**ТЕМА №4. ИЗУЧЕНИЕ ЯВЛЕНИЙ ПРИ СПЕКАНИИ**

Спрессованные полуфабрикаты (заготовки, прессовки, брикеты) в подавляющем большинстве случаев обладают недостаточной прочностью для применения их в качестве готовых изделий. Необходимая прочность, твердость и другие служебные свойства изделий, например, пористость, магнитные свойства, корозионностойкость и тому подобное, достигаются в результате спекания, как правило осуществляемого путем термической обработки (но не обязательно).

Спекание - одна из основных технологических операций в производстве изделий из порошков, в процессе которой происходит превращение брикета в прочное спеченное тело со свойствами, приближающимися к свойствам компактного материала. При этом происходит уплотнение свободно насыпанной или спрессованной массы порошка, а также ряд в основном физических процессов, обеспечивающих большее или меньшее заполнение пор.

Роль спекания в изготовлении конечного продукта различна. При производстве высокопористых изделий – фильтров, или в случае невысоких требований к механическим свойствам материала, спекание является конечной операцией. В некоторых случаях для повышения плотности, прочности и пластичности изделий применяют допрессовку и вторичное спекание.

Основным процессом при любом из видов спекания является переход от порошкового тела, обладающего избыточной свободной энергией (на поверхности частиц) к более стабильному спеченному телу большей плотности.

Процесс спекания в однокомпонентных системах рассматривают как состоящий из двух последовательных этапов: образование и рост контактов между частицами на начальной, ранней стадии процесса и повышение плотности спекаемого тела вследствие уменьшения числа и объема пор на поздней стадии процесса. В макроусловиях, то есть во всем объеме спекаемого тела, эти оба условия не имеют четкой временной границы, поскольку протекают практически одновременно.

В идеализированном виде спекание происходит следующим образом, как это показано на рисунке 62. Две соприкасающиеся частицы (см. рис. 62-а) постепенно сближаются, граница между ними исчезает (рис.62-б), а массы объединяются в общее тело (рис.62-д).



Рис.62. Различные стадии спекания двух сферических частиц.

Практика спекания показывает, что максимально достижимая усадка составляет 1,25-1,3, что составляет примерно 93% от теоретической усадки.

Спекание - сложный процесс, во время которого происходит удаление адсорбированных паров и газов, восстановление и диссоциация окисных пленок, диффузионное перемещение атомов, исправление дефектов кристаллических решеток, рекристаллизация, перенос металлов через газовую фазу, образование новых фаз вследствие физико-химических процессов и др.

**Теоретические сведения**

*Спекание однокомпонентных металлических систем*, происходящее полностью *в твердой фазе*, является одним из наиболее простых и распространенных процессов в практике порошковой металлургии.

При нагревании брикетов удаляются адсорбированные газы, влага, смазочные и связующие вещества и другие летучие примеси, восстанавливаются окисные пленки, если спекание производится в восстановительной атмосфере. Это приводит к образованию контактов между соприкасающимися частицами.

При дальнейшем повышении температуры атомы приобретают достаточно высокую подвижность и перемещаются так, что свободная энергия системы понижается, то есть с выступов в углубления, впадины. В объеме брикета это приводит к сглаживанию поверхности частиц, росту металлических контактов, сфероидизации пор. Однако, поверхностная диффузия, способствуя увеличению и упрочнению межчастичных контактов, сфероидизации пор, не обеспечивает усадку спекаемого тела. Зарастание пор при спекании может происходить путем объемной диффузии в результате наличия градиента вакансий. Основным механизмом усадки при спекании является ползучесть (крип). Она может осуществляться путем движения дислокаций и перемещением вакансий. Степень реализации каждого из этих процессов зависит от природы вещества, температуры, напряжений.

Скорость усадки на разных стадиях спекания различна. Характерной особенностью кинетики усадки является высокая ее скорость в начальные моменты и постепенное замедление во время изотермической выдержки. Другой важной особенностью процесса усадки является то, что после изотермической выдержки, когда усадка практически прекратилась, при дальнейшем повышении температуры снова наблюдается увеличение скорости усадки.

Обычно температура спекания находится в пределах

Тсп = (0,7 – 0,8) Тпл.

Режим спекания определяется температурой и временем выдержки. Чем выше температура, тем короче может быть выдержка. Как правило, температура, и время выдержки выбираются в каждом конкретном случае в зависимости от требуемых свойств готовых изделий

Большое влияние на свойства готовых изделий оказывает атмосфера спекания. Часто в качестве газовой среды применяется очищенный водород или более дешевые восстановительные газы (диссоциированный аммиак, конвертированный природный газ, генераторный газ и др.), а также инертные газы. Хорошие результаты обеспечивает спекание в вакууме. Иногда (например, для благородных металлов) спекание можно производить без защитной атмосферы. В ряде случаев можно производить спекание в контейнерах с древесным углем, графитом, отработанным карбюратором. В этом случае образующаяся в контейнере окись углерода обеспечивает защиту прессовок от окисления.

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 10**

**СПЕКАНИЕ ОДНОКОМПОНЕНТНЫХ СИСТЕМ**

***Цель работы:*** исследовать влияние гранулометрического состава порошков, давления прессования, температуры спекания и времени изотермической выдержки на плотность, пористость, коэффициент усадки, твердость, микроструктуру спеченных брикетов.

*Оборудование и материалы*: виброустановка для рассева порошков, набор сит, пресс, пресс-форма, вакуумная печь, прибор для определения твердости, оптический микроскоп, весы, микрометр, железный порошок.

**Порядок выполнения работы**

Произвести рассев железного порошка по фракциям менее 50 мкм (мелкий), от 160 мкм до 200 мкм (крупный), до 200 мкм (смесь).

