

Міністерство освіти і науки України
Національний університет «Запорізька політехніка»

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до лабораторних робіт з дисципліни
"Основи виробництва порошкових і композиційних матеріалів"
для студентів денної форми навчання
спеціальності 132 – "Матеріалознавство", освітньої програми
"Композиційні та порошкові матеріали, покриття"

2024

Методичні вказівки до лабораторних робіт з дисципліни «Основи виробництва порошкових і композиційних матеріалів» для студентів денної форми навчання спеціальності 132 – «Матеріалознавство», освітньої програми "Композиційні та порошкові матеріали, покриття" / Укл.: В.М. Плескач, І.П. Волчок О.С. Петрашов – Запоріжжя: НУ «Запорізька політехніка», 2024. – 35 с.

Укладач:

В.М. Плескач, к.т.н., доцент

І.П. Волчок, професор, д.т.н.

О.С. Петрашов, ст. викл.

Рецензент:

О.А. Мітяєв, професор, д.т.н.

Відповідальний
за випуск:

О.В. Петрашова, ст. лаб.

Рекомендовано до видання
НМК ФБАД, протокол № 1
від "30" серпня 2024 р

Затверджено на засіданні
кафедри КМХТ, протокол
№ 1 від "06" серпня 2024 р.

ЗМІСТ

Вступ.....	4
Правила роботи в лабораторіях кафедри КМХТ.....	5
Лабораторна робота 1. Отримання мідного порошку методом електролізу.....	6
Лабораторна робота 2. Отримання порошкових матеріалів в кульових млинах.....	12
Лабораторна робота 3. Визначення гранулометричного складу порошків методом ситового аналізу.....	16
Лабораторна робота 4. Мікроскопічний метод дослідження порошків.....	20
Лабораторна робота 5. Визначення витрат зусилля пресування на тертя порошку об стінки прес-форми.....	25
Лабораторна робота 6. Вплив гранулометричного складу порошків титану і тиску пресування на структуру і властивості пресовок.....	30
Перелік рекомендованої літератури.....	35

ВСТУП

Лабораторні роботи до дисципліни "Основи виробництва порошкових і композиційних матеріалів" написані з урахуванням існуючого досвіду викладання вказаної і близьких до неї дисциплін в Національній металургійній академії України [1], Національному університеті «Запорізька політехніка» [2,3], Національному університеті кораблебудування ім. адм. Макарова [4], Київському політехнічному інституті ім. Ігоря Сікорського [5,6], а також з урахуванням досягнень порошкової металургії у межах XX і XXI століть.

Опис кожної лабораторної роботи ділиться на дві частини. У першій частині подано стислі теоретичні відомості, необхідні для підготовки до виконання роботи, у другій – методичні вказівки щодо виконання роботи і складання письмового звіту про неї.

З метою набуття практичних навичок і більш повного засвоєння навчального матеріалу студентами, в лабораторних роботах закладені елементи активної самостійної роботи (вимір розмірів, визначення маси, побудова графічних залежностей, розрахунки властивостей конструкційних матеріалів і т. ін.) і наукових досліджень (аналіз залежностей типу: структура-властивості, твердість-зносостійкість та ін.). При цьому викладачеві або майстру виробничого навчання рекомендується видати окреме завдання для кожного студента; після проведення випробувань і розрахунків, студенти повинні представити отримані результати у вигляді графіків або таблиць, проаналізувати їх та записати у вигляді звітів.

Час, відведений на лабораторну роботу, коливається від 2 до 6 годин залежно від об'єму матеріалу, що вивчається, і його складності. Контроль знань (міра підготовки за темою лабораторної роботи) студентів рекомендується проводити у вигляді опитування за допомогою ЕОМ і співбесіди.

ПРАВИЛА РОБОТИ В ЛАБОРАТОРІЯХ КАФЕДРИ КМХТ

Лабораторні роботи проводяться з метою закріплення теоретичних знань, отриманих студентами на лекціях, ознайомлення їх з будовою і властивостями порошоків і композиційних матеріалів, а також з метою прищеплення їм необхідних практичних навичок.

При підготовці до лабораторних робіт студент зобов'язаний ознайомитися з теорією даного процесу і з методикою проведення роботи. На кожній лабораторній роботі студент піддається тестовому контролю. Результати виконаної роботи перевіряються викладачем, на їх підставі складається звіт, аналізуються дані та робляться висновки.

Під час роботи в лабораторії студент зобов'язаний дбайливо поводитися з приладами та обладнанням, виконувати правила техніки безпеки. У зв'язку зі специфічними особливостями процесів порошкової металургії, ливарного виробництва, нанесення захисних покриттів і обробки різанням (токсичність і пірофорність порошоків, теплове випромінювання і бризки розплавленого металу, використання вибухонебезпечних газів, наявність механізмів, що обертаються з великими швидкостями та ін.) при виконанні лабораторних робіт студент зобов'язаний:

- проводити будь-які роботи тільки після інструктажу з техніки безпеки і підпису в спеціальному журналі;
- перш, ніж приступити до роботи, ознайомитися з приладами та пристроями, що використовуються для її виконання, і з правилами виконання роботи;
- виконувати роботу в застібнутому на всі гудзики одязі, з забраним волоссям; при необхідності використовувати захисні рукавиці, окуляри і т. ін.;
- при виявленні пошкоджень в обладнанні і приладах негайно припинити роботу і доповісти про це викладачеві або майстрові виробничого навчання;
- після закінчення роботи ретельно прибрати своє робоче місце.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

ОТРИМАННЯ МІДНОГО ПОРОШКУ МЕТОДОМ ЕЛЕКТРОЛІЗУ

Мета роботи: Вивчити процес отримання мідного порошку методом електролізу. Дослідити вплив густини катодного струму на властивості отриманого осаду порошку міді, обчислити вихід кількості отриманого порошку за струмом.

Стислі теоретичні відомості

Електролітичний спосіб отримання металевих порошків знайшов широке поширення в промисловості. Цим методом можна отримувати порошки майже усіх металів. Важливою перевагою електролітичного методу є висока технічна чистота отримуваного продукту. Крім того, варіюючи склад електроліту і режим електролізу, можна отримувати порошки з широким діапазоном властивостей. Наприклад, насипна маса електролітичного мідного порошку залежно від умов його отримання може змінюватися від 0,4 до 4,0 г/см³. Основним недоліком електролітичного методу є висока вартість порошку.

У основі процесу отримання електролітичних порошків лежить розкладання водних розчинів або розплавлених солей металів при пропусканні через них постійного електричного струму.

