

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Владимирский государственный университет
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»

Е. С. ПРУСОВ
А. А. ПАНФИЛОВ

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПРОИЗВОДСТВА ПОРОШКОВЫХ И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Лабораторный практикум



Владимир 2015

УДК 621.762
ББК 34.39
П85

Рецензенты:

Доктор технических наук, профессор
кафедры химических технологий
Владимирского государственного университета
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых
А. И. Христофоров

Доктор технических наук, профессор
кафедры машин и технологий литейного производства
Московского государственного машиностроительного университета
К. А. Батышев

Печатается по решению редакционно-издательского совета ВлГУ

Прусов, Е. С.

П85 Технологические основы производства порошковых и композиционных материалов : лаб. практикум / Е. С. Прусов, А. А. Панфилов ; Владим. гос. ун-т им. А. Г. и Н. Г. Столетовых. – Владимир : Изд-во ВлГУ, 2015. – 74 с. – ISBN 978-5-9984-0630-0.

Содержит общетеоретическую и практическую части. Отличительная особенность – базирование на оригинальных результатах собственных научных исследований авторов в области металломатричных композиционных материалов триботехнического назначения, а также учет последних достижений отечественных и зарубежных ученых в области порошковых и композиционных материалов. Направлен на изучение технологических особенностей получения порошковых и композиционных материалов, а также их структуры и свойств.

Предназначен для студентов высших учебных заведений, обучающихся по направлению подготовки бакалавров 20.03.01 «Материаловедение и технологии материалов», при изучении дисциплины «Технологические основы производства порошковых и композиционных материалов».

Рекомендовано для формирования профессиональных компетенций в соответствии с ФГОС 3-го поколения.

Табл. 1. Ил. 17. Библиогр.: 40 назв.

УДК 621.762
ББК 34.39

ISBN 978-5-9984-0630-0

© ВлГУ, 2015

ВВЕДЕНИЕ

В дисциплине «Технологические основы производства порошковых и композиционных материалов» рассматриваются основные вопросы, касающиеся технологических особенностей получения новых высокоэффективных материалов. Для активного участия в разработке новых и совершенствовании уже применяемых технологий получения таких материалов высококвалифицированный специалист должен обладать не только глубокими теоретическими знаниями, но и соответствующими профессиональными навыками научно-исследовательской, производственной и проектно-технологической деятельности.

Составная часть дисциплины – лабораторные работы, направленные на изучение студентами технологических особенностей получения различных порошковых и композиционных материалов, а также их структуры и свойств. В задачи настоящего лабораторного практикума входит закрепление и углубление теоретических знаний, полученных студентами в ходе изучения дисциплины, а также приобретение необходимых компетенций по выполнению опытно-экспериментальных работ и обработке результатов.

В рамках выполнения лабораторного практикума предусмотрены работы по определению физических и технологических свойств металлических порошков; исследованию закономерностей реакционного взаимодействия в порошковых смесях при различных режимах их механической активации; изучению технологических процессов получения металломатричных композиционных материалов различными жидкофазными методами.

Основу настоящего лабораторного практикума составили результаты многолетних теоретических и экспериментальных исследований, проводимых авторами в области металломатричных композиционных материалов триботехнического назначения, а также достижения ведущих отечественных и зарубежных ученых в области порошковых и композиционных материалов.

1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

1.1. Оборудование и материалы

Для выполнения лабораторных работ необходимы следующие оборудование, инструмент и материалы:

- лабораторные и промышленные электрические печи;
- бегуны для приготовления формовочных смесей;
- термоизмерительное оборудование;
- шаровая мельница;
- набор сит для определения гранулометрического состава порошков;
- ручной гидравлический пресс с манометром;
- комплекс оборудования для металлографических исследований;
- рентгеновский дифрактометр;
- универсальный твердомер;
- технические и аналитические весы;
- кокили для заливки технологических проб;
- набор плавильно-разливочного инструмента;
- исходные шихтовые металлические и порошковые материалы;
- фтористые и хлористые соли для рафинирования и модифицирования сплавов;
- расходные материалы для металлографической пробоподготовки: шлифовальная бумага, полировальные составы, химические реактивы для травления шлифов;
- спецодежда.

Лабораторная печь сопротивления шахтного типа с выемным алундовым тиглем вместимостью до 0,3 кг по алюминию (рис. 1) предназначена для выполнения работ по получению композиционных материалов методом жидкофазного реакционного синтеза и установлению закономерностей взаимодействия в порошковых СВС-смесях. Для измерения температуры расплава и записи термограмм используют электронный потенциометр КСП-4, работающий в зависимости

от требуемого температурного диапазона измерений в комплекте с термопарами типа ХА или ВР (ГОСТ Р 8.585 – 2001).

Промышленная печь сопротивления с графито-шамотным тиглем ТГ-100 входит в состав опытно-экспериментальной установки и применяется для получения композиционных материалов методами жидкофазного совмещения (подробно установка описана в п. 3.3). Общий вид установки приведен на рис. 2.

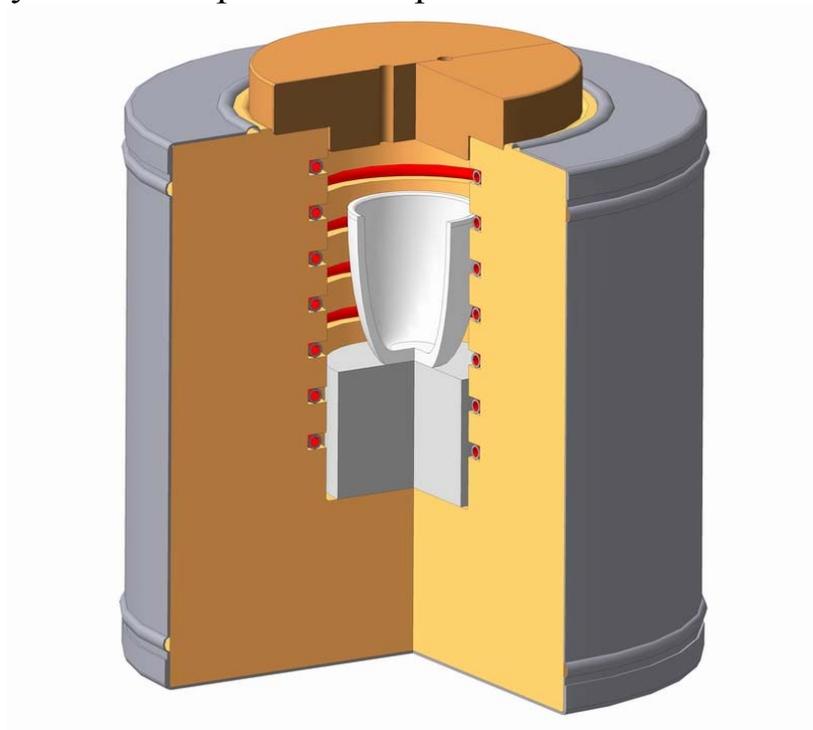


Рис. 1. Лабораторная печь с установленным тиглем



Рис. 2. Установка для получения композиционных материалов

Планетарную шаровую мельницу Fritsch Pulverisette применяют для измельчения различных материалов, а также проведения механического легирования и активации. Мельница комплектуется одним размольным стаканом, эксцентрично закрепленным на планетарном диске. Скорость вращения планетарного диска регулируется от 100 до 650 об/мин.

Установка ситового анализа LPzE-3e необходима для определения гранулометрического состава различных порошковых материалов. Методом ситового анализа определяют среднюю величину зерна, главную составляющую и показатель однородности.

Ручной гидравлический пресс Carver 3664 применяют для изготовления брикетов из механоактивированных порошков при получении композиционных материалов методом жидкофазного реакционного синтеза и исследовании порошковых СВС-смесей. Для прессования брикетов используют пресс-форму из стали 40Х.

Комплекс оборудования для металлографических исследований включает в себя инвертированный оптический микроскоп Nikon Epihot 200 (рис. 3, а); отрезной станок Полилаб Р80А (рис. 3, б); станок для шлифования и полировки металлографических образцов Полилаб П22М (рис. 3, в). Используемый при выполнении лабораторных работ металлографический микроскоп позволяет исследовать поверхности образцов различными методами наблюдения при помощи оптической системы СFI и выводить изображения на экран монитора при увеличении от $\times 5$ до $\times 200$. Станок Полилаб Р80А предназначен для резки металлографических образцов максимальным диаметром 80 мм при скорости вращения диска 2800 об/мин. Установка Полилаб П22М для металлографической пробоподготовки представляет собой двухдисковый шлифовально-полировальный станок с плавной регулировкой скорости вращения от 50 до 600 об/мин.

Твердомер универсальный стационарный HBRV-187,5 предназначен для определения твердости материалов по методам Роквелла, Бринелля и Виккерса. Диапазон измерений прибора: 32 – 450 НВ, 20 – 88 НРА, 20 – 100 НRV, 20 – 70 НRC, 200 – 1000 НV.



а)



б)



в)

Рис. 3. Комплекс оборудования для проведения металлографических исследований: а – металлографический микроскоп Nikon Epiaphot 200; б – отрезной станок Полилаб Р80А; в – шлифовально-полировальный станок Полилаб П22М

Многофункциональный рентгеновский дифрактометр D8 ADVANCE (Bruker AXS GmbH) предназначен для качественного и количественного анализа фазового состава различных материалов в интервале температур от -200 до 1000 °С. Наряду с этим, спектр решаемых задач с использованием дифрактометра включает в себя определение структурных характеристик поликристаллических образцов; оценку размеров кристаллитов; анализ микронапряжений и остаточных напряжений; определение преимущественной ориентации поликристалла.

Описание нестандартного оборудования, используемого при выполнении лабораторных работ, представлено в пп. 3.1 – 3.6.

1.2. Рекомендации по обработке экспериментальных данных

Для объективной оценки полученных при выполнении работ экспериментальных данных необходима их обработка с применением методов математической статистики. Подробное описание методов статистического анализа и обработки экспериментальных результатов содержится в специализированной литературе, например [1].

При исследовании свойств и характеристик порошковых и композиционных материалов в ходе прямых измерений для каждой серии опытов необходимо вычислить среднее арифметическое полученных значений измеряемой величины, а также доверительные границы погрешности результатов. *Среднее арифметическое значение* измеряемой величины определяют по формуле

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i,$$

где x_i – значение единичного измерения величины; n – число измерений.

Среднее квадратическое (стандартное) отклонение σ , характеризующее разброс результатов единичных измерений относительно среднего значения, вычисляют по результатам n измерений:

$$\sigma = \sqrt{\frac{(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + \dots + (x_n - \bar{x})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{1}{n - 1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}.$$

Квадрат величины среднего квадратического отклонения σ^2 называют *дисперсией* величины x .

Доверительную вероятность, или вероятность попадания результата измерения в интервал $(\bar{x} - \Delta x \dots \bar{x} + \Delta x)$ находят по формуле

$$\alpha = \int_{\bar{x} - \Delta x}^{\bar{x} + \Delta x} f(x) dx.$$

Интервал от $-\Delta x$ до $+\Delta x$ называют *доверительным интервалом*. Границы доверительного интервала выражаются произведением среднего квадратического отклонения и коэффициента Стьюдента $t_{\alpha, n}$:

$$\Delta x = t_{\alpha, n} \sigma.$$

Таким образом, запись окончательного результата многократных прямых измерений должна включать в себя среднее значение измеряемой величины и его доверительный интервал:

$$x = \bar{x} + \Delta x .$$

При статистической обработке экспериментальных результатов и их визуализации в рамках выполнения настоящего практикума рекомендуется использование программного пакета Microsoft Excel. Пакет Excel позволяет применять стандартные методы обработки данных на базе встроенной библиотеки статистических функций; краткое описание наиболее часто используемых из них приведено ниже.

Для вычисления среднего арифметического применяется функция СРЗНАЧ (AVERAGE). Например, формула =СРЗНАЧ(А2:А6) представит среднее значение чисел в ячейках с А2 по А6. При определении выборочной дисперсии и выборочного стандартного отклонения используют функции ДИСП.В (VAR.S) и СТАНДОТКЛОН.В (STDEV.S). Выявление наиболее часто встречающегося значения в массиве или интервале данных осуществляется с помощью функции МОДА.ОДН (MODA.SNGL). Значение, являющееся центром (серединой) множества чисел в статистическом распределении, вычисляют с помощью функции МЕДИАНА (MEDIAN). Размах варьирования, представляющий собой разность между наибольшим и наименьшим значениями чисел совокупности, определяют с использованием функций МАКС (MAX) и МИН (MIN), например =МАКС(А2:А6) – МИН(А2:А6). Наряду с *Мастером функций*, в Excel имеется набор инструментов для углубленного статистического анализа данных (*Пакет анализа*).

На этапе визуализации результатов выполненных работ при построении гистограмм необходимо указывать доверительные интервалы, а при построении графических зависимостей с аппроксимацией экспериментальных данных следует приводить уравнение аппроксимирующей функции и указывать коэффициент детерминации.

1.3. Техника безопасности при выполнении работ

Требования безопасности при выполнении лабораторных работ в литейном зале регламентируются ГОСТ 12.3.027 – 2004 «Работы литейные. Требования безопасности» и ПБ 11-551-03 «Правила без-

опасности в литейном производстве» (приказ Ростехнадзора от 01.08.2006 № 738).

Основные опасные производственные факторы в учебных лабораториях – это высокие температуры поверхностей оборудования, оснастки и отливок, а также подвижные части технологического оборудования. Вредным производственным фактором при выполнении отдельных работ может являться повышенная концентрация химических веществ в воздухе рабочей зоны. В этой связи работающие в лабораториях должны быть обеспечены средствами коллективной и индивидуальной защиты (спецодежда, рукавицы, очки) от непосредственного воздействия опасных и вредных факторов.

Общие требования безопасности при выполнении работ приведены ниже.

1. Перед выполнением лабораторных работ необходимо изучить требования безопасности и расписаться в специальном журнале.

2. Прежде чем приступить к выполнению, следует внимательно ознакомиться с содержанием задания и четко представлять цели и задачи предстоящей работы.

3. Приступать к выполнению задания разрешается только после собеседования с преподавателем. В случае неясности или неуверенности в правильности его выполнения необходимо прекратить работу для выяснения всех возникших вопросов.

4. При работе с порошками необходимо следить за герметичностью применяемого оборудования. Порции порошков следует брать с помощью ложек или совков.

5. При плавке металлов и заливке форм необходимо выполнять следующие требования:

- все инструменты, применяемые в процессе плавки, должны быть сухими, чистыми и подогретыми;

- перед включением электропечи необходимо проверить исправность электрооборудования, состояние футеровки, свода и других частей;

- перед загрузкой шихты для новой плавки тигель должен быть тщательно очищен от шлака и оксидных плен;

- загрузку шихты, подшихтовку, введение присадок, перемешивание расплавленного металла, снятие шлака, измерение температуры

и взятие проб следует проводить после снятия напряжения с нагревательных элементов печи;

- легирующие присадки и другие составляющие сплава необходимо вводить в расплавленный металл путем плавного опускания, предварительно подогрев их куски, а также следует строго соблюдать очередность ввода компонентов сплава;

- применяемые для рафинирования флюсы должны быть хорошо просушены, влажность их не должна превышать 2,5 %;

- во время разливки запрещается нахождение студентов в местах, куда могут попасть брызги металла.

6. Категорически запрещено:

- загружать разогретую печь влажным и холодным металлом, выливать металл в холодные ковши, сырые формы;

- оставлять без надзора включенные приборы, печи;

- нажимать пусковые кнопки, вращать ручки, фиксаторы незнакомых приборов и малоизученного оборудования.

7. В случае чрезмерного нагревания отдельных частей установки (трансформаторов, проводов и т.д.) следует немедленно выключить ток и сообщить о неисправности преподавателю.

8. После окончания работы студенты должны привести рабочее место в порядок.

1.4. Общие правила выполнения работ и требования к оформлению отчетов

До начала выполнения работы студент должен подготовиться к ней, пользуясь для этого настоящим лабораторным практикумом и рекомендованной литературой. Подготовленность студента к выполнению задания проверяет преподаватель.

В ходе выполнения лабораторных работ студенты должны:

- анализировать получаемые результаты, а также консультироваться по ним с преподавателем;

- заносить схемы, расчетные формулы и результаты исследований в тетрадь с тем, чтобы после окончания работы студент мог представить преподавателю материалы выполненного задания для предварительной проверки.

Работая в лаборатории, студенты несут ответственность за сохранность оборудования и приборов. После окончания работы в обязанности студента входит уборка рабочего места, приведение в порядок и сдача преподавателю, учебному мастеру или другому работнику лаборатории используемых оборудования, установок и приборов.

Каждый студент индивидуально оформляет результаты лабораторных работ в виде отчета на стандартных листах формата А4 в рукописном виде или с использованием компьютера. Листы отчета брошюруются и сопровождаются титульным листом установленной формы. За титульным листом следует задание, полученное студентом в начале выполнения лабораторной работы. В общем случае отчет должен содержать цель работы, теоретическую часть, задание, практическую часть, полученные результаты и выводы по работе. Теоретическая часть включает в себя общее описание материала по рассматриваемой теме, подробное описание оборудования и методик, применяемых для решения поставленной в работе задачи. Практическая часть содержит ход выполнения работы, перечень полученных результатов с необходимыми комментариями и промежуточными выводами, а также таблицы, графики, рисунки и т.д. На основе результатов, полученных в практической части, делаются общие выводы по работе.

При составлении отчетов о выполнении лабораторных и практических работ необходимо руководствоваться требованиями ГОСТ 7.32 – 2001 «Отчет о научно-исследовательской работе. Структура и правила оформления». Ссылки на литературу должны соответствовать ГОСТ 7.1 – 2003 «Библиографическая запись. Библиографическое описание. Общие требования и правила составления».

