

## Лабораторна робота № 5

# ДОСЛІДЖЕННЯ ПРОЦЕСУ СПІКАННЯ ПОРОШКОВИХ МАТЕРІАЛІВ ПРОСОЧУВАННЯМ

### 1 Основи процесу

Просочення відноситься до різновиду спікання у присутності рідкої фази, яка залишається до кінця спікання.

Просочення твердих пористих тіл розплавами металів часто зустрічається при одержанні порошкових композиційних матеріалів різноманітного призначення. Це можуть бути: електротехнічні контакти, вкладиші сопел ракетних двигунів на основі вольфраму або молібдену, просочених сріблом або міддю; композиційні вироби багатофункціонального призначення на основі тугоплавких сполук, просочених нікелем, кобальтом, залізом або сплавами на їх основі.

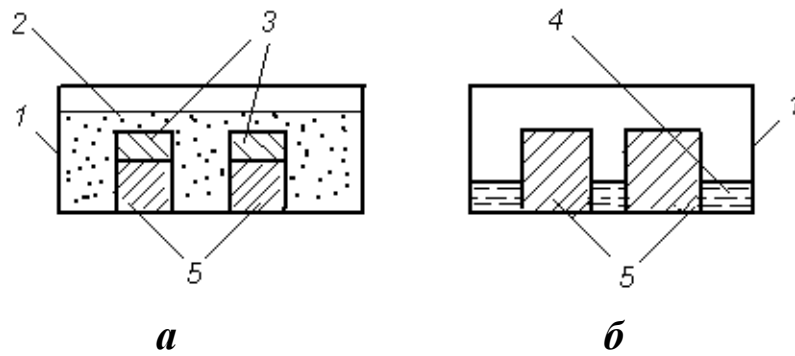
Сутність метода полягає у тому, що при спіканні порошкових виробів просочуванням спочатку пресують пористий каркас, який після попереднього спікання або безпосередньо після пресування просочують розплавом легкоплавкого компонента при сумісному нагріванні у контакті між собою. При цьому можливе просочування зверху і знизу (рис. 5.1). У випадку просочування зверху з порошку легкоплавкого компонента пресують брикет, який накладають зверху на пористу пресовку основного компоненту. Підготовлені таким чином зразки (вироби) розміщують в човнику і при необхідності засипають засипкою (графітова крупка, оксид алюмінію та інш.).

Як і у випадку спікання у присутності рідкої фази (лаб. робота № 4) умовою самодовільного просочування є наявність змочування твердої фази розплавом легкоплавкого компонента виробу. Термодинамічною умовою змочування є зменшення вільної енергії системи (лаб. робота № 3), тобто

$$\Delta F < 0, \quad \text{або} \quad \sigma_{\text{рг}} \cos\theta > 0, \quad (5.1)$$

де  $\sigma_{\text{рг}}$  – поверхнева енергія (поверхневий натяг) на межі розплав-газ;

$\theta$  – кут змочування (лаб. робота № 3).



1 – човник; 2 – засипка; 3 – брикет з легкоплавкого компоненту; 4 – розплав легкоплавкого компоненту; 5 – пористий каркас з компоненту основи (тугоплавкого)

Рисунок 5.1 – Схема спікання просочуванням зверху (а) і знизу (б)

Зазвичай самодовільне просочування відбувається за кута змочування меншим  $90^0$  ( $\theta < 90^0$ ).

При виконанні таких умов в порових каналах виникають Лапласівські сили, які сприяють проникненню в них розплав (рис. 5.2). При відсутності змочування Лапласівські сили виштовхують розплав з порових каналів і самодовільного просочування не відбувається.

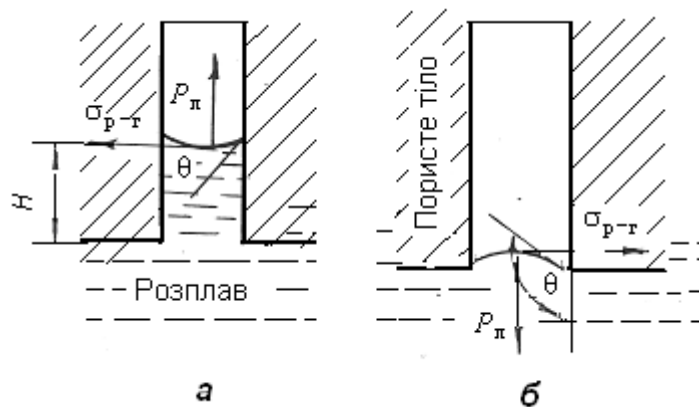


Рисунок 5.2 – Схема просочування при наявності змочування (а) і при відсутності змочування (б)