Суть процесу електролізу полягає в наступному. У розчинах під дією розчинника молекули розчиненої речовини (електроліту) дисоціюють з утворенням протилежно заряджених часток-іонів. При пропусканні постійного електричного струму через розчин електроліту на катоді відбувається розряд іонів металу з утворенням осаду металу:



Електроосадження металу на катоді може здійснюватися з утворенням щільних або пухких порошкоподібних осадів, що визначається умовами електролізу. На структуру катодного осаду впливають концентрація іонів металу, густина струму, температура, кислотність, наявність домішок в електроліті та ін.

Концентрація іонів металу в електроліті повинна забезпечувати швидкість виділення атомів металу на катоді, сумірну із швидкістю зростання кристалів. В цих умовах зростаючі кристали щільно примикають один до одного. Якщо концентрація іонів в електроліті мала, то між зростаючими кристалами виникають розриви і утворюється пухкий порошкоподібний осад.

Густина струму. При постійній концентрації електроліту з підвищенням густини струму, разом з розрядом металевих іонів, відбувається розряд іонів водню, що сприяє осадженню пухкого порошкоподібного осаду. Збільшення густини струму призводить до зменшення розміру часток отриманого порошку. Чим вища густина струму, тим більше формується центрів кристалізації на одиницю площі катода і тим менший розмір часток порошку.

Температура. Із збільшенням температури електроліту збільшується рухливість іонів металу, що сприяє підвищенню їх концентрації біля поверхні катода. При цьому виникають умови, що сприяють утворенню щільного осаду. У зв'язку з цим температуру електроліту необхідно підтримувати на оптимальному рівні – 40...60 °С.

Кислотність електроліту. Підвищення кислотності електроліту сприяє збільшенню в ньому концентрації іонів водню і його виділенню на катоді. Останнє призводить до розпушування осаду і зниженню виходу металу за струмом.

Домішки в електроліті. До них можна віднести поверхнево-активні речовини (ПАР), колоїди, перекис водню, розчинений кисень та ін. Ці речовини створюють адсорбовані плівки на поверхні осідаючих кристалів і перешкоджають їх росту. Такий же вплив роблять окисники шляхом створення окисних плівок на поверхні часток катодного осаду.

Експериментально встановлена залежність між густиною струму (i_k , А/см²) і концентрацією катіонів металу в електроліті (С, моль/л), що дозволяє визначати умови отримання осадів із заданими властивостями. Щільні осадиди виділяються при

$$i_k \leq 0,2 \text{ К С} \quad (1.2)$$

При більш високій густині струму або при меншій концентрації електроліту утворюється перехідна структура осадів і при

$$i_k \geq 0,2 K C \quad (1.3)$$

утворюються пухкі порошкоподібні осади. Приведені співвідношення між i_k і C задовільно відбивають поведінку багатьох солей металів (сульфатів, хлоридів, нітридів і т. д.) при значеннях K для різних солей, що коливаються від 0,5 до 0,9.

Залежно від умов електролізу, природи осаджуваного металу і електроліту можна отримати три типи катодних осадів, придатних для виробництва металевих порошоків:

- тверді крихкі осади у вигляді щільних шарів, лусочок або гіллястих кристалів, які надалі можуть бути перетворені на порошок будь-якими додатковими операціями;
- губчасті м'які осади – скупчення окремих дрібних кристалів, що легко піддаються розчиненню;
- пухкі (чорні) осади, які представляють собою високодисперсні порошки, що виходять в готовому виді безпосередньо при самому електролізі.

Деякі крихкі, але компактні електролітичні осади металів, що легко піддаються помелу, отримують при значних концентраціях водневих іонів в електроліті, низькому вмісті іонів металу і високій густині струму. У таких умовах легко виходять крихкі осади нікелю, кобальту, заліза і хрому. Технологічний процес отримання порошоків з компактного крупнокристалічного металу після електролізу зводиться до подальшого подрібнення. Для видалення водню з часток металу порошок піддається відпалу.

Губчасті катодні осади (об'ємна, пухка, ніздрювата маса, часто темно-сірого кольору) виходять при низькій густині струму. Осад спочатку утворюється зазвичай в окремих точках катода, а потім поступово розростається по всій його поверхні. Особливу схильність до утворення губки відмічають у цинку, кадмію, олова, свинцю і сурми.

Найбільш зручний спосіб отримання більшості металевих порошоків – безпосередньо в порошкоподібній формі. Такий вид осадів не вимагає розтирання або помелу. Пухкі порошкоподібні осади виходять на катоді при високій густині струму. При цьому у більшості випадків на вигляд вони є аморфними відкладеннями, хоча при спостереженні під мікроскопом в них часто вдається виявити ясну висококристалічну структуру.

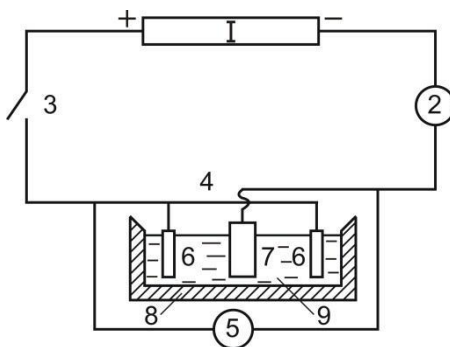
Обладнання, інструменти, матеріали

1. Джерело постійного струму.
2. Амперметр.
3. Вольтметр.
4. Приладдя: ванна для електролізу, мідні аноди, титановий катод, сушильна шафа, аналітичні ваги, термометр, провідники, воронка, склянка, фільтрувальний папір, металевий шпатель, скляна паличка.
5. Розчини: електроліт складу на 1 літр води 50 г/л CuSO_4 + 150 г/л H_2SO_4 , етиловий спирт.

Порядок виконання роботи

1. Зібрати електричний ланцюг установки для електролізу відповідно до схеми, приведеної на рис. 1.1.

Електричний вимикач 3 в початковому стані має бути розімкнений.



1 – джерело постійного струму; 2 – амперметр; 3 – електричний вимикач; 4 – електролізер; 5 – вольтметр; 6 – мідні аноди; 7 – титановий катод; 8 – ванна; 9 – електроліт

Рисунок 1.1 – Схема установки для електролізу.

2. Заповнити ванну 8 електролізера електролітом до рівня на 15...20 мм нижче верхнього краю.

3. Під'єднати електропровідні контакти до мідних анодів і занурити їх в електролізер по обидва боки, як показана на рис. 1.1. Додати до електричного кола титановий катод і занурити його в електроліт (у центральній частині електролізера) до рівня, що відповідає 10 см² зануреної поверхні електроду (поверхня вважається з обох боків електроду).

4. У присутності викладача або майстра виробничого навчання увімкнути джерело струму, замкнути електричний ланцюг установки за допомогою вимикача 3 і встановити за допомогою амперметра 2 силу струму, що відповідає густині струму на катоді рівну 5 А/см². Напряга при цьому повинна становити 2...3 В.