2. СПОСОБЫ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

2.1. Технологические процессы порошковой металлургии

Согласно ГОСТ 17359 – 82 *порошковой металлургией* называют область науки и техники, охватывающую производство металлических порошков, а также изделий из них или их смесей с неметалличе-

скими материалами. Под *металлическим порошком* понимают совокупность частиц металла, сплава или металлоподобного соединения размерами до миллиметра, находящихся во взаимном контакте и не связанных между собой. Частицы размерами более 1 мм принято называть *гранулами*.

В наиболее общем виде технологический процесс производства изделий методом порошковой металлургии включает в себя следующие основные операции:

- получение порошка металла или смеси порошков разнородных материалов;
- формование заготовок;
- спекание (нагрев);
- окончательная обработка (калибровка, уплотняющее обжатие, термообработка и др.).

Свойства металлических порошков, их состав и структура в определяющей степени зависят от способов их получения и от природы используемых металлов. На практике металлические порошки принято характеризовать по физическим, химическим и технологическим свойствам.

Под *физическими свойствами порошков* обычно подразумевают преобладающую форму частиц, гранулометрический состав порошка, пикнометрическую плотность и микротвердость частиц. К физическим свойствам относят также состояние частиц порошка, связанное с их предварительной обработкой.

Под *химическими свойствами* прежде всего подразумевают содержание основного металла и примесей. Содержание газов в химически связанном (в виде оксидов), адсорбированном или растворенном виде также оказывает существенное влияние на химические свойства порошков.

Под *технологическими свойствами порошков* понимают массу единицы объема порошка при свободной насыпке (насыпная плотность), текучесть порошка, прессуемость и формуемость порошка, т.е. способность порошка под влиянием внешнего усилия приобретать и поддерживать определенную форму и размеры.

Разнообразие требований, предъявляемых к порошкам в зависимости от области их применения, а также свойства самих металлов обуславливают существование различных способов производства.

Физические, химические и технологические свойства порошков находятся в непосредственной зависимости от способа получения порошка.

Последние условно разделяют на две группы [2]: механические и физико-химические. В отдельных случаях с целью повышения экономичности процесса или улучшения характеристик продукта применяют комбинированные способы.

Механические способы получения порошков предусматривают измельчение исходного материала в результате воздействия внешних сил без существенного изменения его химического состава.

Дробление и размол – это способ измельчения, распространенный не только самостоятельно, но и как дополнительная операция в производстве порошков, основанная на физико-химических методах: наибольшая эффективность размола наблюдается в тех случаях, когда в качестве сырья для получения порошка используют отходы производства – стружку, обрезки и т.п.; этим способом получают порошки марганца, хрома, меди, магния, алюминия, стали и сплавов на основе железа.

Распыление расплавленного металла – это один из наиболее производительных способов, с помощью которого получают порошки алюминия, свинца, цинка, олова, бронзы, латуни, меди, ферросплавов, стали и цинка.

Грануляция – это способ литья металла в воду, позволяющий получать грубые порошки железа, меди, серебра, свинца, олова, цинка.

Обработка металлов резанием применяется для получения порошков магния, стали, латуни, бронзы, малокремнистого чугуна и т.п.

Под **физико-химическими способами** подразумевают технологические процессы, обеспечивающие получение порошкообразных материалов посредством глубоких физико-химических превращений исходного материала. При этом конечный продукт (порошок), как правило, отличается от исходного материала по химическому составу.

Восстановление оксидов или солей – это один из наиболее распространенных и самых экономичных способов, особенно когда в ка-

честве исходного материала используют руды, отходы металлургического производства (прокатную окалину) и другие дешевые виды сырья; наиболее широко применяется для получения порошков железа, меди, никеля, кобальта, вольфрама, молибдена, тантала, циркония и различных сплавов; позволяет легко регулировать при изготовлении размер и форму частиц порошка; порошки хорошо прессуются и спекаются.

Электролиз водных растворов и расплавленных сред является вторым по значению способом и позволяет получать порошки почти всех металлов; при этом получаемые порошки высокочистые благодаря очистке от примесей в процессе электролиза. Вместе с тем стоимость получаемых порошков очень высока из-за недостаточной производительности и больших затрат электроэнергии. Этим способом получают порошки железа, никеля, меди, тантала, титана, тория, бериллия, серебра, хрома, марганца и различных сплавов на основе железа, никеля и меди.

Диссоциация карбониллов характеризуется тем, что получаемые порошки обладают высокой чистотой, но чрезвычайно дороги. Способ применяют для получения карбонильных порошков железа, никеля, кобальта, хрома, молибдена, вольфрама и легированных порошков железа или никеля.

Конденсация – способ, пригодный только для производства порошков металлов с невысокой температурой испарения, например порошков цинка, магния и кадмия. Заключается он в конденсации испаряемого металла на холодной поверхности. Порошки содержат большое количество оксидов и являются высокодисперсными, в связи с чем имеют ограниченное применение.

Межкристаллитная коррозия – способ, применяемый в ограниченных масштабах; наиболее разработан для получения порошков из нержавеющей и хромоникелевых сталей; заключается в растравлении межкристаллитных прослоек, в результате чего кристаллиты теряют связь между собой.

Термодиффузионное насыщение – способ получения легированных порошков или различных сплавов; наиболее эффективен не как самостоятельный способ получения порошков, а как способ создания поверхностных покрытий на различных металлах.

Из многочисленных способов производства порошков в промышленном масштабе применяют лишь несколько: восстановление оксидов и других соединений металлов; электролиз; термическую диссоциацию летучих соединений; размол твердых металлов в шаровых, вибрационных, струйных и вихревых мельницах; распыление жидких металлов.

Можно выделить следующие способы производства изделий из металлических порошков [3].

- *Холодное прессование-спекание.* Исходные порошки прессуют в стальных или твердосплавных пресс-формах. Далее сформованные изделия подвергают спеканию в вакууме или защитной атмосфере. Так получают большинство изделий.

- *Горячее прессование.* Исходный порошок нагревают вместе с пресс-формой до температуры спекания и затем подвергают сжатию под давлением, которое значительно ниже давления при холодном прессовании. В зависимости от состава формуемого порошка этот процесс можно осуществлять в вакууме, защитной атмосфере или воздушной среде. Пресс-формы изготавливают из графита или жароупорного металлического сплава. Нагрев проводят либо контактным способом с помощью электрического тока, проходящего через пресс-форму, либо индукционным. Горячее прессование не получило широкого применения, поскольку оно сравнительно малопродуктивно. Так изготавливают в основном различные специальные изделия.

- *Пропитка.* Исходный порошок прессуют в холодном состоянии в изделия нужной формы и далее пропитывают расплавленным компонентом; полученное изделие подвергают гомогенизирующему отжигу, а в некоторых случаях и другим видам термической обработки. Пропитку довольно широко используют для изготовления изделий из псевдосплавов (например W-Cu) или керметов (например из карбида титана, пропитанного никелевым сплавом).

- *Пластифицирование.* Порошкообразную шихту подвергают холодному прессованию для получения заготовки, которую затем пропитывают каким-либо пластификатором (обычно парафином); из пропитанной заготовки механической обработкой изготавливают из-

делия нужной формы. Далее из них путем испарения удаляют пластификатор, после чего изделие подвергают спеканию. Так обычно получают изделия сложной формы из твердых сплавов.

Типовая номенклатура изделий порошковой металлургии включает в себя различные детали антифрикционного и фрикционного назначения, электроконтакты, магниты, пористые фильтры, инструментальные и жаропрочные изделия.

Новый этап развития процессов порошковой металлургии связан с созданием аддитивных технологий (*Additive Manufacturing*), направленных на изготовление изделий из различных материалов методом *3D-печати* [4]. Создание объекта в таких процессах осуществляется по трехмерной компьютерной модели на основе CAD-данных. Изделия изготавливают путем «добавления» (*addition*) материала слой за слоем в отличие от традиционных методов получения деталей путем «вычитания» материала из заготовки (например механическая обработка). В процессе изготовления металлической детали с применением аддитивных технологий материал испытывает комплексное термическое воздействие, включающее в себя направленный теплоотвод, повторное плавление и быструю кристаллизацию. При этом высокие скорости охлаждения приводят к получению мелкозернистой структуры. В наиболее общем случае достигнутый уровень свойств металлоизделий, созданных с применением аддитивных технологий, сопоставим со свойствами изделий, полученных традиционными методами.

К настоящему времени на производственном уровне освоена трехмерная печать изделий из полимерных материалов, керамики и металлов [5]. Отрасль аддитивных технологий показывает стабильно высокие темпы роста, а области их применения постоянно расширяются. Так, компанией *Voxeljet AG* (Германия) освоен выпуск промышленных систем автоматизированной 3D-печати песчаных форм и стержней для производства отливок из сплавов черных и цветных металлов (рис. 4), позволяющих также выпускать модельные комплекты из полимерных материалов.

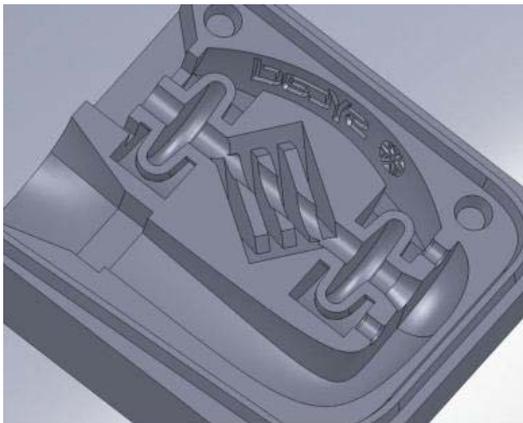


Рис. 4. Пример изготовления отливки из алюминиевого сплава литьем в песчаную форму, полученную при помощи 3D-печати [6]

2.2. Получение композиционных материалов

Под *композиционными материалами* понимают многокомпонентные гетерофазные материалы, состоящие из полимерной, металлической, керамической или другой основы (матрицы), армированной наполнителями из волокон, нитевидных кристаллов, тонкодисперсных частиц и др. Матрица придает требуемую форму изделию, влияет на формирование свойств композиционного материала, защищает армирующую фазу от механических повреждений и других воздействий среды. Свойства матрицы определяют технологические параметры процесса получения композиции и ее эксплуатационные свойства. Армирующие компоненты должны быть равномерно распределены в матрице. Они, как правило, обладают высокой прочностью, твердостью и модулем упругости и по этим показателям значительно превосходят матрицу. В качестве армирующих компонентов используют металлы, интерметаллиды, оксиды, нитриды, карбиды и другие соединения, существенно отличающиеся от матрицы по физико-химическим и механическим свойствам. Путем подбора состава и свойств наполнителя и матрицы, их соотношения, ориентации наполнителя можно получить материалы с требуемым сочетанием эксплуатационных и технологических свойств. Характерной особенностью композиционных материалов является как возможность объединения полезных свойств отдельных компонентов, так и проявление ими новых свойств, отличных от свойств компонентов.

Согласно современным представлениям композиционные материалы должны обладать следующей совокупностью признаков [7]:

- 1) материал должен представлять собой сочетание двух или более разнородных составляющих с четкой границей раздела между фазами;
- 2) материал должен обладать свойствами, которых нет ни у одного из его компонентов в отдельности;
- 3) свойства композиционного материала определяются каждым из компонентов, которые должны присутствовать в материале в заметных количествах;
- 4) состав, форму, распределение компонентов в композиционном материале проектируют заранее;
- 5) композиционный материал не однороден в микромасштабе, но однороден макроскопически.

По морфологии армирующих фаз композиционные материалы можно подразделить:

1) на нульмерные (дисперсно-упрочненные) – армированные частицами различной дисперсности, беспорядочно распределенными в матрице;

2) одномерные (волокнистые) – армированные однонаправленными непрерывными или короткими волокнами;

3) двухмерные (слоистые) – содержащие одинаково ориентированные упрочняющие ламели или ленты.

По распределению армирующих фаз или по схеме армирования можно выделить композиционные материалы с одноосным (однонаправленным), двухосным (плоскостным) и трехосным (объемным) армированием.

По дисперсности армирующих фаз композиционные материалы подразделяют:

1) на нанокомпозиты (размер ячейки армирования, диаметр частиц до 100 нм);

2) субмикрокомпозиты (размер ячейки армирования, диаметр волокон или частиц до 1 мкм), например дисперсно-упрочненные сплавы;

3) микрокомпозиты (размер ячейки армирования, диаметр волокон или частиц, толщина слоев от 1 до 100 мкм), например композиционные материалы, армированные волокнами углерода или карбида кремния;

4) макрогетерогенные композиты, или макрокомпозиты (диаметр или толщина армирующих компонентов более 100 мкм), например изделия из медных сплавов, армированные стальными гранулами.

По предельной температуре эксплуатации и в зависимости от материала матрицы композиционные материалы делят на следующие группы:

1) композиционные материалы с полимерной матрицей (до 150 °С);

2) металлические композиционные материалы с интервалом работы от криогенных температур до 450 °С для металлических матриц с низкой температурой плавления (Al, Mg) и до 1000 °С для металлических матриц с высокой температурой плавления (Ni, Cr, Ti);

3) композиционные материалы со стеклянной и стеклокерамической матрицей (до 900 °С в зависимости от типа армирующего наполнителя);

4) композиционные материалы с керамической матрицей (свыше 1000 °С).

Композиционные материалы с металлической матрицей (*металломатричные композиционные материалы*) по сравнению с композитами на базе полимерных, керамических и других матриц имеют ряд преимуществ, которые очень важны при использовании их в качестве функциональных и конструкционных материалов. Эти преимущества создаются благодаря комбинации следующих свойств: высокой прочности; высокого модуля упругости; высокой ударной вязкости; малой чувствительности к изменениям температуры или тепловым ударам; высокой поверхностной стойкости и малой чувствительности к поверхностным дефектам; высокой электропроводности и теплопроводности, а также хорошей технологичности при конструировании, производстве, обработке давлением и формоизменении, соединении и окончательной механической обработке.

В зависимости от состояния матрицы в процессе получения композиционного материала различают композиты, полученные жидкофазными и твердофазными методами. К *жидкофазным методам* относят пропитку порошковых преформ матричными расплавами и различные литейно-металлургические способы приготовления сплавов, а также направленную кристаллизацию расплавов эвтектических систем. К *твердофазным* относят методы, основанные на процессах порошковой металлургии, такие как прессование, экструзия, уплотнение взрывом, диффузионная сварка и т.д. Жидкофазные процессы получения композиционных материалов и изделий из них представляют наибольший интерес, поскольку они обладают значительными преимуществами: универсальность, экономичность, технологичность производства, возможность металлургической обработки в процессе приготовления сплава, хорошая адаптируемость к промышленным условиям. Литейные технологии позволяют получать заготовки практически любой формы с минимальными припусками на механическую обработку, что уменьшает расход материалов и снижает себестоимость изделий.

Для описания дисперсно-упрочненных композиционных материалов, получаемых жидкофазными методами, используют понятие *литые композиционные материалы*, или *композиционные сплавы* [8]. Согласно определению композиционные сплавы представляют собой

особый класс гетерофазных материалов функционального и конструкционного назначения, состоящих из металлической основы (матрицы), армированной равномерно (или заданным образом) распределенными тугоплавкими высокомолекулярными частицами эндогенного и экзогенного происхождения, не растворяющимися в металле матрицы при температурах получения композиционного материала и в условиях эксплуатации изделий.

Основная проблема при получении композиционных материалов жидкофазными методами – обеспечение физико-химической совместимости матрицы и армирующей фазы. Поскольку композиционные материалы представляют собой гетерофазные системы с развитой сетью внутренних границ раздела фаз, приготовление их сопровождается активным протеканием таких процессов межфазного взаимодействия, как взаимная диффузия и химические реакции между матричным расплавом и армирующими частицами. Для получения качественных материалов необходимо ограничивать это взаимодействие, исключая возможную деградацию армирующей фазы и, как следствие, невозможность достижения заданных эксплуатационных свойств литых изделий.

Реализация наиболее высоких механических и эксплуатационных свойств в изделиях из литых композиционных материалов возможна только при условии хорошего смачивания армирующей фазы матричным расплавом. Прочность образующейся при этом на межфазных границах адгезионной связи характеризуется термодинамической работой адгезии W_a (Дж/м²), которая определяется известным уравнением Дюпре – Юнга:

$$W_a = \sigma_{\text{ж}}(1 + \cos \theta),$$

где $\sigma_{\text{ж}}$ – поверхностное натяжение матричного расплава, Дж/м²; θ – краевой угол смачивания армирующей фазы расплавом.

Из уравнения видно, что величина работы адгезии матричного расплава к армирующей фазе и поверхностное натяжение расплава оказывают определяющее влияние на смачивание дисперсных частиц. При этом краевой угол смачивания будет уменьшаться с ростом значения работы адгезии и снижением поверхностного натяжения матричного расплава. Хорошее смачивание достигается при условии $\cos \theta > 0$ или $\theta < 90^\circ$, т.е. чем меньше угол θ , тем лучше жидкость смачивает твердую поверхность.

Разработанные к настоящему времени жидкофазные методы получения композиционных материалов предусматривают ввод готовых армирующих частиц в матричный расплав или синтез их непосредственно в расплаве. На рис. 5 приведена предложенная авторами классификация жидкофазных методов получения композиционных материалов по принципу реализации схемы армирования (на примере алюмоматричных композиционных материалов).

Способы экзогенного армирования предусматривают ввод армирующих частиц в матричный расплав путем механического замешивания с помощью импеллера, ультразвукового замешивания, вдувания инертным газом, плазменной инъекции, а также с использованием различных способов пропитки.

