000°C) графит, в том числе и силицированный, имеющий повышенную механическую прочность. В настоящее время расширяется применение прессформ из тугоплавких окислов, силикатов и других химических соединений. Для предупреждения взаимодействия прессуемого материала с материалом прессформы внутреннюю поверхность ее покрывают инертным составом (жидкое стекло, эмаль, нитрид бора и др.) или металлической фольгой. Кроме того, для предупреждения окисления прессуемого изделия применяют защитные среды (восстановительные или инертные) или вакуумирование. Горячее прессование выполняют на специальных гидравлических прессах, имеющих устройства для регулирования температуры при прессовании.

Интенсификация процесса спекания достигается специальными приемами. Для этого используют химические и физические способы активирования спекания. Химическое активирование заключается в изменении состава атмосферы спекания. Например, добавка в атмосферу хлористых или фтористых соединений способствует активному взаимодействию с ними выступов частичек, а образующиеся соединения снова восстанавливаются до металла, атомы которого конденсируются в местах с минимальным запасом свободной энергии. Оптимальной является массовая доля хлористого водорода в водородной восстановительной среде 5-10 %, интенсивное уплотнение спекаемой заготовки наблюдается при добавке в порошок малого количества металла с меньшей температурой плавления. Например, к вольфраму добавляют никель, к железу – золото и т.п. В настоящее время широко применяют физические способы спекания: циклическое изменение температуры, воздействие вибраций или ультразвука, облучение прессформ, наложение сильного магнитного поля.

Жидкофазное спекание. При жидкофазном спекании в случае смачивания жидкой фазой твердой фазы увеличивается сцепление твердых частичек. При плохой смачиваемости жидкая фаза тормозит процесс спекания, препятствуя уплотнению. Жидкая фаза приводит к увеличению скорости диффузии компонентов и облегчает перемещение частиц твердой фазы. При жидкофазном спекании можно получить изделия, в структуре которых поры практически отсутствуют.

Процесс спекания порошков в присутствии жидкой фазы происходит, если один из компонентов имеет $t_{пл}$ плавления ниже $t_{сп}$ спекания. Иногда в местах контакта частиц разных компонентов образуется эвтектический сплав, температура плавления которого меньше температуры спекания – он будет жидкой фазой.

Обычно подбирают состав шихты так, чтобы жидкость смачивала поверхность твердой фазы. Атомы твердых частиц переходят в жидкий раствор и движутся к тем участкам структуры, где высока свободная энергия сплава, а затем выделяются из раствора, снижая эту энергию (например, за счет уменьшения кривизны поверхности и роста зерен).

Ошибочным является представление, что жидкая фаза просто заполняет все поры в заготовке при своем появлении – при этом забывают, что объем жидкости ненамного больше кристалла (на 3–5 %).

Движущей силой процесса спекания является сокращение свободной поверхности, уменьшение химической и физической неоднородности порошковой детали. В зависимости от характера взаимодействия компонентов, входящих в шихту, спекание можно подразделить на: спекание в твердой фазе; спекание с жидкой фазой.

При спекании порошков в твердой фазе принято различать спекание однокомпонентных и многокомпонентных систем. При нагревании однокомпонентных прессовок сначала удаляются адсорбированные газы и смазочные вещества, восстанавливаются оксидные пленки (если есть восстановительная атмосфера). Это приводит к образованию металлических микроконтактов между соприкасающимися частицами.

При повышении температуры увеличивается скорость диффузионной подвижности атомов, обеспечивая протекание процессов, уменьшающих свободную энергию системы. Сначала стартует поверхностная диффузия, которая приводит к образованию шеек между частицами, их взаимному проскальзыванию и образованию изолированных пор неправильной формы. При этом в месте контакта частиц

формируются и растут новые более равновесные зерна. Дальнейший рост температуры делает заметной и объемную диффузию, которая способствует залечиванию пор (рис. 10.1) и формированию равновесной зеренной структуры.