5. Вести електроліз впродовж 30 хвилин. Під час електролізу слід підтримувати постійною силу струму в ланцюзі і контролювати температуру електроліту. Необхідно також через 10...15 хвилин перемішувати розчин скляною паличкою для вирівнювання концентрації розчину в об'ємі ванни. Перемішування слід робити обережно, не зачіпаючи осад на катоді.

6. Після закінчення часу електролізу вимкнути струм, вийняти катод і ретельно очистити з нього шпателем порошок міді в склянку. У ту ж склянку змити порошок, що обсипався на дно ванни. Порошок кілька разів промити водою, потім етиловим спиртом, відфільтрувати і разом з фільтром просушити в сушильній шафі 10-15 хвилин при температурі 100...110 °С. Визначити масу (практичний вихід q_n) отриманого порошку на аналітичних вагах.

7. Виконати аналогічний експеримент при щільності струму на катоді 10 і 15 А/см².

8. Визначити теоретичний вихід порошку відповідно до закону Фарадея за формулою:

$$q_T = E I t, \text{ г} \quad (1.4)$$

де E – електрохімічний еквівалент міді, що дорівнює 1,186 г/(А·год);

I – сила струму, А;

t – час електролізу, год.

9. Для кожного випробування визначити вихід за струмом або коефіцієнт використання струму як відношення маси мідного порошку (q_n), що утворився на катоді, до кількості, яка повинна була утворитися на катоді (q_T) за формулою:

$$\eta = \frac{q_n}{q_T} \cdot 100\% \quad (1.5)$$

Отримані дані занести до таблиці 1.1.

Таблиця 1.1 – Режими і характеристика отриманого порошку міді методом електролізу

№ п/п	Густина струму i_k , А/см ²	Сила струму I , А	Практичний вихід q_n , г	Теоретичний вихід q_T , г	Коефіцієнт використання струму η , %	Вид осаду
1						
2						
3						

Зміст звіту

1. Суть електролітичного методу отримання порошків, його переваги і недоліки.
2. Перелік чинників, що впливають на ефективність процесу.
3. Електрична схема установки.
4. Заповнити таблицю результатів отримання порошку міді методом електролізу
5. Зробити висновки про вплив густини струму на якість і кількість отриманого порошку. Пояснити різницю між практичним і теоретичним виходами за струмом.

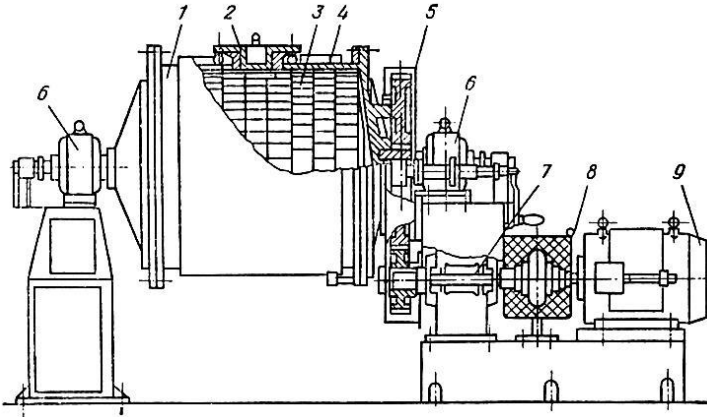
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2

ОТРИМАННЯ ПОРОШКОВИХ МАТЕРІАЛІВ В КУЛЬОВИХ МЛИНАХ

Мета роботи: Вивчити принцип роботи кульового млина. Освоїти методику розрахунків різних режимів роботи млина.

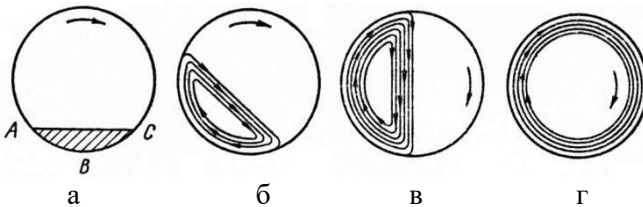
Стислі теоретичні відомості

Кульові млини належать до простих за конструкцією агрегатів для отримання відносно дрібних порошкових матеріалів з розмірами часток від декількох десятих до десятків мікрометрів. Конструктивною частиною млина є циліндричний барабан з горизонтальною віссю обертання, розташований на двох опорах і приведений в рух за допомогою електричного двигуна і редуктора (рис. 2.1). Внутрішня поверхня барабана захищена від зношування змінним футеруванням (облицюванням) із зносостійких матеріалів. У барабан завантажують розмельні тіла, найчастіше сталеві загартовані кулі, і подрібнюваний матеріал. При обертанні барабана розмельні тіла рухаються, піднімаючись на деяку висоту внаслідок тертя об стінки барабана. Залежно від швидкості обертання барабана можливі декілька режимів подрібнення (рис. 2.2).



1 – барабан; 2 – люк завантаження; 3 – футерування; 4 – сорочка охолодження; 5 – зубчата передача; 6 – опори кочення; 7 – редуктор; 8 – муфта; 9 – електродвигун

Рисунок 2.1 – Схема кульового млина



а – режим ковзання; б – режим перекочування; в – режим вільного падіння; г – критичний режим

Рисунок 2.2 – Схеми руху розмельних тіл в кульовому млині, що обертається.

При малій швидкості обертання барабана (**режим ковзання**) взаємне переміщення куль відсутнє, і матеріал стирається між поверхнею барабана і поверхнею маси куль, яка поводить себе як єдине ціле (рис. 2.1 а). Ефективність подрібнення при цьому низька; такий режим частіше застосовується для змішування різнорідних матеріалів.

При збільшенні швидкості обертання барабана (рис. 2.1 б) частина куль піднімається вгору і скочується вниз (**режим перекочування**). В результаті взаємного тертя і стирання матеріалу між кулями підвищується ефективність його подрібнення.

При ще більшій частоті обертання барабана (рис. 2.1 в) частина розмельних тіл піднімається на деяку висоту і, падаючи вниз, виконує ударно-подрібнювальну дію, яка доповнює стираючу дію і забезпечує підвищення ефективності подрібнення матеріалу. Такий режим називається **режимом вільного падіння**. Він найчастіше застосовується при роботі кульових млинів.