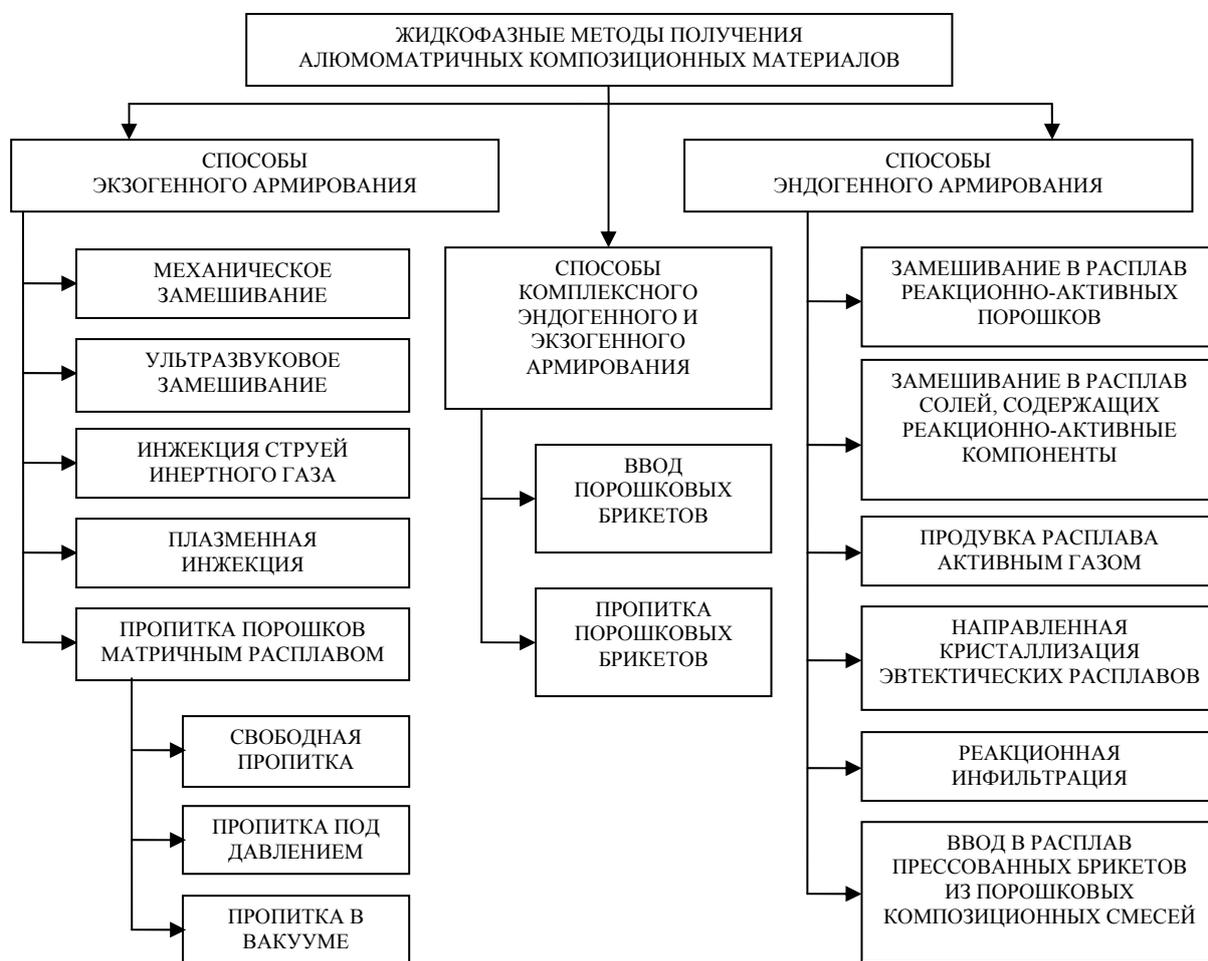


Рис. 5. Классификация жидкофазных методов получения алюмоматричных композиционных материалов

Метод механического замешивания тугоплавких армирующих частиц в жидкометаллическую ванну в настоящее время наиболее

широко распространен благодаря своей простоте и универсальности. Установки для реализации этого процесса включают в себя плавильную печь, тигель с матричным расплавом и механический активатор для перемешивания расплава (рис. 6). Армирующие частицы вводят в расплав засыпкой на лопасти вращающегося импеллера. Подготовленную суспензию заливают в литейную форму [9].

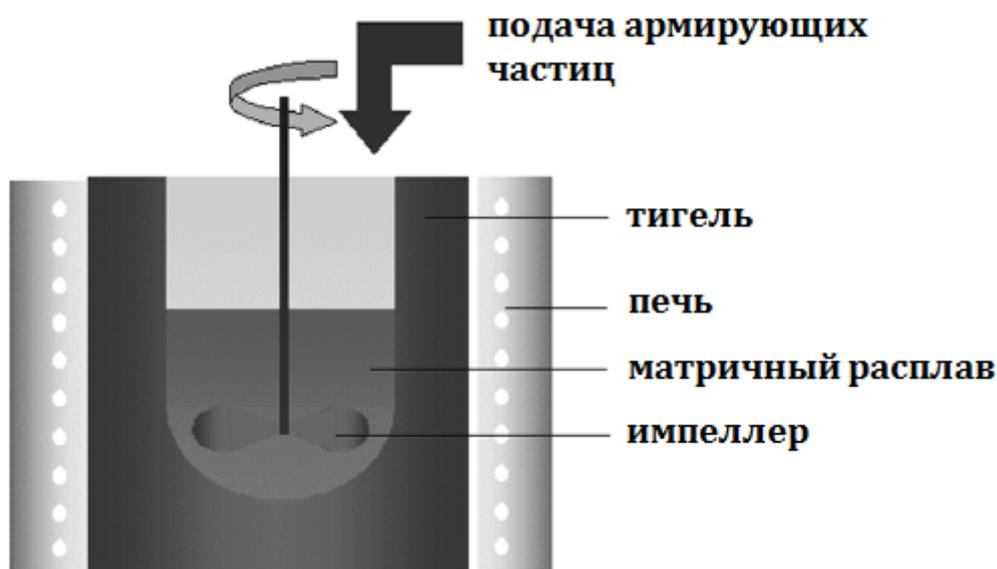


Рис. 6. Схема получения композиционных материалов методом механического замешивания [10]

Известные разновидности этого метода в зависимости от способа воздействия на композиционный расплав включают в себя замешивание в расплав нерастворимых в нем частиц с помощью ультразвуковых колебаний, газовой струи или плазменной инжекции [11 – 13].

Несмотря на ряд преимуществ, метод механического замешивания имеет серьезные недостатки: окисление и газонасыщение матричного сплава в процессе активного перемешивания (как следствие, повышенная пористость литых заготовок); коагуляция наполнителя; низкий уровень адгезионной связи на поверхности раздела наполнитель – матрица; необходимость применения специального оборудования. С точки зрения термодинамики композиционные материалы, полученные этим методом, далеки от равновесия, в них могут протекать интенсивные реакции между армирующими компонентами и матричным сплавом, приводящие к деградации армирующей фазы и образо-

ванию нежелательных продуктов такого взаимодействия. Кроме того, в таких процессах трудно обеспечить непрерывный и полный контакт армирующих фаз с матрицей, а также оптимальную степень межфазного взаимодействия, что часто является причиной получения нестабильных механических и эксплуатационных характеристик литых заготовок.

Для решения технологических задач, связанных с повышением смачиваемости замешиваемых частиц, матричный расплав дополнительно легируют поверхностно-активными элементами (Mg, Ca, Li и др.), наносят металлические покрытия на частицы методами электролитического или газофазного осаждения, проводят предварительную термическую обработку частиц и др. [14]. Кроме того, для получения композиционных материалов с высокими и стабильными заданными свойствами необходимо обеспечивать такой уровень взаимодействия между компонентами, при котором исключается деградация армирующей фазы и, как следствие, снижение эксплуатационных характеристик изделий из композиционных материалов. Обеспечить необходимый уровень межфазного взаимодействия можно за счет рационального легирования матричных сплавов и разработки новых технологий получения композиционных материалов, а также за счет использования барьерных покрытий [15]. Таким образом, получение качественных композиционных материалов методом механического замешивания требует значительного количества промежуточных операций и строгого соблюдения технологических режимов приготовления сплавов.

Существенный недостаток метода механического замешивания – невозможность ввода в расплав тонкодисперсных армирующих наполнителей, включая наночастицы. Один из вариантов преодоления этого недостатка предусматривает замешивание частиц в матричный расплав в гетерофазном (жидко-твердом) состоянии в интервале температур ликвидус-солидус [16]. Предложенный способ ввода обеспечивает возможность замешивания и равномерное распределение тонкодисперсных частиц, при этом не требуется высокая скорость вращения импеллера. Это позволяет использовать низкоскоростные замешивающие устройства до 100 об/мин. К недостаткам этого процесса следует отнести крайне низкую жидкотекучесть получаемого композиционного материала и связанные с этим ограничения по получению отливок гравитационными способами литья.

Литые заготовки из композиционных материалов, полученные методом механического замешивания, рекомендуется подвергать экструзии для уменьшения пористости, измельчения структуры и повышения равномерности распределения армирующих частиц [17].

Ультразвуковое замешивание: одно из решений проблемы обеспечения смачивания дисперсных частиц расплавом – воздействие ультразвуковыми колебаниями на систему расплав – частица. В частности, в статье [18] показано, что ультразвуковое поле улучшает смачивание не смачивающихся в обычных условиях керамических частиц.

Однако применение ультразвуковой техники для непосредственного ввода частиц при улучшении их смачивания не дает достаточно равномерного распределения армирующей фазы по объему матричного расплава и не позволяет получить композиционные материалы с высоким содержанием дисперсной фазы. Таким образом, ультразвуковое воздействие на расплавы при получении композиционных материалов следует рассматривать только как вспомогательную операцию, используемую в комплексе с другими технологическими приемами.

Инжекция струей инертного газа: для получения композиционных материалов системы Al – графит предложен метод ввода частиц графита в расплав в струе инертного газа (азот, аргон) [19]. Для ограничения взаимодействия и увеличения смачиваемости графита матричным расплавом перед инъекцией на частицы предложено наносить металлофильные покрытия (Ni, Cu и др.). При этом показана возможность повторного использования полученных композиционных материалов после индукционного переплава без заметных потерь армирующей фазы.

Таким образом, технология получения композиционных материалов вдуванием дискретных частиц в расплав инертным газом дает положительные результаты лишь в том случае, если вводимые частицы хорошо смачиваются расплавом. Способ требует использования специального оборудования, предварительной обработки частиц и больших перегревов расплава.

Плазменная инъекция порошковых частиц: разработан способ ввода металлизированных дисперсных частиц в алюминиевые расплавы путем инъекции высокотемпературным ионизированным инертным газом с помощью плазмотрона, что обеспечивает повыше-

ние степени усвоения частиц до 90 – 95 % [20]. Применение способа позволило ввести в сплав типа АК12 металлизированный молибденом порошок графита фракции 63 – 100 мкм и обеспечить снижение коэффициента трения в паре со сталью до 0,25.

Описан способ получения композиционных материалов, включающий в себя плазменную инъекцию дисперсных частиц, нагретых в потоке ионизированного газа до 50 – 90 % от температуры их плавления, и одновременное перемешивание матричного расплава [21]. Замешивание армирующих частиц на стадии их ввода и перемешивание в период разливки композиционного материала проводили магнитным полем, а на стадии кристаллизации – ультразвуковыми колебаниями. Непрерывное перемешивание расплава при уменьшении объема жидкой фазы от 100 до 0 % обеспечивало равномерное распределение армирующей фазы в объеме матрицы и предотвращало образование сегрегаций и расслоений.

Способ плазменной инъекции пока не нашел широкого применения в промышленности из-за сложности технологической реализации и необходимости использования специализированного дорогостоящего оборудования.

Пропитка порошков матричным расплавом: технологические приемы, используемые при получении композиционных материалов способом пропитки, отличаются главным образом тем, как создается давление на жидкий металл, которое должно обеспечить заполнение пор в исходном брикете, и включают в себя свободную пропитку, пропитку под давлением и в вакууме [22]. Самый простой вариант пропитки – заливка формы, в которую предварительно помещены армирующие частицы (SiC, B₄C, TiC, Al₂O₃, ZrO₂ и др.), без приложения внешних сил, только за счет капиллярных эффектов. Необходимое условие свободной пропитки – смачивание жидкой фазой поверхности пропитываемого материала. Зачастую свободную пропитку проводят в атмосфере инертного газа для исключения окисления. Существенный недостаток такого метода пропитки – присутствие в литом материале воздушных пустот, снижающих прочностные характеристики композиционных материалов. Их образование связано с тем, что при содержании наполнителя свыше 40 % расстояния между частицами становятся чрезвычайно малы и давления заливаемого металла оказываются недостаточно для полной пропитки.

К недостаткам способа свободной пропитки следует отнести низкую прочность связи на границе раздела наполнитель – матрица из-за плохой смачиваемости применяемых армирующих компонентов алюминиевым расплавом; необходимость применения инертного газа или барьерных покрытий для исключения окисления наполнителя при нагреве на воздухе, а также его деградации при взаимодействии с расплавом.

Повышение плотности и эксплуатационных характеристик литых заготовок из композиционных материалов возможно обеспечить пропиткой с приложением внешних воздействий. При вакуумной пропитке (вакуумном всасывании) заполнение пор расплавом происходит за счет разности между атмосферным давлением и давлением, создаваемым в порах при вакуумировании пропитываемого материала. Вакуумирование обеспечивает защиту от окисления, улучшает смачивание армирующих компонентов матричным расплавом. Пропитка, осуществляемая под воздействием давлений, превышающих атмосферное, например с помощью сжатых газов или механическим путем, называется пропиткой под давлением. Пример реализации технологического процесса пропитки с применением внешнего давления показан на рис. 7.

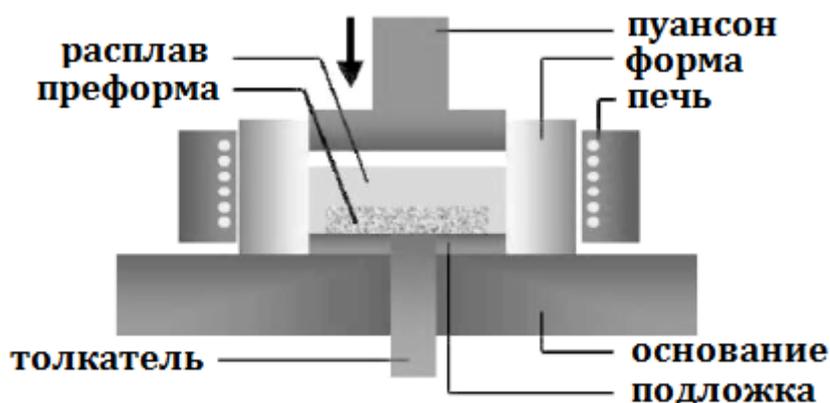


Рис. 7. Схема получения композиционных материалов методом пропитки под давлением [10]

Для получения литых заготовок, имеющих форму тела вращения, успешно применяется центробежная пропитка [23]. Пористый каркас помещают во вращающуюся форму, в которую заливают расплавленный металл. Под действием центробежной силы он отбрасывается к стенкам формы, усиливая пропитку литой заготовки.

В отличие от свободной пропитки методы принудительной пропитки позволяют получать изделия высокой плотности, без усадочных дефектов и горячих трещин. Однако для обеспечения качественной пропитки необходимо тщательно следить за теплоемкостью системы, учитывать температуру подогрева, массу наполнителя и формы, объём выпоров и др. Масса и размеры изделий, получаемых методами принудительной пропитки, имеют ограничения и зависят от максимального усилия, передаваемого механизмом на расплав и армирующий наполнитель.

Несмотря на широкое распространение жидкофазных методов экзогенного армирования для получения композиционных материалов, они имеют ряд серьезных недостатков, в частности повышенное окисление матричных сплавов в процессах замешивания армирующих частиц, неконтролируемое замешивание в расплав газов и неметаллических включений, низкая адгезионная связь на межфазных границах. Частично устранить эти недостатки возможно за счет использования рафинирующей обработки расплавов и наложения давления при кристаллизации. Однако для более эффективного решения обозначенных проблем технологического характера при получении композиционных материалов требуются разработка и освоение новых подходов к армированию металлических матриц, позволяющих повысить качество получаемых материалов и уровень свойств литых изделий.

Способы эндогенного армирования (по зарубежной терминологии – *in-situ*-процесс) предусматривают формирование новых армирующих фаз в результате контролируемых экзотермических реакций между компонентами композиционных материалов непосредственно при их приготовлении либо при последующей термической или термомеханической обработке литых заготовок, обеспечивающей дополнительное упрочнение материала за счёт выделения новых фаз из пересыщенных твёрдых растворов при кристаллизации. Композиционные материалы, полученные в условиях *in-situ*-процессов, обладают повышенной термодинамической стабильностью и более высокой дисперсностью наполнителя, а также максимальным уровнем адгезионных связей на поверхностях раздела матрицы и армирующих компонентов благодаря близкому решеточному соответствию контактирующих фаз, что в итоге обеспечивает достижение более высоких механических и эксплуатационных свойств. Размеры новых фаз можно

регулировать путем выбора режимов совмещения компонентов, участвующих в реакциях *in-situ*, с учетом их формы и объемного содержания [24]. Кроме того, *in-situ*-процесс позволяет вводить в матрицу экзогенные высокодисперсные (в том числе наноразмерные) армирующие компоненты, которые невозможно ввести механическим замешиванием. Важно, что при реализации большинства способов эндогенного армирования полностью исключается необходимость применения специального оборудования [25].