Приготовить по одной навеске порошков мелкой и крупной фракции и 8 навесок смеси.

Спрессовать по одному образцу из смеси при давлениях 100, 200, 500 МПа. Спрессовать 5 образцов из смеси и по одному образцу из мелкой и крупной фракции при давлении прессования 300 МПа. Образцы взвесить, обмерить микрометром, пронумеровать, данные внести в таблицу.

Загрузить 4 образца, спрессованные из смеси при давлении прессования 100,200,300,500 МПа и образцы, спрессованные из мелкой и крупной фракций порошка при давлении 300 МПа в вакуумную печь и провести спекание по следующему режиму: скорость нагрева – 10 град/мин, температура спекания tсп = 1200°C, время изотермической выдержки τ=1ч, охлаждение с печью.

Выгрузить спеченные образцы.

Произвести спекание оставшихся 4 образцов, спрессованных из смеси при давлении прессования 300 МПа последовательно по следующим режимам:

1) tсп=1050°С - τ=1ч,

2) tсп=1350°С - τ=1ч,

3) tсп=1200°С - τ=0,5ч,

4) tсп=1200°С - τ=2ч.

Спеченные образцы обмерить, взвесить, подсчитать их плотность и усадку. Измерить твердость образцов, изготовить микрошлифы, на которых с помощью микроскопа исследовать размеры, форму, распределение пор. Измерения проводить по 3 раза, усредненные данные внести в таблицу.

По результатам исследования образцов № 1–4 делаются выводы о влиянии давления прессования, образцов № 3, 5, 6 – о влиянии гранулометрического состава, образцов № 3, 7, 8 – о влиянии температуры спекания и образцов № 3, 9, 10 – о влиянии времени изотермической выдержки на свойства после спекания.

Таблица

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № образ. | Гран.состав | Рпр,МПа | tсп,°C | τ,ч | ρ,г/см3 | (Δh/hпр)××100% | HB(HRB) |
| 1 | смесь | 100 | 1200 | 1 |  |  |  |
| 2 | смесь | 200 | 1200 | 1 |  |  |  |
| 3 | смесь | 300 | 1200 | 1 |  |  |  |
| 4 | смесь | 500 | 1200 | 1 |  |  |  |
| 5 | мелкий | 300 | 1200 | 1 |  |  |  |
| 6 | крупный | 300 | 1200 | 1 |  |  |  |
| 7 | смесь | 300 | 1050 | 1 |  |  |  |
| 8 | смесь | 300 | 1350 | 1 |  |  |  |
| 9 | смесь | 300 | 1200 | 0,5 |  |  |  |
| 10 | смесь | 300 | 1200 | 2 |  |  |  |

Все результаты сводятся в таблицу и оформляются в виде графиков и фотографий.

В отчете представить блок-схему вакуумной печи, подробные выводы о влиянии гранулометрического состава, давления прессования, режимов спекания на физико-механические характеристики спеченных образцов.

**4.3. Определение усадки.**

*Аппаратура и материалы*. Вакуумная печь, весы электронные, ангенциркуль, прессовка, полученная при выполнении лабораторной работы №°5.

*Ход работы.* Третьим, заключительным и наиболее ответственным, этапом операции спекания является окончательное спекание, осуществляемое при температуре, в нашем случае, 1400°С.

 В ходе работы используют заготовки, полученные при выполнении работы N°20. Студент получает пять заготовок, оставленных от предыдущей лабораторной работы, взвешивает и записывает их массу. Взвешивание производится на электронных весах с точностью +0,01 г. Измеряют и записывают линейные размеры заготовок: длину, ширину, высоту с точностью +0,1 мм

 Затем заготовки помещают в вакуумную печь, включают ее в соответствии с технической инструкцией по эксплуатации и производят окончательное спекание, при котором формируются окончательные свойства изделия.

Затем печь отключают, заготовки охлаждают вместе с печью до комнатной температуры, заготовки извлекают и вновь взвешивают.

На первой стадии нагрева из шихты отгоняются остатки газов и пластификатора. На второй стадии нагрева происходит окончательное спекание и формируется заданная структура материала.

После завершения процесса печь охлаждают, открывают и извлекают из нее готовые изделия.

При обработке результатов измерений определяют величину потери массы заготовки при спекании, вычитая из массы исходной заготовки массу спеченной, определяют относительное изменение массы в процентах как отношение полученной разности к массе исходной заготовки. Затем по результатам расчетов определяют средний результат. Одновременно измеряют размеры спеченной заготовки с точностью +0,1 мм и по формуле:

K=L2/L1,

где L2 - размер изделия после спекания; L1 - размер заготовки перед спеканием,

 Коэффициент линейной усадки определяют по величине изменения длины, толщины и высоты изделия.

**Требования к отчету**

 Отчет должен содержать краткое описание процесса спекания заготовок с описанием нежелательных явлений, которые следует избегать при выполнении этого процесса, и перечень путей их предотвращения, описание установок, описание действий при выполнении работы и таблицу наблюдений.

 Объем отчета 2-3 стр.

 Отчет подписывается студентом.

 Таблица

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Ширина образца после нагрева, мм | Линейная усадка по ширине образца, мм | Высота образца до нагрева, мм | Высота образца после нагрева, мм | Линейная усадка по высоте образца | Объём образца до нагрева,мм3 | Объём образца после нагрева,мм3 | Объёмная усадка |
|  |  |  |  |  |  |  |  |

**Литература**.

 1. Кипарисов С.С., Либенсон Г.А. Порошковая металлургия. Учебник. М., Металлургия, 1980, с 215-246.

**Контрольные вопросы.**

 1. Для чего производится окончательное спекание ?

 2. Какие явления сопровождают окончательное спекание ?

 3. Какие виды брака возникают при окончательном спекании ?