При подальшому збільшенні частоти обертання барабана, внаслідок збільшення дії на кулі відцентрових сил вони починають обертатися разом з барабаном (рис. 2.1 г), і продуктивність млина різко знижується. Такий режим називають **критичним**. На практиці він не використовується, але необхідний для визначення частоти обертів інших режимів роботи кульового млина. Критична частота визначається за формулою:

$$N_{кр} = 42,4\sqrt{D}, \text{ хв}^{-1} \quad (2.1)$$

де $N_{кр}$ – частота обертання барабана, хв^{-1} ;

D – внутрішній діаметр млина, м.

Вказані вище режими мають місце при наступних частотах обертання барабана:

- режим ковзання – $\leq 0,2 N_{кр}$;
- режим перекочування – $(0,4...0,6) N_{кр}$;
- режим вільного падіння – $(0,75...0,80) N_{кр}$.

Маса матеріалу, що завантажується для подрібнення визначається з його співвідношення з масою куль. Звичайне відношення маси куль до маси матеріалу складає 2,5...3,0; при необхідності інтенсивного подрібнення це співвідношення може бути збільшене до 5...10. Об'ємний коефіцієнт барабана не повинен перевищувати 0,4...0,5, оскільки при більш високих його значеннях зростає число зіткнень куль між собою, вони втрачають кінетичну енергію, і інтенсивність подрібнення знижується.

Кульові млини застосовуються також для приготування порошкових сумішей, забезпечуючи необхідну однорідність розподілу початкових компонентів в об'ємі сумішей і отримуваних з них брикетів.

Обладнання, інструменти, матеріали

1. Лабораторний кульовий млин.
2. Оптичний мікроскоп.
3. Шліфи з частками порошоків.

Порядок виконання роботи

1. Ознайомитися з пристроєм і принципом роботи кульового млина.
2. Розрахувати критичне число обертів барабана.
3. Розрахувати число обертів барабана для різних режимів роботи млина.
4. Провести дослідження порошкових матеріалів (форма, розміри), отриманих методом механічного подрібнення.
5. Результати розрахунків занести в табл. 2.1.

Таблиця 2.1 – Розрахунок режимів роботи кульового млина

Режим роботи	Число об/хв
Критичний	
Ковзання	
Перекочування	
Вільного падіння	

Зміст звіту

1. Принцип роботи кульового млина;
2. Режими роботи млина, формули для їх визначення.
3. Форма і розміри подрібнених матеріалів.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3

ВИЗНАЧЕННЯ ГРАНУЛОМЕТРИЧНОГО СКЛАДУ ПОРОШКІВ МЕТОДОМ СИТОВОГО АНАЛІЗУ

Мета роботи: Вивчити і освоїти метод визначення гранулометричного складу порошків. Дослідити гранулометричний склад різних порошків і представити результати у вигляді гістограми.

Стислі теоретичні відомості

Розмір часток порошку є однією з основних характеристик, що визначають його технологічні властивості. Кількісний вміст маси часток в певних розмірних фракціях по відношенню до загальної кількості порошку називають його **гранулометричним складом**, який виражають або у вигляді таблиць, або графічно у вигляді кривої зернистості. Залежно від розмірності часток для визначення гранулометричного складу порошку використовують ситовий, мікроскопічний, седиментаційний і інші види аналізу. Найбільшого поширення набув ситовий аналіз, що виконується відповідно до ДСТУ 2640-94 і полягає в просіюванні порції порошку масою 100 г через набір стандартних сит з отворами різної величини (таблиця. 3.1). Сита встановлюють на спеціальний пристрій, що працює за принципом обертального руху з частотою $300 \pm 15 \text{ хв}^{-1}$ при одночасному струшуванні з рівномірною частотою $180 \pm 10 \text{ хв}^{-1}$.

Час розсіву складає 15-30 хв залежно від дисперсності порошку; із зменшенням його розмірів час збільшується.

Після закінчення розсіву окремі фракції порошку висипають з сит, починаючи з сита з великими комірками. Вміст на ситі струшують на одну сторону і пересипають на глянсовий папір. Порошок, що пристав до сітки або рамки сита, обережно протирають легкою кистю через сітку в наступне сито з меншими осередками. Фракцію зважують з точністю до 0,01 г. Таку операцію повторюють для кожного сита і піддону.

Таблиця 3.1 – Розміри сит з квадратними комірками

Номер сита	Номінальний розмір сторони комірки у світлі, мкм	Номінальний діаметр дроту, мкм	Кількість отворів на лінійному дюймі	Живий перетин сітки (частка площі отворів), %
004	40	30	363	32,7
0045	45	36	314	30,9
005	50	36	295	33,8
0056	56	40	265	34,0
0063	63	40	247	37,4
0071	71	50	210	34,4
008	80	50	195	37,9
009	90	60	170	36,0
01	100	60	154	39,1
0112	112	80	132	34,0
0125	125	80	124	37,2
014	140	90	110	37,0
016	160	100	98	37,9
018	180	120	85	36,0
02	200	120	79	39,1
0224	224	120	74	42,4
025	250	120	69	45,6
028	280	140	60	44,4
0315	315	160	53	44,0
0355	355	160	49	47,0
04	400	160	45	51,0
045	450	200	39	47,9
05	500	250	34	44,4
056	560	250	31	47,8
063	630	300	27	45,9
07	700	300	25	49,0
08	800	300	23	53,0
09	900	400	20	47,9
1	1000	400	18	51,0

Маса усіх фракцій в сумі повинна складати не менше 99 % від маси випробовуваної проби. Різницю між цією сумою мас і масою проби розподіляють за всіма аналізованими фракціями пропорційно їх масам. Для кожного порошку ситовий аналіз проводять не менше двох разів. Розбіжність між паралельними визначеннями відповідних фракцій не повинна перевищувати 3 %. За величину фракції приймають середнє арифметичне результатів паралельних визначень.

Вміст окремої фракції (X) у відсотках обчислюють з точністю до 0,1 % за формулою:

$$X = (m_n / m) \cdot 100, \% \quad (3.1)$$

де m_n – маса фракції, г;

m – маса випробовуваної проби, г.

Для позначення фракції порошоків, що залишилися між двома сусідніми ситами, введений спеціальний запис. Так, якщо верхнє сито має номер сітки 0125, а за ним йде сито з номером 008, то фракція порошку, що пройшла через сито 0125, але що залишилася на ситі 008, позначається -0125+008 (читати як: фракція мінус 0125 плюс 008).

Результати ситового аналізу представляють у вигляді таблиці, при цьому вміст фракцій, складових менше 0,1 записують словом "сліди".

Недоліком ситового аналізу є те, що в його результати вносить істотні помилки форма часток порошку. Дискаподібні частки можуть залишатися на ситі з розміром осередків більше їх поперечника, а голкоподібні – проходити через сито з отвором менше їх довжини.

Обладнання, інструменти, матеріали

1. Прилад для визначення гранулометричного складу порошоків.
2. Технічні ваги.
3. Порошки заліза, міді, титану.