Реализация *in-situ*-процессов осуществляется с помощью следующих технологических приемов (см. рис. 5):

- инфильтрация предварительно нагретой и помещенной в тигель преформы (прессованного брикета) расплавом;
- продувка металлического расплава активным газом (O_2 , N_2 , CH_4 и др.);
- замешивание в расплав солей, содержащих реакционно-активные компоненты (KBF_4 , K_2ZrF_6 , K_2TiF_6 и др.);
- ввод в расплав прессованных порошковых брикетов;
- замешивание в расплав реакционно-активных порошков (Ti, Zr, Mo и др.);
- направленная кристаллизация эвтектических расплавов.

Применение каждого из способов определяется их технологическими возможностями и ограничениями. Так, способы, основанные на синтезе армирующих фаз в расплаве при продувке его активными газами, не позволяют контролировать заданное количество армирующей фазы и обеспечить ее высокое содержание в матричном сплаве. Ограничения способа получения композиционных материалов замешиванием в алюминиевый расплав солей, содержащих реакционно-активные компоненты, – это сравнительно невысокое количество образующейся эндогенной дисперсной фазы, неуправляемость процесса и экологическая небезопасность. Наиболее пристального внимания заслуживает технология получения композиционных материалов, при которой армирование матрицы осуществляется за счет ввода в расплав брикетов, состоящих из порошкообразных армирующих компонентов [26].

Технологические приемы, реализуемые в условиях *in-situ*-процессов с использованием порошковых компонентов, основаны на явлении *самораспространяющегося высокотемпературного синтеза*

(СВС) [27]. В основе СВС лежит способность высокоэкзотермических реакций к протеканию в режиме самораспространения. Характерная особенность процессов СВС – протекание реакции образования конечного продукта в конденсированной фазе без участия газообразных реагентов (безгазовое горение) [28]. Сущность СВС состоит в том, что после локального инициирования реакции взаимодействия в тонком слое смеси исходных реагентов фронт горения самопроизвольно распространяется по всей системе благодаря теплопередаче от горячих продуктов к ненагретым исходным веществам, в которых также инициируется реакция [29].

В зависимости от агрегатного состояния матрицы сплава различают твердофазный и жидкофазный реакционный синтез. В основе твердофазных методов *in-situ* лежат процессы СВС и реакционного горячего прессования (*reactive hot pressing*) [30]. Способ реакционного горячего прессования объединяет экзотермический синтез композиции и горячее компактирование в пресс-форме [31]. Однако при использовании в качестве матрицы алюминиевых сплавов получение композитов твердофазными методами затруднительно. Это связано с высокой химической активностью алюминия по отношению к кислороду: на поверхности образуется плотная пленка Al_2O_3 , покрывающая частицы алюминиевого порошка. Это приводит к необходимости поиска технологических решений по исключению контакта алюминиевого порошка с кислородом, что усложняет и удорожает технологию получения изделий из композиционных материалов. Кроме того, твердофазные технологии получения композитов и заготовок из них имеют существенные ограничения по форме, массе и размерам получаемых изделий. В этой связи жидкофазные технологии получения композиционных материалов, армированных эндогенными фазами, привлекают все большее внимание исследователей и практиков как в России, так и за рубежом.

Комбинирование традиционных литейно-металлургических методов с процессами СВС эндогенных соединений (жидкофазный реакционный синтез) является новым направлением в разработке технологий получения композиционных материалов. Эффективность использования метода жидкофазного реакционного синтеза обусловлена возможностью варьировать физико-химическую природу и размеры исходных реакционно-активных компонентов порошковых смесей,

вступающих во взаимодействие с расплавом с образованием различной гаммы эндогенных фазовых составляющих в объеме композита, что позволяет получать изотропные композиционные материалы с заданным комплексом функциональных характеристик.

Таким образом, современные тенденции в области композиционных и порошковых материалов свидетельствуют о возрастающем внимании ученых и практикующих специалистов к решению различных проблем, связанных с их получением. Это обусловлено тем, что в настоящее время порошковые материалы и металломатричные композиты становятся одним из наиболее востребованных ресурсов промышленного производства, особенно в высокотехнологичных отраслях. Технологии получения таких материалов – сложные и наукоемкие, что требует от инженерно-технического персонала предприятий-изготовителей владения специальными знаниями и компетенциями.

3. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

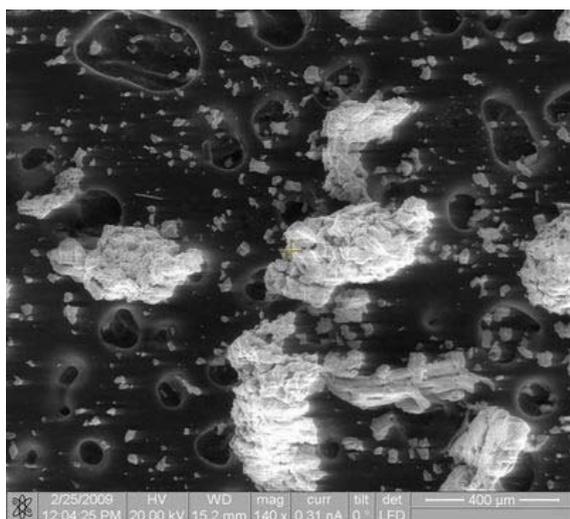
3.1. Изучение основных свойств металлических порошков

Цель работы – освоение методов определения физических и технологических свойств металлических порошков.

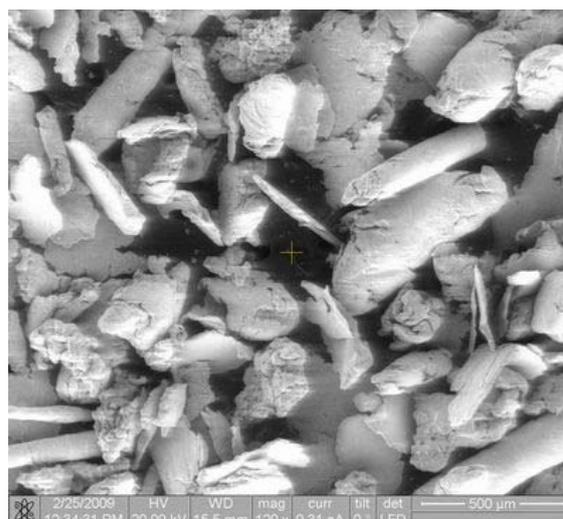
При подготовке к лабораторной работе рекомендуется использовать источники [2, 3].

Общие сведения

Влияние методов получения порошков на их физические свойства можно проследить на примере изменения формы частиц. Так, распыление расплава или диссоциация карбониллов позволяют получать порошкообразные частицы сферической формы. Измельчение в шаровых мельницах приводит к получению частиц осколочной формы. Различия в форме частиц титана, измельченного путем механического дробления и размолотом в пружинной мельнице-активаторе, видны на рис. 8.



а)



б)

Рис. 8. Снимки порошков титана:

а – порошок, измельченный механическим дроблением;

б – порошок, измельченный в пружинной мельнице-активаторе

Форма частиц оказывает влияние на насыпную плотность, пресуемость и формуемость порошка; с ней связана и их поверхностная энергия, возрастающая с увеличением поверхности частиц. Наибольшую прочность при прессовании дают частицы дендритной формы, получаемые путем электролиза. В этом случае наряду с силами сцепления действуют и механические причины, например заклинивание частиц, переплетение выступов и др. Требуемая форма частиц обычно указывается в технических условиях на порошки.

Размер частиц порошка является одним из факторов, определяющим удельное давление при прессовании, необходимое для достижения заданной пористости, а также усадку при спекании и механические свойства спеченных изделий.

Гранулометрическим составом порошка называется количественное содержание частиц в определенных фракциях по отношению к общему количеству порошка. Наиболее простым и распространенным методом определения гранулометрического состава металлических порошков средней и крупной дисперсности (размер частиц 40 мкм и более) является *ситовый анализ*.

В соответствии с ГОСТ 18318 – 94 ситовый анализ проводят путем просеивания порошка через набор сит, установленных по возрастающему размеру ячеек одно над другим. Под нижним ситом поме-

щают обечайку со сплошным дном (поддон). Сетки применяемых сит имеют следующие размеры ячеек в свету: 2500, 1600, 315, 250, 200, 160, 63, 40, мкм.

При проведении анализа взвешенную пробу высыпают на верхнее сито набора и закрывают его крышкой. Набор сит помещают на установку LPzE-3e и включают ее. По окончании просеивания отдельные фракции высыпают из сит, начиная с сита с большим размером ячеек. Содержимое сита осторожно стряхивают на одну сторону и пересыпают на бумагу. Порошок, приставший к сетке, осторожно протирают через нее легкой кистью в следующее сито с меньшими ячейками. Фракцию, высыпанную на бумагу, взвешивают на лабораторных весах с точностью 0,05 г. Операцию повторяют для каждого сита и поддона. Содержание отдельной фракции X , %, вычисляют с точностью до 0,1 % по формуле

$$X = \frac{m_i}{m_0} 100 \%,$$

где m_i и m_0 – массы данной фракции и всей испытываемой пробы соответственно.

По результатам ситового анализа строят гистограмму распределения гранулометрического состава порошка в координатах «номер сита (размер ячейки) – остаток на сите, %».

Благодаря простоте и скорости выполнения ситовый анализ является основным методом контроля гранулометрического состава в порошковой металлургии. Ограничение метода – невозможность его использования для анализа порошков с дисперсностью менее 40 мкм.

Поскольку металлические порошки, получаемые различными способами, могут обладать значительной внутренней пористостью и высокой степенью дефектности кристаллических решеток, фактическая плотность их частиц может отличаться от теоретической. В этой связи определяют *пикнометрическую плотность порошков*.

При этом пробу порошка помещают в тщательно высушенный и взвешенный пикнометр, представляющий собой мерный сосуд с известным объемом. Пикнометр заполняют порошком на 2/3 объема и взвешивают. Оставшийся свободный объем заполняют пикнометрической жидкостью (бензиловый спирт, керосин), которая должна хорошо смачивать порошок и одновременно быть по отношению к нему химически инертной. Пикнометр с жидкостью и порошком

снова взвешивают и определяют пикнометрическую плотность γ по формуле

$$\gamma = \frac{P_2 - P_1}{V - \frac{P_3 - P_2}{\gamma_{\text{ж}}}},$$

где P_1 – масса пикнометра, г; P_2 – масса пикнометра с порошком, г; P_3 – масса пикнометра с порошком и жидкостью, г; V – объем пикнометра, см³; $\gamma_{\text{ж}}$ – плотность пикнометрической жидкости, г/см³.

Оксиды в порошках существенно понижают пикнометрическую плотность. Поскольку нарушение технологических режимов получения или длительное хранение могут привести к изменению содержания кислорода, измерения проводят на каждой партии порошка.

Насыпная плотность – объемная характеристика, которая определяется как масса единицы объема свободно насыпанного порошка. Насыпная плотность зависит от плотности укладки частиц в данном объеме, их формы и размеров. Наличие выступов и неровностей на поверхности частиц затрудняет их взаимное перемещение, поэтому порошок с негладкой поверхностью частиц обладает меньшей насыпной плотностью. С этой же характеристикой порошка тесно связана усадка при спекании: чем меньше насыпная плотность, тем больше усадка.

В соответствии с ГОСТ 19440 – 94 насыпную плотность определяют путем взвешивания количества порошка, который в свободно насыпанном состоянии полностью заполняет емкость известного объема. Свободно насыпанное состояние получают при заполнении емкости с помощью воронки, расположенной над ней на определенном расстоянии. Избыток порошка снимают стеклянной или металлической пластиной, пробу взвешивают и определяют насыпную плотность по следующей формуле:

$$\gamma_{\text{нас}} = \frac{m_2 - m_1}{V}, \text{ г/см}^3,$$

где m_1 – масса емкости, г; m_2 – масса емкости с порошком, г; V – объем емкости, см³. Испытания проводят не менее трех раз и рассчитывают среднее арифметическое.

Текучесть порошка характеризует его способность с определенной скоростью вытекать из отверстий. Основные факторы, от которых

зависит текучесть порошка, – трение и сцепление частиц между собой, затрудняющие их взаимное перемещение. Увеличение шероховатости, усложнение формы частиц и уменьшение их размеров снижают текучесть.

В соответствии с ГОСТ 20899 –98 текучесть определяют числом секунд, за которое $(50 \pm 0,1)$ г порошка проходит через калиброванное отверстие 2,5 мм конусной воронки, установленной на штативе (прибор Холла). Просушенную пробу порошка засыпают в воронку, выходное отверстие которой закрыто. Запускают секундомер, одновременно открыв отверстие, и останавливают его, как только последние частицы порошка выпадут из отверстия. Испытания проводят не менее трех раз и рассчитывают среднее арифметическое значение результатов.

Порядок выполнения работы

1. Определить гранулометрический состав порошков титана, полученных различными способами: механическим дроблением и размолотом в пружинной мельнице-активаторе (по ГОСТ 18318 – 94); построить гистограммы распределения порошков по фракциям.
2. Определить пикнометрическую плотность порошков.
3. Определить насыпную плотность порошков по ГОСТ 19440 – 94.
4. Определить текучесть порошков по ГОСТ 20899 – 98.
5. Сделать выводы о влиянии способа получения порошков на их физические и технологические свойства.

Содержание отчета

1. Цель и порядок выполнения работы.
2. Гистограммы гранулометрического состава порошков.
3. Таблица с результатами замеров физических и технологических свойств порошков.
4. Выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. Что такое гранулометрический состав порошка?
2. С какой целью определяют пикнометрическую плотность порошка?
3. Как влияет окисление порошка на его пикнометрическую плотность? Чем объясняется характер такого влияния?

4. Что такое насыпная плотность?
5. Какие факторы влияют на насыпную плотность порошка?
6. Как влияет размер и форма частиц на текучесть порошка?
7. В чем состоит методика определения текучести порошка на приборе Холла?

3.2. Исследование взаимодействия порошковых реагентов в условиях СВС-процесса

Цель работы – определение температурно-временных параметров СВС-процесса в зависимости от режимов механической активации порошковых реагентов.

При подготовке к лабораторной работе рекомендуется использовать источники [26 – 31].

Общие сведения

Технологический процесс получения материалов путем самораспространяющегося высокотемпературного синтеза основан на проведении экзотермической реакции взаимодействия исходных реагентов в форме горения. Метод СВС отличается низким энергопотреблением, поскольку реакции проходят за счет собственного внутреннего тепловыделения (саморазогрева). Процессу присуща высокая производительность, а получаемые продукты обладают повышенной чистотой.

В настоящее время в производственных условиях методом СВС получают многие классы передовых материалов: абразивы и твердые сплавы, техническую керамику, азотированные ферросплавы и лигатуры, огнеупоры, керметы, материалы с памятью формы, катализаторы и др. Примеры реагирующих систем для СВС неорганических соединений, материалов и изделий приведены ниже [27].

Синтез карбидов



Синтез боридов





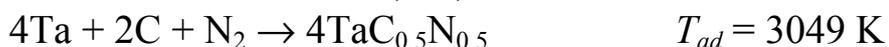
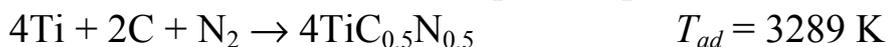
Синтез силицидов



Синтез фосфидов



Синтез карбонитридов



Синтез интерметаллидов



Адиабатическая температура горения T_{ad} (температура горения в адиабатических условиях, т.е. при отсутствии тепловых потерь в окружающую среду), химический и фазовый состав продуктов реакций зависят от соотношения реагентов в исходной шихте, их начальной температуры, величины реакционного объема и давления окружающей газовой среды. Простейшие оценочные расчеты адиабатической температуры можно выполнить по формуле

$$T_{ad} = T_0 + \frac{Q}{c},$$

где T_0 – начальная температура исходной смеси порошковых реагентов, К; Q – тепловой эффект химической реакции, Дж; c – теплоемкость продуктов реакции, усредненная по температурному диапазону $T_0 - T_{ad}$, Дж/моль·К.

Расчет необходимого количества исходных компонентов порошковой СВС-шихты осуществляется по стехиометрическим соотношениям. Число молей (количество вещества) исходных реагентов и продуктов реакции пропорционально стехиометрическим коэффици-

ентам в уравнении химической реакции. Массовое и молярное количество вещества связаны следующим образом:

$$n_i = \frac{m_i}{M_i},$$

$$m_i = n_i M_i,$$

где n_i – количество i -го компонента, моль; m_i – масса i -го компонента, г; M_i – молярная масса i -го компонента, г/моль.

Среди известных методов инициации твердофазного взаимодействия в порошковых смесях следует выделить методы механической и термической активации химических реакций. В процессе механической активации порошков в высокоэнергонапряженных мельницах увеличивается число и площадь контактов между компонентами, происходит диспергирование частиц и образование в них различных структурных дефектов, что в итоге повышает реакционную способность порошковой смеси и тепловыделение во время СВС-реакции. Схема активации порошков в шаровой мельнице показана на рис. 9.

