

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ ТА НАУКИ УКРАЇНИ**  
**Національний університет «Запорізька політехніка»**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ**  
**до лабораторних робіт з дисципліни**  
**"Основи порошкової металургії"**  
**для студентів спеціальності 131 – Прикладна механіка,**  
**спеціалізації «Обладнання та технології пластичного формування**  
**конструкцій машинобудування»**  
**всіх форм навчання**

**2022**

Методичні вказівки до лабораторних робіт з дисципліни "Основи порошкової металургії " для студентів спеціальності 131 – Прикладна механіка, спеціалізації «Обладнання та технології пластичного формування конструкцій машинобудування» всіх форм навчання /Укл. А.Ю. Матюхін. - Запоріжжя, НУ «Запорізька політехніка», 2022. – 58 с.

Укладач: А.Ю. Матюхін, к.т.н., доцент

Рецензент: В.Д. Обдул, д.т.н., доцент

Відповідальний за випуск: В.В.Широкобоков, д.т.н., доцент

Затверджено  
на засіданні кафедри ОМТ  
протокол № 1 від 29.08.2022

Рекомендовано до видання  
НМК машинобудівного факультету  
Протокол № 1 від 22.09.2022р.

**ЗМІСТ**

<b>ВСТУП .....</b>	<b>4</b>
<b>РОЗДІЛ I .....</b>	<b>8</b>
<b>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №1 .....</b>	<b>12</b>
<b>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №2 .....</b>	<b>17</b>
<b>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №3 .....</b>	<b>24</b>
<b>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №4 .....</b>	<b>27</b>
<b>РОЗДІЛ II .....</b>	<b>29</b>
<b>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7 .....</b>	<b>40</b>
<b>РОЗДІЛ III .....</b>	<b>43</b>
<b>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 8 .....</b>	<b>45</b>
<b>ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 9 .....</b>	<b>49</b>
<b>ЛІТЕРАТУРА .....</b>	<b>52</b>
<b>Додаток А .....</b>	<b>53</b>
<b>Визначення щільності і пористості спечених виробів .....</b>	<b>53</b>
<b>Додаток Б .....</b>	<b>56</b>
<b>Приготування шліфів для металографічного дослідження спечених виробів .....</b>	<b>56</b>
<b>Додаток В .....</b>	<b>58</b>
<b>Приготування проби для визначення мікротвердості часток порoshку .....</b>	<b>58</b>

## ВСТУП

Лабораторні роботи призначені для підготовки фахівців зі спеціальності 131 – Прикладна механіка, спеціалізації «Обладнання та технології пластичного формування конструкцій машинобудування» по дисципліні “Технологія виготовлення виробів із металевих порошків”, що викладається студентам денного відділення на III курсі у 6 семестрі і передбачає розвиток у студентів практичних навичок по підтвердженню окремих теоретичних положень даної навчальної дисципліни та по набуттю практичних навичок роботи.

### ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

При виконанні лабораторних робіт студент закріплює знання, отримані під час лекцій, знайомиться з технологічними засобами порошкової металургії.

Лабораторний практикум охоплює такі розділи курсу як “Теоретичні основи пресування виробів із металевих порошків”, “Отримання і властивості металевих порошків”, “Пресування”, “Спікання” з додатком методик по вивченню різноманітних властивостей порошків і виробів. Він призначений для студентів, що спеціалізуються на порошковій металургії та загальному курсі “Порошкова металургія”.

В залежності від чисельності групи студенти можуть виконувати лабораторні роботи одночасно всією групою або по підгрупам. При підготовці до виконання цих робіт студент зобов’язаний ознайомитись з їх описом, а також рекомендованою літературою по темі, підготувати скорочений конспект її виконання у зошиті по “Технології виготовлення виробів із металевих порошків” (лабораторний практикум). Після перевірки викладачами підготовки студентів до виконання роботи останні допускаються до її виконання.

При виконанні роботи незрозумілі питання з’ясовуються у викладача або лаборанта. Необхідні вихідні відомості та отримані дані заносяться у зошит до таблиці, сітка яких заготовлюється заздалегідь. Після перевірки отриманих результатів виконана робота підписується викладачем.

При оформленні її студент виконує необхідні обчислення, заповнює відповідні таблиці, будує графічні залежності. Крім того він захищає виконану лабораторну роботу на наступному занятті. При

наявності двох незахищених робіт до виконання наступної він не допускається.

Під час роботи у лабораторії студент зобов'язаний обережно поводитися з приладами та обладнанням, по її закінченні прибрати робоче місце.

## **ПРАВИЛА З ОХОРОНИ ПРАЦІ ПРИ ВИКОНАННІ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ**

### **Загальні відомості**

У виробництві матеріалів та виробів з металевих порошків існують операції, при виконанні яких слід керуватися певними правилами техніки безпеки. Головними показниками, які мають властивість шкідливо впливати на стан здоров'я працюючих, є: токсичні або інші шкідливі фізіологічні впливи порошків ряду металів, неметалів, та газів, які застосовуються у виробництві; вибухонебезпечність та пожежонебезпечність деяких матеріалів та газів; шкідлива дія на організм шумів та коливань, пов'язаних з роботою ряду пристроїв; необхідність використання швидкодіючих електромеханічних пристроїв, високотемпературних печей, усілякого електричного обладнання.

Умови роботи у лабораторії відрізняються від виробничих насамперед малими розмірами, використанням невеликої кількості порошків, користуванням обладнанням лабораторного типу.

Лабораторія обладнана сучасним технологічним та пошуковим обладнанням, витяжними шафами, миючими засобами; кожна одиниця електрообладнання заземлена, преси мають огорожуючі щитки, газові балони надійно закріплені у спеціальних стійках-тримачах і т.д. Проте студенти повинні працювати обережно, суворо дотримуючись наступних правил:

1. Можна виконувати лабораторні роботи, тільки прослухавши інструктаж з техніки безпеки і підписавшись у призначеному журналі.
2. Кожна лабораторна робота виконується у суворо встановлені строки з матеріалами та обладнанням, вказаними в описі даної роботи або викладачем.
3. Перш ніж почати роботу, слід ознайомитися з будовою необхідного для її виконання обладнання та пристроїв, та з

- правилами роботи на них.
4. Роботу слід виконувати у застебнутому на усі гудзики халаті, дівчата, крім того, повинні надіти на голову косинки.
  5. При виконанні певних операцій за вказівкою викладача слід користуватися гумовими рукавичками, брезентовими рукавичками, захисними окулярами і т.п.
  6. При визначенні дефектів у роботі обладнання і пристроїв, які можуть призвести до небезпечних наслідків, слід негайно перервати роботу і повідомити про це викладача, механіка або лаборанта.

### **Правила роботи з порошками**

Порошки, які використовуються у лабораторних умовах, як правило, дрібнодисперсні, пиловидні і, при неохайному використанні їх, вони легко потрапляють у дихальні шляхи й на відкриті ділянки шкіри, викликаючи подразнення. Тому, не дивлячись на те, що лабораторні роботи виконуються з невеликою кількістю порошків, необхідно керуватися такими правилами:

1. При операціях з порошковидними матеріалами (подрібнення, пересів, змішування, взяття навісок, заповнення прес-форм і т.п.) необхідно слідкувати за тим, щоб порошок не пилював і не потрапив на шкіру обличчя і рук.
2. Взяття навісок та інші операції слід виконувати спеціальними ложками, шпателями і т.п.
3. Зберігати порошки треба у зачинених скляних або металевих колбах, навіски - у паперових пакетах.
4. При подрібненні, змішуванні і пересіві слідкувати за герметичністю обладнання (млинів і т.д.).
5. Коли можливо, обов'язково виконувати "мокрі" подрібнення та змішування.
6. Розсипані порошки слід прибирати зі столу вологою ганчіркою, а з підлоги - вологою щіткою.
7. По закінченню роботи слід досконало прибрати своє робоче місце і вимити руки.

### **Правила роботи з електропечами**

Електричні печі застосовуються для отримання порошків, їх відпалу, а також для спікання пресовок. Як правило, печі оснащені

термопарами і потенціометрами для контролю і регулювання температури. В разі потреби застосування додаткової термопари (наприклад, контрольної, остання вводиться через спеціальний отвір у дверцята чи муфеля кришки шахтової печі, або, якщо піч трубчаста, через один з її кінців, при відкритих дверцятах, безпосередньо в зону, де виконується вимір.

Завантаження човників, піддонів і тиглів у піч варто виконувати обережно, безпосередньо в робочу зону за допомогою спеціального інструмента (щипців-захоплень, сталевих прутків і т.п.).

При виконанні деяких видів робіт застосовуються захисні (відбудовні чи нейтральні) гази. Вони надходять у лабораторію в спеціальних балонах різної ємності під високим тиском (звичайно 150 атм). Балони встановлюються або в спеціальному приміщенні поза лабораторією, або безпосередньо біля печі в спеціальній стійці тримачів і з'єднуються з печами газопроводом через газовий редуктор на вихідний патрубок голівки балона, що загвинчується, і манометр (для виміру високого і низького тиску). Щоб наповнити нейтральним газом піч (правила роботи з воднем приведені нижче), необхідно спочатку спеціальним ключем відкрити вентиль балона; при цьому манометр високого тиску покаже тиск газу у балоні. Потім потрібно відкрити газовий кран перед входом у піч (якщо він є). Потім повільним обертанням вентиля редуктора по годинниковій стрілці відкрити редуктор, встановивши на другому манометрі необхідний тиск у газопроводі (звичайно 1-1,5 атм). Для відключення балону від печі варто спочатку закрити вентиль балона, перекрити газовий кран на вході до печі (якщо він є), потім закрити редуктор, обертаючи його вентиль проти годинникової стрілки. Заповнення печі газом може здійснюватися студентом тільки у присутності викладача чи механіка.

## РОЗДІЛ І

### ВЛАСТИВОСТІ МЕТАЛЕВИХ ПОРОШКІВ

Фізико – хімічні і фізико – механічні властивості металевих порошків суттєво впливають на їх поведінку при пресуванні і спіканні, на властивості спресованих заготовок і спечених виробів.

Основні характеристики порошків обговорюються ГОСТами або технічними умовами С.Т.У.

Прийнято визначати хімічні, фізичні і технологічні властивості металевих порошків. Хімічні властивості характеризують наявність основного компоненту або основних компонентів, які входять до складу порошку, і наявність домішок, забруднень і газів в хімічно зв'язаному, адсорбованому стані.

Методи визначення хімічного складу порошків практично не відрізняються від аналізу компактних металів і сплавів. Наявність кисню, кремнію, гелію, окису алюмінію і марганцю в порошку суттєво погіршує його пресуємість, тобто щільність, отриману при одному і тому ж тиску.

Для зменшення вмісту кисню в порошку, що містить легко відновлюючи окисли, потрібно проводити відновлення порошку в струмі водню. Правда, у деяких випадках наявність легко відновлюючих окисів у порошку є бажаним, тому що незважаючи на деяке погіршення його пресуємість, окисні плівки, відновлюючись, активізують процес спікання.

Наявність у порошку спікання марганцю, алюмінію, що погіршує пресування і збільшує знос прес-форм. Вміст у ньому великих кількостей вуглецю і сірки погіршує якість отриманих виробів. Газоподібні забруднення в порошку звичайно погіршують пресуємість, пластичність та інші властивості порошку.

До фізичних властивостей порошків відносяться форма часток, середня величина і розподіл їх по крупності, величина питомої поверхні, щільність (питома вага порошку), стан кристалічних ґрат, твердість часток.

Методи визначення фізичних властивостей порошків дуже різноманітні і постійно удосконалюються.

Форма і розмір часток залежать від методу й умов одержання порошків. Вони впливають на деякі його технологічні властивості,

насіпну масу, плинність і т.д. Величина часток і гранулометричний склад (відносний зміст фракцій) часток різної крупності відносять до технічних впливів на порошки як обов'язкову вимогу.

Форма часток порошоків залежить від методу їхнього одержання, наприклад, сферична форма виходить при карбонільному методі чи розпиленні, губчата - при відновленні, осколкова - при подрібненні в кульових і вібраційних млинах, тарілчаста - при вихровому подрібненні; дендритна – при електролізі, плоска чи луската - при подрібненні у бігунах.