Порядок виконання роботи

1. Ознайомитися з будовою і роботою приладу;
2. Встановити сита приладу в необхідному порядку – в порядку зменшення розмірів комірки зверху вниз;
3. Зважити по 100 г досліджуваних порошків;
4. Зробити розсів кожного порошку впродовж 15 хв;
5. Методом зважування визначити масу порошку на кожному ситі і в піддоні приладу;
6. Побудувати гістограми (криві розподілу за розмірами) досліджуваних порошків.

Зміст звіту

1. Суть гранулометричного аналізу;
2. Описати принцип роботи приладу для розсіювання;
3. Результати випробувань і розрахунків представити у вигляді табл. 3.2;
4. Побудувати гістограми розподілу порошків за розмірами;
5. Зробити висновок.

Таблиця 3.2 – Результати випробувань

№ сита	Розмір комірки, мкм	Кількість порошку на ситі, г		
		Порошок 1	Порошок 2	Порошок 3
1	1000			
...
004	40			
Разом				

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4

МІКРОСКОПІЧНИЙ МЕТОД ДОСЛІДЖЕННЯ ПОРОШКІВ

Мета роботи: Ознайомитися з мікроскопічними методами дослідження порошків. Набути навичок визначення розмірів і форми порошків за допомогою металографічного мікроскопа.

Стислі теоретичні відомості

Як відзначалося вище (лабораторна робота № 3), розміри і форма часток порошків мають великий вплив на їх технологічні властивості, а також на густину, міцність, однорідність і проникність пресовок. Для визначення розмірів часток порошків знайшли застосування наступні методи випробувань: ситовий аналіз, повітряна сепарація, седиментація, оптична і електронна мікроскопія. Серед перерахованих методів тільки мікроскопічні методи дозволяють, окрім розмірів, вивчати форму і структуру часток, наявність в них пор, неметалевих включень і інших дефектів.

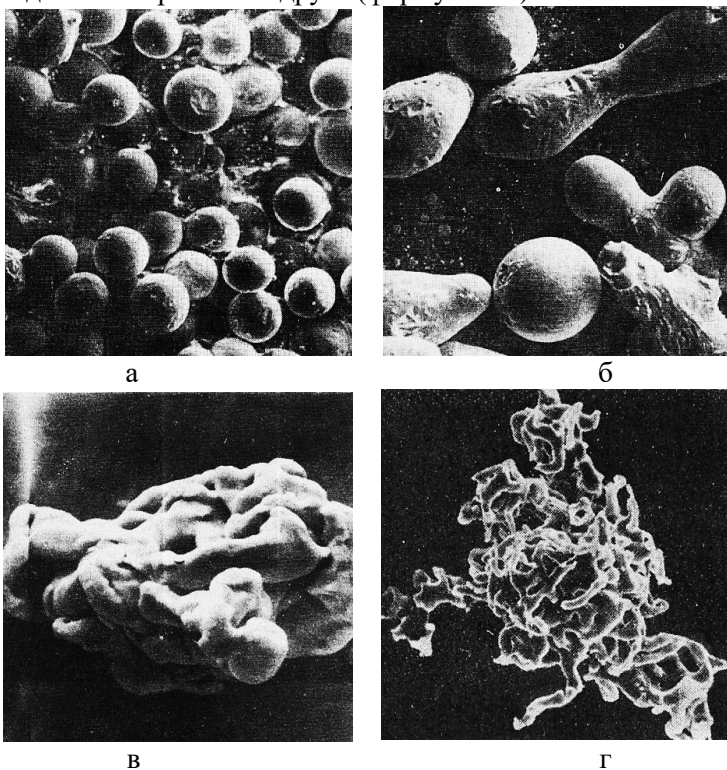
Форма часток порошку залежить від способу розпилення. Наприклад, при розпиленні повітрям і газами отримують порошки кулястої або еліпсоподібної форми (рис. 4.1 а, б), при розпиленні водою – губчастої (рис. 4.1 в) і коралоподібної форми (рис. 4.1 г).

Найчастіше форму часток порошків характеризують за допомогою чинника нерівномірності (у металознавстві – параметра форми), максимального розміру частки l_{\max} , що є відношенням, до її мінімального розміру l_{\min} :

$$\Phi_{\text{нр}} = l_{\max} / l_{\min} \quad (4.1)$$

Аналіз розмірів і форми часток порошків виконують на так званому "препараті" – у світлі, що проходить через предметне скло і у відбитому світлі на шліфі - пластмасовому зразку з вкрапленнями часток порошку. При цьому користуються оптичними мікроскопами з окуляр-мікрометрами – окулярами, оснащеними вкладишами у вигляді скляних пластинок з нанесеними на них шкалами з поділками (зазвичай 100 поділок).

Чинник нерівномірності часток визначається шляхом виміру двох їх розмірів: максимального і мінімального в поділках окулярної шкали і ділення першого на друге (формула 4.1).



Збільшення: а – $\times 60$; б – $\times 100$; в – $\times 800$; г – $\times 970$.

Рисунок 4.1 – Частки порошку заліза, отримані розпиленням розплаву повітрям (а, б) і водою (в, г).

Для визначення чинника нерівномірності порошків необхідно знати ціну поділки окуляр-мікрометра при заданому збільшенні мікроскопа. Для цього на предметний столик мікроскопа встановлюють об'єкт-мікрометр – скляну пластинку з відомою ціною поділок (0,01 мм). Після цього поєднують зображення шкал об'єкт-мікрометра і окуляр-мікрометра. Повертаючи окуляр, штрихи обох шкал встановлюють паралельно. Вибирають цілу кількість поділок шкали

об'єкт-мікрометра m . За шкалою окуляр-мікрометра визначають, скільки поділок n шкали окуляра займає зображення вибраного числа поділок шкали об'єкт-мікрометра. Ціна поділки окуляр-мікрометра визначається за формулою

$$d_{\text{ок}} = D_{\text{об}} \frac{m}{n}, \text{ мм} \quad (4.2)$$

де $d_{\text{ок}}$ – ціна поділки окуляр-мікрометра,
 $D_{\text{об}}$ – ціна поділки шкали об'єкт-мікрометра,
 m – кількість поділок шкали об'єкт-мікрометра,
 n – кількість поділок шкали окуляр-мікрометра.

