**ТЕМА №1. ИЗУЧЕНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ**

**И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОРОШКОВ И СМЕСЕЙ**

Порошки материалов, которые являются основой при изготовлении композиционных материалов с металлической или керамической матрицей, характеризуются химическим составом, физическими (форма частиц, размер частиц и гранулометрический состав, удельная поверхность, плотность, микротвердость) и технологическими свойствами. В любом случае знание свойств порошков требуется для правильной организации технологического процесса производства того или иного изделия. Основные характеристики порошков, обеспечивающие получение композиционных материалов и изделий с необходимым комплексом свойств, обычно оговариваются соответствующими ГОСТами или техническими условиями (ТУ).

Перед прессованием всегда необходимо проверять технологические свойства, поскольку они изменяются со временем и могут выйти за допустимые пределы. Технологическими называют свойства шихты, определяющие выбор способов и режимы транспортировки, дозирования, прессования, спекания и других операций технологического процесса.

Как правило, технологические свойства шихты одного и того же материала, но разных партий отличаются друг от друга. Всё это требует постоянного контроля за технологическими свойствами.

Шихта является сыпучим материалом. Частицы, образующие структуру сыпучего материала, имеют друг с другом различную связь, зависящую от формы частиц, их формы, влажности и других факторов, составляющих технологические свойства шихты.

К технологическим свойствам шихты относятся: гранулометрический состав; форма и размеры частиц, насыпная плотность; текучесть; угол естественного откоса; связность и слёживаемость; сегрегация; зависание (сводообразование); прессуемость; влажность; спекаемость и др.

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1**

**ИССЛЕДОВАНИЕ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА**

**ПОРОШКОВ**

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

Гранулометрический состав обычно выражают в виде таблиц, либо графически – в виде кривой зернистости.

*Размер частиц* порошков, получаемых различными методами, обычно колеблется от долей микрона до 0,5–1,0 мм. Самый широкий диапазон по размерам частиц наблюдается у порошков, получаемых восстановлением и электролизом.

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

Размер частиц порошка является важнейшей характеристикой, обязательно оговариваемой в технических условиях. От крупности порошков, в сочетании с другими характеристиками, зависят: удельное давление прессования, усадка при спекании, насыпной вес порошка, конструкция прессформ и, наконец, механические свойства готовых спеченных изделий. Чем мельче порошки, тем больше нужное давление прессования (для достижения заданной плотности), зато тем больше прочность прессовки, тем ниже требуемая температура спекания и тем прочнее готовые (спеченные) изделия.

В зависимости от крупности частиц для определения гранулометрического состава используют различные методы анализа: ситовый; микроскопический; седиментационный.

**Задание 1. Определение гранулометрического состава ситовым методом.**

**Цель работы** – изучить ситовый метод определения гранулометрического состава порошков.

**Теоретические сведения**

*Ситовым* называют гранулометрический анализ порошка с помощью набора сит (рис. 1). Он наиболее прост и распространён для определения гранулометрического состава порошков с размером частиц от 5 мкм.

По ГОСТ 3584-73 принята стандартная шкала сеток (сит) с квадратными ячейками. Каждый номер сетки соответствует номинальному размеру стороны ячейки в свету в микронах.

В ситовом анализе приняты следующие обозначения: класс (фракция) – интервал между размерами отверстий соседних полотен; остаток Δ*R* (фракция) – масса порошка, остающаяся на данном полотне, и проход *D* – разность загруженной в сито массой порошка и остатком.



Рис.1. Аналитические сита с металлической проволочной сеткой

По режиму работы различают сита с вертикальным и горизонтальным (вибрационные) перемещением рабочих полотен, качающиеся с неподвижными полотнами (воздушные или жидкоструйные), а также разбрасывающие и плоские механические грохоты. Для аналитических целей наиболее распространены вибрационные грохоты – вибросита.

Наиболее распространенные вибросита для ситового анализа устроены однотипно (рис. 2). В тяжёлой станине монтируется механический или электромагнитный встряхиватель (вибратор), который приводит в возвратно-поступательное движение набор сит, собранный так, что самое мелкое сито находится внизу.