Від розмірів часток порошку й інших його властивостей залежать тиск при пресуванні, необхідний для досягнення заданої пористості, усадка при спіканні, і механічні властивості спечених виробів.

Для того щоб одержати вироб із заданими кінцевими властивостями, необхідно мати порошок з визначеним набором часток по розмірах.

Гранулометричний склад звичайно виражається або у вигляді таблиць, або графічно, у вигляді так званої кривої розподілу порошку по зернистості. По осі абсцис відкладається розмір часток, визначених мікроскопічним, седиментаційним чи ситовим методом, а по осі ординат - процентний вміст кожної фракції. Застосовані в порошковій металургії порошки в залежності від розміру часток умовно класифікуються таким чином:

1. ультратонкі - з розміром часток менш 0,5 мкм,
2. дуже тонкі - з розміром часток від 0,5 до 10 мкм,
3. тонкі - з розміром часток від 10 до 40 мкм,
4. середні з розміром часток від 40 до 150 мкм ,
5. великі (грубі) - з розміром часток від 150 до 500 мкм.

Середній розмір часток порошку визначається по формулі

$$D_{cp} = \frac{100}{\sum_{i=1}^n \frac{d_i}{D_{i\,cp}}}$$

де  $d_i$  - вагова частка фракції з розміром часток,

$D_{i\,cp}$  - середній розмір часток кожної фракції.

Висновок і обґрунтування формули для визначення приведені нижче.

У зв'язку із широким діапазоном розмірів часток існує кілька методів дослідження гранулометричного складу порошків; ситовий аналіз (розсів порошку) на стандартних ситах, мікроскопічний метод (підрахунки в оптичному й електронному мікроскопі), седиментація, метод повітряної класифікації, "дифузійний", електростатичний, радіаційний методи й ін. Найбільше поширення одержали ситовий, мікроскопічний і седиментаційний методи.

Визначальну роль у процесі пресування і спікання відіграє форма часток, що, у свою чергу, пов'язана із питомою поверхнею порошку.

Під питомою поверхнею порошкоподібних тіл розуміють сумарну поверхню всіх часток порошку за одиницю об'єму чи маси. Величина питомої поверхні порошків коливається в межах від 0,01 у/г до декількох десятих квадратного метра на І м. Вона залежить не тільки від розміру і форми часток, але і від ступеня розвиненості поверхні, що визначається умовами одержання порошків. Зі зменшенням розміру часток і збільшенням ступеня розвиненості їхньої поверхні величина питомої поверхні зростає. З ростом останньої росте і величина питомої поверхневої енергії, збільшення якої активізує процеси при спіканні, що складаються в якісній і кількісній змінах контактної поверхні між частками.

Метали мають різний опір деформації, обумовлений їхньою будовою деформування металів, певною мірою характеризується його твердістю, має велике значення для оцінки технологічних властивостей порошків, головним чином, їхньої пресуємості. Пластичність порошку визначає можливість ущільнення при пресуванні, міцність брикетів, необхідну потужність пресового устаткування. Зручною оцінкою пластичності порошку є вимір мікротвердості його часток.

Технологічні властивості порошків є найбільш важливими. До них відносяться насипна маса, маса втрясання, плинність, пресуємість і формуємість. Методи визначення технологічних властивостей характерні тільки для порошкових матеріалів. Вони стандартизовані.

Насипна маса (вага) являє собою масу вільно насипаного порошку і є об'ємною характеристикою. Вона визначається дійсною питомою вагою даного металу і щільністю вкладання його часток у

даному об'ємі, тобто фактичним заповненням об'єму. Насипна маса тим менша, чим крупніші частки порошку і чим більш компактною і правильною формою вони володіють. Знання насипної маси необхідно при конструюванні прес-форм. Дозування порошоків при пресуванні найчастіше здійснюється об'ємним методом, якщо насипна маса постійна. З нею тісно пов'язана усадка при спіканні. Чим менш насипна маса, тим більше усадка. Знаючи насипну масу, можна розрахувати всі інші об'ємні характеристики: відносний об'єм, масу втрясання, пористість.

Важливою характеристикою порошку є пресуємість і формуємість.

Гарна пресуємість полегшує й робить дешевшим процес пресування порошоків, які добре формуються дають міцні брикети, що не обсипаються, що легко піддаються транспортуванню.

Ступінь ущільненості порошоків в першу чергу залежить від пластичності часток і в значній мірі пов'язана з їх величиною і формою. Формуємість залежить в основному від форми і стану поверхні часток: чим більш шорсткувата і розгалуджена поверхня, тим краща формуємість, але гірша пресуємість.

Пресуємість звичайно оцінюється залежністю щільності від тиску пресування. А формуємість оцінюється по міцності ребер чи брикету межі міцності його при стисканні.

Плинність порошку дуже важлива з виробничої точки зору для здійснення швидкої і безупинної подачі зваженого порошку в прес-форму і для гарного заповнення об'єму заданої, особливо складної форми. Важливу роль плинність грає при автоматичному пресуванні, коли швидкість заповнення прес-форми обмежує продуктивність преса. Плинність - складна комплексна характеристика, що залежить від природи матеріалу, гранскладу порошку, форми, стану поверхні й інших властивостей. Переміщенню часток перешкоджає взаємне тертя і зчеплення. Плинність зменшується при зниженні розмірів часток, ускладненні їх форм і збільшенні шорсткості їх поверхні, вологості порошку. Наближеною характеристикою плинності є кут природного нахилу.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №1 СИТОВИЙ АНАЛІЗ ПОРОШКІВ (2 години)

**Мета роботи:** В роботі вивчається гранулометричний склад порошків, отриманих при різних режимах чи різними методами.

### Загальні відомості

Самим простим методом визначення процентного вмісту різних фракцій порошків за розмірами часток є ситовий аналіз, що проводиться за допомогою набору сит. Сита виготовляються із сіток, сплетених із бронзового чи латунного дроту. Завдяки своїй простоті і високій виробничості він широко застосовується в промисловості.

Для проведення ситового аналізу прийнята стандартна шкала сіток (сит) із квадратними осередками. Кожен номер сітки сита, згідно ГОСТу 3584-83 відповідає номінальному розміру сторони осередку у світі в міліметрах (табл.1.1). Для сіток з розмірами отворів менш 0,100 мм перед числом, що відповідає розміру отворів сітки, пишуться два нулі, а для сіток з розмірами отворів більш 0,100 мм - один нуль. Крім того, іноді до номера сітки додається буква Н чи Б, що характеризує сито по товщині дроту. Сита нормальної міцності позначаються буквою Н, сита підвищеної міцності, виготовлені з більш товстого дроту - буквою Б, наприклад 0042Н, 0105Н, 015Б. До введення ГОСТу широко вживалося позначення сит по дюймовій системі. Одиницею крупності осередків сита служила кількість отворів на І лінійний дюйм (25,4 мм) – меш.

Метод ситового аналізу тільки для порошків з розмірами часток більш 40 мкм, так як саме дрібне із сит, що застосовуються, має розмір отвору величиною близько 0,040 мм.

Для проведення ситового аналізу береться набір сит з різними отворами, що підбираються у порядку зменшення отворів зверху вниз. На верхнє сито насипають порошок і роблять струшування. При цьому відбувається поділ порошку на фракції, кожна з яких затримується на ситах з осередками визначеного розміру. Після поділу кожна фракція порошку зважується. При загальному зважуванні 100 г вага фракції, виражена в грамах, буде відповідати її процентному вмісту в зважуванні порції порошку.

Внаслідок втрати, сумарна вага фракцій звичайно не збігається з вагою проби, взятої для аналізу, тому при визначенні процентного вмісту кожної фракції в порошок варто відносити маси окремих фракцій до їх суми, а не до ваги вихідної проби

$$A = \frac{a_1 \cdot 100\%}{a_1 + a_2 + \dots + a_n}$$

де  $a_1, a_2, \dots, a_n$  – вага фракцій. Результати ситового аналізу записуються за визначеною формою.

Фракція порошку що залишилася, наприклад, на ситі 0105Н, але пройшло через більш велике 015Н, позначається так: (- 0125Н + 0105) і читається: фракція мінус 0125Н плюс 0105Н. Взагалі, фракція, що пройшла крізь яку-небудь сітку, позначається знаком плюс (+), а не минула знаком (-). Результати ситового аналізу представляються у виді таблиць або графіків. Більш наочну і повну характеристику зернистості порошку дає графічне зображення гранулометричного складу.

Графічне зображення результатів дисперсного аналізу визначення гранулометричного складу, виконаного ситовим аналізом, здійснюється таким чином. По осі абсцис відкладається розмір часток (певна фракція), а по осі ординат - відсотковий вміст фракції. Дані по вмісту різних фракцій можуть бути подані або у вигляді сумарних кривих, або у вигляді приватних кривих, які характеризують вміст окремих фракцій. У першому разі кожна точка кривої відповідає сумарному вмісту частинок більших (сумарна за плюсом) чи менших (сумарна за мінусом) даного розміру.

Приватні криві у порошковій металургії мають широке розповсюдження і будуються у більшості випадків на основі середнього у межах даної фракції розміру. Приватна крива подібна за своїм характером до диференціальної кривої розподілу, яка характеризує відносний вміст окремих фракцій порошку у вигляді площин, обмежених кривою та віссю абсцис. Якщо інтервал радіусів у межах кожної фракції буде однаковим, тоді приватна та диференціальна криві будуть повністю співпадати

Таблиця 1.1 - Дротяні сита, прийняті у СНД, США та Англії

№ сіток	СНД, ДСТ 3584-83			США		Англія	
	Номинальний розмір сторони комірки на світлі, мм	Номинальний діаметр дроту, мм	Приблизне число, меш.	Номер сітки	Розмір сторони комірки на світлі, мм	Номер сітки	Розмір сторони комірки на світлі, мм
08	0,8	0,300	20	--	--	--	--
05	0,5	0,220	30	--	--	--	--
045	0,45	0,180	40	--	--	--	--
0315	0,315	0,140	50	--	--	--	--
025	0,250	0,130	60	--	--	--	--
018	0,180	0,130	80	80	0,177	--	--
016	0,160	0,120	100	100	0,149	0,100	0,152
0125	0,125	0,090	120	115	0,125	0,120	0,124
01	0,100	0,070	140	140	0,105	0,150	0,104
0080	0,080	0,055	180	170	0,089	0,170	0,089
0071	0,071	0,055	200	200	0,074	0,200	0,076
0063	0,063	0,045	225	230	0,062	0,240	0,066
0056	0,056	0,040	275	270	0,053	0,300	0,053
0045	0,045	0,035	325	325	0,044	--	--
0040	0,040	0,030	--	400	0,037	--	--

Спрощено середній розмір частинок кожної фракції ( $d_{cp}$ ) визначається як середнє арифметичне розмірів отворів плюсового та мінусового сит. Наприклад, середній розмір частинок фракції – 085Н+042Н буде дорівнювати:

$$d_{cp} = \frac{850 + 420}{2} = 630_{\text{мкм}}$$

При побудові диференційної кривої розподілу по осі ординат відкладається відносна кількість частинок даної фракції у відсотках, яку приблизно можна вважати пропорційною виразу

$$F(r) = \frac{n}{d_1 - d_2},$$

де  $n$  – вміст фракції, %,  $d_1$  – найбільший розмір у даній фракції мм (розмір отворів мінусового сита,  $d_2$  - найбільший розмір у даній фракції, мм (розмір отворів мінусового сита).

Слід мати на увазі приблизність вище наданих розрахунків. Крім того, до результатів ситового аналізу додає істотні помилки

форма частинок порошку. Дискovidні частинки можуть залишатися на ситі з розміром комірок більше їх поперечника, а ігловидні частки – проходять крізь сито з отворами меншими за їх довжину.

Для визначення гранулометричного складу тонких порошоків, у лабораторних дослідах грубих та середніх порошоків зі складною формою частинок застосовуються інші методи контролю: мікроскопічний, седиментаційний та ін.