Наприклад, при даному (див. рис. 4.2.) збільшенні 40 поділок шкали об'єкт-мікрометра займають 20 поділок шкали окуляр-мікрометра. Ціна поділки об'єкт-мікрометра 0,01 мм. Тоді ціна поділки окуляр-мікрометра при цьому збільшенні буде становити:

$$d_{\text{ок}} = 0,01 \frac{40}{20} = 0,02 \text{ мм}$$

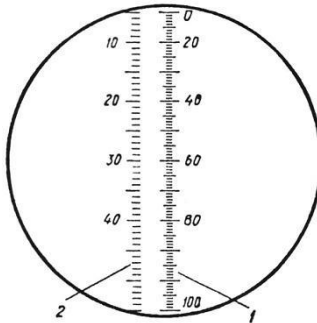


Рисунок 4.2 – Поеднання шкали об'єкт-мікрометра (1) з шкалою окуляр-мікрометра (2) при визначенні ціни поділки шкали окуляр-мікрометра.

При визначенні розмірів часток на спеціально приготованих шліфах вводять поправочний коефіцієнт $k = 0,79$, який враховує, що в площину шліфа потрапляють не лише перерізи часток, що відповідають їх максимальному розміру, але і перерізи, що відрізняються від максимального значення. Істинний розмір (діаметр) частинок визначають за формулою

$$d_{\text{іст}} = d_{\text{сп}} / k \quad (4.3)$$

де $d_{\text{сп}}$ - спостережуваний в мікроскопі розмір (діаметр) часток.

Обладнання, інструменти, матеріали

1. Оптичний мікроскоп.
2. Окуляр-мікрометр.
3. Об'єкт-мікрометр.
4. Предметне скло.
5. Покривне скло.
6. Скляні палички.
7. Металевий порошок.

Порядок виконання роботи

1. Визначити ціну ділення окуляр-мікрометра за прикладом описаним вище;
2. Визначити форму часток на різних шліфах і замалювати їх;
3. Визначити чинник нерівномірності $\Phi_{\text{нр}}$ часток різних порошоків;
4. Визначити середній розмір часток за формулою:
 $l_{\text{сп}} = (l_{\text{min}} + l_{\text{max}}) / 2$. Отримані дані звести до таблиці. 4.1.

Таблиця 4.1 – Розрахунок чинника нерівномірності Φ_{np} часток різних порошків

№п /п	Параметри розмірів, мкм					Форма часток порошків
	l_{min}	l_{max}	Φ_{np}	l_{cp}	d_{ict}	
1						
2						
3						
4						

Зміст звіту

1. Опишіть методику визначення чинника нерівномірності;
2. Запишіть методику визначення ціни поділки окуляр-мікрометра при різних збільшеннях мікроскопа;
3. Проведіть необхідні розрахунки і заповніть табл. 4.1;
4. Зробіть висновок про вплив методу розпилення на форму порошків.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5

ВИЗНАЧЕННЯ ВИТРАТ ЗУСИЛЛЯ ПРЕСУВАННЯ НА ТЕРТЯ ПОРОШКУ ОБ СТІНКИ ПРЕС-ФОРМИ

Мета роботи: Визначити витрати зусилля пресування на зовнішнє тертя залежно від висоти брикету і тиску пресування для різних металевих порошків.

Стислі теоретичні відомості

Під час ущільнення порошок в прес-формі поводитья подібно до рідини і прагне до розтікання в сторони, внаслідок чого виникає тиск на стінки прес-форми. Цей тиск називають **бічним**. На відміну від рідини, передавальної тиск рівномірно на всіх напрямках, в об'ємі порошку (пресовки) внаслідок сил тертя між його частками і об стінки прес-форми тиск розподіляється нерівномірно. З цієї причини відбувається нерівномірне ущільнення порошку як за висотою пресовки, так і в її поперечному напрямі. Втрати тиску пресування на тертя порошку об стінки форми визначаються коефіцієнтом бічного тиску E , що є відношенням бічного (горизонтального) тиску P_r до тиску пресування P :

$$E = P_r / P < 1 \quad (5.1)$$

Величина коефіцієнта бічного тиску залежить від фізико-механічних властивостей порошків (коефіцієнт Пуасона, пластичність, твердість, форма і розміри часток та ін.) і складає 0,2 для вольфраму, 0,39 для заліза, 0,49 для олова, 0,54 для міді, 0,72 для срібла і 0,79 для свинцю. Загалом, втрати зусилля пресування на зовнішнє тертя (тертя між частками, що рухаються, і стінками форми) залежать від коефіцієнта тертя пари матеріал пресованого порошку – матеріал матриці і пуансонів.

Тому частина тиску пресування витрачається на подолання зовнішнього тертя. Внаслідок цього відбувається зменшення зусилля пресування по висоті пресування і, відповідно, зниження її щільності.

Введення в порошок мастил дозволяє істотно понизити коефіцієнт тертя часток порошку об стінки прес-форми і між собою і

тим самим скоротити втрати зусилля пресування на подолання сил тертя.

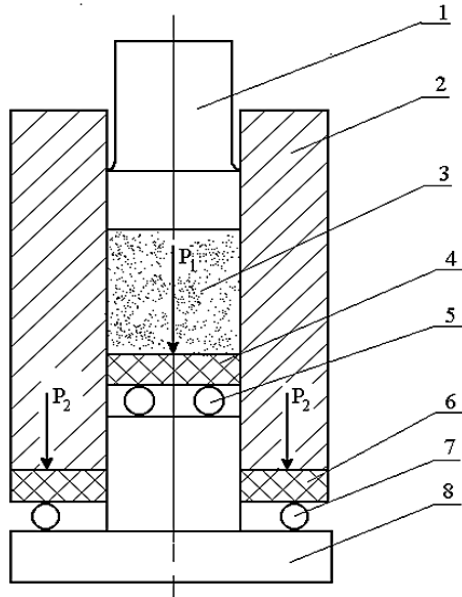
Мастила, що вводяться в порошок, діляться на інертні і активні. До **інертних** відносяться мастила, що не взаємодіють з порошками. Вони знижують тертя між порошком і стінками матриці, і практично не взаємодіють з частками порошку. Введення інертних мастил сприяє зменшенню нерівномірного розподілу щільності за об'ємом брикету і підвищенню його середньої щільності.

Поверхнево-активні мастила взаємодіють з пресованим порошком, проникаючи в мікропори і мікротріщини за рахунок дії капілярних сил. При цьому виникають розклинюючі зусилля (ефект Ребіндера), що полегшують деформацію часток і їх руйнування. Ці речовини, наприклад олеїнова кислота, помітніше знижують тиск пресування, необхідний для досягнення заданої щільності брикету, чим інертні мастила.

В якості мастил використовують стеаринову кислоту і її солі (стеарати свинцю, цинку та ін.), парафін, дисульфід молібдену, технічні олії, олеїнову кислоту, полівініловий спирт, гліцерин, камфору і так далі. Мастила застосовують зазвичай у вигляді розчинів в ацетоні, бензині, бензолі, чотирихлористому вуглеці і в інших легколетючих органічних середовищах.