Скорость усадки на различных стадиях процесса спекания неодинакова. Характерные особенности усадки – высокая скорость в начальный момент спекания и постепенное замедление при изотермической выдержке. Температура твердофазного спекания зависит от требуемого уровня плотности деталей и для большинства металлов находится в пределах $t_{сп} = (0,7-0,8) t_{пл}$.

Процессы при спекании прессовок из многокомпонентной порошковой шихты зависят от типа равновесной диаграммы состояния между входящими в состав веществами.

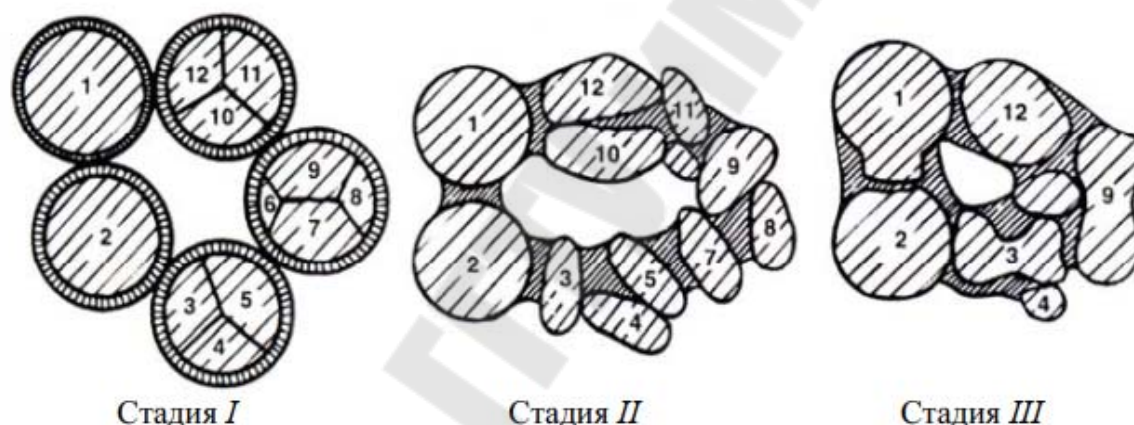


Рисунок 9.1 – Стадии формирования структуры композиционного материала на основе порошков:

стадия I – исходное состояние; стадия II – формирование мостиков между частицами; стадия III – формирование ограниченных зерен

Спекание сплавов в твердой фазе идет аналогично однокомпонентной заготовке, но дополнительной движущей силой является градиент концентрации химических элементов. Встречная диффузия атомов различных компонентов активизирует процесс диффузии и уплотнения заготовки. Однако в некоторых случаях различие в подвижности разноименных атомов может приводить к появлению так называемой диффузионной пористости. Еще одним фактором, влияющим на усадку, является увеличение параметра решетки образующегося твердого раствора, приводящее к росту размеров спечен-

ной заготовки. Замедляет процесс спекания возможное образование промежуточных химических соединений, тормозящее диффузию.

Диффузия в жидкой фазе идет с намного большей скоростью, чем в кристалле. Поэтому процесс спекания заметно ускоряется и его можно вести при меньших температурах. Характерная особенность спекания в жидкой фазе – большая степень уплотнения, чем при твердофазном обжиге.

Как правило, при спекании происходит положительная усадка, т.е. уменьшение размеров и объема спекаемого изделия за счет уменьшения пористости. Однако это не является обязательным. При образовании твердого раствора в системах с неограниченной растворимостью компонентов увеличение параметра решетки может приводить к росту линейных размеров заготовки. Это же наблюдается и при спекании в присутствии больших количеств (10...15%) жидкой фазы.

По техническим особенностям процесс спекания можно подразделить на следующие виды:

- спекание свободно насыпанного порошка;
- спекание предварительно спрессованных брикетов;
- спекание и прессование совместное (горячее прессование).

В данной работе изучается процесс твердофазного спекания предварительно спрессованных брикетов из медного и железного порошка и структура сплава.