### **Матеріали та обладнання**

1. Порошки надані викладачем - 100г
2. Набір сит з розміром отворів – 63, 100, 125, 150, 180, 250, 315, 450 мкм.
3. Фарфорові чашки – 2
4. Шпатель чи ложка фарфорова – 2
5. Терези технічні – 1
6. Прилад для розсіву порошоків («Ротап») – 1.

### **Порядок виконання роботи**

100 г порошку, вказаного викладачем розташовують на верхньому ситі після зборки набору сит у порядку зменшення отворів з гори до низу. Далі проводять розсів металевих порошоків на спеціальному приладі («Ротап») впродовж 15 хв. Після цього сита обережно розбираються, фракції порошку з них висипаються у чашки та вважаться.

### **Зміст звіту**

Отримані результати зводяться до таблиці, за отриманими даними будуються графіки гранулометричного складу: сумарні (за плюсом або мінусом) криві розподілу, приватна чи диференційна  $[d_{cp} = f(F_r)]$  крива розподілу. Досліди повторюються не менше 3-х разів до отримання результатів, які збігаються по кожній фракції з точністю  $\pm 3\%$ .

Графік гранулометричного складу для диференційної кривої розподілу будується по середньоарифметичним даним. Для наданого порошку розраховується середній розмір частинок.

В роботі вивчається гранулометричний склад порошоків, отриманих при різних режимах чи різними методами. На основі

побудованих кривих розподілу частинок за розмірами студент дає характеристику порошку і робить висновок про можливість застосування наданого методу, його перевагах і недоліках порівняно з іншими методами.

### **Контрольні запитання**

1. Які переваги та недоліки ситового методу?
2. У якому діапазоні крупності порошоків можна застосовувати метод ситового аналізу?
3. Як впливає форма частинок порошку на результати ситового аналізу?
4. З якого матеріалу виготовляються сита для ситового аналізу?

## **ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №2**

### **МІКРОСКОПІЧНИЙ АНАЛІЗ ПОРОШКІВ**

**(2 години)**

**Мета роботи:** Визначення розмірів і форми порошків мікроскопічним методом і порівняння з ситовим аналізом.

#### **Загальні відомості**

Мікроскопічний метод визначення зернистості застосовується для виміру частинок розмірами від 10 А до 100 мкм. Однак через трудомісткість практично його використовують тільки для аналізу порошків, які не піддаються ситовому аналізу (менш 40 мк). Мікроскопічний метод застосовується також для визначення форми частинок порошку.

Метод полягає в приготуванні препарату з досліджуваного порошку і розгляді його в оптичному чи електронному мікроскопах. Оптичний мікроскоп дозволяє вимірювати частки розміром від ~ 0,3 до ~ 100 мк, електронний - до 10 А і менше. При використанні оптичного мікроскопа підраховують кількість часток з певними розмірами, розташованими в полі сітки та з відомим розміром клітин (поділок). Для цього замість окуляра до тубуса мікроскопа встановлюється окуляр-мікрометр, тобто окуляр з нанесеною на ньому шкалою. За допомогою цієї шкали виконуються виміри окремих зерен, а потім підраховується відсотковий вміст зерен визначених розмірів. Точність методу залежить від кількості обміряних часток, якості приготованого препарату і точності виміру розмірів частинок. Важливо, щоб препарат був відібраний із проби, що цілком характеризує даний порошок.

Через низьку здатність оптичних мікроскопів, яка дозволяє вимірювати зернистість тонких та ультратонких порошків застосовують електронні мікроскопи. Досліджуваний порошок вноситься в мікроскоп на спеціальній плівці-підкладці. Плівка - підкладка виготовляється з колодію, кварцу, закису кремнію чи вугілля звичайними для електронної мікроскопії методами. Порошок наноситься у вигляді суспензії, або просто насипається, можна частки порошку включати до самої плівки-підкладки. Для цього готується суспензія із порошку в один відсотковому розчині колодію в

амілацетаті; крапля суспензії наноситься на поверхню води, в результаті чого утворюється плівка з включеними в неї частками. Іноді досліджуваний порошок запресовують у пластмасу, виготовляють звичайний шліф, труять його і знімають з поверхні плівку, яку потім вивчають на електронному мікроскопі.

Вимір розмірів часток проводиться у полі мікроскопа МІМ-8 або на проєкційному екрані, або на знімках мікрофотографій. Якщо досліджувані частки мають приблизно округлу чи багатогранну форму, то вони звичайно обмежуються визначенням розміру одного виміру. У випадку ж подовженої форми частинок вимірюють, їх довжину і ширину. Приклад досліду наведено в таблиці 2.1.

### **Матеріали та обладнання**

1. Досліджуваний порошок	- 15 г
2. Мікроскоп	- 1
3. Окуляр-мікрометр	- 1
4. Об'єкт-мікрометр	- 1
5. Покривне скло	- 4
6. Скляні палички	- 2
7. Скипидар, гліцерин, штучні смоли по	- 10 г
8. Шліфувальний верстат	- 1
9. Шпатель	- 1

### **Порядок проведення роботи і зміст звіту**

Результати мікроскопічного аналізу виражають у відсотковому співвідношенні кількості часток, або в об'ємному (ваговому) вмісті. Для наочності і для зручності порівняння дисперсності різних порошків звичайно вдаються за допомогою графіків, на яких по осі абсцис відкладається розмір часток, а по осі ординат - відсотковий вміст.

При вірному проведенні роботи мікроскопічний метод дає значно більш точні результати, ніж ситовий аналіз. Перевагою мікроскопічного методу є можливість визначення ступінь неконгломерування та форми зерен у порошку.

Таблиця 2.1 - Приклад мікроскопічного дослідження порошку. Ціна поділки окуляр-мікрометра 5.1 мкм

№ полів	Положення шкали окуляр-мікрометра	Кількість частинок у полі зору з розмірами					Усього
		0-0.5 под.	0.5-1 под.	1-2 под.	2-3 под.	3-4 под.	
		0-2.55 мкм	2.55-5.1 мкм	5.1-10.2 мкм	10.2- 15.3 мкм	15.3-20.4 мкм	
1	1	40	25	10	3	2	
	2	50	30	5	2	-	
	3	48	32	3	5	-	
	4	80	20	0	-	-	
	5	80	15	5	1	2	
2	1	35	20	5	3	-	
	2	48	28	10	2	-	
	3	70	40	15	-	1	
	4	65	35	7	-	-	

Таблиця 2.2 – Мікроскопічний склад порошку

Усього частинок	466	245	60	16	5	792
% до підсумку (К)	58,7	30,9	7,5	2,4	0,5	100,0
Середній розмір зерна фракції, мкм ( <i>dcp</i> )	1.27	3.84	7.65	12.7	17.8	
Середній об'єм зерна фракції, мкм <sup>3</sup> (V)	2.05	57	450	2050	5700	
Середній об'єм усіх зерен фракції (V <sub>к/100</sub> )	1.17	17.6	33.8	49.2	28.5	130.0
Відносний об'єм зерен фракції, % (п вага) (ваговий) процент фракції)	0.9	13.5	25.1	37.7	21.9	100.0

**Приготування препарату.** Пробу порошку відбирають таким чином: невелику кількість порошку що досліджується (близько 10 г) старанно перемішують шпателем на склі, а потім іроблять з неї борозну довжиною 8- 10 см вздовж предметного скла; цю борозну ділять у поперечному напрямку на 10-12 рівних частин. Кожну парну частину видаляють, а залишок зменшують таким же чином до тих пір, доки не залишиться 1 г матеріалу. З отриманої проби беруть

мінімальну кількість порошку і переносять його на предметне скло. На скло накладають краплю гліцерину чи скипидару й обережно розподіляють зерна рівномірно по поверхні. Потім краплю накривають покривним склом. Залишок рідини вилучається за допомогою фільтрувального паперу.

Правильно приготований препарат не повинен містити конгломератів і скопичень частинок. Розподілення зерен повинно бути рівномірним по всьому полю зору. Особливо слід зазначити, що в одному препараті не може бути "поганих" і "добрих" місць, тому що порошок повинен бути розтертим рівномірно. Кількість частинок в полі зору повинна бути такою, щоб по всій шкалі лінійки знаходилося до 10-20 зерен крупніше ніж поділка. Якщо кількість зерен перевищує зазначену кількість, варто вилучити препарат, ретельно протерти предметне і покривне скло і взяти нову пробу порошку. Після того як якість препарату буде перевірена викладачем, можна почати підрахунок зерен.

Оптичну силу мікроскопа варто підбирати так, щоб найбільші зерна займали до 3-4 поділок шкали окуляр-мікромметра.

**Примітка.** Виймати і прибирати мікроскоп з футляра можна тільки у присутності лаборанта чи викладача. Перед розрахунком розміру зерен потрібно перевірити правильність наведення мікроскопа на фокус. Зерна повинно бути видно зовсім чітко, без "ореолів", що заважають виміру. Перевіряється також фокусування окуляр-мікромметра, поділки на шкалі повинні бути чітко видні, без напруження зору. Вимірюються і підраховуються тільки ті зерна, що лежать безпосередньо на поділках шкали окуляр-мікромметра. Спочатку підраховується кількість зерен розміром менше половини поділки шкали. Потім виконується підрахунок зерен розміром від половини до 1 поділки і т.д. У випадку, якщо самих дрібних зерен дуже багато (більш 30-50 на шкалу), варто підраховувати їхню кількість з частини шкали, а потім пропорційно збільшувати отримані цифри.

Після підрахунку усіх зерен шкала окуляр-мікромметра повертається на деякий кут і знову виконується підрахунок. При виконанні даної роботи роблять підрахунок часток на 3-5 полях і на одному полі при 3-5 положеннях шкали. Загальна кількість обмірюваних часток повинна бути не менш 200.

При визначенні розміру частинок порошку у відбитому світлі відбирається проба порошку наступним чином:

1. Визначається середній розмір зерен фракції по формулі

$$d_{cp} = \frac{d_{мин} + d_{макс}}{2},$$

де  $d_{мин}$  и  $d_{макс}$  - граничні розміри частинок наданої функції;

2. Визначається середній обсяг одного зерна даної фракції

$$S = d_{cp}^3$$

3. Визначається обсяг усіх зерен фракції

$$V = \frac{n \cdot d_{cp}^3}{100}$$

де  $n$  - % вміст зерен фракції.

Знаючи загальне число обмірюваних зерен усіх розмірів (фракцій) і число частинок однієї фракції, знаходять відсотковий вміст зерен даної фракції ( $n$ );

4. Визначається сумарний об'єм усіх фракцій

$$V_{сум} = V_1 + V_2 + \dots + V_n$$

5. Розраховується відсотковий вміст кожної фракції по обсягу, що відповідає ваговим відсоткам

$$n_{ваг} = \frac{v \cdot n \cdot 100}{V_{сум}}$$

Результати мікроскопічного аналізу зернистості порошку зводяться в таблицю (приклад даних у табл. 2.1), по даним якої будуються графіки гранулометричного складу

$$d_{cp} = f(n_{ваг})$$

У процесі виконання роботи варто звернути увагу на форму зерен порошку.

**Примітка.** Ціна поділки окуляра-мікрометра визначається за методикою, приведеною вище, і готується шліф по методиці, приведеній в додатку 2. Шліф травиться, ставиться під мікроскоп і

підраховуються зерна, що знаходяться в полі зору. Результати мікроскопічного аналізу зернистості перераховуються на масові відсотки вмісту кожної фракції наступним чином:

1. Визначається середній розмір зерен фракції по формулі

$$d_{cp} = \frac{d_{мин} + d_{макс}}{2},$$

де  $d_{мин}$  и  $d_{макс}$  - граничні розміри частинок даної фракції.

2. Визначається середній обсяг одного зерна даної фракції

$$S = d_{cp}^3,$$

3. Визначається обсяг усіх зерен фракції

$$V = \frac{n \cdot d_{cp}^3}{100}$$

де  $n$  - % вміст зерен фракції.