З кількісної точки зору процес просочення можна описати рівнянням:

$$H = a\tau^{0,5}, \quad (5.2)$$

або

$$\tau = \left(\frac{H}{a}\right)^2 \quad (5.3)$$

де  $H$  – висота просочування;  $\tau$  – час просочення;  $a$  - величина, що залежить від характеристик матеріалу

$$a = \frac{1}{\pi} \sqrt{\frac{\sigma_{\text{пр}} \cdot \cos\varphi \cdot R_{\text{еф}}}{\eta}}, \quad (5.4)$$

де  $R_{\text{еф}}$  – "ефективний радіус" відкритих пор;  $\eta$  - динамічна в'язкість розплаву;

Механізм процесу просочування визначається взаємодією тугоплавкого каркаса з розплавом. При цьому можливі чотири випадки:

- 1 – розплав змочує тверду фазу і відсутня взаємодія між ними;
- 2 – розплав не змочує тверду фазу і відсутня взаємодія між ними;
- 3 – розплав змочує тверду фазу і має місце обмежена взаємна розчинність компонентів;
- 4 – розплав змочує тверду фазу і має місце необмежена взаємна розчинність компонентів.

У першому випадку розплави самовільно просочують пористий каркас. Прикладом може бути просочення тугоплавких металів ( $W$ ,  $Mo$ ) міддю і сріблом.

У другому випадку рідка фаза унаслідок високої поверхневої енергії на межі тверде тіло - розплав не проникає в порові канали і самовільне просочування не відбувається. При необхідності виготовлення композиційних матеріалів за цим методом створюють примусове просочування за рахунок прикладання зовнішнього тиску газу або механічно.

У цьому випадку самодовільне просочування можна забезпечити шляхом нанесення на поверхню тугоплавкого каркасу тонкого шару речовини, яка змочується розплавом. Цей варіант можливий тільки у тому випадку, коли домішки матеріал шару не впливають на кінцеві властивості виробу.

У третьому випадку розплав доволно просочує пористе тіло. Але у тих випадках, коли виконується умова проникнення рідкої фази між частинками твердої (див. лаб. роботу № 4)

$$\sigma_{\text{тр}} < \frac{1}{2} \sigma_{\text{тт}}, \quad (5.5)$$

де  $\sigma_{\text{тр}}$  – поверхнева енергія на межі тверде тіло розплав;  $\sigma_{\text{тт}}$  – поверхнева енергія на межі розподілу тверде тіло – тверде тіло

Можливе руйнування твердого каркасу виробу і зміна його форми. Це зумовлено тим, що тверда фаза на межі контакту між двома твердими частинками розчинюється в рідкій послаблюючи, тим самим, його міцність. Для того, щоб запобігти цьому явищу, просочування необхідно вести розплавом насиченого розчину матеріалу твердої фази в легкоплавкому. Це допустимо у тому випадку, коли зміна структури і фазового складу матеріалу кінцевого виробу не впливає на його задані властивості.

Закономірності просочування у четвертому випадку подібні до третього випадку. Але для того, щоб запобігти повному взаємному розчиненню компонентів і, тим самим, повній втраті первинної форми виробу, обмежують час просочування в допустимих межах.

## **2 Експериментальна частина**

**Мета роботи:** Вивчити закономірності спікання порошкових матеріалів просоченням. Дослідити вплив умов просочення та властивостей вихідних матеріалів на повноту проходження процесу та властивості одержаних матеріалів.

**Матеріали й устаткування:** Порошок тугоплавкого компонента (вольфраму, молібдену, заліза) (за вказівкою викладача); порошок легкоплавкого компонента (мідь, срібло, свинець, олово); піч спікання; прес-форма; гідравлічний прес; аналітичні ваги; мікрометр; твердомір.

### **Порядок виконання роботи**

З порошку вольфраму або з іншого металу пресують п'ять пресовок діаметром 1,5 см і висотою приблизно 1 см під тиском 10...30 кН/см<sup>2</sup>. Пресовки зважують на аналітичних вагах й обміряють мікрометром. Обчислюють щільність і пористість. Виходячи з пористості вольфрамових пресовок, розраховують необхідну для просочення кількість міді з умови заповнення пор на 25, 50 і 100%.

#### **Приклад розрахунку.**

Пресовка з вольфрамового (або іншого) порошку має об'єм 1,5 см<sup>3</sup> і пористість 35%. Отже, об'єм пор в неї становить:  $1,5 \times 0,35 = 0,54$  см<sup>3</sup>. Об'єм пор, що повинен бути заповнений міддю при просоченні:

на 25%–  $0,54 \text{ см}^3 \times 0,25 = 0,135 \text{ см}^3$ ; на 50% –  $0,54 \text{ см}^3 \times 0,50 = 0,24 \text{ см}^3$ ; на 100% –  $0,54 \text{ см}^3 \times 1,0 = 0,54 \text{ см}^3$ .

