
В.С. Панов
В.К. Нарва
Л.В. Дубынина

**Технология получения
и свойства спеченных
материалов и изделий
из них**

Лабораторный практикум

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

№ 384

**МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ИНСТИТУТ СТАЛИ и СПЛАВОВ**
Технологический университет



Кафедра порошковой металлургии и функциональных покрытий

В.С. Панов

В.К. Нарва

Л.В. Дубынина

Технология получения и свойства спеченных материалов и изделий из них

Лабораторный практикум

2-е издание, переработанное и дополненное

Допущено учебно-методическим объединением по образованию в области металлургии в качестве учебного пособия для студентов высших учебных заведений, обучающихся по специальности Порошковая металлургия, композиционные материалы, покрытия

Москва Издательство «УЧЕБА» 2007

УДК 621.762
П16

Рецензент
д-р техн. наук, проф. *А.В. Манухин*

Панов В.С., Нарва В.К., Дубынина Л.В.

П16 Технология получения и свойства спеченных материалов и изделий из них: Лаб. практикум. – 2-е изд., перераб. и доп.. – М.: МИСиС, 2007. – 130 с.

Лабораторный практикум посвящен вопросам изготовления изделий из твердых сплавов и материалов со специальными свойствами, а также исследованиям структуры и свойств изделий из этих материалов.

Предназначен для студентов, обучающихся по специальностям 150102 «Металлургия цветных металлов» и 150108 «Порошковая металлургия, композиционные материалы, покрытия». Может также использоваться студентами специальности 150701 «Физико-химия процессов и материалов».

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа 1. Исследование процесса восстановления оксидов кобальта водородом и определение свойств получаемого порошка	5
Лабораторная работа 2. Исследование процесса получения порошка никеля (кобальта) электролизом	10
Лабораторная работа 3. Исследование процесса восстановления оксида вольфрама водородом	16
Лабораторная работа 4. Исследование процесса восстановления оксида вольфрама сажей	20
Лабораторная работа 5. Исследование процесса получения карбида вольфрама	24
Лабораторная работа 6. Изучение влияния давления прессования на относительную плотность прессовки из твердого сплава и материалов со специальными свойствами	28
Лабораторная работа 7. Изучение распределения плотности по объему спрессованного образца из твердосплавной смеси	34
Лабораторная работа 8. Определение затрат усилия прессования на преодоление трения порошка о стенки прессформы	38
Лабораторная работа 9. Изучение процесса спекания твердых сплавов в различных средах	43
Лабораторная работа 10. Измерение электропроводности электроиндуктивным методом	48
Лабораторная работа 11. Получение пористых фильтров	53
Лабораторная работа 12. Получение и свойства пористых подшипников	58
Лабораторная работа 13. Получение дисперсноупрочненных материалов	62
Лабораторная работа 14. Получение материалов для разрывных электрических контактов	66
Лабораторная работа 15. Горячее прессование тугоплавких соединений	74
Лабораторная работа 16. Получение конструкционных материалов	78
Лабораторная работа 17. Термическая обработка спеченных сталей	82
Лабораторная работа 18. Активированное спекание тугоплавких материалов	86

Лабораторная работа 19. Получение материалов для скользящих электроконтактов	90
Лабораторная работа 20. Получение высокопористых материалов на основе никеля с использованием порообразователей	93
Лабораторная работа 21. Металлографическое исследование спеченных материалов	99
Лабораторная работа 22. Измерение коэрцитивной силы твердых сплавов	103
Приложение 1. Методика определения плотности и пористости спеченных изделий	108
Приложение 2. Методика определения масловпитываемости ...	111
Приложение 3. Методика определения твердости	113
Приложение 4. Методика определения микротвердости	118
Приложение 5. Методика определения прочности при сжатии	120
Приложение 6. Методика определения электросопротивления	122
Приложение 7. Методика приготовления шлифов для металлографического исследования спеченных изделий	125
Приложение 8. Математическая обработка результатов эксперимента	127

Лабораторная работа 1

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ВОССТАНОВЛЕНИЯ ОКСИДОВ КОБАЛЬТА ВОДОРОДОМ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОЙСТВ ПОЛУЧАЕМОГО ПОРОШКА

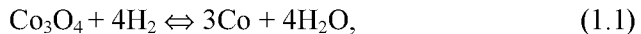
(4 часа)

1.1. Цель работы

Получение навыков по восстановлению оксидов и изучение влияния температуры и времени выдержки при восстановлении оксидов кобальта водородом на некоторые свойства получаемого порошка.