Режим спекания определяется не только температурой, но и временем выдержки, и подбирается в зависимости от требуемых свойств готового изделия – его физической и химической однородности.

Спекание ведут в защитной атмосфере или вакууме. Применяют также местные методы защиты изделий от окисления: спекание в контейнерах с карбюризатором (древесным углем) и другими засыпками.

В окислительной атмосфере производят отжиг оксидных материалов, таких как радиокерамика, сверхпроводники, терморезисторы, позисторы, магнитотвердые и магнитомягкие ферриты.

2. Порядок выполнения работы

Спекать прессовки в печи по заданному режиму (температура спекания и время сообщается преподавателем).

Определить вес спеченных изделий $G_{сп}$ взвешиванием на аналитических весах, измерить размеры d и h и определить объем $V_{сп}$. Рассчитать плотность спеченного образца

Определить относительную плотность заготовки θ :

$$\theta = (\gamma_{\text{сп}} / \gamma_{\text{комп}}), \quad (10.1)$$

где $\gamma_{\text{сп}}$ – плотность спеченного материала, кг/м^3 ;
 $\gamma_{\text{комп}}$ – плотность компактного материала, кг/м^3 .
Определить пористость

$$\Pi = 100 - \theta_{\text{сп}} , \% . \quad (10.2)$$

Определить объемную усадку ΔV :

$$\Delta V = (V_{\text{пр}} - V_{\text{сп}} / V_{\text{пр}}) \cdot 100 , \% . \quad (10.3)$$

где $V_{\text{пр}}$, $V_{\text{сп}}$ – объем заготовки до и после спекания.

Отчет должен содержать формулировку цели работы, краткие теоретические сведения, расчеты согласно порядку проведения работы, выводы.

Лабораторная работа № 11

Исследование зависимости плотности прессовки от давления прессования»

Цель работы: исследовать зависимость плотности прессовки от давления прессования.

Аппаратура и материалы:

1. Установка для определения насыпной плотности ГОСТ 19440-74
2. Весы РМ2000
3. Плоскопараллельная плитка-калибр с установочным размером 25 мм*
4. Форма для прессования порошков с диаметром полости прессования 30 мм
5. Испытательная машина
6. Линейка металлическая 100 мм
7. Цифровой штангенциркуль
8. Три порции порошка железа

1. Краткие теоретические сведения

Прессуемость – способность порошка под влиянием сжимающего усилия приобретать и удерживать определенную форму и размеры (соответственно размерам пресс-формы) называют «прессуемостью» порошка.

Далеко не всякий порошок обладает удовлетворительной прессуемостью, иначе говоря, некоторые порошки не могут быть спрессованы при практически осуществимых условиях прессования. Для достижения определенной степени прочности, порошок (или смесь порошков) данных химического состава и физических характеристик требует вполне определенных условий прессования (удельное давление, скорость, температура прессования и т. д.).

Крупность порошка резко сказывается на прессуемости. В то время как тонкий (45 мкм) и легкий (насыпной вес 0,8 г/см³) электролитический медный порошок дает достаточно прочные прессовки с пористостью до 55 % при удельном давлении 0,25 т/см², грубозернистый медный порошок (140 +160 мкм, насыпной вес 1,8–2,2 г/см³) начинает спрессовываться только при давлении 0,8-1,0 т/см², причем пористость в этом случае не превышает 40%. Наибольшую плотность

прессовок дают порошки смешанного гранулометрического состава, с определенным соотношением крупных и мелких фракций; соотношение это определяется опытным путем. Форма частиц, как указывалось выше, также влияет на прессуемость.

Весьма важное значение имеет «жесткость» порошка: чем мягче (пластичнее) порошок, тем при меньших давлениях он начинает прессоваться и тем при данном давлении будет выше прочность и плотность прессовки. Неотожженный электролитический железный порошок начинает прессоваться при давлениях порядка 5 т/см^2 (при относительной плотности 60–65 %); отожженный электролитический железный порошок прессуется уже при давлениях $0,75 \text{ т/см}^2$ (относительная плотность 65–70 %), а при давлении 5 т/см^2 дает относительную плотность до 85 %.