Знаючи загальне число обмірюваних зерен усіх розмірів (фракцій) і число часток однієї фракції, знаходять відсотковий вміст зерен даної фракції ( $n$ );

4. Визначається сумарний об'єм усіх фракцій

$$V_{сум} = V_1 + V_2 + \dots + V_n$$

5. Розраховується відсотковий вміст кожної фракції за обсягом, що відповідає ваговим відсоткам

$$n_{ваг} = \frac{v \cdot n \cdot 100}{V_{сум}}$$

**Примітка.** Ціна поділки окуляр-мікрометра визначається за допомогою так званого об'єкт-мікрометра. Він виглядає як невелика скляна пластинка з посрібленою поверхнею, на яку нанесені штрихи. Відстань між штрихами об'єкт - мікрометра (ціна поділки) вказується в паспорті об'єкт-мікрометра (звичайно дорівнює 0,01 мкм). Для визначення ціни поділки окуляр-мікрометра на столику мікроскопа зміцнюють об'єкт-мікрометр і розглядають його шкалу у мікроскоп. Пересуваючи столик мікроскопа, сполучають перші штрихи обох шкал, а потім знаходять другу пару штрихів, що збігаються.

Якщо  $n_1$  - число поділок окуляр-мікрометр,  $n_2$  - число поділок у межах співпадаючих, штрихів об'єкт-мікрометра, ціна поділки якого

( $n_2$ ) мікрон, то ціна поділки окуляр - мікрометра ( $a_2$ ) визначається за формулою  $a_1 = \frac{a_2 \cdot n_2}{n_1}$ . З об'єкт-мікрометром потрібно поводитися

дуже обережно. Не можна торкатися до його шкали руками, протирати, що-небудь класти на нього і т.д., щоб не пошкодити найтонший шар срібла. У роботі визначаються розмір частинок порошку різного походження, дається оцінка можливостей застосування наданого методу, його перевагам та недолікам.

### Зміст звіту

Результати мікроскопічного аналізу зернистості порошку зводяться до таблиці (приклад даний у табл. 2.1), по даним якої будуються графіки гранулометричного складу

$$d_{cp} = f(n_{ваг})$$

У процесі виконання роботи варто звернути увагу на форму зерен порошку.

### Контрольні запитання

1. Які переваги і недоліки мікроскопічного методу? Яка точність методу?
2. Чи порівнюються результати мікроскопічного аналізу з результатами визначення гранулометричного складу ситових методів?
3. У якому діапазоні крупності порошків можна застосовувати метод мікроскопічного аналізу?
4. Яке значення мають результати мікроскопічного аналізу для отримання готових виробів методом порошкової металургії?

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №3 ВИЗНАЧЕННЯ НАСИПНОЇ МАСИ (1 година)

**Мета роботи:** Вивчення методів визначення насипної маси порошків в залежності від їх фізичних характеристик.

### Загальні відомості

Насипна маса ( $\gamma_n$ ,  $г/см^3$ ) є однією з найважливіших характеристик порошкоподібних матеріалів і являє собою вагу одиниці об'єму вільно насипаного порошку. Величина насипної маси залежить від фізичних характеристик частинок порошку (розміру, стану поверхні, форми і гранулометричного складу) і характеризує щільність укладання часток.

Знання величини насипної маси необхідне для правильного розрахунку обсягу засипної частини матриці прес-форми і дуже важливе при об'ємному дозуванні шихти у процесі пресування. Порошки, що мають меншу насипну масу, вимагають прес-форми із більшою порожниною і, як правило, ущільнюються гірше.

Насипна маса визначається за допомогою приладу, що називається волюмометр, або за допомогою лійки із сіткою.

Волюмометр являє собою прямокутний кожух із внутрішніми перегородками, нахиленими під кутом  $30^\circ$  до горизонтальної площини. Зверху на кожусі зміцнюється лійка, через яку засипається порошок, а знизу встановлюється мірна ємність відомої ваги ( $P_1$ ) і об'єму ( $V_1$ ), найчастіше  $15-25\text{ см}^3$ . Кожух установлюється на металевій підставці, а мірна ємність міститься на піддоні для збору порошку, що не потрапив у мірну ємність (рис. 3.1,а)

Прилад, зображений на рис. 3.1,б, являє собою конусну скляну лійку з кутом  $60^\circ$  і з каліброваним нижнім отвором діаметром  $1-7\text{ мм}$  (як правило,  $4\text{мм}$ ), яка закріплена на штативі чи спеціальній підставці. Зверху лійки закріплюється сітка  $60-80\text{ меш.}$ , а знизу встановлюється мірна ємність, ідентична наданій вище для волюмометра.

### Матеріали та обладнання

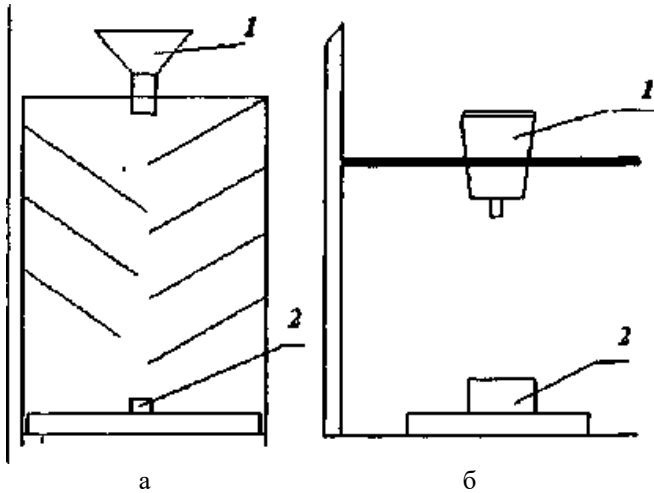
1. Порошкові матеріали за вказівкою викладача  $50 - 100\text{ г}$
2. Волюмометр - 1
3. Скляна лійка з каліброваним отвором - 1

4. Штатив (підставка) для воронки - 1
5. Технічні важелі - 1
6. Шпатель - 1
7. Скляна (металева) пластина - 1

### Порядок виконання роботи

Робота за вказівкою викладача виконується з 1-2 видами порошкових матеріалів на волюмометрі чи на другому приладі.

У обох випадках порошок сиплять зверху крізь лійку та заповнюють мірну ємність вільно падаючим порошком. Надлишок порошку в мірці вилучається (знімається) скляною (металевою) пластиною і мірка разом з порошком зважується ( $P_2$ ).



1 – лійка ; 2 – мірна ємність.

Рисунок.3.1 - Схеми приладів для визначення насипної маси (а) та текучості (б)

За формулою  $\gamma_n = \frac{P_2 - P_1}{V_1}$  г/см<sup>3</sup> розраховують насипну масу порошку. Визначення повторюють не менш 3 раз і знаходять середнє значення  $\gamma_n$ , яке приймають за дійсне.

### **Зміст звіту**

При обговоренні результатів потрібно пояснити, як різні фактори (розмір, гранулометричний склад, форма і стан поверхні часток) впливають на величину насипної маси.

Надати характеристику порошків за такими параметрами:

- насипна маса;
- текучість.

Привести середні значення заміряних параметрів досліджуваних порошків.

### **Контрольні запитання**

1. Що таке насипна маса порошку?
2. Як визначити насипну масу порошку?
3. Яка розрахункова формула для визначення насипної маси порошку?

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №4 ВИЗНАЧЕННЯ ТЕКУЧОСТІ ПОРОШКІВ (1 година)

**Мета роботи:** Визначення технологічної характеристики порошків.

### Загальні відомості

Текучість є однією з важливих технологічних характеристик порошку, що визначають його здатність з більшою чи меншою швидкістю впливати з отвору. Саме текучістю порошку визначається швидкість заповнення прес-форми, що особливо важливо при автоматичному пресуванні. Текучість порошку залежить від тих же факторів, що і його насипна маса, і визначається на приладі, майже такому ж, який приведений на рис. 3.1 б (для  $\gamma_n$ ). Єдина різниця полягає в тому, що зверху лійка не має сітки, а її вихідний отвір закривається заслонкою.

Текучість (К, г/сек) виражається відношенням зважування порошку (Р), засипаного у лійку, до часу витікання порошку (t, сек) з вихідного отвору лійки

$$K = \frac{P}{t} \text{ г/сек}$$

### Матеріали та обладнання

1. Порошкові матеріали за вказівкою викладача 100 – 150 г.
2. Скляна лійка з каліброваним отвором – 1
3. Штатив (підставка) для лійки - 1
4. Технічні терези – 1
5. Секундомір - 1.

### Порядок виконання роботи

Робота за вказівкою викладача виконується з 1-2 видами порошкових матеріалів (бажано з тими ж, для яких була чи буде визначена насипна маса).

Порція порошку (50-100 г) засипається у лійку, нижній отвір якої закритий заслонкою. Після того як помістили в лійку всю вагу порошку, заслонка відкривається і одночасно вмикається секундомір,

за допомогою якого фіксують час, за який порошок проходить скрізь отвір лійки. Знаючи вагу порошку та час його витікання, розраховують коефіцієнт текучості  $K$ .

Визначення текучості виконують тричі для кожного порошку і знаходять середнє значення  $K$ .

### **Зміст звіту**

Дати значення текучості для порошоків і пояснити, як різні фактори (розмір, гранулометричний склад, форма і стан поверхні часток) впливають на величину насипної маси.

Дати рисунок різних форм порошоків.

### **Контрольні запитання**

1. Що таке текучість порошку?
2. Як визначається текучість порошку?
3. Який порядок роботи при визначенні текучості порошку?
4. Для чого потрібно знати таку характеристику порошку, як текучість?

## РОЗДІЛ II ПРЕСУВАННЯ

Пресування є однією з найважливіших технологічних операцій у виробництві виробів методом порошкової металургії.

Головне призначення процесу пресування є формування напівфабрикатів визначених розмірів і форм, а також надання пресовкам визначеної міцності, необхідної для збереження форми під час наступного обернення з брикетом.

Сутність процесу пресування полягає в деформуванні певного об'єму сипучого порошкового тіла обтиску, при якому відбувається зменшення первісного об'єму і формування брикету заданої форми і розмірів. Деформування об'єму сипучого тіла, яке спостерігається, суттєво відрізняється від деформування компактного матеріалу, об'єм якого залишається постійним (змінюються тільки геометричні розміри). Об'єм порошкового тіла при пресуванні змінюється в результаті відносного переміщення часток, які заповнюють пори, і за рахунок деформування окремих часток.

При вільному засипанні матеріалу в замкнутий об'єм між частками зберігаються порожнечі, які обумовлені арочним ефектом. Під дією прикладених зовнішніх сил порожнечі заповнюються за рахунок відносного переміщення часток. По мірі більш щільного укладання часток подальше ущільнення буде відбуватися в основному за рахунок їх деформації. Спочатку деформація обмежена приконттактними ділянками, а потім розповсюджується вглиб часток. При пресуванні крихких матеріалів деформація проявляється в руйнуванні або подрібненні виступів на поверхні часток.

Деформація окремих часток починається вже при малих тисках, в той же час як переміщення окремих часток продовжується і при високих навантаженнях. Тому можна казати про переважаюче значення переміщення часток на першій стадії і деформації часток на останній стадії, при чому чим більш пластичний метал, тим при більш низьких тисках починається ущільнення за рахунок деформації часток.

Найбільш розповсюдженим варіантом формування є пресування металічних порошків в сталевих прес-формах.

Міцність, твердість і інші властивості спечених виробів у

визначеному ступені обумовлюють щільність спресованих виробів з порошку та її розповсюдження по об'єму, який, в свою чергу, визначається цілим рядом факторів, таких як:

1. тиск пресування
2. розмір, форма і стан поверхні часток порошку
3. ступінь їх наклепу
4. стан поверхні стінок прес-форми
5. відношення висоти до діаметру брикету та інше.

Енергія пресування витрачається на переборювання тертя між частками, між частками і стінками прес-форм і на деформування часток. Зовнішнє тертя призводить до нерівномірного розподілення щільності по об'єму брикету, що є однією з важливих характеристик процесу пресування. Нерівномірність щільності по висоті брикету (в напрямку пресування) особливо помітна у тих випадках, коли висота брикету перевищує його поперечні розміри. Причина такого розподілення щільності по висоті брикету пов'язана з втратою зусилля пресування на переборювання зовнішнього тертя порошку по контактній поверхні елементів прес-форм.

Нерівномірна щільність брикету може здійснювати прямий вплив на розподілення щільності в спеченому виробі, на зміну його механічних або електричних властивостей, на перекручення форми і розмірів.