Приймаючи до уваги, що щільність міді дорівнює  $8,9 \text{ г/см}^3$ , її наважки ( $G = \gamma \cdot V_{\text{пор}}$ ) при просоченні повинні бути:

для просочення на 25%:  $8,9 \times 0,135 = 1,2 \text{ г}$ ; для просочення на 50%:  $8,9 \times 0,24 = 2,4 \text{ г}$ ; для просочення на 100%:  $8,9 \times 0,54 = 4,8 \text{ г}$ .

Розраховані наважки порошку міді пресують у тій же прес-формі під тиском  $30 \text{ кН/см}^2$ . Вольфрамові пресовки встановлюють у графітовий човник і на них укладають брикетовану наважку міді (одну вольфрамову пресовку спікають без міді). Пресовки ретельно засипають дрібною графітовою крупкою або іншою засипкою.

Спікання проводять у трубчастій печі в середовищі водню при температурі  $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ . Човник зі зразками поміщають в муфель, який після герметизації вставляють в піч розігріту до  $1150^\circ\text{C}$ . Час спікання  $30 \text{ хв.}$  або за вказівкою викладача.

Отримані брикети зважують, ретельно вимірюють, описують їхній зовнішній вигляд і визначають твердість за Бринелем. За вказівкою викладача можуть бути проведені вимірювання інших механічних характеристик.

### 3 Обробка результатів

1. Коротко описати теорію спікання в присутності рідкої фази і його різновиду просочення.
2. Описати порядок виконання роботи.
3. Результати дослідження записати в таблицю.
4. За даними роботи побудувати графіки залежності межі міцності на стиснення, тимчасового опору, твердості, пористості, щільності й усадки від вмісту міді.

Таблиця 5.1 – Результати дослідження процесу спікання просочуванням (1 – до спікання просочуванням, 2 – після спікання просочуванням)

Маса наважки	Розміри зразків, см				Об'єм зразків, см		Пористість, %		Об'єм пор до спікання, см <sup>3</sup>	Об'єм міді, см <sup>3</sup>	Маса міді, г	Загальна маса після сп., г	Щільність, г/см <sup>3</sup>	Усадка, %	Твердість <i>HV</i>
	<i>H</i>	<i>D</i>	<i>H</i>	<i>D</i>											
	1	2	1	2	1	2	1	2							
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16

### Обговорення результатів

Проаналізувати отримані результати та графічні залежності. Пояснити вигляд залежностей. Пояснити отримані результати з точки зору сучасних уявлень впливу різних факторів на процеси спікання порошкових матеріалів просочуванням.

Розкрити механізм формування щільності та властивостей отриманих виробів відповідно до умов дослідження.

**Висновки.** Зробити узагальнюючі висновки про вплив різних факторів на процес просочування матеріалів, що досліджувались.

### Контрольні питання

1. Що є основною вимогою для самодовільного спікання просочуванням?
2. Яка роль змочування розплавом твердих складових порошкового виробу при спіканні просочуванням?
3. Як провести просочування при відсутності змочування?
4. Як впливає взаємна розчинність на умови спікання просочуванням?
5. Як зберігти суцільність каркасу з твердої фази при наявності обмеженої розчинності складових виробу?

**Література:** [1; 2; 6; 8; 11]

### Список рекомендованої літератури

1. Порошковая металлургия и напыленные покрытия: Учебник для вузов /Под ред. А.Е. Митина. - М.: Металлургия, 1987. - 792 с
2. *Кипарисов С. С., Либенсон Г. А.* Порошковая металлургия. -М.: Металлургия, 1980. - 495 с.
3. *Скороход В. В.* Реологические основы процесса спекания. - К.: Наук. думка, 1972. - 191 с.
4. *Ивенсен В. А.* Кинетика уплотнения металлических порошков при спекании. - М.: Металлургия, 1971. - 269 с.
5. *Гегузин Я. Е.* Физика спекания.-М.: Наука,1967.- 360 с.
6. *Еременко В. Н., Найдич Ю. В., Лавриненко И. А.* Спекание в присутствии жидкой металлической фазы. - К.: Наук, думка, 1968. -122 с.
7. *Скороход В.В., Солонин С.М.* Физико-металлургические основы спекания порошков. - М.: Металлургия, 1984. - 157 с.
8. Процессы массопереноса при спекании / Под ред. В.В. Скорохода. - К.: Наук, думка, 1987. - 150 с.
9. *Сердюк Г. Г., Свистун Л. И.* Технология порошковой металлургии. Часть 3. Спекание и дополнительная обработка: Учебное пособие. – Краснодар: Изд. ГО УВПО «КубГТУ», 2005. - 244 с.
10. *Скороход В.В., Штерн М.Б.* Технология процессов формования и спекания порошковых материалов.- Киев: Знание, 1985.- 19 с.
11. *Самсонов Г.В., Ковальченко М. С.* Горячее прессование. – Киев: Гостехиздат, 1962. - 264 с.
12. *Солонин С. М.* Современные представления о роли геометрического фактора при спекании в свете работ М. Ю. Бальшина //Порошковая металлургия. – 2003. – №11-12. – С. 32-37