Улучшение прессуемости объясняется тем, что при отжиге удаляется поглощенный водород и снимается наклеп, в результате чего «жесткость» частиц порошка резко уменьшается.

Снижение давления прессования сказывается положительно на стойкости прессформ, снижает нормы расхода энергии и позволяет применить прессы облегченной конструкции, меньшей мощности и большей производительности.

В то время как форма частиц и гранулометрический состав порошка могут контролироваться непосредственно, пластичность обычно характеризуется косвенно-технологической пробой порошка на прессуемость. Эта проба может производиться одним из следующих способов:

– точная навеска порошка прессуется при определенном давлении; плотность полученного образца не должна быть ниже установленной нормы;

– прессуется образец определенных формы, веса, размеров (прессование до упора, давление не регистрируется); образец не должен иметь трещин, осыпания нижних граней, сколов;

– образец, спрессованный по способу 1 или 2, подвергается разрушению при сжатии; сопротивление сжатию не должно быть меньше определенной величины;

– определяется величина упругой деформации образца, спрессованного по способу 2 «до упора», т. е. увеличение размеров после снятия нагрузки и извлечения из контейнера.

Это расширение тем больше, чем менее пластичен порошок, и для порошка данных состава, характеристик и условий прессования

имеет вполне устойчивое постоянное значение. При определении упругой деформации удобно сравнивать размеры прессовок из испытуемого порошка, с размерами сравнительных (эталонных) образцов, спрессованных в том же инструменте из неупругих материалов, например парафина, воска и т. п.

Наиболее простой 2-й способ не дает количественных характеристик прессуемости порошка и применяется как метод оперативного контроля в тех случаях, когда для обеспечения высокой пористости, прессование производится при минимально допустимых давлениях. Способы 1-й и 4-й количественно отражают характеристики прессуемости порошка, кроме прочности прессовок. 3-й способ может быть рекомендован в тех случаях, когда прочность сырого полуфабриката имеет существенное значение на дальнейших стадиях технологического процесса (в частности, при прессовании изделий сложной формы или с тонкими стенками).

Во всяком случае характеристики порошка, предназначенного для целей порошковой металлургии, нельзя считать исчерпывающими, если в них не отражена «пластичность» порошка, определенная по меньшей мере одним из указанных способов.

Также непросто связать давление прессования и плотность спрессованной заготовки применительно к реальному случаю и использовать такую связь практически. Для суждения о прессуемости порошков большей частью выгоднее использовать более близкое к практике технологическое опробование степени уплотнения. Рекомендуется каждый раз использовать для такого опробования количество порошка, позволяющее получать спрессованную заготовку, высота которой примерно равна ее диаметру. Плотность такой заготовки и является мерой прессуемости (уплотняемости). Чтобы представить полностью связь между плотностью заготовки и давлением прессования, необходимо спрессовать ряд образцов при различных давлениях. Но можно и уплотнять определенную массу порошка при ступенчатом увеличении давления прессования, измеряя после каждой ступени высоту полученной заготовки (по высоте освобожденного пространства в матрице). Плотность образца определяют, зная поперечное сечение пуансона, массу порошка и высоту спрессованной заготовки. Степень уплотнения можно также вычислить по отношению уровня засыпки порошка к высоте спрессованного образца. Зная зависимость уплотнения от давления прессования, можно определить необходимый уровень засыпки, т. е. высоту матрицы.

На уплотняемость наиболее влияют свойства материала порошка: чем он пластичнее, тем лучше его уплотняемость (рисунок 11.1). Все факторы, затрудняющие пластическую деформацию компактного материала (примеси, легирующие присадки, повышенная плотность дислокаций и др.) затрудняют и прессование соответствующих порошков. К этому добавляется еще влияние формы их частиц. Оно особенно сильно при очень малых давлениях прессования и для губчатых порошков; при более высоких давлениях прессования влияния пластических свойств материала усиливаются.