1.2. Теоретическое введение

Металл кобальт, широко применяющийся при производстве твердых сплавов, обладает низким сродством к кислороду, поэтому его оксиды легко восстанавливаются водородом. Основными соединениями кобальта с кислородом являются низший оксид Co_2O_3 и высший оксид Co_3O_4 . В качестве исходных материалов оксиды кобальта обычно используют для получения очень чистых металлических порошков, применяемых в производстве твердых сплавов. В общем виде реакция восстановления оксидов кобальта водородом имеет вид



а константа равновесия

$$K_p = \frac{P_{\text{H}_2\text{O}}}{P_{\text{H}_2}}, \quad (1.2)$$

где $P_{\text{H}_2\text{O}}$ и P_{H_2} – равновесное давление соответственно паров воды и водорода в печи.

Продолжительность процесса зависит от крупности исходных оксидов, температуры процесса, толщины слоя засыпки, скорости потока газа-восстановителя и других факторов. Дисперсность получаемого порошка кобальта зависит от температуры и времени выдержки. Чем выше температура и время выдержки, тем крупнее получаемый порошок.

Порошок кобальта можно получать восстановлением Co_3O_4 до металлического кобальта водородом при температуре 500...800 °С. При низких температурах восстановления получают тонкие пиррофорные порошки, дальнейшее обращение с которыми затруднительно. Очень высокие температуры также нежелательны из-за сильного спекания порошковых частиц, которые в связи с пластичностью кобальта плохо перемешиваются и измельчаются на последующих операциях.

1.3. Оборудование и методика

В твердосплавной промышленности кобальт (порошок) получают в печах сопротивления с нихромовым нагревателем при температуре 550...570 °С в лодочках из нержавеющей стали. Содержание кислорода в таком порошке < 0,5 %, насыпная плотность 0,6...0,8 г/см³. Конструкция печей и методика проведения процесса восстановления подробно описаны в литературе.

1.4. Порядок проведения работы и указания по охране труда

Исходный материал: чистый химический оксид кобальта (Co_3O_4). Восстановление проводят при температурах 500, 600, 700, 800 °С и времени выдержки 30, 45, 60 мин. Навеску оксида рассчитывают на получение 25 г порошка кобальта. Навеску помещают ровным слоем в предварительно взвешенную лодочку из нержавеющей стали и восстанавливают водородом в лабораторной трубчатой электрической печи с нихромовым нагревателем по режиму, указанному преподавателем. Охлаждают лодочки в холодильнике печи в течение 20...30 мин. Во время процесса температуру в печи регулярно контролируют с помощью термопары, а расход водорода – с помощью ротаметра.

Выгруженные лодочки взвешивают на технических весах. По разности масс до и после опыта оценивают полноту восстановления и рассчитывают степень восстановления (выход металла в процентах от теоретического). Полученный порошок просеивают через сито № 008. Для порошков, полученных при разных режимах восстановления, определяют следующие свойства:

- насыпную плотность;
- текучесть порошка;
- зернистость, гранулометрический состав порошка;

– форму частиц (микроскопически).