Мастило вводять в пресований порошок, або наносять на стінки прес-форми і пуансона, або застосовують одночасно обидва вказані способи. Перший спосіб вимагає додаткової операції по видаленню мастила з брикету (пресовки), другий важко піддається автоматизації.

На рис. 5.1 представлено креслення прес-форми, що дозволяє розрахувати, при відомому зусиллі пресування P , частину зусилля пресування, що передається порошку і що доходить до нижнього торця брикету P_1 і частину зусилля пресування, що передається матриці за рахунок тертя часток об її поверхню, P_2 .



1, 8 – пуансоны; 2 – матриця; 3 – порошок; 4, 6 – мідні прокладення; 5, 7 – сталеві кульки

Рисунок 5.1 – Схема прес-форми.

Вимір зусиль на цій прес-формі робиться методом втискування сталевих кульок в підкладки з матеріалу з відомою твердістю. Зусилля пресування P , прикладене від пуансона до брикету, частково передається силами тертя брикету об стінки прес-форми на матрицю. В результаті на прокладці 6, на яку спирається матриця, залишаються відбитки трьох кульок 7. Загальна площа цих відбитків позначається через ΣS_2 . Інша частина зусилля передається через брикет на інше прокладку 4, яка у свою чергу спирається на три кульки 5, завдяки яким під дією сили P_1 утворюються три відбитки загальною площею ΣS_1 . Відносна втрата зусилля пресування на зовнішнє тертя відповідно буде рівна

$$\Delta P_{\text{тр}} / P = P_2 / P \quad (5.2)$$

За умови ідентичності матеріалу прокладок значення зусиль P_1 і P_2 відповідатимуть (будуть пропорційні) площам відбитків ΣS_1 і ΣS_2 . Виходячи з цього:

$$\Delta P_{\text{тр}} / P = \Sigma S_2 / (\Sigma S_1 + \Sigma S_2) \quad (5.3)$$

Обладнання, інструменти, матеріали

1. Гідравлічний прес.
2. Прес-форма.
3. Лупа Брінеля (з діленнями).
4. Лабораторні ваги.
5. Порошок титану.
6. Мастило (олія машинна).

Порядок виконання роботи

1. Зважити 4 порції порошку титану масою по 10 г.
2. Спресувати 2 брикети при тисках 150 і 300 МПа без мастила.
3. Змастити матрицю і пуансон машинною олією і спресувати 2 брикети при тисках 150 і 300 МПа.
4. Після кожної операції пресування зробити виміри відбитків на прокладках 4 і 6 за допомогою лупи від твердоміру Брінеля.
5. Розрахувати сумарну площу відбитків в мм^2 .
6. Знаючи величину зусилля P , вчислити значення P_1 і P_2 і відносну втрату зусилля пресування $\Delta P_{\text{тр}} / P$, %.

Зміст звіту

1. Мета роботи.
2. Схема прес-форми.
3. Результати випробувань і розрахунків (табл. 5.1).

Таблиця 5.1 – Результати випробувань і розрахунків

№ п/п	Тиск пресування, МПа	Зусилля пресування Р, МН	Наявність мастила	Відбитки, мм ²		Зусилля, МН		
				ΣS_1	ΣS_2	P_1	P_1	$\Delta P_{тр}$
1			-					
4			+					

4. Висновки:

- про вплив зусилля пресування на величину $\Delta P_{тр}$;
- про вплив мастила на величину $\Delta P_{тр}$.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6

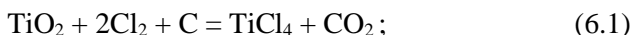
ВПЛИВ ГРАНУЛОМЕТРИЧНОГО СКЛАДУ ПОРОШКІВ ТИТАНУ І ТИСКУ ПРЕСУВАННЯ НА СТРУКТУРУ І ВЛАСТИВОСТІ ПРЕСОВОК

Мета роботи: Вивчити технологію отримання виробів з порошків титану. Оцінити вплив гранулометричного складу порошків і тиску пресування на пористість, щільність і твердість пресовок. Освоїти метод визначення пористості на металографічних мікроскопах методом випадкових січних.

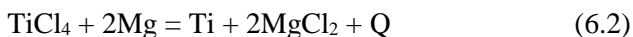
Стислі теоретичні відомості

В якості конструкційного матеріалу титан і сплави на його основі знаходять усе більш широке застосування в промисловості. За змістом в земній корі (0,6 %) титан займає серед металів четверте місце після алюмінію (8,8 %), заліза (5,1 %) і магнію (2,1 %). **Відмінні риси титану:** мала щільність (4,5 г/см³), висока температура плавлення (1668 °С), високі корозійна стійкість і жаростійкість забезпечили його застосування, в основному у вигляді сплавів, для виготовлення обшивок надзвукових літаків, деталей реактивних авіадвигунів, корпусів ракетних двигунів, обшивок морських суден, підводних човнів, торпед та ін.

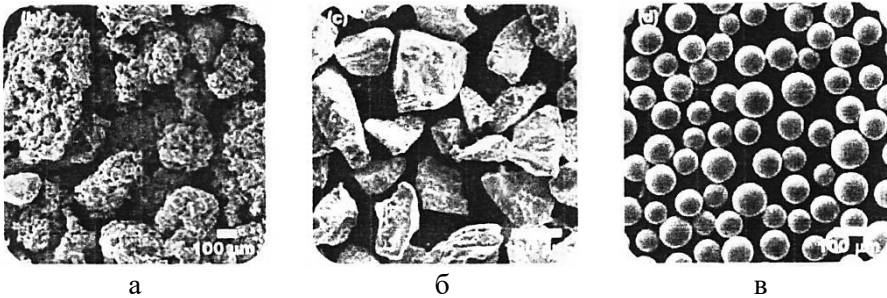
Внаслідок високої температури плавлення і великої хімічної спорідненості до кисню, азоту, вуглецю та ін. домішкам, технічний спосіб виробництва чистого титану був розроблений тільки в середині 20-го століття. Він включає: а) збагачення титанових руд ільменіту FeO·TiO₂ і рутилу (TiO₂ + домішки) і отримання діоксиду TiO₂; б) отримання чотирихлористого титану (при температурі 800°С):



в) відновлення титану рідким магнієм (температура 950...1000°С) і отримання титанової губки:



Титанова губка використовується для отримання чистого титана і його сплавів (метод вакуумної плавки), а також для отримання титанових порошків в основному методами механічного подрібнення і газового розпилення. На рис. 6.1 представлені порошки титану губчастою, осколковою і кулястою форм. Перші два види отримані механічним дробленням титанової губки (рис. 6.1 а) і гідриду титана TiH_2 з подальшою дегідротизацією (рис. 6.1 б) і газовим розпиленням рідкого титану (рис. 6.1 в).