Вследствие межчастичного трения грубые порошки уплотняются лучше тонких. Порошки с широким спектром размеров в области крупных частиц лучше прессуются. Облегчающие прессование присадки, снижающие трение, благоприятствуют уплотнению, но иногда они могут и ухудшить уплотняемость порошков.

Желая получить хорошо прессуемые порошки, к ним предъявляют подчас противоположные требования: они должны характеризоваться хорошей текучестью, малым насыпным объемом, возможно более высокой плотностью при малых давлениях и хорошей формуемостью. Хорошая текучесть и малый насыпной объем присущи порошкам со сферическими частицами. При прессовании таких порошков в тех или иных условиях еще можно достигнуть требуемой плотности, но не хорошей формоустойчивости, удовлетворяющей требованиям дальнейшей переработки. Поэтому желательно оценку уплотняемости (прессуемости) дополнять испытанием на формуемость. Для этой цели прессованные заготовки специально испытывают на формоустойчивость: их помещают во вращающийся барабан, обтянутый изнутри тканью для сит, ширина отверстий которых позволяет пропускать продукты истирания. Частное от деления массы заготовки до испытания (истирания в барабане) на ее исходное значение служит мерой формуемости порошка. Для качественной характеристики прессуемости порошка все чаще используют показатель сопротивления прессованной заготовки разрушению при изгибе.

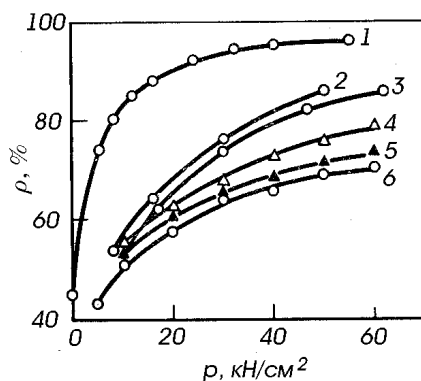


Рисунок 11.1 – Зависимость плотности прессовки от давления прессования для различных порошков:

1 – алюминий; 2 – медь электролитическая; 3 – железо восстановленное; 4 – железо электролитическое; 5 – железо карбонильное; 6 – вольфрам

2. Порядок выполнения работы

Работу проводят, используя установку для определения насыпной плотности, которая показана на рис. 11.2.

Полость прессформы (рис. 11.3) имеет вид цилиндра с $\varnothing 30$ мм.

Вначале взвешивают пустую сухую мерку (стакан). Мерку подставляют под отверстие в воронке и устанавливают расстояние между нижним краем воронки и верхним обрезом мерки равным 25 мм при помощи контрольной плоскопараллельной плитки. Затем сухим пальцем снизу закрывают отверстие $D = 5$ мм воронки 2, заполняют ее сухим порошком, открывают отверстие и дают порошку истечь в мерную калиброванную емкость 3. Ребром линейки одноразовым движением, не оказывая давления на поверхность порошка и не встряхивая его, снимают «верх». Для удобства переноски мерки с порошком на весы после выравнивания поверхности порошка слегка постукивают по внешней поверхности мерки, чтобы порошок слегка осел и не рассыпался при перемещении.

Мерку с порошком взвешивают с точностью до 0,05 г, от веса заполненной порошком мерки вычитают вес мерки, определенный ранее, и чистый вес порошка делят на объем калиброванной емкости 34 см^3 . Измерения повторяют три раза, используя порошок железа различной крупности.

Определяют насыпную плотность по формуле

$$\gamma_{\text{нас}} = \frac{G_2 - G_1}{V}, \text{ г/см}^3, \quad (11.1)$$

где G_1 – масса мерки, г;
 G_2 – масса мерки с порошком, г;
 V – объем мерки, см^3 (25 см^3).

Строится график зависимости массы заполненной мерки, которая является в данном случае моделью полости пресс-формы, от насыпной плотности соответствующего порошка и от его крупности.