ГОСТ 18318 предписывает следующий порядок проведения ситового анализа металлических порошков. Выбранные сухие и чистые сита укладывают по возрастающему размеру ячеек одно над другим, поддон помещают под нижним ситом. Взвешенную пробу высыпают на верхнее сито и закрывают крышкой. Приготовленный таким образом набор сит помещают на встряхиватель и включают его. Время рассева пробы выбирают из диапазона 15–30 мин. Чем мельче сита, тем продолжительнее процесс просева.

По окончании рассева отдельные фракции высыпают из сит, начиная с сита с большими ячейками. Порошок, приставший к сетке или рамке сита, осторожно протирают легкой кистью через сетку в следующее сито с меньшими ячейками.

Масса всех фракций в сумме должна составлять не менее 99% массы испытываемой пробы. Разницу между этой суммой масс и массойпробы распределяют по всем анализируемым фракциям пропорционально их массам.

Результаты анализа записывают в виде таблицы, причем содержание фракций, составляющих менее 0,1 %, записывают словом "следы".



Рис.2. Вибрационный грохот для ситового анализа:

*1* – станина грохота с приводом колебательного движения,

*2* – фиксирующие колонки, *3* – набор сит, *4* – зажим

Для каждого порошка ситовый анализ проводят не менее двух раз. Расхождение между параллельными определениями соответствующих фракций не должно превышать 3 %. За величину фракции принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений.

Вес каждой фракции, отнесенный к весу всей пробы и выраженный в процентах, представляет содержание в пробе данной фракции. По результатам измерения составляется либо таблица, либо гистограмма, характеризующая гранулометрический состав пробы порошка.

Графическое изображение результатов гранулометрического анализа может быть осуществлено в виде частных или суммарных кривых распределения, характеризующих содержание отдельных фракций порошка. Частная кривая сходна по своему характеру с дифференциальной кривой распределения, которая характеризует относительное содержание отдельных фракций порошка в виде площадей, ограниченных кривой и осью абсцисс. Каждую фракцию изображают в виде прямоугольника, основание которого равно интервалу размеров данной фракции, а высота – содержанию фракции.

**Экспериментальная часть**

*Аппаратура и материалы*: сито вибрационное, весы, шихта (порошок) – 100 г, калька.

*Ход работы*. Выбранные сухие и чистые сита уложить в возрастающем порядке одно над другим, поддон поместить под нижним ситом.

Взвешенную пробу порошка (100 г) высыпать на верхнее сито стандартного набора сит и закрыть его крышкой. Приготовленный набор сит вставить в виброустановку и закрепить зажимом. Включить установку рассева на 30 мин. По окончании рассева отдельные фракции высыпать из сит, начиная с сита большего размера.

Содержимое на сите осторожно стряхивают на одну сторону и пересыпают на кальку. Порошок, приставший к сетке или рамке сита, осторожно протирают легкой кистью через сетку в следующее сито с меньшими ячейками. Фракцию, высыпанную на глянцевую бумагу, взвешивают с точностью до 0,01 г.

Такую операцию повторяют для каждого сита и поддона. Масса всех фракций в сумме должна составлять не менее 99% массы испытываемой пробы. Разницу между этой суммой масс и массойпробы распределяют по всем анализируемым фракциям пропорционально их массам.

Содержимое отдельной фракции X, %, вычислить по формуле

 

где *m*n – масса данной фракции, г; *m* – масса испытываемой пробы, г.

Для каждого порошка ситовый анализ проводят не менее двух раз и считают среднее арифметическое результатов параллельных измерений.

Выводы представить в виде таблицы и в виде графиков распределения размера частиц.

Таблица 1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Размер ячейки, мм | Масса фракции, гр. | Содержание отдельной фракции, % |
|  |  |  |

**Требования к отчету**

Отчет должен содержать краткое описание теоретических сведений, порядок выполнения работы, протокол испытаний и вывод.

Протокол должен содержать следующие данные: наименование порошка; применяемое оборудование и приборы, таблицу результатов эксперимента, график распределения размеров.

**Литература.**

1. Кипарисов С.С., Либенсон Г.А. Порошковая металлургия. Учебник. М., Металлургия, 1980, с 184-188.

2. Порошки металлические. Метод ситового анализа. ГОСТ 18318-73.

**Контрольные вопросы.**

1. Каковы преимущества и недостатки ситового анализа?

2. Какие свойства порошков определяет гранулометрический состав порошка?

3. Какие свойства спеченных изделий определяет гранулометрический состав порошка?