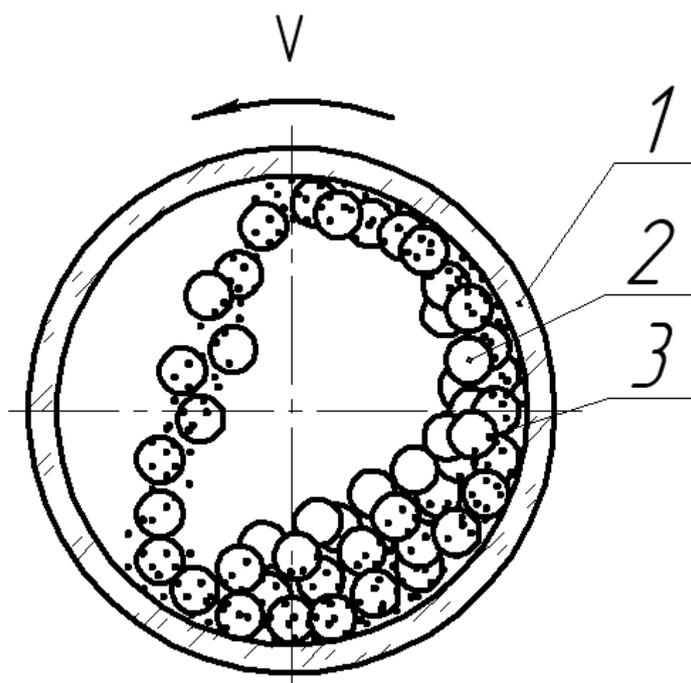


Рис. 9. Схема перемешивания и активации компонентов в шаровой мельнице: 1 – размольный стакан; 2 – мелющие шары; 3 – порошковые компоненты

Эффективность механической активации в шаровой мельнице определяется такими параметрами, как скорость вращения, время активации, размер шаров, соотношение массы шаров и порошка, а также объем, заполняемый шарами.

При локальном инициировании экзотермической реакции в механоактивированной порошковой смеси (термическая активация реакции) фронт горения распространяется по объему брикета в самопроизвольном режиме благодаря теплопередаче от горячих продуктов реакции к исходным веществам в соседних слоях смеси, в которых за счет этого также инициируется реакция. Следует отметить, что механическая активация, вызванная высокоэнергетическим перемешиванием, может существенно снижать температуру, требуемую для инициирования реакции. Таким образом, механическая активация при СВС выступает как промежуточный этап, необходимый для повышения кинетики реакции в течение последующей термической инициации реакционного синтеза в режиме самораспространения.

В качестве примера можно привести проведенные авторами работы по оценке влияния механоактивации на реакционную активность порошковых СВС-смесей системы Al-TiO₂-B-Ti-SiC, используемых в качестве *прекурсоров* (соединений-предшественников) при получении алюмоматричных композиционных материалов жидкофазными методами. Термографический анализ реакционной активности смесей позволил определить температурные параметры экзотермических реакций в исследуемой системе при различных способах подготовки порошков. Так, при подготовке смеси в шаровой мельнице температура инициации реакционного взаимодействия составляет 740 °С, а максимальная температура процесса достигает 1610 °С. Активация смеси в пружинной мельнице позволила снизить температуру начала реакции до 710 °С и поднять максимальную температуру до 1800 °С. Высокий экзотермический эффект при взаимодействии порошковых прекурсоров способствует улучшению смачивания экзогенных керамических частиц в условиях жидкофазной технологии получения алюмоматричных композитов.

На рис. 10 приведены снимки внутреннего строения исходного и прореагировавшего брикетов, полученные с помощью рентгеновской установки с функцией компьютерной томографии *phoenix nanome|x 180* в Центре технологий контроля ООО «Остек-СМТ».

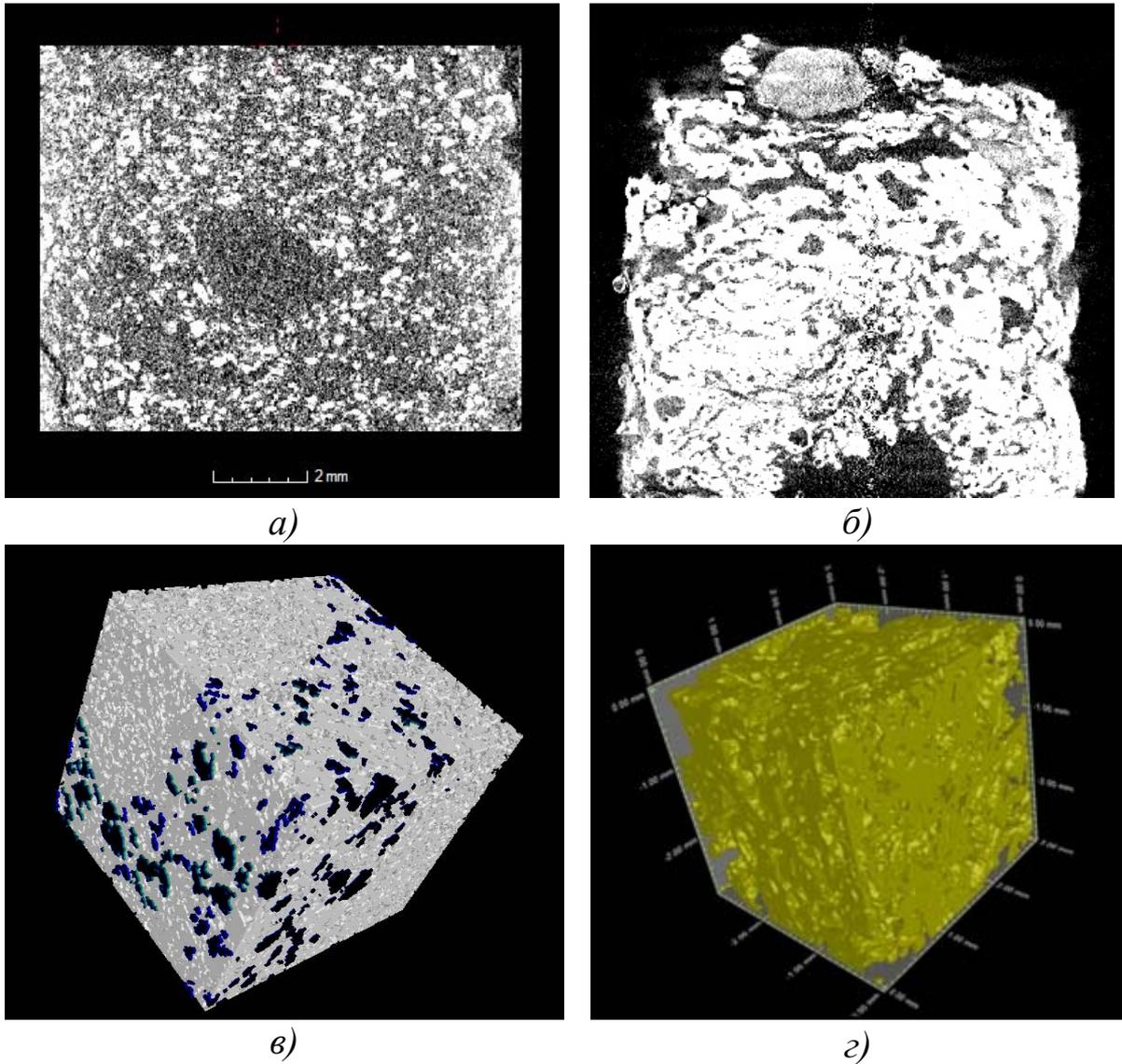


Рис. 10. Томографические изображения внутреннего строения порошкового брикета системы Al-TiO₂-B-Ti-SiC до (а, в) и после (б, г) проведения реакционного синтеза

Методом *термографии* (термографического анализа) называют метод физико-химического анализа, основанный на измерении температуры системы в процессе нагрева или охлаждения. Фиксация экзотермических и эндотермических эффектов на термограммах (кривые «температура – время») позволяет судить о наличии и интенсивности химического взаимодействия компонентов системы.

Для оценки влияния механической и термической активации на интенсивность реакционного синтеза снимают термограммы процесса объемного нагрева брикетов из механоактивированных порошковых

смесей до температуры инициации экзотермической реакции горения. В прессованном брикете высверливается отверстие, в которое устанавливается термопара ВР 5/20 ГОСТ Р 8.585 – 2001. Регистрация температуры и запись термограмм осуществляется с помощью электронного потенциометра КСП-4.

Определение качественного и количественного фазового состава продуктов взаимодействия в порошковых смесях при выполнении настоящей лабораторной работы осуществляется с применением рентгеновского дифрактометра D8 ADVANCE.

Порядок выполнения работы

1. Рассчитать по стехиометрическим соотношениям необходимое количество компонентов исходной порошковой СВС-смеси и теоретическое значение адиабатической температуры горения.
2. Подготовить три навески порошковой смеси массой по 5 г.
3. Изменяя время механической активации в шаровой мельнице, получить опытные смеси и спрессовать их в брикеты.
4. Снять термограммы разогрева брикетированных СВС-смесей.
5. Провести рентгенофазовый анализ продуктов реакций с помощью дифрактометра D8 ADVANCE и объяснить полученные результаты.

Содержание отчета

1. Цель и порядок выполнения работы.
2. Расчет СВС-шихты и адиабатической температуры горения.
3. Термограммы разогрева брикетированных СВС-смесей.
4. Результаты рентгенофазового анализа продуктов реакций, включающие в себя рентгенограммы с указанием идентифицированных фаз.
5. Выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. Что такое самораспространяющийся высокотемпературный синтез?
2. Каковы преимущества метода СВС?
3. Какие виды материалов можно получить методом СВС?
4. Приведите примеры систем, в которых возможно осуществление СВС-процесса.

5. От каких факторов зависит адиабатическая температура горения?
6. Как рассчитать адиабатическую температуру горения?
7. Что такое термографический анализ?
8. Как механическая активация влияет на реакционную способность порошковых СВС-смесей?

3.3. Получение композиционных материалов методом механического замешивания

Цель работы – ознакомление с технологией получения композиционных материалов путем механического замешивания дисперсных тугоплавких частиц в матричный расплав.

При подготовке к лабораторной работе рекомендуется использовать источники [7 – 19, 24, 32, 33].

Общие сведения

Одно из направлений работы в области создания композиционных материалов – армирование матричных сплавов дисперсной фазой в виде частиц оксидов, нитридов, карбидов, боридов и тугоплавких металлов. Из всех жидкофазных способов получения таких материалов наибольшее распространение в настоящее время получило механическое замешивание, основанное на введении указанных тугоплавких дисперсных частиц размерами 1 – 400 мкм в жидкометаллическую ванну с одновременным интенсивным перемешиванием с помощью специальных устройств.

Свойства литых композиций, армированных тугоплавкими частицами, определяются не только природой, объемной долей и формой частиц и их взаимодействием с матрицей, но и такими технологическими факторами, как режимы замешивания, соотношение объемов твердой и жидкой фаз в процессе замешивания, способ подготовки частиц перед вводом в расплав, условия кристаллизации композиционного материала и пр. Опыт показывает, что одно из основных условий получения литых композиционных материалов – обеспечение смачивания матричным расплавом вводимой дисперсной фазы. Для улучшения смачиваемости повышают температуру расплава и армирующих частиц, легируют матрицу поверхностно-активными до-

бавками, проводят предварительную термическую обработку и механическую активацию частиц.

Установка УПКМ-3 для получения литых композиционных материалов способом механического замешивания состоит из четырех основных частей (рис. 11): электропечи сопротивления, газо-механического дозатора, замешивающего устройства и станины с направляющими опорами. Установка позволяет получать композиты на основе матричных сплавов с температурой плавления до 1000 °С.

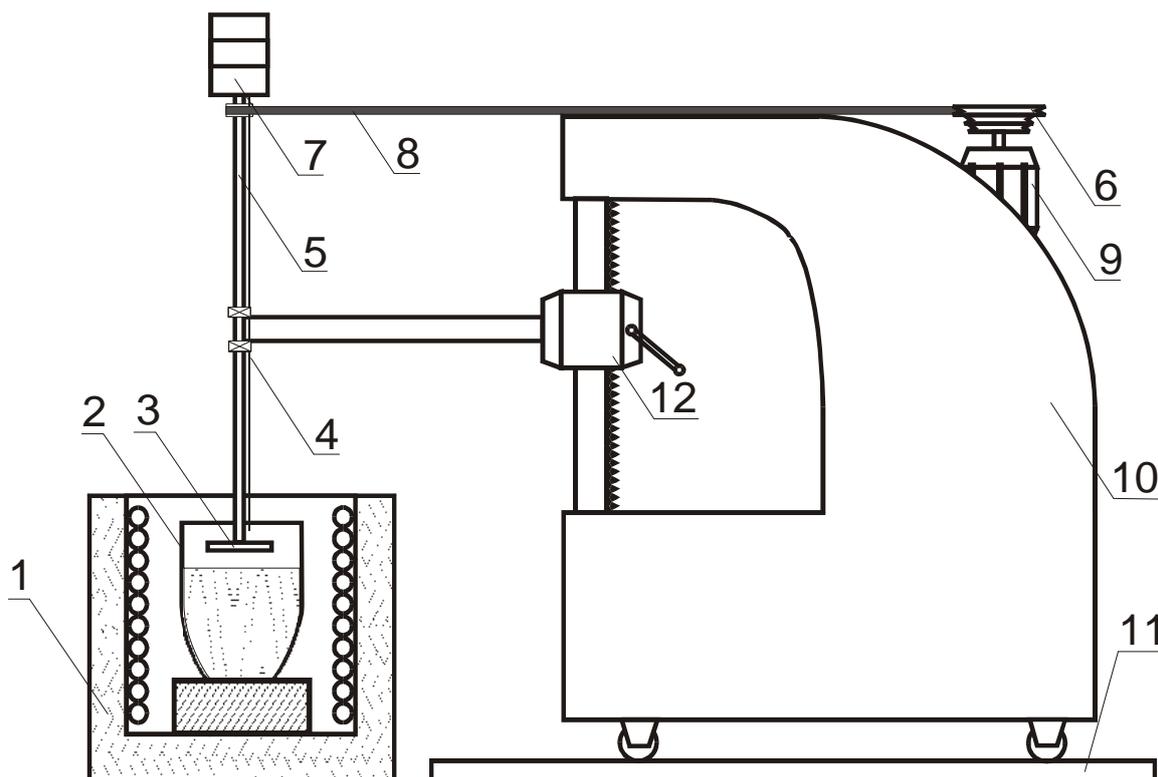


Рис. 11. Схема установки УПКМ-3 для получения композиционных материалов способом механического замешивания

Электрическая печь сопротивления шахтного типа с автоматическим регулированием температуры 1 рассчитана на плавку 8 – 10 кг алюминия или его сплавов. Плавление происходит в выемном графито-шамотном тигле 2.

Для равномерной дозированной подачи армирующей фазы в струе инертного газа или сжатого воздуха используется дозатор 7, благодаря которому обеспечивается плавное регулирование расхода порошка в широких пределах (от 10 до 100 г/мин). Порошок поступает в расплав по воздуховоду 4.

Рабочим органом замешивающего устройства является дисковый импеллер 3, закрепленный на валу 5. Импеллер изготовлен из титанового сплава и покрыт оксикарбонитридным слоем, образующимся при высокотемпературной термодиффузионной обработке. Это обеспечивает его стойкость при высоких температурах в контакте с активным металлом. Вал импеллера посредством клиноременной передачи 8 соединен с трехступенчатым шкивом 6, который, в свою очередь, находится на валу электродвигателя 9. Обороты импеллера регулируются в пределах $2500 - 5600 \text{ мин}^{-1}$.

Станина 10 служит для крепления к ней всех деталей и узлов установки, а направляющие опоры 11 – для перемещения установки к печи и от нее, они позволяют центрировать вал импеллера относительно тигля. Подъемное устройство 12 предназначено для осуществления вертикального перемещения вала импеллера, что позволяет опустить последний в расплав на необходимую глубину. Температура расплава контролируется и регистрируется в течение всего времени замешивания дисперсной твердой фазы на электронном потенциометре КСП-4 с точностью $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

Технология получения композиционных материалов способом механического замешивания заключается в следующем. В алюминиевый расплав, предварительно нагретый до температуры $720 - 740 \text{ }^\circ\text{C}$ и рафинированный, помещают импеллер, не доводя его до дна тигля на $30 - 50 \text{ мм}$, чтобы обеспечить перемешивание всего объема расплава. Затем импеллер приводят в движение с заданной скоростью вращения. Перемешивающее устройство позволяет снизить влияние сил поверхностного натяжения расплава матрицы на процесс ввода армирующей фазы, а также предотвращает седиментационные процессы в композиционных материалах.

Порошок карбида кремния из дозатора с заданным расходом $30 - 50 \text{ г/мин}$ по воздуховоду поступает на вращающийся импеллер и за счет центробежных сил замешивается в расплав. Увеличение количества порошка, подаваемого в единицу времени, приводит к комкованию частиц, а следовательно, к ухудшению смачиваемости и образованию конгломератов. При уменьшении подачи порошка возрастает время перемешивания и снижается усвоение частиц, так как они вытесняются из расплава под действием центробежных сил. По окончании ввода частиц композит продолжают перемешивать $30 - 40 \text{ с}$ для

более равномерного распределения наполнителя, после чего импеллер останавливают и извлекают из расплава.

Один из наиболее важных параметров технологического процесса получения композиционных материалов способом механического замешивания – скорость вращения импеллера. Чрезмерно высокие скорости вращения приводят к интенсивному пенообразованию и газонасыщению расплава, а также увеличивают риск выброса расплава из тигля. При низких скоростях замешивания частицы в момент ввода группируются в конгломераты, которые впоследствии сохраняются в расплаве. В итоге композиционный материал приобретает неоднородную структуру и соответственно низкие механические свойства. Расчет скорости вращения импеллера осуществляют по эмпирической формуле

$$n = \frac{2,343 \Delta\rho^{0,315} \sigma^{0,602} H \eta_c^{0,167}}{\rho_s^{1,084} d_s^{0,751} h D^{0,914} d^{0,289}},$$

где $\Delta\rho$ – разность плотностей дисперсионной среды и дисперсной фазы, кг/м³;

σ – поверхностное натяжение, Дж/м²;

H – высота расплава в тигле, м;

η_c – вязкость дисперсионной среды, Па·с;

ρ_s – плотность дисперсной твердой фазы, кг/м³;

d_s – дисперсность твердой фазы, м;

h – высота расположения мешалки-активатора от дна тигля, м;

D – диаметр тигля, м;

d – диаметр мешалки-активатора, м.