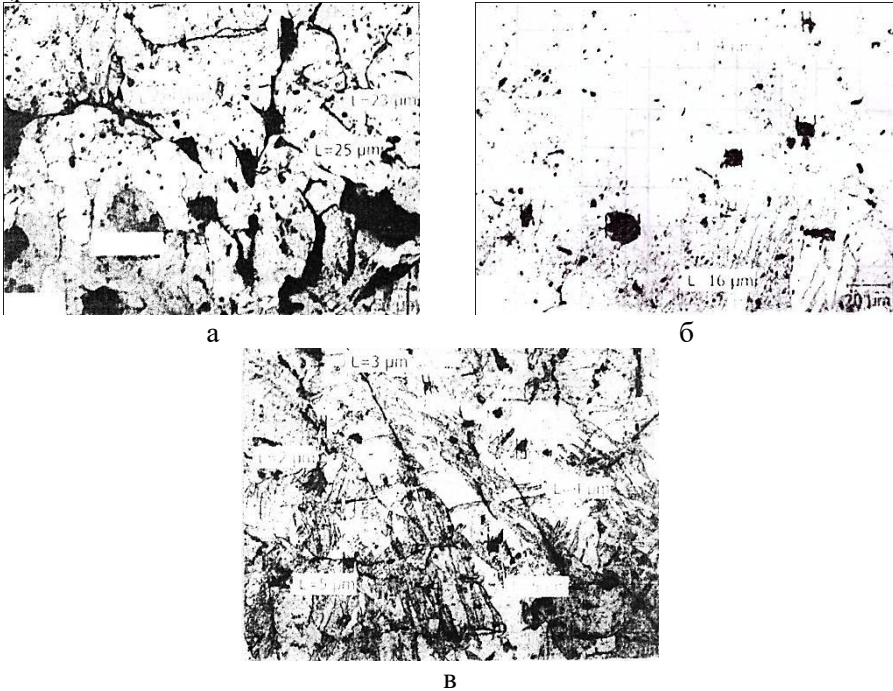


а – губчаста; б – осколкова; в – куляста
Збільшення: а – $\times 30$; б, в – $\times 85$.

Рисунок 6.1 – Форма порошків титану.

Титанові порошки, завдяки високій пластичності, належать до матеріалів, що добре пресуються, в закритих прес-формах. Процес отримання пресовок складається з двох основних операцій: холодне пресування і спікання. При цьому гранулометричний склад порошків істотно впливає на їх ущільнювальність: щільність брикетів росте з підвищенням дисперсності порошків. Тиск пресування визначається призначенням отримуваних деталей і складає 300...500 МПа при виробництві високопористих виробів (фільтри, газопоглиначі та ін.) і 800...1000 МПа при виробництві виробів з мінімальною пористістю. Температура спікання коливається від 900...1000°C (пористі вироби) до 1200...1350°C (вироби відповідального призначення з малою пористістю). Тривалість спікання зазвичай не перевищує 4 години у зв'язку із зростанням газових домішок у виробах і незначним підвищенням щільності при подальшому збільшенні часу спікання. У

міру збільшення тиску пресування знижується пористість виробів (рис. 6.2).



а – тиск пресування 300 МПа; б – 500 МПа; в – 700 МПа. $\times 400$

Рисунок 6.2 – Вплив тиску пресування на пористість пресовки з титана BT1-0.

Обладнання, інструменти, матеріали

1. Гідравлічний прес.
2. Прес-форма.
3. Ваги лабораторні.
4. Штангенциркуль.
5. Твердомір Роквелу.
6. Оптичний мікроскоп.
7. Порошки титану фракцій $-0,8+0,63$; $-0,63+0,45$ і $-0,63+0,315$.

8. Шліфи – 9 шт. з пресовок, отриманих з трьох типів порошків при пресуванні під тиском 300, 500 і 700 МПа.

Порядок виконання роботи

1. Зважити по 3 навішування масою 25 г кожен з трьох типів титанового порошку.

2. На гідравлічному пресі провести пресування брусків $10 \times 10 \times 60$ мм із зусиллям пресування 300, 500 і 700 МПа.

3. У вакуумній печі зробити спікання заготовок за режимом: нагріваючи із швидкістю $20^\circ\text{C}/\text{мін}$ до температури 1250°C , витримка при цій температурі 3 години, охолодження разом з піччю у вакуумі 13,3 Па.

4. Обмірити і розрахувати об'єми отриманих зразків.

5. Зважити зразки і розрахувати їх щільність.

6. Відрізати від кожного зразка торцеву частину розміром $5 \times 10 \times 10$ мм і виготовити шліф на поверхні зрізу.

7. Провести травлення шліфів реактивом складу: 10 мл HF, 25 мл HNO_3 , 65 мл гліцерину.

8. Визначити щільність зразків за формулами:

- абсолютна щільність:

$$\gamma = m / V, \text{ г/см}^3 \quad (6.3)$$

- відносна щільність:

$$v = \frac{\gamma}{\gamma_k} 100, \% \quad (6.4)$$

де m – маса спресованого брикету, г;

V – об'єм брикета, см^3 ;

γ_k – щільність матеріалу порошку, г/см^3 .

9. Розрахувати абсолютну щільність за результатами визначення пористості за формулою:

$$\gamma_{\text{роз.}} = \gamma_k (1 - \Pi), \text{ г/см}^3 \quad (6.5)$$

ПЕРЕЛІК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Методичні вказівки до виконання практичних занять з дисципліни «Порошкова металургія» для студентів напряму 6.050401 «Металургія». Дніпродзержинськ; ДДТУ, 2016р. – 24 с.

2. 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.

3. Волчок І.П. Сучасні виробничі технології у машинобудуванні та металургії / І.П. Волчок, В.М. Плєскач, І.А. Шестаков. – Запоріжжя: Дике Поле, 2006. – 360 с.

4. Методичні вказівки до лабораторних робіт з дисципліни "Особливості виробництва порошкових матеріалів та виробів": У 2 ч. / А.І. Івлієв, Ю.О. Казимиренко. – Миколаїв: НУК, 2006. – 64 с.

5. Степанчук А.М., Мініцький А.В. Основи отримання порошкових та композиційних матеріалів. Ч. II. Пресування, спікання, технологія. — К.: НТУУ “КПР”, 2010. — 112 с.

6. Степанчук А.М Теоретичні та технологічні основи отримання порошків металів, сплавів і тугоплавких сполук: Підручник. - К.: НТУУ “КПР”, 2006. — 353 с.