Величина сили тертя по стінках прес-форм визначається із рівняння

$$N_{тр} = \mu \cdot P_{бок} \cdot F_{бок}$$

$\mu$  - коефіцієнт тертя порошку по стінках прес-форми;

$P_{бок}$  – середній боковий тиск, т/см<sup>2</sup>;

$F_{бок}$  – поверхня тертя, см<sup>2</sup>.

При відсутності мастила стінки матриці або самого порошку до 30-40% (і навіть більше для брикетів з великим Н/D) прикладеного зусилля пресування може витрачатися на переборювання сил тертя порошку по стінках прес-форми. Спостерігається лінійна залежність величини витрат зусилля пресування на тертя від висоти брикету.

В брикеті діє бічний тиск, величина якого знижується по мірі

віддалення від пуансону через з падінням вертикального тиску в брикеті в зв'язку з віддаленням від пуансону (внаслідок втрати зусилля пресування на зовнішнє тертя).

Використання мастила при пресуванні порошків зменшує зовнішнє тертя і тим самим втрачує зусилля пресування на переборювання його, забезпечуючи більш рівномірне розподілення щільності в брикеті, і зменшує тиск пресування, необхідний для досягнення заданої щільності брикету. В якості мастила використовують різноманітні речовини: машинну олію, парафін, віск, стеаринову кислоту, стеарат цинку, літій та інше. Після зняття тиску пресування і відвантаження брикету з прес-форми він зазнає пружне розширення, що називається пружньою післядією.

На величину пружньої післядії впливає ряд факторів: технологічні характеристики порошку, зусилля пресування, міцність брикету.

Найбільшу пружню післядію спостерігають при пресуванні порошків малопластичних твердих металів, що мають великий модуль пружності і погану пресуємість, найменшу – для порошків пластичних і м'яких металів, що утворюють більш міцні брикети. Розрахунок навісок порошку для пресування виконується за наступною формулою

$$G = V \cdot d_k \cdot K_1 \cdot K_2$$

$V$  - об'єм брикету, см<sup>3</sup>;

$d_k$  - щільність без пористого матеріалу, г/см<sup>3</sup>;

- відносна щільність, %;

$K_1$  - коефіцієнт, який враховує втрати порошку при пресуванні (1,005 – 1,01);

$K_2$  - коефіцієнт, який враховує втрати ваги при спіканні в результаті вигорання домішок і відновлення окислів (1,01 – 1,03).

При пресуванні багатокомпонентних шихт щільність суміші розраховується по правилам адитивності.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №5 ВИВЧЕННЯ КОЕФІЦІЄНТУ БІЧНОГО ТИСКУ ПРИ ПРЕСУВАННІ У МЕТАЛЕВИХ ПРЕСФОРМАХ (2 години)

**Мета роботи:** Експериментальне дослідження розмірів коефіцієнта бічного тиску при пресуванні порошків.

### Загальні відомості

Коефіцієнт бічного тиску ( $\xi$ ) є характеристикою, яку необхідно враховувати при конструюванні прес-форми (при розрахунку товщини стінок матриці).

При визначенні втрат зусилля пресування на зовнішнє тертя ( $\Delta N_{тр}$ ), де враховується коефіцієнт бічного тиску, неправильно вважати, що останній завжди зменшується пропорційно зменшенню відносної щільності.

Коефіцієнт бічного тиску трохи росте із збільшенням тиску пресування в щільності при пресуванні порошків м'яких пластичних металів (Cu, Fe).

Для малопластичного W і твердого, тендітного WC спостерігається тільки деяке збільшення  $\xi$  з ростом  $p$  у зоні низьких тисків (до  $2 \text{ т/см}^2$ ), а вище  $\xi$  - стає постійним

Дрібнозернисті й окислені порошки мають менший коефіцієнт бічного тиску, ніж великий і довідновлений, що пояснюється підвищеним міжчастковому тертя.

Метою роботи є вивчення впливу тиску пресування, форми, розміру часток, наявності змащення і окисних плівок на величину  $\xi$  для різних металів. Визначення величини коефіцієнта бічного тиску виконується за допомогою тензометричних датчиків електроопору.

### Матеріали і обладнання

1. Мідь.
2. Вольфрам.
3. Карбід вольфраму.
4. Залізо, частково окислене з поверхні ( $\approx 0,55\% \text{ Oz}$ )
5. Щойнодовідновлене залізо.
6. Порошки матеріалів (за вказівкою викладача) - 100 гр.

7. Сталева прес-форма	1,
8. Датчики електроопору	8,
9. Пристрій для виміру деформацій	1,
10. Прес	1,
11. Стератекс (машинна олія)	10 г,
12. Технічні терези	1.

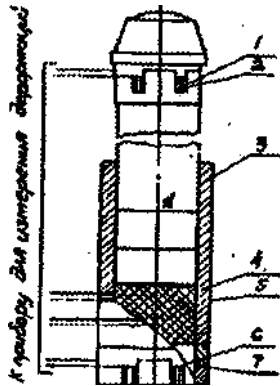
### Порядок виконання роботи

Пресування здійснюється в спеціальній металевій прес-формі (рис. 5.1), яка оснащена тензометричними датчиками електроопору на пуансоні (1) і на склянці прес-форми для фіксації відповідних напруг.

Чотири послідовно з'єднані датчики (2) на пуансоні забезпечують отримання достатньо точного значення зусилля пресування ( $N$ ). Матриця прес-форми (3) оснащена круговими датчиками (5), що замірюють пружну деформацію матриці в зоні розташування брикету (4) і дозволяють визначити середній тиск ( $q_{ср}$ ) на стінках матриці.

Показники датчика (5) при вимірюванні бічного тиску попередньо тавровані по безпористій еластичній гумі, що має коефіцієнт бічного тиску, рівний 1.

Величина бічного тиску розраховується по тарировочній кривій матриці в координатах ( $H - \Delta a$ ), де  $H$  висота гумового циліндра,  $\Delta a$  - число ділянок шкали тензометричного містка в розрахунку на 1  $\text{кг}/\text{см}^2$  тиску пуансона.



1 – верхній пуансон; 2, 5 – датчики електроопору; 3 – матриця;  
4 – пресований матеріал; 6 – втулка; 7 – нижній пуансон.

Рисунок. 5.1 - Прес-форма для визначення коефіцієнту бічного тиску

Знайдене  $q_{cp}$  обумовлено не повним зусиллям  $N$ , прикладеним пуансоном, а меншим через втрати на зовнішнє тертя.

Для визначення коефіцієнту бічного тиску використовують формулу

$$\xi = \frac{q_{cp}}{P_{cp}}$$

де  $q_{cp}$  – бічний тиск, кг/см<sup>2</sup>;

$P_{cp}$  – середній тиск пресування, кг/см<sup>2</sup>.

Величина  $P_{cp}$  визначається по тарировочній кривій втулці (6)  $\Delta B - T$ , де  $T$  – навантаження на втулку кг;  $\Delta B$  – число ділянок шкали тензометричного мостика, який відповідає навантаженню  $T$ , кг;

розраховується за формулою  $P_{cp} = \frac{t}{\ln \frac{P}{P-t}}$ , де  $t = \frac{T}{F}$ ,  $F = \frac{\pi D^2}{4}$ ,

площина розсічення брикету, см<sup>2</sup>;  $p$  – тиск пресування, кг/см<sup>2</sup>. Сила  $T$  (результуюча сила зовнішнього тертя) знаходиться на тарировочній кривій ( $\Delta B - T$ ).

Робота виконується з двома порошками (за вказівкою викладача) які пресуються під тиском 1, 2, 3, 4 т/см<sup>2</sup>. Перед кожним пресуванням порожнина матриці змащується стератексом чи машинною олією, крім цього, пресування при 3 і 4 т/см<sup>2</sup> виконується для одного з порошків (за вказівкою викладача) без змащування внутрішньої порожнини матриці.

Спресовані брикети зважуються на технічних терезах, проміряються, розраховується відносна щільність, бічний тиск, коефіцієнт бічного тиску.

### Зміст звіту

Побудувати графіки залежності  $\nu$ ,  $\xi$  від  $P$ , кг/см<sup>2</sup>.

### Контрольні запитання

1. Як впливає тиск пресування на бічний тиск для порошків різних металів?
2. Як впливає на бічний тиск змащування ?
3. Як величина бічного тиску пов'язана з конструкцією матриці?

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6

### ВПЛИВ ТИСКУ ПРЕСУВАННЯ НА УЩІЛЬНЕННЯ БРИКЕТУ (2 години)

**Мета роботи:** Вивчення впливу тиску пресування на щільність брикетів.

#### Загальні відомості

Щільність брикету, що пресується зростає по мірі збільшення прикладеного до нього тиску. Графіки залежності зміни відносної щільності (чи пористості) від тиску пресування

$$(\Pi) = f(P)$$

називають діаграмами пресування. Останні мають велике практичне значення при вивченні пресованості різних порошоків і при розробці технології виготовлення тих чи інших заготовок і деталей. Залежність між величинами, що розглядаються в загальному вигляді можна виразити монотонною кривою (рис. 6.1) з характерними ділянками: швидким наростанням щільності на першому за рахунок більш щільного упакування часток порошку при їхньому відносному переміщенні під дією зовнішнього тиску, далі поступово уповільнюється збільшення щільності та росту і тиску пресування, завдяки деформації самих часток порошку.

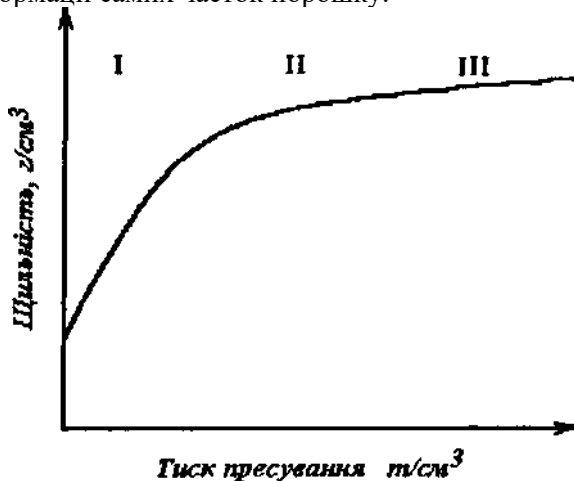


Рисунок 6.1 - Вплив тиску пресування на щільність брикету

Вже на першій стадії процесу через тертя часток порошку одна об одну, взаємного їх зачеплення і заклинювання починається процес деформації, що, розвиваючись спочатку на виступах і шершавостях поверхні порошкових часток, поступово поширюється по їх об'єму.

В процесі пресування збільшуються площі контактних ділянок, терміновість брикету і розвивається наклеп часток, що ускладнює протікання деформації. Пресованість порошоків залежить не тільки від твердості, пластичності металів до їх здатності деформуватися, але і визначається такими характеристиками, як 1) форма і розмір часток, 2) гранулометричний склад, 3) стан поверхні, 4) ступінь її окислення та ін. Таким чином, на поведінку порошку при пресуванні впливає сукупність великої кількості факторів, що змушує вивчати процес пресування для кожного конкретного випадку. З аналітичних залежностей, зв'язуючих щільність з тиском пресування, у найбільш простій і загальній формі відбивають експериментальні дані (принаймні, в межах реально застосованих тисків до 6-7 т/см<sup>2</sup>) рівняння М.Ю.Бальшина

$$\lg p = -m \lg \beta + \lg p_{\max}$$

чи

$$\lg p = n \cdot \lg v + \lg p_{\max}$$

де  $p$  - тиск пресування

$p_{\max}$  - розрахунковий максимальний тиск, при якому пористість наближається до нульового значення,

$\beta$  - відносний об'єм брикету при наданому тиску,

$v$  - відносна щільність при даному тиску,

$m$  - так званий показник пресованості, який залежить від властивостей порошку і насамперед, від тих, які визначають насипну вагу.

У цих рівняннях не враховується вплив наклепу і зовнішнього тертя, тобто вони відносяться до брикетів з малим Н:Д та із змащеними стінками прес-форми.