Рассчитаем обороты импеллера по приведенной формуле при условии использования в качестве армирующей фазы порошка SiC размером 28 мкм.

$$n = \frac{2,343(3200 - 2345)^{0,315} \cdot 0,489^{0,602} \cdot 0,2(2 \cdot 10^{-3})^{0,167}}{3200^{1,084} (28 \cdot 10^{-6})^{0,751} \cdot 0,04 \cdot 0,23^{0,914} \cdot 0,16^{0,289}} = 61,1 \text{ с}^{-1} = 3665 \text{ об / мин.}$$

Здесь плотность дисперсной твердой фазы $\rho_s = 3200$ кг/м³; плотность дисперсионной среды $\rho_c = 2345$ кг/м³; $\sigma = 0,489$ Дж/м²; высота расплава в тигле $H = 0,2$ м; $\eta_c = 2 \cdot 10^{-3}$ Па·с; дисперсность частиц твердой фазы $d_s = 28 \cdot 10^{-6}$ м; высота расположения мешалки-активатора от дна тигля $h = 0,04$ м; диаметр тигля $D = 0,23$ м; диаметр мешалки-активатора $d = 0,16$ м.

В некоторых случаях при выплавке композиционного материала в литейном цехе в качестве шихты может быть использована концентрированная композиционная лигатура, полученная введением 15 – 20 % частиц карбида кремния с добавками титана в алюминиевый расплав в процессе его активного механического перемешивания с последующей разливкой её в пресс-формы и кристаллизацией под давлением (до 150 МПа). Последнее обеспечивает более полную пропитку порошкообразного материала, лучшую смачиваемость и более высокую адгезию на межфазных границах, а также более равномерное распределение частиц по объему композита. Затем композиционная лигатура разбавляется в алюминиевом сплаве до требуемой концентрации армирующей фазы в композите (например 3 – 5. %).

Механическое замешивание частиц в расплав – один из наиболее простых и универсальных способов, который обеспечивает технологичность и позволяет вводить широкую гамму частиц как по составу, так и по количеству. К недостаткам этого метода получения композитов следует отнести повышенное газонасыщение и окисление сплавов в процессе перемешивания, а также неконтролируемое замешивание в расплав оксидных плен. Частично эти недостатки можно устранить рафинированием и дегазацией композита. Повышение плотности литья достигается за счет применения давления при кристаллизации. Но радикальная мера борьбы с этими недостатками – получение и разливка композитов в вакууме.

Порядок выполнения работы

1. Изучить конструкцию и принцип действия установки для получения композиционных материалов способом механического замешивания.
2. Рассчитать теоретическое значение скорости замешивания армирующих частиц в расплав.
3. Приготовить композиционные материалы при различных режимах вращения импеллера и отлить опытные образцы.
4. При помощи лабораторной установки для шлифования и полировки металлографических образцов Полилаб П22М изготовить шлифы.

5. Изучить структуру полученных образцов с помощью оптического микроскопа Nikon Epihot 200 и сделать выводы о влиянии скорости замешивания на процессы структурообразования в композиционных материалах.

Содержание отчета

1. Цель и порядок выполнения работы.
2. Краткое описание технологии получения композиционных материалов способом механического замешивания.
3. Схема установки механического замешивания с указанием основных узлов.
4. Расчет скорости вращения импеллера.
5. Снимки структуры композиционных материалов, полученных при различных режимах замешивания.
6. Выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. В чем состоит назначение и какова область применения способа механического замешивания порошкообразных частиц в металлические расплавы?
2. От каких факторов зависят свойства литых композиционных материалов, полученных путем механического замешивания?
3. Как скорость вращения импеллера влияет на структуру и свойства получаемых композиционных материалов?
4. Каковы основные конструктивные узлы установки механического замешивания?
5. Каковы основные этапы технологии получения композиционных материалов путем механического замешивания?
6. Каковы преимущества и недостатки способа механического замешивания?

3.4. Получение композиционных материалов методом жидкофазного реакционного синтеза

Цель работы – ознакомление с технологией получения композиционных материалов методом жидкофазного реакционного синтеза.

При подготовке к лабораторной работе рекомендуется использовать источники [24 – 27, 34 – 36].

Общие сведения

В последние годы активно ведутся исследования по разработке таких жидкофазных технологий получения композиционных материалов, в которых армирование матрицы осуществляется не вводом экзогенных частиц извне, а за счет синтеза эндогенных фаз непосредственно в объеме матричного сплава при протекании контролируемых химических реакций между предварительно введенными компонентами. Одно из новых направлений в области получения эндогенно-армированных композиционных материалов – *жидкофазный реакционный синтез*, представляющий собой комбинацию литейных технологий и процессов порошковой металлургии и СВС. На практике этот способ реализуется путем ввода брикетированных порошкообразных прекурсоров в матричный расплав.

Научную основу выбора армирующих компонентов, используемых при получении металлматричных композиционных материалов методом жидкофазного реакционного синтеза, составляют экспериментальные данные о характере взаимодействия порошковых прекурсоров с матричным расплавом. Для получения композиционных материалов методами эндогенного армирования с применением жидкофазного СВС-процесса к настоящему времени успешно опробованы такие системы, как Al-Ti, Al-Ni, Al-Zr, Al-Ti-B, Al-Ti-C, Al-Ti-B₄C, Al-Zr-O, Al-ZrO₂-B, Al-TiO₂-B, Al-TiO₂-C, Al-TiO₂-B₂O₃ и др. Результатом взаимодействия порошковых прекурсоров между собой и с матричным расплавом является образование новых эндогенных армирующих фаз Al₃Ti, Al₃Ni, Al₃Zr, TiB₂, TiC, ZrO₂, ZrB₂, Al₂O₃ и др. От экзогенных эти фазовые составляющие отличаются высокой термодинамической стабильностью, отсутствием загрязнений на межфазных границах, хорошей адгезионной связью с матричным сплавом, что предопределяет возможность достижения более высокого уровня физико-механических и эксплуатационных свойств литых изделий.

Прогнозирование характера взаимодействия компонентов при получении композиционных материалов возможно на основе использования расчетно-аналитических методов химической термодинамики. Для большинства прикладных задач наиболее приемлем расчет термодинамических характеристик по методу Темкина – Шварцмана,

в котором используются табличные данные для температурных функций. В качестве критерия, позволяющего решить вопрос о направлении протекания реакции, применяют изобарно-изотермический потенциал системы ΔG (свободная энергия Гиббса). Расчетная форма уравнения для изобарно-изотермического потенциала, полученная М. И. Темкиным и Л. А. Шварцманом, имеет следующий вид [36]:

$$\frac{\Delta G_T^0}{T} = \frac{\Delta H_{298}^0}{T} - \Delta S_{298}^0 - (\Delta C_0 M_0 + \Delta C_1 M_1 + \Delta C_2 M_2 + \Delta C_{-2} M_{-2}),$$

где ΔH_{298}^0 – изменение энтальпии при реакции;

ΔS_{298}^0 – изменение энтропии системы в стандартных условиях;

$\Delta C_0, \Delta C_1, \Delta C_2, \Delta C_{-2}$ – изменения коэффициентов теплоемкостей участников реакции;

M_0, M_1, M_2 и M_{-2} – температурные функции, значения которых для заданной температуры можно вычислить по следующим формулам:

$$M_0 = \ln \frac{T}{298,16} + \frac{298,16}{T} - 1;$$

$$M_1 = \frac{1}{2T} (T - 298,16)^2;$$

$$M_2 = \frac{T^2}{6} + \frac{298,16^2}{3T} - \frac{298,16^2}{2};$$

$$M_{-2} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{298,16} - \frac{1}{T} \right)^2.$$

Между изменением стандартного изобарно-изотермического потенциала при реакции и ее константой равновесия K существует известное соотношение

$$\Delta G_T^0 = -4,575T \lg K.$$

Выполнение серий термодинамических расчетов по приведенной методике для различных реакций позволяет установить вероятность образования заданных армирующих фаз и более обоснованно подойти к выбору компонентов композиционных материалов.

Основная задача при получении композиционных материалов методом жидкофазного реакционного синтеза – формирование эндогенных армирующих фаз заданного состава и размеров. Управление

процессами структурообразования композитов в условиях протекания СВС-процесса в матричном расплаве возможно за счет рационального выбора фракционного состава, морфологических характеристик и долевого содержания армирующих частиц, температуры расплава при вводе брикетированных прекурсоров и времени выдержки композита перед разливкой, теплофизических условий процесса кристаллизации композиционного материала и др.

Технологический процесс жидкофазного реакционного синтеза включает в себя механическую активацию исходных порошковых компонентов, их брикетирование и ввод в металлический расплав, выдержку композиции для протекания процессов взаимодействия и разливку в литейную форму (рис. 12, 13). Характер протекания жидкофазного СВС-процесса и особенности взаимодействия компонентов определяют наличие це-

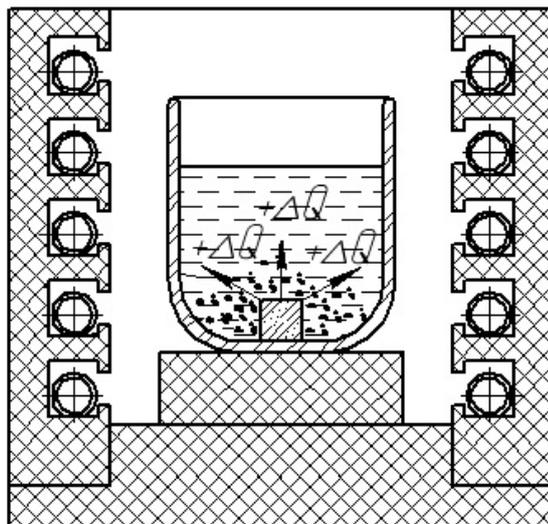


Рис. 12. Схема получения композиционных материалов методом жидкофазного реакционного синтеза

лого ряда факторов, влияющих на получение качественных литейных композиционных материалов, в их числе: состав, дисперсность, морфология исходных порошков и условия их подготовки; режимы механической активации и прессования исходных композиционных смесей; температурно-временные режимы жидкофазного совмещения порошковых брикетов и матричного расплава; внешние воздействия на жидкий и кристаллизующийся расплав и др. Учет этих факторов и закономерностей открывает широкие возможности для прогнозирования и целенаправленного регулирования свойств получаемых композиционных материалов, позволяя создавать в зависимости от предъявляемых требований жаростойкие, высокодемпфирующие, электротехнические, антифрикционные или фрикционные материалы.

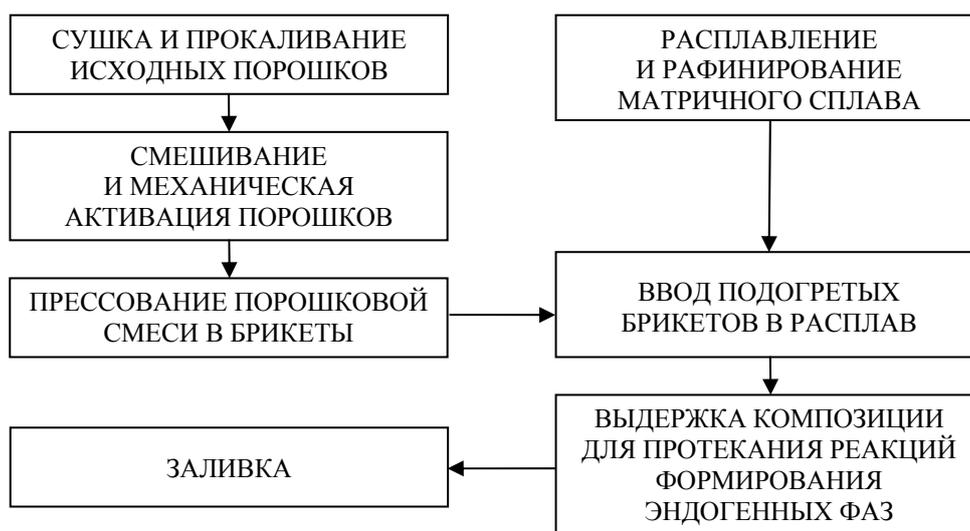


Рис. 13. Основные этапы технологического процесса получения композиционных материалов методом жидкофазного реакционного синтеза

Важное преимущество жидкофазного реакционного синтеза – возможность комбинирования эндогенного и экзогенного армирования матричного сплава частицами различной природы и размеров. Композиционные материалы, получаемые в таких процессах, обладают двумя уровнями армирования матрицы, т.е. содержат эндогенные армирующие фазы, образующиеся при протекании реакций между компонентами-прекурсорами в матричном расплаве, и экзогенные частицы, условия для смачивания и усвоения которых создаются при протекании экзотермических реакций синтеза эндогенных фаз. Такой подход позволяет существенно расширить потенциальные возможности сплавов с точки зрения формирования заданных свойств и обеспечить более высокую эффективность их применения.

Для успешного проведения реакционного синтеза необходимо выполнить термическую обработку исходных порошков с целью удаления адсорбированной влаги и активации поверхности частиц. Металлические порошки просушивают в сушильном шкафу при температуре 100 – 120 °С в течение 1 – 1,5 ч, керамические порошки прокалывают при температуре 650 – 700 °С в течение 1,5 – 2 ч.

Подготовленные порошки, дозированные в соответствии со стехиометрическим составом синтезируемых дисперсных фаз (см. лабораторную работу 3.2), загружают в шаровую мельницу или атритор и

подвергают механической активации в течение 30 – 60 мин, затем прессуют в брикеты. Ввод компонентов в виде компактных брикетов позволяет исключить сильную окисляемость порошков и облегчает их усвоение расплавом. Для их изготовления используют ручной или промышленный гидравлический пресс с манометром. Давление прессования должно обеспечивать необходимую прочность брикетов для исключения их разрушения при вводе в расплав и, как правило, составляет 100 – 130 МПа при остаточной пористости 30 – 40 %. Применение более низких давлений не дает необходимой транспортной прочности брикетов, вызывает повышенную осыпаемость и неизбежные потери порошковых компонентов при вводе брикетов в расплав. При более высоком давлении прессования возможно снижение или полная потеря реакционной способности брикетов.

Прессованные порошковые брикеты подогревают до 100 – 120 °С и вводят в матричный алюминиевый расплав, перегретый до 770 – 950 °С в зависимости от состава получаемого материала. Увеличение температуры расплава при вводе брикетов приводит к росту средних размеров эндогенных армирующих фаз, повышенному окислению расплава и интенсивной деградации армирующей фазы, что негативно влияет на механические и эксплуатационные свойства изделий из композиционных материалов. Ввод при температурах ниже рекомендуемых не обеспечивает полного протекания реакций синтеза эндогенных фаз; в структуре литых заготовок присутствуют частицы непрореагировавших прекурсоров. Температура расплава контролируется и регистрируется в течение всего времени эксперимента на электронном потенциометре КСП-4, работающем в комплекте с термопарой ХА (ГОСТ Р 8.585 – 2001).

После ввода брикетов расплав выдерживают в зависимости от состава композиции в течение 15 – 30 мин для завершения протекания реакций синтеза эндогенных армирующих фаз, затем перемешивают для устранения структурной неоднородности и разливают. Разливка сплава до истечения указанного времени выдержки нежелательна, поскольку при этом в структуре материала могут присутствовать непрореагировавшие компоненты брикетов. Увеличение длительности выдержки композиционного расплава до разливки способствует более глубокому реакционному взаимодействию исходных компонентов, однако это может привести к росту эндогенных фаз до

крупных размеров, что в конечном итоге может оказать негативное влияние на свойства готового композита.

Рекомендуемые технологические режимы получения композиционных материалов различных систем приведены в таблице.

Системы композиционных материалов и технологические режимы жидкофазного реакционного синтеза

Система	Соотношение компонентов порошковой смеси	Время механической активации, мин	Температура ввода, °С	Время выдержки до разливки, мин
Al-Ti	3 : 1	30 – 40	770 – 790	25 – 30
Al-Ti-C	3 : 1 : 1	30 – 40	930 – 950	10 – 15
Al-Ti-B	3 : 2 : 2	30 – 40	850 – 870	10 – 15
Al-Ti-B ₄ C	1,6 : 3 : 1	60 – 80	800 – 830	15 – 20
Al-TiO ₂ -B	1,7 : 3,7 : 1	30 – 40	850 – 870	15 – 20
Al-TiO ₂ -C	3 : 6,7 : 1	30 – 40	850 – 870	15 – 20

Порядок выполнения работы

1. Изготовить исходные порошковые брикеты и получить методом жидкофазного реакционного синтеза композиционные материалы различных составов (см. таблицу).

2. Снять термограммы изменения температуры расплава при вводе порошковых композиционных брикетов.

3. Залить образцы композиционных материалов для исследования структуры.

4. При помощи лабораторной установки для шлифования и полировки металлографических образцов Полилаб П22М изготовить шлифы.

5. Изучить структуру полученных образцов с помощью оптического микроскопа Nikon Epihot 200.

6. Измерить твердость образцов композиционных материалов различных составов и полученные данные занести в таблицу.

Содержание отчета

1. Цель и порядок выполнения работы.
2. Схема экспериментальной установки.

3. Краткое описание технологии получения композиционных материалов методом реакционного синтеза.

4. Термограмма изменения температуры расплава в процессе реакционного синтеза.

5. Структуры образцов матричного сплава и композиционных материалов на его основе.

6. Таблица с результатами замеров твердости материалов.

7. Выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. Какие процессы лежат в основе твердофазного реакционного синтеза?

2. Какие технологические приёмы могут быть использованы для реализации жидкофазного реакционного синтеза?

3. Как осуществляется выбор исходных компонентов для получения композиционных материалов путем жидкофазного реакционного синтеза?

4. Какие этапы включает в себя технология получения композиционных материалов путем ввода в расплав реакционно-активных брикетов?