Определение выполняют на трех порциях каждого испытуемого порошка.

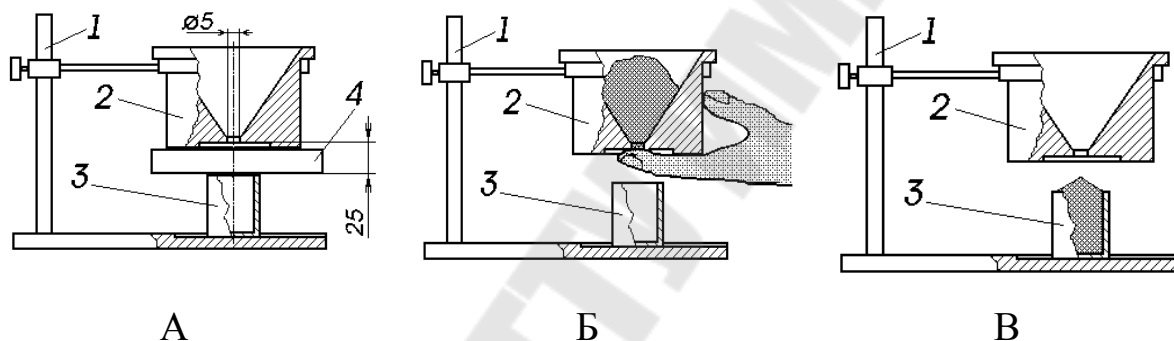


Рисунок 11.2 – Порядок определения зависимости насыпной плотности от размера гранул порошка:

1 – штатив, 2 – воронка, 3 – стакан емкостью 34 см^3 ,
 4 – мерная плитка. А – Установка воронки на требуемой высоте над меркой, Б – Засыпка порошка в воронку, В – мерка, заполненная порошком «с верхом»

В соответствии с определенной насыпной плотностью готовят три порции порошка объемом 10 см^3 .

Затем порошок из каждой мерки поочередно, через установку, засыпают в открытую форму (рис. 11.3), предварительно установив с помощью плоскопараллельной плитки-калибра высоту свободной насыпки равной 25 мм .

На испытательной машине производим прессование при усилиях 5 , 10 и 15 т . Измеряем объем спрессованной детали (по изменению высоты h).

Для каждой порции определяем степень прессуемости по формуле:

$$\Psi_1 = (V_0/V_1) \cdot 100, \% \quad (11.2)$$

где V_0 – объем пресс-порошка до прессования;
 V_1 – объем пресс-порошка после прессования.

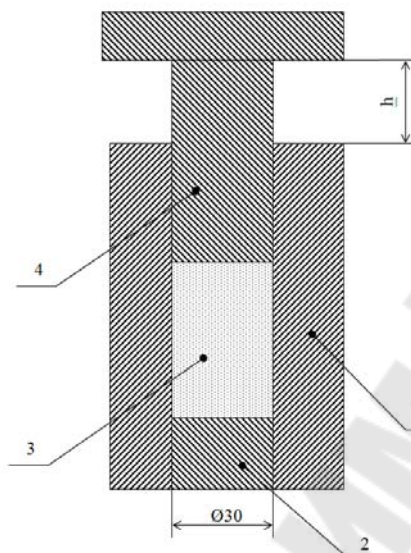


Рисунок 11.3 – Форма для прессования пресс-порошков
 1 – обойма; 2 – подпятник (матрица); 3 – пресс-порошок;
 4 – пуансон; h – высота контроля заполнения формы

Отчет должен содержать краткое описание технологических характеристик порошковых материалов, с указанием значения определения склонности порошков к сводообразованию и зависанию, значение этого параметра при проектировании бункеров, трубопроводов и пресс-форм. Следует особо отметить влияние размеров частиц и их формы на склонность порошков к зависанию и сводообразованию.