**Задание 2. Определение гранулометрического состава порошка под микроскопом**

**Цель работы** – изучить микроскопический метод определения гранулометрического состава порошков методом «секущих».

**Теоретические сведения**

*Микроскопический метод* определения зернистости заключается в том, что приготовленный препарат порошка рассматривают в оптическом или электронном микроскопах. Оптический микроскоп позволяет измерять частицы размером 0,3 – 100 мкм, а электронный – размером менее 1 мкм. Микроскопический метод позволяет одновременно определять степень конгломерированности порошка и форму его частиц.

Измерение размеров частиц проводят при непосредственном наблюдении микроскопического изображения или по микроскопи­ческим снимкам.

Анализ гранулометрического состава порошков путем непосредственного измерения размеров частиц является весьма кропотливым и трудоемким методом. В связи с этим нередко используют ускоренный микроскопический метод, так называемый метод «секущих». По этому методу определяют размеры лишь только тех частиц, которые пересекаются линейкой окуляр-микрометра, при этом записываются только линейные размеры «сечений» частиц.

Размеры частиц измеряют при наблюдении отдельных полей зрения. Отдельные поля зрения выбирают на препарате, перемещая его на величину, большую диагонали прямоугольника или диаметра круга, ограничивающего поле зрения. Площадь, на которой проводят измерения и подсчет частиц, равна при наблюдении отдельных полей зрения – сумме их площадей.

Измерения частиц проводят в поле зрения, ограниченном прямоугольником или кругом с нанесенным диаметром.

Частицу считают принадлежащей к рассматриваемому полю, если она находится на одной из половинок границ поля. Например, в случае прямоугольника учитывают частицы, находящиеся внутри его, на левой вертикальной и верхней горизонтальной сторонах, на пересечении этих сторон и на другом конце одной из них. Частицы, находящиеся на остальных сторонах и в углах, не учитывают.

В случае круга учитывают все частицы, находящиеся внутри его, а также все частицы, находящиеся на одной полуокружности и на одном конце проведенного диаметра как это показано на рисунке 3.



Рис.3. Выбор поля зрения при наблюдении в микроскопе.

Измерение частиц на отдельных полях зрения производят с помощью линейки на матовом стекле, на экране проектора или на микроскопических снимках. Линейку перед применением следует проградуировать с помощью объект-микрометра. Увеличение должно быть подобрано так, чтобы измеряемые изображения частиц имели размер не менее 1 мм. Измеряют максимальную хорду частиц в горизонтальном или вертикальном направлениях.

Интервал размеров частиц разбивают не менее чем на 6 частей (классов). Частицы, размер которых соответствует нижнему пределу класса, относят к классу более мелкому.

Если порошок содержит частицы в большом интервале размеров и это из-за недостаточной глубины резкости объектива микроскопа не позволяет получать резкое изображение одновременно всех частиц, то малые и большие частицы наблюдают и измеряют при разных увеличениях. При малом увеличении учитывают только большие частицы, пpи большом увеличении – только малые частицы.

Допускается, чтобы в поле зрения находилось не более 150 частиц. Расстояние между частицами должно быть не меньше размера большей из соседствующих между собой частиц.

После подсчета всех зерен шкала окуляр-микрометра поворачивается на некоторый угол, и вновь производится подсчет. Всего на каждом поле подсчет производится при трех – пяти секущих. Общее количество измеренных частиц должно быть не менее 200.

Полученные данные в делениях шкалы окуляр-микрометра пересчитываются в микрометрах и заносятся в таблицу, где в качестве итога представляется процентный состав порошка по фракциям.

Пересчет в микрометрах производится с помощью объект-микрометра, который представляет собой небольшую стеклянную пластинку со шкалой. Цена деления шкалы указывается в паспорте объект-микрометра (обычно она равна 0,01 мм).

Для измерения цены деления окуляр-микрометра на столике микроскопа укрепляют объект-микрометр и рассматривают его шкалу в микроскоп. Перемещая столик микроскопа, совмещают первые штрихи обеих шкал, а затем находят вторую пару совпавших штрихов. Цена деления окуляр-микрометра определится по формуле:

 

где *a*2 – цена деления шкалы объект-микрометра (0,01 мм), *n*2 – число делений шкалы объект-микрометра, *n*1 – число делений шкалы окуляра в пределах совпавших штрихов.