5. Каковы преимущества и недостатки жидкофазного реакционного синтеза?

6. Какие факторы влияют на процессы структурообразования при получении композиционных материалов путем жидкофазного реакционного синтеза?

3.5. Получение градиентных композиционных материалов методом центробежного литья

Цель работы – ознакомление с технологией получения градиентных композиционных материалов и исследование закономерностей формирования их структуры в зависимости от технологических режимов центробежного литья.

При подготовке к лабораторной работе рекомендуется использовать источники [37, 38].

Общие сведения

При изготовлении изделий из изотропных объемно-армированных композиционных материалов возникает ряд проблем, связанных с тем, что с повышением концентрации частиц существенно ухудшаются технологические и механические свойства: обрабатываемость резанием и давлением, пластические свойства материала и жидкотекучесть композиции.

В последние годы получил развитие новый класс композиционных материалов – функционально-армированные, или *градиентные композиционные материалы* (ГКМ). При использовании ГКМ такие специальные свойства, как высокая твердость, износостойкость, повышенная ударная вязкость, уменьшенная склонность к трещинообразованию, низкий коэффициент термического расширения, могут быть получены в заданных локальных зонах изделия.

Создание ГКМ может осуществляться методами порошковой металлургии, путем пропитки матрицы с градиентной пористостью жидким металлом, путем термической и термохимической обработки поверхности, путем нанесения пленок и покрытий.

Одним из уникальных способов создания литых заготовок с градиентной структурой, у которых за счет регулируемого осаждения частиц в жидкометаллической суспензии могут быть организованы поверхностные зоны с повышенной концентрацией армирующих частиц, является центробежное литье. Использование методов центробежного литья для получения анизотропных слоистых и градиентных композиционных материалов – решение многих проблем литья композиций и получения отливок с заданной структурой и свойствами. Кроме того, применение ГКМ вместо объемно-армированных композиционных материалов позволяет существенно уменьшить себестоимость продукции (в отдельных случаях до 30 %), так как исключаются затраты на производство изотропных изделий, обладающих свойствами, необходимыми только в поверхностных рабочих слоях.

Толщина, относительное расположение и плотность градиентного слоя определяются температурой расплава, его вязкостью, скоростью охлаждения, удельным весом частиц и матричного сплава, размером и формой армирующих частиц и поверхностным натяжением на границе «матрица – частица». Известно, что для получения плотных отливок центробежным способом необходимо обеспечить строго

направленную кристаллизацию расплава за счет усиленного отвода тепла стенками формы и минимально низкой температуры заливки. Однако при низкой температуре металла и формы и, соответственно, повышенной вязкости расплава сегрегация частиц для формирования градиентных слоев может быть затруднена. Скорость всплывания (осаждения) частиц в жидкости напрямую зависит от разности плотностей сплава и частицы, и чем больше эта разница, тем быстрее будет происходить расслоение суспензии в поле действия центробежных сил. Твердые дисперсные частицы, имеющие плотность ρ_P большую, чем у матричного сплава ($\Delta\rho = \rho_P - \rho_L > 0$), перемещаются к стенке изложницы (рис. 14), менее плотные ($\Delta\rho < 0$) – к оси вращения, на свободную поверхность отливки. Поэтому следует ожидать, что регулируемое перемещение частиц дисперсной фазы в жидкометаллической суспензии под действием центробежных сил и создание в композиционном материале зон повышенной концентрации армирующих компонентов с различными теплофизическими характеристиками будут способствовать формированию в этих зонах новых микроструктур и, соответственно, новых свойств.

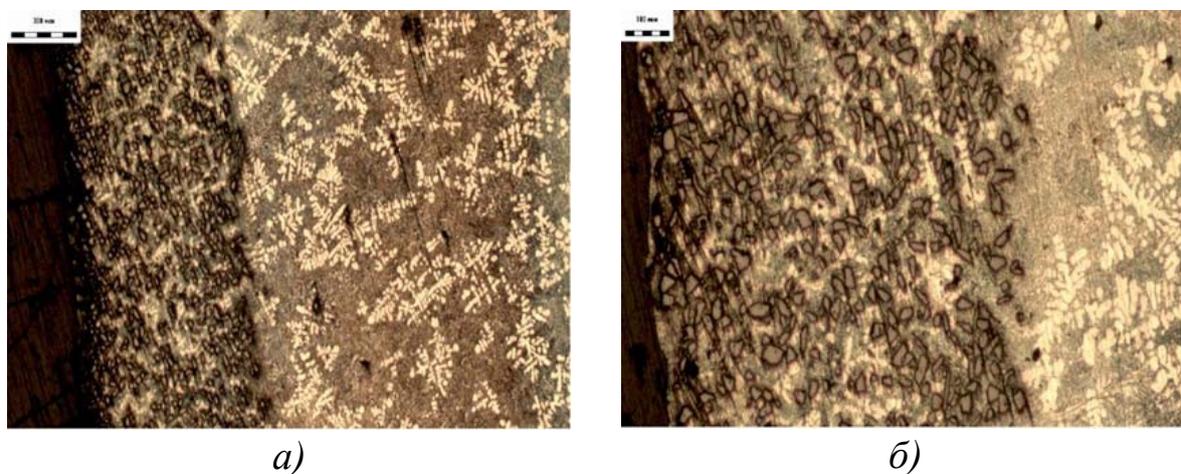


Рис. 14. Структура градиентных композиционных материалов АК12 + 5 % SiC при увеличении $\times 50$ (а) и $\times 100$ (б)

Одним из важнейших технологических факторов при центробежном литье, влияющим на сегрегационные процессы, является *гравитационный коэффициент* K , показывающий, во сколько раз утяжеляются все компоненты сплава в поле действия центробежных сил. Для получения плотной отливки из силуминов, кристаллизующихся в

определенном интервале температур, минимально необходимый гравитационный коэффициент на свободной поверхности должен быть в пределах 80 – 120, а для сплавов эвтектического состава – 30 – 50.

Математическое описание перемещения и распределения армирующих частиц под действием центробежной силы при получении ГКМ представлено авторами в работе [37]. Объемную долю частиц в композитном слое V_S определяют по следующей формуле:

$$V_S = V_L \left(1 + \frac{v_S}{R} \right) e^{-\frac{v_S t}{r}},$$

где V_L – объемная доля частиц в исходном композиционном расплаве;

v_S – радиальная скорость движения частицы в расплаве, м/с;

R – скорость кристаллизации, м/с;

r – радиальная координата, м;

t – время кристаллизации, с, $t = (r_m - r) / R$;

r_m – внутренний радиус центробежной изложницы, м.

Радиальная скорость движения частиц в расплаве может быть рассчитана по закону Стокса при допущении, что частицы имеют сферическую форму и движение расплава ламинарное:

$$v_S = \frac{d^2 \Delta \rho}{18 \eta} \omega^2 r,$$

где d – диаметр частицы, м;

$\Delta \rho$ – разность плотностей твердой и жидкой фаз, кг/м³;

η – динамическая вязкость расплава, Па·с;

ω – угловая скорость, с⁻¹.

При выполнении расчетов рекомендуется принять плотность частиц SiC $\rho_P = 3210$ кг/м³, плотность матричного расплава $\rho_L = 2360$ кг/м³ (при 750 °С), скорость кристаллизации $R = 1,5 \cdot 10^{-2}$ м/с. Динамическая вязкость сплава АК12 при различных температурах может быть рассчитана по следующей эмпирической зависимости [38]:

$$\eta = 0,2356 \exp\left(\frac{9316,4853}{RT}\right) \cdot \text{мПа} \cdot \text{с}.$$

В настоящем лабораторном практикуме для получения ГКМ используется опытно-экспериментальная установка центробежного литья, позволяющая производить заливку как с вертикальной, так и с

горизонтальной осью вращения (рис. 15). Установка представляет собой сварную пространственную раму, закрытую стальным кожухом. Стальная изложница посредством резьбового соединения крепится на ведомый шкив, соединенный клиноременной передачей с ведущим шкивом электродвигателя. Металл в изложницу заливается через воронку при вертикальной оси вращения или через желоб, закрепленный на крышке, при горизонтальной оси вращения. Существует возможность плавного регулирования скорости вращения изложницы в пределах от 200 до 2000 об/мин путем увеличения или уменьшения входного напряжения электродвигателя. Необходимая скорость вращения изложницы устанавливается с помощью строботачометра. Изложница рассчитана на изготовление литых заготовок наружным диаметром 80 мм и высотой 70 мм.



Рис. 15. Опытно-экспериментальная установка центробежного литья

Изменяя природу армирующих частиц, их концентрацию и granulometric composition, температурное поле, скорость вращения изложницы, можно управлять характером распределения частиц, что позволяет получать отливки из ГКМ с заданной структурой и свойствами.

Порядок выполнения работы

1. Изучить конструкцию установки для получения ГКМ методом центробежного литья.

2. Рассчитать теоретическое значение объемной доли армирующих частиц в композитном слое.

3. Приготовить расплав исходного композиционного материала по методике, изложенной в лабораторной работе 3.3.

4. Залить композиционный материал в центробежную изложницу при следующих режимах: температура подогрева изложницы – 250 °С, температура расплава – 750 °С, скорость вращения изложницы – 1000 об/мин.

5. Повторить п. 4 при скорости вращения 1250 и 1500 об/мин.

6. При помощи лабораторной установки для шлифования и полировки металлографических образцов Полилаб П22М изготовить шлифы.

7. Изучить структуру полученных образцов с помощью оптического микроскопа Nikon Epihot 200 и измерить толщину градиентного слоя.

8. Сделать выводы о влиянии скорости вращения изложницы на формирование структуры ГКМ.

Содержание отчета

1. Цель и порядок выполнения работы.
2. Краткое описание технологии получения ГКМ методом центробежного литья.
3. Расчет объемной доли частиц в композитном слое.
4. Схема установки центробежного литья с указанием основных узлов.
5. Структуры образцов и их описание.
6. Выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. Каковы отрицательные последствия повышения концентрации армирующих частиц в композиционных материалах?
2. Что такое градиентный композиционный материал?
3. Какие методы используют для получения градиентных композиционных материалов?
4. От каких факторов зависит толщина градиентного слоя?
5. Что такое гравитационный коэффициент?
6. Какие основные узлы включает в себя установка центробежного литья?

3.6. ИЗУЧЕНИЕ ЛИТЕЙНЫХ СВОЙСТВ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Цель работы – установление закономерностей изменения жидкотекучести и линейной усадки литых композиционных материалов в зависимости от долевого содержания армирующих частиц.

При подготовке к лабораторной работе рекомендуется использовать источники [24, 33, 39, 40].

Общие сведения

Под *жидкотекучестью* понимают способность сплава течь в жидком состоянии и заполнять полость литейной формы. Жидкотекучесть определяется длиной пути, который проходит жидкий металл в стандартной технологической пробе до момента его затвердевания.

К наиболее распространенным технологическим пробам на жидкотекучесть относят: спиральную пробу, представляющую собой спиральный канал с сечением в виде трапеции; комплексную пробу (проба Нехендзи – Купцова) с вертикальным U-образным каналом, отливаемую в металлическую форму с вертикальным разъемом, и пробу-установку для определения жидкотекучести методом вакуумного всасывания.

Чаще всего жидкотекучесть определяется в соответствии с ГОСТ 16438 – 70 по спиральной пробе, отливаемой в песчаные сухие и сырые формы или кокиль. Измерительный канал представляет собой спиральный прутки треугольного сечения со скругленными вершинами (рис. 16).

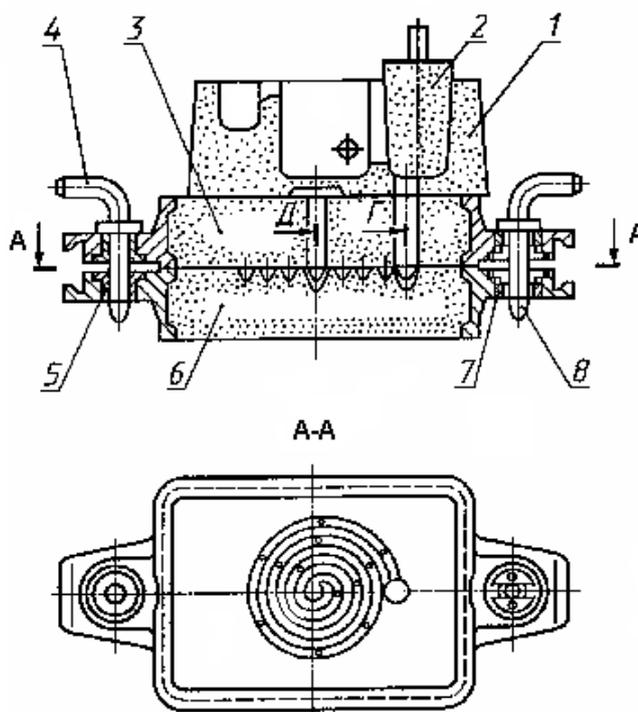


Рис. 16. Общий вид собранной песчаной формы для определения жидкотекучести по ГОСТ 16438 – 70: 1 – литниковая чаша; 2 – стопор; 3 – верхняя полуформа; 4 – центрирующий штырь; 5 – втулка центрирующая; 6 – нижняя полуформа; 7 – втулка направляющая; 8 – направляющий штырь

Жидкотекучесть металлов и сплавов обуславливается их вязкостью и поверхностным натяжением, которые, в свою очередь, зависят от химического состава и температуры заливки сплавов. Физическая природа жидкотекучести композиционных материалов более сложна и зависит от многих факторов, которые могут быть связаны со свойствами и строением отдельных компонентов сплавов в жидком состоянии (т.е. видом и составом композиционного материала, теплоемкостью, теплопроводностью, особенностями кристаллизации и т.д.). Как правило, жидкотекучесть композиционных материалов понижается с увеличением объемной доли армирующих частиц и уменьшением их размеров. Вязкость жидкости, содержащей взвешенные частицы, принято рассматривать как функцию от процентного содержания присутствующих дисперсных частиц. В общем случае вязкость повышается с увеличением объемной доли частиц [39]:

$$\eta = \eta_0 (1 + kV_p),$$

где η и η_0 – значения динамической вязкости композиционного и неармированного расплава соответственно; $k = 2,5$ для сферических частиц; V_p – объемная доля армирующих частиц. Указанное выражение известно как *уравнение Эйнштейна* для определения вязкости суспензий и дает хорошую точность только в области низких концентраций дисперсных частиц.

Зависимость вязкости расплава от содержания дисперсных частиц в области средних и высоких концентраций имеет более сложный характер:

$$\eta = \eta_0 (1 + 2,5V_p + 10,05V_p^2).$$

В работе [40] предложена следующая зависимость для прогнозной оценки жидкотекучести композиционных материалов:

$$L = \frac{(\rho_m \varphi_m + \rho_p \varphi_p) a v}{2h(T_m - T_0)} \left[H_m (1 - \varphi_p) + (C_m W_m + C_p W_p) \Delta T \right],$$

где L – жидкотекучесть, м; ρ , φ , C , H , W – плотность, кг/м³, объемная доля, удельная теплоемкость, Дж/кг·К, скрытая теплота, Дж/кг, и массовая доля матричного сплава (m) и армирующих частиц (p) соответственно; a – радиус канала, м; v – скорость движения расплава, м/с;

h – коэффициент теплопередачи на границе контакта металл – форма, Вт/м²·К; T_m – температура плавления матричного металла, К; T_0 – температура литейной формы, К; ΔT – перегрев расплава, К. Приведенная зависимость показывает, что на жидкотекучесть композиционного расплава наряду с объемной долей армирующих частиц также оказывают влияние их теплофизические характеристики и плотность. Уравнение дает удовлетворительные результаты при оценочных расчетах жидкотекучести двухкомпонентных композиционных материалов, армированных экзогенными частицами.

Экспериментальное определение жидкотекучести при разработке композитов представляет значительный практический интерес, поскольку сведения о жидкотекучести дают возможность предварительно оценить пригодность нового композиционного материала для производственного использования при получении фасонных отливок.

ГОСТом предусмотрена следующая методика измерения жидкотекучести с помощью спиральной пробы, отливаемой в песчаные формы.

1. Собрать подготовленную форму для заливки, как показано на рис. 16.

2. Собранный форму установить строго горизонтально.

3. Замерить температуру формы. При заливке спирального измерительного канала температура формы должна быть 25 ± 10 °С.

4. Замерить температуру металла, предназначенного для заливки. ГОСТом рекомендуется температуру заливки применять на $10 \pm 0,5$ % выше абсолютной температуры плавления для чистых металлов или температуры ликвидуса для сплавов. В настоящей лабораторной работе для композиционных материалов на основе алюминиевых сплавов предлагается использовать температуру заливки из интервала 680 – 760 °С.

5. Залить жидкий расплав в полость литниковой чаши до уровня порога. Излишки металла сливаются в специальную полость для того, чтобы уровень металла в чаше был постоянным.

6. Измерить и записать температуру залитого в чашу металла по показаниям термометра, находящейся в чаше. Время нахождения металла в литниковой чаше – 10 ± 2 с.

7. При достижении заданной температуры расплава залить измерительный канал пробы, для чего резким движением поднять стопор.

8. Разобрать форму, извлечь отлитую спираль и подсчитать жидкотекучесть залитого металла по выступам на спирали, расстояние между которыми равно 50 мм.

Кроме жидкотекучести, одно из основных литейных свойств сплавов – усадка. С ней связано образование в отливках усадочных раковин и усадочной пористости, трещин, внутренних напряжений, а также искажение размеров отливки и другое, поэтому исследование величины усадки композиционных систем – важная задача, поскольку полученные результаты позволят скоординировать меры по устранению вышеперечисленных литейных пороков и уточнить технологические режимы литья композиции.