В отчете записываются: описание порошка (шихты), материал порошка, фракционный состав, характеристика формы частиц (гранул) по паспортным данным и дается таблица измерений, шапка которой приведена ниже. Графики, построенные в результате данной работы, должны выглядеть примерно так, как показано на рисунке 11.1.

Таблица 11.1

Номер измерения	Усилие прессования, кН	Насыпная плотность, г/см ³	Степень прес-суемости, %	Размер частиц порошка, мкм
-----------------	------------------------	---------------------------------------	--------------------------	----------------------------

Лабораторная работа № 12

Проектирование и изготовление каркаса-матрицы методом трехмерной печати

Цель работы: самостоятельно спроектировать геометрию каркаса матрицы и осуществить печать на 3D принтере.

1. Краткие теоретические сведения

Большую группу композиционных полимерных материалов составляют армированные пластики, в которых в качестве полимерной матрицы применяются различные термореактивные и термопластичные полимеры, а для арматуры используются волокнистые и листовые материалы из стекла, полимеров, базальта, углерода и других материалов.

Армированные пластики широко применяются в авиационно-космической технике, различных отраслях машиностроения, строительстве, при изготовлении аттракционов, водных горок, бассейнов, спортивного инвентаря и других товаров народного потребления.

К достоинствам армированных пластиков относятся:

- высокая прочность при низкой плотности, что позволяет заменять сталь в конструкциях машин и механизмов;
- устойчивость к воздействию агрессивных сред, что обеспечивает изделиям из них длительные сроки эксплуатации без применения защитных покрытий;
- низкая материалоемкость изготовленных из них изделий, что позволяет снизить массу и расходы на эксплуатацию мобильной техники;
- высокая технологичность, заключающаяся в возможности изготовления крупногабаритных изделий сложной формы без дорогостоящей технологической оснастки и оборудования;
- возможность регулирования в широких пределах тепло- и электропроводности, радио- и светопрозрачности в зависимости от типа применяемых армирующих волокон;
- возможность ремонта в «полевых» условиях без применения специального оборудования;
- низкие капитальные затраты на организацию производства изделий из армированных пластиков;
- работоспособность в широком диапазоне температур и напряжений.

К армированным композитам принято относить материалы искусственного происхождения сложного состава, имеющие не менее двух непрерывных фаз с общей границей раздела. Одна из фаз называется матрицей, она отвечает за форму изделия, устойчивость композита к воздействию различных агрессивных сред, тепло- и морозостойкость, ударную прочность и другие свойства.

Межфазный слой имеет и состав, и структуру, отличающиеся от состава и строения матрицы, поскольку помимо материала самой матрицы он включает в себя и некоторые продукты, входящие в состав армирующего наполнителя. Межфазный слой неоднороден по составу, а его толщину точно определить нельзя, поскольку состав и структура граничного слоя изменяются не скачкообразно. Тем не менее, толщину межфазного слоя определяют экспериментально и расчетным путем, принимая за нее такую его протяженность, на которой его состав и свойства изменяются по отношению к матрице и армирующему волокну в заданных пределах.

Толщина межфазного слоя у различных материалов колеблется в значительных пределах: от 0,01 до 5 мкм. Его роль в формировании свойств полимерного композита велика, а потому изучению и управлению процессами формирования межфазного слоя придается большое значение.

Широкому использованию армированных пластиков способствуют их высокие прочностные свойства.

2. Порядок выполнения работы

1 С помощью САД системы разработать принципиальную геометрию каркаса для получения образца диаметром 25 мм, высотой 8 мм;

2 Представить трехмерную модель и чертеж;

3 Осуществить оптимизацию модели для трехмерной печати;

4 Осуществить печать на 3D принтере

5 Оформить отчет о проделанной работе;

6 Написать выводы

Лабораторная работа № 13

Определение таблетиреуемости порошковых материалов

Цель работы: ознакомиться с методикой определения таблетиреуемости порошковых материалов.

Оборудование и материалы: порошки, форма, пресс гидравлический, весы.