Графічно ці рівняння описують прямою лінією (рис.6.2). Відрізок, що відтинається прямою на ординаті, відповідає тому розрахунковому тиску  $p_{\max}$ , при якому пористість досягає нульового значення ( $\beta = 1$ ), і в ідеальному випадку (при відсутності втрат тиску на тертя порошку об стінки прес-форми), рівному максимальному критичному напруженню  $\sigma_k$  (тиску витікання металу).

Із графіка також видно, що  $\lg \alpha$  чисельно дорівнює "показнику пресованості" -  $m$ .

Тому, що рівняння Бальшина  $\lg p = -m \lg \beta + C$  виведено при допущенні відсутності зовнішнього тертя і наклепу порошку в процесі пресування, реальні залежності, побудовані у логарифмічних координатах, можуть відхилятися від прямої лінії, як правило, опуклістю вниз внаслідок розвитку наклепу при підвищенні тиску.

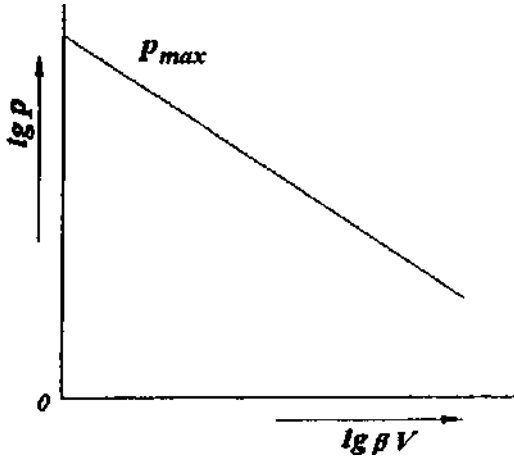


Рисунок 6.2 - Залежність відносного об'єму від тиску пресування

З другого боку, в ряді випадків деякі властивості поверхні порошку, наприклад окисленість її, можуть змушувати криві вигинатися опуклістю догори. В цьому і іншому випадках "показник пресованості" -  $m$  не залишається постійним, а критичне напруження  $\sigma_k$  на контактних ділянках при даному ступені ущільнення оцінюється відрізком, що відтинається на ординаті дотичної до кривої, проведеної через точку, що відповідає даному значенню відносного об'єму  $\beta$  (чи відносній щільності  $\nu$ ). Сумарний вплив різних факторів може призвести до того, що реальна залежність виявиться близькою до прямолінійної.

Таким чином, про характер пресованості порошку в кожному окремому випадку варто судити по діаграмах пресованості і по характеру кривої  $\lg \beta(\lg) = f(\lg p)$  з урахуванням фізичних

властивостей порошку (форма і величина часток, гранулометричний склад, стан поверхні і т.д.).

### Матеріали й обладнання

- |   |        |
|---|--------|
| 1. Порошки чи суміші за вказівкою викладача по 50-150 г,          |        |
| 2. Прес-форма діаметром 12-16 мм                                  | 2,     |
| 3. Прес гідравлічний  | 1,     |
| 4. Пристосування для змащення прес-форми                          | 1,     |
| 5. Стеротекс чи машинна олія                                      | 10 г,  |
| 6. Лабораторні технічні терези                                    | 2,     |
| 7. Штангенциркуль та мікрометр                                    | по I,  |
| 8. Шпатель  | 2 шт., |
| 9. Паперові пакетики (калька чи глянцеви́й папір)<br>для навішень | 4.     |

### Порядок виконання роботи

Робота за вказівкою викладача виконується з 2-3 видами порошків чи сумішей за одним з наступних варіантів.

**Варіант 1.** 2-3 види порошків з відомими характеристиками (форма і розмір зерен, гранулометричний склад, насипна вага й ін.), що відрізняються здатністю до деформування, наприклад, олово, мідь, залізо, вольфрам.

**Варіант 2.** 2-3 види порошків чи сумішей того самого складу, але маючих різну насипну вагу й різні фізичні властивості, наприклад, порошки, отримані різними способами.

**Варіант 3.** 2-3 види сумішей з різним вмістом графіту, наприклад, 0,1 і 5 вага. %.

Розраховані зважено ( $H:D \leq 0,25$ ) відважуються на лабораторних технічних терезах. Пресування виконуються у сталевій прес-формі діаметром 12-16 мм на гідравлічному пресі при тисках 0,5; I, 2, 4 т/см<sup>2</sup> і т.д. (до тиску, зазначеного викладачем). Перед кожним пресуванням порожнина матриці повинна бути змащена стеротексом чи машинною олією (при виконанні варіанта 3 змащувати матрицю не слід).

Після пресування брикети зважуються на лабораторних чашкових терезах і обмірюються штангенциркулем. На брикетах

позначається щільність ( $\alpha$ ), відносна щільність ( $\nu$ ), пористість ( $\Pi$ ) і відносний об'єм ( $\beta$ ).

### Зміст звіту

Отримані результати зводяться в таблицю, за даними якої будуються наступні графіки:

1. графік залежності відносної щільності брикетів від тиску пресування  $\nu = f(p)$
2. графік залежності пористості брикетів від тиску пресування  $\Pi = f(p)$
3. графіки залежності відносної щільності і відносного об'єму брикетів від тиску пресування в логарифмічних координатах  $\lg \beta = f(\lg p)$

На кожен графік наносяться 2-3 криві, що відповідають дослідженим складам. За графіком 3 визначаються  $m$  та  $n$  у рівнянні Бальшина. У випадку, якщо  $m \neq \text{const}$ , варто визначити два значення показника пресованості для двох обраних тисків: мінімального і максимального.

Надати рисунок прес-форми.

При обговоренні результатів потрібно пояснити характер отриманих залежностей, розходження між складами, причини відхилення ходу кривих від прямолінійного.

**Примітка.** В окремих випадках рекомендується 3 студентам, які виконують один з варіантів, скласти загальний звіт і обговорити вплив на пресованість усіх вивчених факторів.

### Контрольні запитання

1. Як впливають пластичні властивості порошоків на їх пресованість?
2. Як впливають форми, розмір і стан поверхні часток порошку на їх пресованість?
3. У чому полягає вплив змашування на процес пресування?

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7 РОЗПОДІЛ ЩІЛЬНОСТІ ПО ОБ'ЄМУ СПРЕСОВАНОГО БРИКЕТУ (3 години)

**Мета роботи:** Вивчення характеру розподілу щільності по об'єму брикету після пресування.

### Загальні відомості

При пресуванні металевих порошків у прес-формах не можна отримати брикет із зовсім однаковою щільністю у різних його частинах. Нерівномірність розподілу щільності (пористості) по вертикальному і горизонтальному перетину брикету, мається на увазі наявність тертя порошку об стінки прес-форми (зовнішнє тертя). Під дією цих сил у вертикальному перетині щільність завжди збільшується знизу вгору при однобічному пресуванні верхнім пуансоном) і відбувається вигин шарів порошку в спресованому брикеті, у відповідності з яким щільність верхнього шару збільшується від центру до периферії, нижнього - від периферії до центру.

Нерівномірний розподіл щільності по об'єму брикету є небажаним у виробництві порошкових заготовок і виробів тому, що викликає нерівномірну усадку та короблення брикетів при спіканні і може призвести до браку.

Змащення стінок матриці прес-форми, а також введення змащування в порошок знижує коефіцієнт зовнішнього тертя і зменшує нерівномірність розподілу щільності в брикеті. Позитивно впливають на розподіл щільності по об'єму виробу зменшення відношення висоти брикету до його діаметра (Н:Д), а також використання методу двостороннього пресування.

Ця робота має за мету показати розподіл щільності по висоті брикету, вплив на цей розподіл різних змащувальних додатків, а також вплив відносної висоти до діаметру брикету на його середню щільність.

Для дослідження властивостей різних частин брикету останній поділяється по висоті на окремі частини різними способами, наприклад, прокладками з алюмінієвої фольги.

### Матеріали й обладнання

1. Порошки за вказівкою викладача	30 г,
2. Технічні лабораторні терези	1,
3. Прес-форма діаметром 8-10 мм	1,
4. Штангенциркуль	1,
5. Аналітичні терези з пристосуванням для гідростатичного зважування	1.

### Порядок виконання роботи

Робота виконується з двома сумішами (за вказівкою викладача) з наступних шихт:

1. Мідний порошок.
2. Залізний порошок.
3. Залізний порошок + 2% графіту.
4. Мідний порошок + 1% графіту.
5. Мідний порошок + 3% графіту.
6. Мідний порошок +1% олеїнової кислоти, розчиненої у розчиннику.

Пресування виконується в циліндричній прес-формі діаметром 8-10 мм. Зважування розраховуються з умови  $H = 0,5 D$  (у розрахунку на нульову пористість). Усього в прес-формі міститься три такі навіски, кожна з яких ретельно розрівнюється й ізолюється від наступної алюмінієвою вкладкою. Пресування робиться під тиском  $2 \text{ т/см}^2$ .

Брикет випресовується, зважується, вимірюється його загальна висота і діаметр. Замальовується розташування у ньому прокладок. Потім брикет розділяється на окремі частини (по прокладках), що нумеруються, замальовується форма кожної частини, починаючи з найближчої від пуансона. Штангенциркулем вимірюється висота кожної частини по центру, периферії. Обчислюється щільність усього брикету.

Визначається вона методом гідростатичного зважування. Розраховується відносна щільність і пористість усього брикету і його частин.

### **Зміст звіту**

Розрахунки по визначенню щільності брикету і його частин заносяться в таблицю, по даним якої будується графік залежності щільності (пористості) від відстані до пуансона. Надати рисунок прес-форми, характеристику преса ( $P_n$ ).

### **Контрольні запитання**

1. Що є причиною нерівномірного розподілу щільності по об'єму спресованого брикету?
2. Як впливають фізичні і технологічні властивості порошків на розподіл щільності по висоті?
3. Як поліпшити розподіл щільності при пресуванні порошків?

## РОЗДІЛ ІІІ СПІКАННЯ

**Спікання** – одна з основних технологічних операцій порошкової металургії, в процесі якої відбувається перетворення неміцного брикету, пресованого з порошків, у міцне спечене тіло з властивостями, близькими до властивостей компактного матеріалу. В залежності від характеру взаємодії елементів, що входять в шихту, та умов процесу спікання можливо підрозділити на такі основні випадки: спікання в твердій фазі та спікання з рідкою фазою. При спіканні суміші в твердій фазі прийнято також відрізняти спікання компонентів, які володіють повною взаємною розчинністю (мідь – нікель, залізо – нікель, кобальт – нікель та ін.) спікання компонентів, які володіють граничною взаємною розчинністю (мідь – залізо, вольфрам – нікель та ін.) та спікання компонентів, нерозчинних один в одному (мідь – вольфрам, мідь – молібден, мідь – вуглець).

Для великої кількості сплавів, отриманих з металевих порошків, процес спікання відбувається в рідкій фазі, яка отримана в результаті розплавлення легкоплавкого компоненту, або за рахунок утворення евтектики. При цьому розподіляють спікання із зникаючою рідкою фазою, коли вона утворюється, але швидко зникає, внаслідок розчинення в твердій фазі або утворення інших, більш тугоплавких фаз, та кінцевий період спікання відбувається в твердій фазі. Прикладом цього виду спікання є бронзові (мідь – олово) або бронзографітні матеріали. Можливі випадки, коли процес спікання відбувається в рідкій фазі до кінця, при цьому весь період спікання протікає між ліквідусом та солідусом системи. Прикладом цього типу є спікання твердих сплавів (карбід вольфраму – кобальт).

Найбільш характерною рисою спікання з рідкою фазою є великий ступінь ущільнення в порівнянні із спіканням в твердій фазі.

Усадка в розмірах та зменшення пористості виробів не завжди є супутньою процесу спікання. Наприклад, у виготовленні пористих підшипників, металевих фільтрів і т.п. виробів відбувається лише незначна усадка та розміри брикету майже не зменшуються, але в результаті спікання відбувається значне ущільнення виробу.

Зустрічаються випадки навіть деякого збільшення розмірів виробу після спікання в результаті пружнього наслідку (зняття напруг

пресування) або в результаті сильного газовиділення з шихти в процесі спікання, а також утворення інтерметалевих з'єднань або твердих розчинів.