**Экспериментальная часть**

*Аппаратура и материалы*: микроскоп с увеличением 100, 600 и 1400; окуляр-микрометр, объект-микрометр; стеклянная плитка; стеклянная палочка; стеклянная пипетка; предметное стекло; покровное стекло; шпатель; фильтровальная бумага; глицерин; шихта (порошок), 10 г.

*Ход работы*. Пробу для испытаний массой 5–7 г. тщательно перемешивают на стеклянной плитке, рассыпают полосой длиной 7–8 см и разделяют на 7 или 8 приблизительно равных частей. Четные части отбрасывают, а нечетные смешивают и повторно сокращают таким же образом. Повторяют до получения пробы массой 0,5–1 г. Затем переносят на кончике стеклянной палочки небольшое количество порошка на предметное стекло, добавляют 1–2 капли диспергирующей жидкости, распределяют равномерно смесь палочкой по стеклу, накладывают покровное стекло и надавливают на него осторожно во избежание выхода больших частиц за пределы стекла. Избыток жидкости удаляют фильтровальной бумагой. Из пробы для испытаний готовят два препарата и сравнивают их под микроскопом. Если они совпадают, то измерение проводят на одном из них.

Считают, что приготовленные микроскопические препараты сов­падают, если в поле зрения находится от 6 до 30 частиц при непосредственном визуальном наблюдении микроскопического изображения. При этом расстояние между частицами должно быть не меньше размера большей из соседствующих между собой частиц. При несоблюдении этих условий приготовление микроскопического препарата повторяют.

Наводят микроскоп на резкость. Подбирают увеличение таким образом, чтобы наибольшие частицы занимали до 3 – 5 делений шкалы окуляр-микрометра. Измеряют размеры и подсчитывают количество частиц, лежащих на шкале окуляра в следующем порядке: <1 дел., 1–2, 2–3, 3–4, 4–5 дел., данные вносят в таблицу

Поворачивают шкалу и повторяют измерения в 3 – 4 ее положениях. Затем повторяют измерения на 3 – 4 полях зрения.

Определяют цену деления шкалы окуляра, пересчитывают размеры частиц в мкм, результаты вносят в таблицу.

Вычисляют средний размер частиц dср (мкм) каждой фракции по формуле:

 ,

где *d*min и *d*max - предельные размеры частиц данной фракции.

Затем определяют средний объем одной частицы фракции

 

и средний объем всех частиц каждой фракции:

 

где *n* – на количество частиц в этой фракции.

Объемное (массовое) распределение частиц по размерам получают, относя количество измеренных частиц каждой фракции к общему количеству измеренных частиц.

 .

Объемная доля отдельного класса равна его массовой доле, если частицы порошка имеют одинаковую плотность.

Общий объем всех частиц всех фракций равен сумме объемов всех фракций

 .

Погрешность измерения возникает из-за конечного количества измеренных частиц. Погрешность измерения не должна превышать 2% как в случае определения количественного, так и объемного (массового) распределения частиц по размерам.

Результаты измерений и расчетов заносят в таблицу.

Таблица

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| № поля | № сечения | Количество частиц  |
| <1 дел. | 1-2 дел. | 2-3 дел. | 3-4 дел. | 4-5 дел. |
| \_\_\_ мкм | \_\_\_ мкм | \_\_\_ мкм | \_\_\_ мкм | \_\_\_ мкм |
| 1 | 123 |  |  |  |  |  |
| 2 | 456 |  |  |  |  |  |
| 3 | 789 |  |  |  |  |  |
| 4 | 101112 |  |  |  |  |  |
| Количество частиц каждой фракции n |  |  |  |  |  |
| *d*ср, мкм |  |  |  |  |  |
| *V*ф, мкм3 |  |  |  |  |  |
| *V*общ, мкм3 |  |
| *X*, % |  |  |  |  |  |

**Требования к отчету**

Отчет должен содержать краткое описание теоретических сведений, порядок выполнения работы, протокол испытаний и вывод.

Протокол должен содержать следующие данные: наименование порошка; применяемое оборудование и приборы, таблицу результатов эксперимента, расчетные параметры.

**Литература**

1. Кипарисов С.С., Либенсон Г.А. Порошковая металлургия. Учебник. М., Металлургия, 1980, с 188-189.

2. Порошки металлические. Микроскопический метод определения размеров частиц. ГОСТ 23402.