1. Краткие теоретические сведения

Стандартной характеристикой относительного изменения объема материала в процессе формования служит коэффициент уплотнения. Его определяют как отношение плотности материала в отформованном виде к насыпной плотности материала. Процесс уплотнения можно изучать на примере таблетиреуемости материала.

Таблетиреуемостью называется способность материалов уплотняться без спекания или сплавления. Она зависит от размера частиц и однородности гранулометрического состава, а также от наличия в материале влаги.

2. Порядок выполнения работы

Таблетиреуемость материала проверяют на прессформе, позволяющей получать таблетку диаметром 25 мм и высотой 15–30 мм. В пресс-форму насыпают навеску материала и устанавливают между плитами гидравлического пресса.

Задают начальное давление примерно 1кН и выдерживают материал под данной нагрузкой в течение 2 мин. Увеличивая нагрузку (со скоростью 100–300 Н/с) записывают изменение высоты таблетки от давления. В тот момент, когда изменение высоты таблетки за 5 с не превышает 0,05 мм, регистрируют приложенное усилие F и высоту таблетки (в форме) h . Затем снимают нагрузку и извлекают таблетку.

Плотность полученной таблетки ρ определяют методом обмера и взвешивания.

Определяют коэффициент уплотнения по формуле

$$K_{уп} = \rho / \rho_{нас}, \quad (13.1)$$

где ρ , $\rho_{нас}$ – плотность материала в отформованном виде и насыпная плотность материала, г/см³.

По величине коэффициента уплотнения делают вывод о таблетуемости материала.

В отчете записываются: описание порошка (шихты), материал порошка, фракционный состав, характеристика формы частиц (гранул) по паспортным данным и дается таблица измерений, шапка которой приведена ниже.

Таблица 13.1

№ образца	Материал	$\rho_{\text{нас}}, \text{г/см}^3$	$F, \text{Н}$	$h, \text{мм}$	$\rho, \text{г/см}^3$	$K_{\text{уп}}$
1						
...						
Среднее арифметическое значение						
Среднее квадратическое отклонение						

Содержание

<i>Лабораторная работа № 1. Характеристика полимерных материалов</i>	3
<i>Лабораторная работа № 2. Изучение способов изготовления тары из пластмасс, ознакомление с оснасткой и технологическими режимами литья пластмасс на термопластавтоматах</i>	7
<i>Лабораторная работа № 3. Изучение геометрических характеристик используемых в композиционных материалах порошков</i>	14
<i>Лабораторная работа № 4. Определение влажности порошкового материала</i>	21
<i>Лабораторная работа № 5. Определение насыпной плотности шихты</i>	24
<i>Лабораторная работа № 6. Изучение текучести порошков</i>	31
<i>Лабораторная работа № 7. Определение склонности шихты порошка к зависанию и сводообразованию</i>	33
<i>Лабораторная работа № 8. Изучение процесса получения порошковых композиционных материалов на металлической матрице</i>	37
<i>Лабораторная работа № 9. Приготовление порошковых многокомпонентных смесей</i>	46
<i>Лабораторная работа № 10. Выбор температуры спекания порошковых смесей после прессования</i>	48
<i>Лабораторная работа № 11. Исследование зависимости плотности прессовки от давления прессования</i>	56
<i>Лабораторная работа № 12. Проектирование и изготовление каркаса-матрицы методом трехмерной печати</i>	63
<i>Лабораторная работа № 13. Определение таблетирруемости порошковых материалов</i>	65

**Верещагин Михаил Николаевич
Мартьянов Юрий Вадимович**

ПОЛИМЕРНЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ

**Практикум
по выполнению лабораторных работ
для студентов специальности 1-36 01 08
«Конструирование и производство изделий
из композиционных материалов»
дневной формы обучения**

Подписано к размещению в электронную библиотеку
ГГТУ им. П. О. Сухого в качестве электронного
учебно-методического документа 05.04.24.

Рег. № 111Е.
<http://www.gstu.by>