Как правило, усадка композиционного материала уменьшается с увеличением доли армирующих компонентов в матричном сплаве. Это можно объяснить тем, что с увеличением количества наполнителя в композиции уменьшается доля жидкой фазы – основной составляющей усадки. Уменьшение усадки способствует снижению дефектов усадочного происхождения, а также позволяет сократить объем питающих прибылей, что приводит к повышению технологического выхода годного.

В соответствии с ГОСТ 16817 – 71 усадка определяется на образцах, залитых в металлическую форму-полукокиль с песчаной вставкой (рис. 17).

Величину относительной усадки рассчитывают по формуле

$$\varepsilon_y = \frac{l_n - \Delta l_{\text{расш}} - l_k}{l_n} 100 \%;$$

где ε_y – полная свободная линейная усадка; $l_n = 100$ мм; $\Delta l_{\text{расш}}$ – максимальное показание измерительного устройства при предусадочном расширении образца; l_k – показание измерительного устройства после полного охлаждения формы.

Методика сборки и заливки форм расплавом состоит в следующем.

1. Закрепить асбоцементную плиту в корпусе; установить поддон.
2. На поддоне закрепить неподвижную головку.
3. Установить по модели подвижную головку.

4. Заформовать полости *A* (см. рис. 17) формовочной смесью, извлечь модель.
5. Установить измерительное устройство на ноль.
6. Собранную форму установить горизонтально.
7. Температура заливки должна превышать температуру ликвидуса матричного сплава на 50 °С.
8. Зафиксировать по измерительному устройству максимальную величину предусадочного расширения залитого материала и после полного охлаждения формы величину линейной усадки отливки.
9. Рассчитать величину относительной линейной усадки композиционного материала.

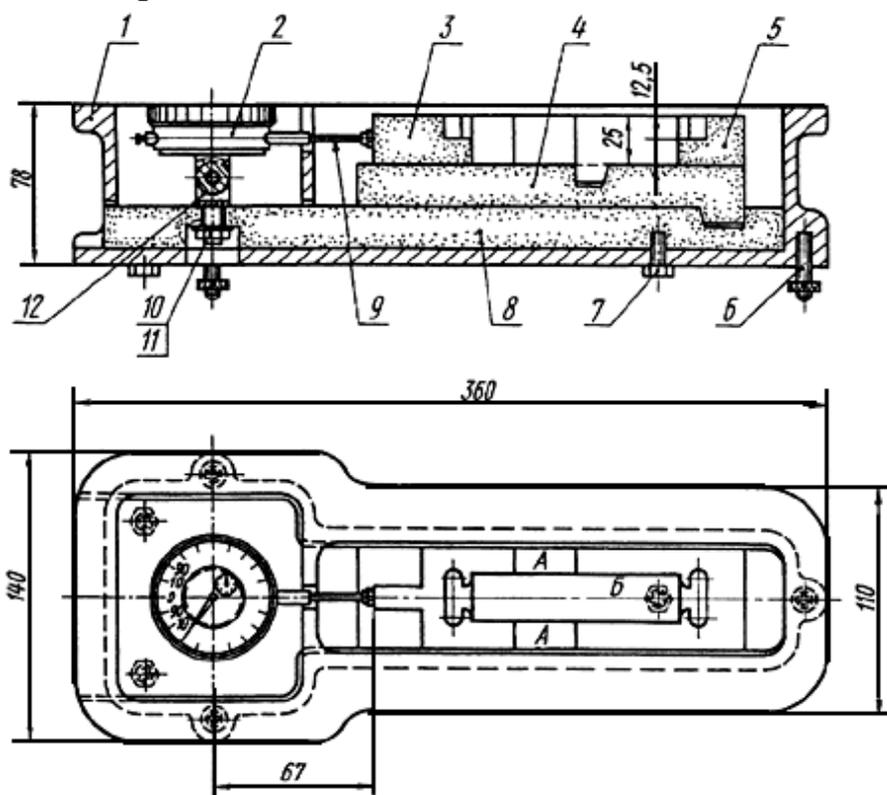


Рис. 17. Общий вид формы для определения усадки по ГОСТ 16817 – 71: 1 – корпус; 2 – измерительное устройство; 3 – подвижная головка; 4 – поддон; 5 – неподвижная головка; 6 – опора; 7 – плита асбоцементная; 8 – вилка

Порядок выполнения работы

1. Приготовить композиционные материалы различного состава в соответствии с требованиями технологии плавки. Перегреть расплав до температуры 750 °С.

2. Изготовить из сырой формовочной смеси три-четыре одинаковых комплекта спиральных проб на жидкотекучесть в соответствии с методикой, рекомендованной ГОСТ 16438 – 70. Степень уплотнения смеси в опоке должна быть постоянной и составлять 70 – 80 единиц по твердомеру. Все формы установить на плацу по уровню.

3. Залить при одинаковой температуре пробы композиционных материалов на жидкотекучесть и усадку.

4. После затвердевания расплава в чаше разобрать каждую форму, охладить отливки спиралей в воде и очистить от остатков формовочной смеси.

5. Измерить длину спиралей с точностью до 0,1 см по выступам на спирали и с помощью линейки.

6. Результаты измерений жидкотекучести и усадки занести в таблицу.

Состав композиционного материала	Жидкотекучесть, мм	Линейная усадка, %

7. Построить графики зависимости жидкотекучести и усадки от долевого содержания армирующих частиц.

Содержание отчета

1. Цель и порядок выполнения работы.
2. Краткое описание методики измерения жидкотекучести и усадки композиционных материалов.
3. Эскиз спиральной пробы.
4. Таблица с результатами замеров жидкотекучести и усадки.
5. Графические зависимости жидкотекучести и усадки композиционных материалов от долевого содержания армирующих частиц.
6. Выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. Что такое жидкотекучесть?
2. Что такое усадка?
3. Какие основные факторы влияют на жидкотекучесть композиционного материала?

4. Как влияет доленое содержание армирующих частиц на величину усадки композиционного материала?
5. Назовите виды технологических проб на жидкотекучесть.
6. В чем состоит методика определения жидкотекучести по ГОСТ 16438 – 70?

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На современном этапе развития машиностроения требования к физико-механическим свойствам и эксплуатационным характеристикам материалов и изделий постоянно возрастают. В соответствии с этими тенденциями в последние годы наблюдаются быстрый рост объемов производства порошковых и композиционных материалов и расширение областей их использования во всех отраслях промышленности. Актуальность создания порошковых и композиционных материалов обусловлена возможностью целенаправленного регулирования свойств таких материалов за счет управления процессами формирования их структуры.

Широкое внедрение в отечественной промышленности новых порошковых и композиционных материалов требует от практикующих специалистов владения навыками разработки технологических процессов их получения, а также методами определения их физико-механических, технологических и эксплуатационных свойств и характеристик.

Лабораторный практикум по дисциплине «Технологические основы производства порошковых и композиционных материалов» закрепляет теоретические знания, полученные студентами бакалавриата на лекционных занятиях, и способствует комплексному формированию практических навыков и компетенций по профилю деятельности бакалавра. Приобретенные в ходе настоящего практикума общекультурные и профессиональные компетенции используются студентами при выполнении научно-исследовательских и выпускных квалификационных работ, а также в дальнейшей профессиональной деятельности при решении широкого спектра задач производственно-технического характера.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Яворский, В. А.** Планирование научного эксперимента и обработка экспериментальных данных / В. А. Яворский. – М. : МФТИ, 2006. – 44 с.
2. **Кипарисов, С. С.** Порошковая металлургия / С. С. Кипарисов, Г. А. Либенсон. – 3-е изд., перераб. – М. : Металлургия, 1991. – 432 с.
3. **Раковский, В. С.** Порошковая металлургия в машиностроении : справ. пособие / В. С. Раковский, В. В. Саклинский. – Изд. 3-е, перераб. и доп. – М. : Машиностроение, 1973. – 126 с.
4. **Frazier, W. E.** Metal additive manufacturing : a review / W. E. Frazier // Journal of materials engineering and performance. – 2014. – Vol. 23, № 6. – P. 1917 – 1928.
5. **Gibson, I.** Additive manufacturing technologies / I. Gibson, D. W. Rosen, B. Stucker. – 2nd ed. – New York : Springer, 2015. – 498 p. – ISBN 978-1-4939-2112-6.
6. 3D-Drucker/3D-Modelle/Rapid Prototyping/voxeljet [Электронный ресурс]. – Электрон. дан. – Режим доступа: <http://www.voxeljet.de>. – Доступ свободный.
7. **Чернышова, Т. А.** Взаимодействие металлических расплавов с армирующими наполнителями / Т. А. Чернышова [и др.]. – М. : Наука, 1993. – 272 с.
8. **Прусов, Е. С.** Перспективы применения алюмоматричных композиционных сплавов в машиностроении / Е. С. Прусов [и др.] // Литейщик России. – 2012. – № 9. – С. 16 – 19.
9. **Пат. 2186867 Российская Федерация, С22С 1/10, С22С 21/10.** Способ и устройство для получения литых композиционных материалов на основе алюминия / Канг С. Б., Панфилов А. В., Каллиоппин И. К., Корогодов Ю. Д., Гопиенко В. Г. – № 2001100658/02 ; заявл. 09.01.01 ; опубл. 10.08.02.
10. **Kainer, K. U.** Metal matrix composites : Custom-made materials for automotive and aerospace engineering / K. U. Kainer. – Weinheim : Wiley-VCH Verlag GmbH & Co, 2006. – 330 p. – ISBN 978-3-527-31360-0.
11. **Сидорин, И. И.** Литейный композиционный сплав для деталей перфораторов / И. И. Сидорин [и др.] // Металловедение и термообработка. – 1971. – № 8. – С. 23 – 26.

12. **Lee, J. M.** A new technology for the production of aluminum matrix composites by the plasma synthesis method / J. M. Lee [et al.] // Metals and materials. – 2000. – Vol. 6, Iss. 4. – P. 389 – 394.

13. **Pat. 3286334 US.** Production of dispersion hardened materials / Donald A. Hay ; filled 16.07.65 ; patented 22.11.66.

14. **Hashim, J.** Metal matrix composites : Production by the stir casting method // J. Hashim, L. Looney, M. S. J. Hashmi // Journal of materials processing technology. – 1999. – Vol. 92, N 93. – P. 1 – 7.

15. **Suery, M.** Development of particulate treatments and coatings to reduce SiC degradation by liquid aluminum / M. Suery [et al.] // Journal of materials engineering and performance. – 1993. – Vol. 2, Iss. 3. – P. 365 – 374.

16. **Рафальский, И. В.** Получение литейных композиционных материалов из алюминиевых сплавов в гетерофазном состоянии с дисперсными наполнителями / И. В. Рафальский // Литье и металлургия. – 2011. – № 3 (61). – С. 26 – 31.

17. **Rahmani Fard, R.** Effect of extrusion temperature on the microstructure and porosity of A356-SiCp composites / R. Rahmani Fard, F. A. Akhlaghi // Journal of materials processing technology. – 2007. – Vol. 187–188. – P. 433 – 436.

18. **Эскин, Г. И.** К условиям введения несмачиваемой тугоплавкой фазы в расплав алюминия с помощью ультразвука / Г. И. Эскин // Технология легких сплавов. – 1974. – № 11. – С. 21 – 25.

19. **Pat. 3600163 US.** Process for producing at least one constituent dispersed in a metal / Badia F. A., Rohatgi P. K. ; filled 25.03.68 ; patented 17.08.71.

20. Способ введения дисперсных частиц в расплавы : пат. 2015188 Рос. Федерация : МКИ С22С1/10, 1/06 / Щерецкий А. А, Шумихин В. С. Билецкий А. К., Апухтин В. В. – № 5022257/02 ; заявл. 03.07.97 ; опубл. 30.06.94, Бюл. № 12.

21. **Borisov, V. G.** Development of process for plasma synthesis of composite aluminum alloys / V. G. Borisov // Metallurgist. – 2008. – Vol. 52, Iss. 11. – P. 677 – 683.

22. **Тучинский, Л. И.** Композиционные материалы, получаемые методом пропитки / Л. И. Тучинский. – М. : Металлургия, 1986. – 208 с.

23. **Dolata, A. J.** Structure of aluminum matrix composite with ceramic preform obtained by centrifugal infiltration process / A. J. Dolata // Solid state phenomena. – 2014. – Vol. 212. – P. 7 – 10.

24. **Панфилов, А. А.** Разработка технологии и исследование свойств литых комбинированных композиционных материалов системы Al-Ti-SiC : дисс. ... канд. техн. наук / Панфилов Алексей Александрович. – Владимир, 2002. – 160 с.

25. **Панфилов, А. В.** Структура и свойства дисперсно-упрочненных алюмоматричных композиционных материалов, полученных реакционным литьем / А. В. Панфилов [и др.] // Труды VII съезда литейщиков России. Т. 1. – Новосибирск, 2005. – С. 271 – 275.

26. **Прусов, Е. С.** Исследование свойств литых композиционных сплавов на основе алюминия, армированных эндогенными и экзогенными фазами / Е. С. Прусов, А. А. Панфилов // Металлы. – 2011. – № 4. – С. 79 – 84.

27. **Амосов, А. П.** Порошковая технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза материалов / А. П. Амосов, И. П. Боровинская, А. Г. Мержанов. – М. : Машиностроение-1, 2007. – 567 с. – ISBN 978-5-94275-360-3.

28. **Мержанов, А. Г.** Твердопламенное горение / А. Г. Мержанов. – Черноголовка : ИСМАН, 2000. – 224 с. – ISBN 5-900829-01-4.

29. **Итин, В. И.** Высокотемпературный синтез интерметаллических соединений / В. И. Итин, Ю. С. Найбороденко. – Томск : Изд-во Том. ун-та, 1989. – 214 с.

30. **Reddy, V. S. V.** A review on the synthesis of in situ aluminum based composites by thermal, mechanical and mechanical-thermal activation of chemical reactions / V. S. V. Reddy, K. Das, S. Das // Journal of materials science. – 2007. – Vol. 42, N 22. – P. 9366 – 9378.

31. **Brinkman, H. J. J.** Reactive hot pressing of aluminum matrix composites / H. J. Brinkman, J. Duszczuk, L. Katgerman // Journal of materials research. – 1999. – Vol. 14, N 11. – P. 4246 – 4250.

32. **Композиционные материалы** : справочник / Л. Р. Вишняков [и др.] ; АН УССР, Институт проблем материаловедения; под ред. Д. М. Карпиноса. – Киев : Наукова думка, 1985. – 592 с.

33. **Гаврилин, И. В.** Разработка теории и технологии композиционного литья : дис. ... д-ра техн. наук / Гаврилин Игорь Васильевич. – Владимир, 1991. – 352 с.

34. **Луц, А. Р.** Самораспространяющийся высокотемпературный синтез алюминиевых сплавов : монография / А. Р. Луц, А. Г. Макаренко. – Самара : Самар. гос. техн. ун-т, 2008. – 175 с.

35. **Портной, К. И.** Структура и свойства композиционных материалов / К. И. Портной [и др.]. – М. : Машиностроение, 1979. – 255 с.

36. **Справочник** по расчетам равновесий металлургических реакций / А. Н. Крестовников [и др.]. – М. : Metallurgizdat, 1963. – 416 с.

37. **Skotnikov, Ju. S.** A mathematical model of reinforcing particle distribution in centrifugal cast gradient composed materials in Al-SiC and Al-Al₂O₃ systems / Ju. S. Skotnikov, A. A. Panfilov, E. S. Prusov // Proceedings of VIIIth International Congress “Machines, Technologies, Materials” (Sofia, Bulgaria). – 2010. – Vol. 2. – P. 135 – 137.

38. **Song, X.** Temperature-dependent viscosities of eutectic Al-Si alloys modified with Sr and P / X. Song [et al.] // Journal of alloys and compounds. – 2009. – Vol. 479, Iss. 1 – 2. – P. 670 – 673.

39. **Chawla, K. K.** Composite materials : science and engineering / K. K. Chawla. – 3rd ed. – New York : Springer science+Business Media, 2013. – 542 p. – ISBN 978-0-387-74364-6.

40. **Yarandi, F. M.** Fluidity and microstructure formation during flow of Al-SiC particle composites / F. M. Yarandi, P. K. Rohatgi, S. Ray // JMEPEG. – 1993. – Vol. 2. – P. 359 – 364.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ.....	4
1.1. Оборудование и материалы	4
1.2. Рекомендации по обработке экспериментальных данных	8
1.3. Техника безопасности при выполнении работ	9
1.4. Общие правила выполнения работ и требования к оформлению отчетов.....	11
2. СПОСОБЫ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ.....	12
2.1. Технологические процессы порошковой металлургии	12
2.2. Получение композиционных материалов	19
3. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ.....	32
3.1. Изучение основных свойств металлических порошков	32
3.2. Исследование взаимодействия порошковых реагентов в условиях СВС-процесса.....	37
3.3. Получение композиционных материалов методом механического замешивания	43
3.4. Получение композиционных материалов методом жидкофазного реакционного синтеза	48
3.5. Получение градиентных композиционных материалов методом центробежного литья.....	55
3.6. Изучение литейных свойств композиционных материалов..	61
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	68
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.....	69

Учебное издание

ПРУСОВ Евгений Сергеевич
ПАНФИЛОВ Алексей Александрович

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПРОИЗВОДСТВА ПОРОШКОВЫХ
И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Лабораторный практикум

Редактор Т. В. Евстюничева
Технический редактор С. Ш. Абдуллаева
Корректор В. С. Теверовский
Компьютерная верстка Е. А. Кузьминой

Подписано в печать 11.11.15
Формат 60×84/16. Усл. печ. л. 4,42. Тираж 60 экз.

Заказ

Издательство

Владимирского государственного университета
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых.
600000, Владимир, ул. Горького, 87.