За технологічними особливостями процес спікання можливо розділити на чотири види:

1. Спікання попередньо спресованого брикету;
2. Просочування попередньо спресованого брикету іншим розчиненим компонентом за рахунок дій капілярних сил;
3. Термічна обробка та пресування здійснюються в один прийом (гаряче пресування);
4. Спікання вільно насипаного порошку.

У порошкоподібних металах у протилежність компактним металам відношення поверхні до об'єму надзвичайно велике, дифузія протікає одночасно на великих площинах по всьому об'єму, в результаті чого процес у практично доступний час може йти до повного вирівнювання концентрації і призвести до утворення сплаву дифуодуючих металів без плавлення.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 8

### СПІКАННЯ ОДНОКОМПОНЕНТНИХ СИСТЕМ (3 години)

**Мета роботи:** Вивчити фізику процесів спікання брикетів після пресування.

#### Загальні відомості

Спікання однокомпонентних металевих систем, що відбувається цілком у твердій фазі, є одним з найбільш простих і розповсюджених на практиці порошкової металургії.

При нагріванні брикетів відділяються адсорбовані гази і волога, мастильні і зв'язуючі речовини, відновлюються окисні плівки, якщо спікання проводиться у відбудовному середовищі, що призводить до утворення металевих контактів між дотичними частками.

При підвищенні температури атоми набувають збільшеної рухомості ( в першу чергу на вільних поверхнях) і переміщуються в бік зменшення запасу вільної енергії, тобто з виступів з великим запасом вільної енергії в западини, заглиблення поверхні часток. В об'ємі брикету це призводить до росту контактів, розгладжування поверхні часток і сфероїдизації пор. Поверхнева дифузія атомів сприяє збільшенню й зміцненню контактів, призводить до зміцнення всього брикету, сфероїдизація пор, однак не веде до усадки тіла що спікається.

Заповнення пор атомами при спіканні відбувається шляхом об'ємної самодифузії в результаті наявності градієнту вакансій. Одним з основних механізмів усадки при спіканні є повзучість (дифузійний крип). Вона складається у направленому переміщенні вакансій від поверхні, де прикладений тиск, до вільних поверхонь (зовнішніх границь зерен) і відповідно в зворотньому русі атомів. Це спрямоване пересування атомів призводить до макроскопічної деформації прикладів або усадці.

Швидкість усадки на різних стадіях процесу спікання різна. Характерною рисою кінематики усадки є її висока швидкість у початкові моменти і поступове сповільнення в міру ізотермічної витримки. Іншою важливою особливістю процесу усадки брикетів при спіканні є те, що після ізотермічної витримки, коли усадка практично

припинилася, при подальшому збільшенні температури знову спостерігається збільшення швидкості усадки.

Для більшості металів температура спікання знаходиться в межах

$$T_{\text{спік}} = (0.7 - 0.8) T_{\text{пл}}$$

Режим спікання визначається не тільки температурою, але і часом витримки: чим вище температура, тим менша може бути витримка. Як правило, режим спікання (температура, час витримки при спіканні) підбирається в кожному окремому випадку в залежності від властивостей, яких вимагає готовий виріб.

На властивості спеченого виробу впливає атмосфера печі. Часто в якості газового середовища при спіканні використовується чистий, добре очищений водень, в ряді випадків для цього використовуються більш дешеві гази (диссоційований аміак, генераторний газ, інертні гази). У деяких випадках застосовуються методи місцевого захисту від окислення: застосовують спікання у коробках з деревним вуглем, графітом чи з відпрацьованим карбюратором. В цьому випадку утворена у об'ємі коробки атмосфера окисів вуглецю забезпечує захисну дію. В ряді випадків, наприклад при спіканні виробів з титану і його сплавів, процес проводиться у вакуумі.

Робота виконується по одному із наступних варіантів (за вказівкою викладача).

**Варіант 1.** Дослідження впливу тиску пресування.

Пресуються 2 брикети під тиском 0,5; 2; 1; 4; т/см<sup>2</sup> у стальний прес-формі при співвідношенні висоти до діаметра 0.5~1. Брикети після вимірювання їх розмірів за допомогою мікрометра чи штангенциркуля спікаються в муфельній печі ( в одній коробці) при температурі 800 ± 25°С протягом 1 години. Береться середній результат для кожних двох зразків.

**Варіант 2.** Дослідження впливу температури спікання.

Пресуються 7 брикетів під тиском 2 т/см<sup>2</sup>. До спікання вимірюється твердість по Брінелю двох зразків (кулька 10 мм, навантаження 250 кг), результат береться середній. Інші зразки спікаються у муфельній печі протягом години при температурах 600, 700, 900°С ( по два зразка на кожную температуру).

**Варіант 3.** Дослідження впливу довготривалості витримки при спіканні.

Пресуються 10 зразків під тиском 2 т/см<sup>2</sup>. На двох зразках визначається твердість до спікання, інші спікаються у муфельній печі при температурі 800 ± 250С з витримкою 15, 30, 60, 120 хвилин (по 2 зразка на кожну витримку).

### Матеріали і обладнання

1. Мідний порошок	200 г,
2. Сталева прес-форма	1,
3. Гідравлічний прес	1,
4. Технічні терези	1,
5. Мікрометр	1,
6. Залізні коробки чи нікелеві човники	2,
7. Графітове засипання	500 г,
8. Термопара з гальванометром	1,
9. Прилад для випробування на стиск	1

### Порядок виконання роботи

Брикети пресуються на гідравлічному пресі, зважуються на технічних терезах і обмірюються мікрометром.

Методика розрахунку навішення, опис гідравлічного преса і правил роботи на ньому приведені в роботі.

Спікання виконується в муфельній чи відбудовній електричній печі за зазначеним режимом. При спіканні в муфельній печі зразки укладаються в залізні коробки з щільними кришками і засипаються графітовим порошком. При спіканні в трубчастій газовій печі вони укладаються в нікелеві човники. При цьому витримка підраховується відтоді, коли коробка чи човник зі зразками прогріються до заданої температури.

По закінченні витримки човник зі зразками просувається в холодильник печі, де охолоджується за 10-15 хвилин. Залізні коробки зі зразками виймаються з печі й охолоджуються на повітрі.

Брикети зважуються на технічних терезах, обмірюються мікрометром, описується їх зовнішній вигляд, розраховується щільність і пористість. Щільність брикетів неправильної форми чи з нерівною поверхнею визначається методом гідростатичного

зважування. Після виміру і зважування визначається твердість брикетів по Брінелю.

### **Зміст звіту**

Усі результати зводяться до таблиці. За даними таблиці будуються графіки залежності щільності, пористості, усадки і твердості зразків від режимів спікання. Надати рисунок прес-форми, преса, печі.

### **Контрольні запитання**

1. Які сили викликають усадку брикетів ?
2. Яка роль засипання при спіканні ?
3. Які фактори впливають на величину усадки при спіканні ?
4. Як орієнтовано визначити температуру спікання порошку визначеного металу ?

## **ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 9**

### **ОТРИМАННЯ МІДНО-ВОЛЬФРАМОВОГО**

### **ПСЕВДОСПЛАВУ МЕТОДОМ ПРОСОЧУВАННЯ**

#### **(3 години)**

**Мета роботи:** Вивчення операцій виготовлення псевдосплавів.

#### **Загальні відомості**

Просочення, як технологічна операція порошкової металургії, передбачає заповнення пор заготовки рідким металом чи сплавом, що добре змочує матеріал пористого тіла.

Основною перевагою просочення є короткочасність процесу і можливість отримання безпористих тіл. Методом просочування можна отримувати різноманітні вироби, однак можливості тут більш обмежені, ніж в інших способах виробництва багатофазних пресованих виробів.

Одним із прикладів матеріалів, отриманих методом просочування, є мідно-вольфрамові псевдосплави. Як відомо, вольфрам і мідь не мають помітної розчинності ні в твердому, ні в рідкому стані і подібні матеріали не можуть бути виготовлені сплавленням. Метод виготовлення таких матеріалів полягає в тому, що брикет, спресований з вольфрамового порошку, просочується розплавленою міддю, що заповнює пори, забезпечуючи одержання щільного виробу. Так як подібні матеріали не можна називати сплавами в точному значенні цього слова, вони зуться псевдосплавами.

Подібні псевдосплави володіють важливими електричними властивостями: сполучати високу електропровідність і теплопровідність міді з міцністю вольфраму і широко застосовуються для виготовлення електричних контактів.

Існує кілька методів введення міді у псевдосплави. Можна занурити зразок із пористого вольфраму в розплавлену мідь, вводити мідь у вигляді порошку безпосередньо в шихту і т.д. Найбільше поширення одержав метод просочування вольфрамового брикету розплавленою міддю. Для цього спресований вольфрамовий брикет розміщують в човнику разом із шматочками міді; після розплавлення мідь просочує вольфрам за рахунок дії капілярних сил.

### Матеріали і обладнання

1. Вольфрамований порошок	150 г,
2. Мідний порошок	50
3. Вугільно-трубчаста піч опору	1,
4. Оптичний пірометр	1,
5. Гідравлічний прес	1,
6. Графітовий човник (прямокутний)	1,
7. Мікрометр	1,
8. Технічні терези	1.

### Порядок виконання роботи і зміст звіту

З вольфрамового порошку пресується 8 брикетів діаметром 10-15 мм і висотою 1 мм під тиском 3 т/см<sup>2</sup>. Опис гідравлічного преса і правил роботи на ньому приведено на початку цього розділу.

Брикети зважуються на технічних терезах і обміряються мікрометром, обчислюється їх щільність і пористість. Виходячи з пористості вольфрамових брикетів, розраховується кількість міді, необхідна для просочування. Кількість міді визначають із умови заповнення пор на 25, 50, 100% ( по 2 брикети на кожне значення пористості).

Приклад розрахунку: брикет з вольфрамового порошку має обсяг 1,5 см<sup>3</sup> і пористість 36%. Обсяг пор у ньому дорівнює 1,5 x 0,36 = 0,54 см<sup>3</sup>. Навішення міді, виходячи з вищенаведених умов, повинна складати (питома вага міді 8,9 г/см<sup>3</sup>) 1,2; 2,4; 4,8 г. Розраховані навішення мідного порошку пресуються в прес-формі того ж діаметра 10-15 мм при тискові 3 т/см<sup>2</sup>.

Вольфрамові брикети встановлюються в прямокутний графітовий човник і на них укладаються збрикетовані навішення міді. Два вольфрамових брикети спікаються без міді. Брикети старанно засипаються дрібною графітовою крупкою.

Спікання проводиться у вугільно-трубчастій печі при температурі 1300°C ( схема графіто-трубчастої печі і правила роботи на ній приведені в літературі). Піч розігрівається до заданої температури і човник із зразками поміщається в гарячу зону, після 30-хвилинної витримки вона завантажується в холодильник, де охолоджується протягом 15-20 хвилин.

Отримані брикети зважують, обміряють мікрометром, описують зовнішній вигляд, визначають твердість по Бринелю (кулька 2,5 мм, навантаження 250 кг), опір стиску.

### **Зміст звіту**

Результати зводяться до таблиці. За даними таблиці викреслюються графіки залежності пористості, усадки, твердості, тимчасового опору стиску від вмісту міді (береться середній з кожної пари результатів).

### **Контрольні запитання**

1. Які існують способи просочення пористих зразків?
2. Від яких факторів залежить повнота просочення?
3. Який фазовий склад псевдосплава W - Cu?

## ЛІТЕРАТУРА

1. Ніколаєв В.О. Гаряче прокатування листів та смуг : навч. посібник / В.О. Ніколаєв. - 4-те вид., перероб. (рос. мов. вид.) – Запоріжжя : ЗНТУ, 2012. – 171 с.
2. Ніколаєв В.О. Холодне прокатування смуг : навч. посібник / В.О. Ніколаєв. - 4-те вид., перероб. (рос. мов. вид.) – Запоріжжя : ЗНТУ, 2012. – 139 с.
3. Явтушенко О.В. Проектування та розрахунок кривошипних пресів. Курсове проектування : навч. посібник / О.В. Явтушенко, А.В. Глебенко, Т.О. Васильченко. – Запоріжжя : ЗНТУ, 2012. – 436 с.
4. Serop Kalpakjian Manufacturing Engineering and Technology [eBook] / Serop Kalpakjian, Steven R. Schmid, K. S. Vijay Sekar. – Pearson Education Limited : KAO Two, KAO Park, Hockham Way, Harlow, Essex, CM17 9SR, United Kingdom, 2021. – 1214 p.
5. William F. Hosford Metal Forming Mechanics and Metallurgy [eBook] / William F. Hosford, Robert M. Caddell. – New York : Cambridge University Press, 2007. – 328 p.
6. Краснокутський, П.Г. Теплотехнічні процеси і конструкції нагрівальних печей. [Текст] /П.Г. Краснокутський, Ф.І. Колесник – К.: Віпол., 1995 – 246 с.

## Додаток А

### Визначення щільності і пористості спечених виробів

Визначення щільності у порошковій металургії супроводжує практично всі дослідження, пов'язані із встановленням будьяких закономірностей чи визначенням фізико-механічних властивостей, будучи одним із основних методів контролю готових виробів. Це пояснюється тим, що параметри, які характеризують спечені вироби, в значній мірі залежать від відносної щільності зразків. В зв'язку з цим виявляється неможливим проведення порівняльних аналізів чи виявлення закономірностей, якщо не відомо, на зразках якої щільності отримані ті чи інші характеристики. Тому важливо знати не тільки і навіть не стільки абсолютну щільність виробу ( $\xi$ , г/см<sup>3</sup>), скільки відносну ( $v$ , %), що являє собою виражене у відсотках відношення щільності реального виробу ( $\xi_p$ ) до щільності, яку мав би

безпористий (компактний) виріб ( $\xi_k$ ), тому що  $v = \frac{\xi_p}{\xi_k} \cdot 100\%$ .

Абсолютна щільність визначається розподілом ваги виробу ( $P$ , г) на його обсяг ( $V$ , см<sup>3</sup>):  $\xi_p = \frac{P}{V}$  г/см<sup>3</sup>. Зважування виконується на терезах, вибір яких залежить від точності виміру обсягу і розмірів виробу.

Обсяг виробу визначають розрахунком після обмірювання мікрометром чи штангенциркулем геометричних розмірів, або гідростатичним зважуванням як правило, у дистильованій воді. При гідростатичному зважуванні необхідно запобігати вилученню рідини в пори. Тому перед зважуванням у рідині, зразок на поверхні покривають захисною плівкою (парафін, вазелін, розчин силіконової олії в бензині й ін.), після чого зважують на повітрі ( $P_2$ , г), а потім у рідині ( $P_3$ , г). У зв'язку з цим, формула для розрахунку  $\xi_p$  має вигляд

$$\xi_p = \frac{P_1 \cdot \xi_{pid}}{P_2 - P_3} \text{ г/см}^3 \text{ де } P_1, P_2 \text{ і } P_3 - \text{ вага зразка на повітрі, вага на повітрі}$$

покритого захисною плівкою зразка і вага його в рідині, покритого захисною плівкою, відповідно г;

$\xi_{pid}$  - щільність рідини, г/см<sup>3</sup>; для дистильованої води при 20°C приймають  $\xi_{pid} = 1$  г/см<sup>3</sup>.

Для визначення відносної щільності необхідно знання величини  $\xi_k$ , що для виробів з однорідних порошків береться з довідника, а для суміші порошків розраховується за правилом адитивності.

Пористість поряд із щільністю, є однією з найважливіших характеристик спечених виробів і виражається або у відсотках, або у частках одиниці. Знаючи дійсну щільність виробу ( $\xi_p$ ) і теоретичну ( $\xi_k$ ) легко розрахувати загальну пористість ( $\Pi_{об}$ )

$$\Pi_{об} = \frac{\xi_k - \xi_p}{\xi_k} \quad \text{або} \quad \Pi_{об} = \frac{\xi_k - \xi_p}{\xi_k} \cdot 100\%$$

Ідентичні результати можна одержати, розраховуючи по різниці між об'ємом, який має пористий виріб ( $V_p$ ), і обсягом, що мала б

абсолютно компактне тіло рівної ваги ( $V_k$ )  $\Pi_{об} = \frac{V_p - V_k}{V_p}$  чи

$$\Pi_{об} = \frac{V_p - V_k}{V_p} \cdot 100\%$$

Для багатьох спечених матеріалів, особливо для антифрикційних, фільтрів і ін., важливо знати частку відкритих ( $\Pi_{від}$ ) і закритих ( $\Pi_3$ ) пор. Такі виміри виконуються на спечених зразках після їхнього знегажування у вакуумі і полягають у просочуванні зразків рідиною з відомою щільністю ( $\xi_p$ ). Звичайно як просочувану рідину використовують олію, ксилол, бензиловий спирт. Зразок, просочений рідиною, зважують на повітрі ( $P_2$ ) і визначають обсяг рідини, що всмокталася ( $V_p$ )  $V_p = \frac{P_2 - P_1}{\xi_p}$ , де  $P_1$  - вага просочування

спеченого зразка на повітрі.

Знаючи обсяг зразка ( $V_p$ ), знаходимо відкриту пористість

$$\Pi_{\text{від}} = \frac{V_p}{V_p} \text{ чи } \Pi_{\text{від}} = \frac{V_p}{V_p} \cdot 100\%$$

Методика визначення  $\xi_p$  і  $V_p$  описана раніше. Закрита пористість визначається як різниця між загальною і відкритою  $\Pi_3 = \Pi_{\text{об}} - \Pi_{\text{от}}$ . При вимірах відкритої пористості шляхом просочення молекули рідини можуть проникати не в усі порожнини, тому частина особливо вузьких щілин залишається незаповненою і при розрахунку ввійде в кількість закритих пор. Кількість закритих пор у спечених тілах звичайно не велике. Розміри пор і розподіл їх по розмірах можуть бути визначені або металографічно, або одним із методів, заснованих на витісненні рідини (наприклад, води) з пористого зразка, чи навпаки, на вдавненні рідини (наприклад, ртуті) у пори.

### Порядок визначення

Робота виконується на зразках після пресування чи спікання, для яких потрібно знання величини щільності чи пористості після визначення їх геометричних розмірів.

Зважування зразків здійснюється на аналітичних (до 200 г) чи технічних (більш 200 г) терезах. Для зважування зразка у рідині використовується спеціальна підставка, встановлена над однією з чашок терезів. На неї ставлять чашку (склянка) з водою.

Спочатку зразок зважують на повітрі ( $P_1$ ), потім поверхню його покривають тонким шаром технічного вазеліну і знову зважують ( $P_2$ ). Після цього на тонкій капроновій нитці підвішують до коромисла терезів зразок і зважують його в дистильованій воді ( $P_3$ ). Зважування виконують після того, як з поверхні зразків видаляються пухирці повітря, що виникають при зануренні зразка у воду.

По зазначеним вище формулам розраховують  $\xi_p$ ,  $\Pi$  і  $\Pi_{\text{об}}$ .

## Додаток Б

### Приготування шліфів для металографічного дослідження спечених виробів

Під металографічним дослідженням розуміють вивчення внутрішньої будови матеріалів розмірів і форми зерен, фазового складу і взаємного розташування кристалів фаз за допомогою світлооптичного чи електронного мікроскопів.

Металографічне дослідження спечених виробів, як і литих матеріалів, є однією з найважливіших характеристик для оцінки властивостей спечених виробів.

При застосуванні світлооптичних мікроскопів використовують спеціально підготовлені поліровані поверхні (шліфи), а електронних мікроскопів просвітчастого типу - відбитки: тонкі плівки (репліки), що відтворюють рельєф поверхні шліфа. Для чіткого виявлення структури за допомогою хімічного травлення домагаються фарбуванням в різні кольори структурних складових сплаву.

**Підготовка шліфів.** Шліфи звичайно виготовляються по поперечному перерізі (зламу) зразка сплаву. Для вирівнювання поверхні зразки заточують на шліфувальних колах із зеленого карбіду кремнію. Потім їх монтують (закріплюють) за допомогою розплавлення сірки, протакрїла, полістиролу, інших органічних смол чи легкоплавких сплавів в металевій обоймі, для подальшого шліфування і полірування піддавалася тільки поверхня зразка сплаву. Поверхня шліфа обробляється на шліфувальному водостійкому папері, виготовленому з карбіду кремнію зернистістю К3120, К3150, К3180 і К3М40 (для порівняно м'яких зразків на мідній чи залізній основі) чи шліфують за допомогою карбіду бора зернистістю 80-90 мкм (тверді зразки на основі карбідів, боридів і інших тугоплавких з'єднань (наприклад, тверді сплави)).

При виготовленні шліфів із пористих матеріалів волога, що затримується в порах, викликає окислення поверхні, що збільшується при травленні під дією травника. Це затрудняє вивчення мікроструктури. Тому до полірування й особливо до травлення необхідно спочатку заповнювати пори шліфа речовиною, інертною до води розчинам, що труять. Для цього звичайно застосовують розплавлений парафін, бакелітовий лак (розчин органічної смоли в

спирті), монометилметакрилат чи інші органічні сполуки.

Зразок попередньо занурюють у бакелітовий лак, підігрітий до 60-70°C, чи іншу органічну сполуку для просочення, витримують до припинення виділення пухирців повітря (2-3 хв), потім його витягують, очищають від надлишку рідини що просочується, просушують на повітрі, проводять полімеризації при 60-150° протягом 1-1,5 годин і охолоджують зразок разом із піччю або на повітрі. Далі м'які зразки шліфують на папері КЗМ28, КЗМ20 а тверді - алмазною пудрою із розміром зерен 3-15 мкм яку наносять у вигляді суспензії із етиловим спиртом на горизонтальні диски із сірого чавуна. Після цього шліф із пористого чи безпористого матеріалу полірують до зникнення рисок і подряпин на фетрі, змоченому суспензією окису хрому чи окису алюмінію (для м'яких сплавів) чи алмазною пудрою з розміром зерен 1-2 мкм, нанесеної на дерев'яні (букові) диски (для твердих сплавів). Остаточне полірування (доведення) твердих зразків можна проводити за допомогою водяної суспензії слабощільного розчину червоної кров'яної солі й окису алюмінію, так зване полірування, що труїть, що подається краплями на обертовий диск, обтягнутий грубошерстим сукном чи фетром. Полірування, що труїть, рекомендується проводити після їх перегляду при збільшенні в 100 разів з метою оцінки пористості і змісті структурного вільного вуглецю, тому що шліф виходить злегка протравленим і ускладнюється оцінка пористості і змісту графіту.

## Додаток В

### Приготування проби для визначення мікротвердості часток порошку

У порошковій металургії широко застосовується метод мікротвердості для оцінки пластичності і стану кристалічних ґрат часток порошку. За її величиною оцінюються і технологічні властивості металевих порошоків, головним чином, пресованість.

Мікротвердість є свого роду характеристикою пластичності порошоків. Величина мікротвердості в значній мірі залежить від змісту в основному металі різних домішок і легуючих елементів, а також кристалічних ґрат.

Визначення мікротвердості виконується на прикладі конструкції М.М. Хрущева, Є.С. Берковича (ПМТ-3).

При приготуванні проби досліджуваній порошок змішується у фарфоровій чашці з порошком бакеліту чи полістиролу в співвідношенні 3:7 ( по вазі). Із отриманих сумішей пресуються брикети діаметром 6 – 20 мм під тиском 2 т/см<sup>2</sup> . Вони поміщаються у сушильну шафу, де витримуються при температурі 140°C протягом 1 години. При цьому відбувається полімеризація бакеліту і міцне схватування частинок порошку полімеризованою смолою. Якщо у якості "зв'язування" застосовується протакріл, то досліджуваній порошок насипається тонким однорідним шаром у круглу металеву обойму, покладену на гладку поверхню (скло, залізна плита чи ін.). У обойму обережно (щоб не зібралися частки порошку) заливається попередньо приготована сметанообразна маса протакріла. Залитий зразок залишається для застигання на 1-1,5 години. Після цього він легко відокремлюється від поверхні скла чи плити. У приготовленому зразку перед виміром мікротвердості один із торців шліфується.

**Примітка.** Для приготування зразка можливо застосування інших "зв'язувань" інших методик приготування.