При работе на печи восстановления необходимо соблюдать следующие правила по охране труда:

1. Перед включением печи проверить состояние ее заземления.
2. Включение и выключение печи, подачу и отключение подачи водорода проводить только в присутствии учебного мастера. Студент контролирует работу печи и ведет наблюдения за приборами, показывающими расход водорода и температуру.
3. Перед началом работы ознакомиться с расположением и назначением основных частей печи.
4. Запрещается касаться тех частей печи, которые не указаны в описании работы.
5. Перед включением нагрева печи проверить подвод воды к охлаждаемым частям печи.
6. Перед пуском водорода в печь проверить всю осушительную систему на герметичность.
7. Открыть вентиль редуктора баллона с водородом, установить заданную скорость подачи водорода в печь и подождать 4...5 мин. Затем отобрать в пробирку пробу газа и проверить его на взрывоопасность.
8. После заполнения всей системы водородом его поджигают у конца выходной трубки.
9. Водород на выходе из печи должен быть постоянно подожжен.
10. При открывании печи (замер температуры, загрузка, продвигка или выгрузка лодочек) необходимо поджигать водород у отверстия с помощью электрического «факела» (спирали). Нельзя приближать лицо к отверстию печи и стоять напротив него.
11. Загрузку лодочек в печь следует производить аккуратно с помощью специального инструмента (щипцов-захватов, стальных прутков, штанг и т.д.).
12. По окончании работы отключить печь и закрыть водород.

1.5. Обработка результатов эксперимента

Полученные данные сводятся в таблицу. С целью получения кинетических характеристик процесса восстановления оксида кобальта необходимо:

- 1) построить зависимость степени восстановления оксида от продолжительности и температуры процесса;
- 2) построить зависимости свойств порошка кобальта от режима получения (T , τ).

1.6. Требования к отчету по работе

Отчет по работе должен содержать: описание опыта, его цель с учетом индивидуального задания, теоретическую часть, условия подготовки исходных материалов к опыту, основные характеристики используемого оборудования, методику определения свойств, результаты микроскопического исследования формы частиц, точность измерений, таблицы и графики, построенные по результатам опытов, анализ результатов опытов, включая сопоставления данных теоретических расчетов с полученными фактическими результатами.

Литература

Либенсон Г.А., Лопатин В.Ю., Комарницкий Г.В. Процессы порошковой металлургии. Т. 1. М.: МИСиС, 2001. С. 367.

Либенсон Г.А., Панов В.С. Оборудование цехов порошковой металлургии. М.: Металлургия, 1983. С. 264.

Панов В.С., Чувиллин А.М. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них. М.: МИСиС, 2001. С. 427.

Контрольные вопросы

Для проверки готовности к проведению работы

1. Назовите важнейшие характеристики восстановительного процесса и объясните их значение.
2. Объясните, почему необходима перед включением нагрева печи «промывка» ее водородом.
3. Назовите основные параметры режима восстановления, оказывающие влияние на свойства получаемого порошка.
4. Назовите, к какой группе методов относится получение порошков восстановлением.
5. Назовите основные материалы, которые применяются в качестве нагревателя в печах сопротивления.
6. Перечислите основные требования к восстановителям.
7. Перечислите правила работы на электропечах.

К защите работы

1. Каковы основные свойства полученного порошка кобальта: химический состав, гранулометрический состав, насыпная плотность, текучесть, форма частиц?
2. Что можно сказать о механизме изучаемого процесса получения металлических порошков газообразным восстановителем?

3. Каково влияние температуры и времени выдержки на основные свойства получаемого порошка?
4. Какие факторы оказывают влияние на скорость восстановления и зернистость получаемого порошка?
5. Каким образом степень восстановления может влиять на пресуемость порошка?
6. Каковы технико-экономические показатели различных методов получения металлического порошка кобальта?

Лабораторная работа 2

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКА НИКЕЛЯ (КОБАЛЬТА) ЭЛЕКТРОЛИЗОМ

(4 часа)

2.1. Цель работы

Освоение методики получения металлических порошков в процессе электролиза на примере никеля.

2.2. Теоретическое введение

Электролиз представляет собой процесс получения металлического порошка за счет использования энергии электрического тока. Суть его заключается в разложении водных растворов соединений выделяемого металла при пропускании через них постоянного электрического тока и последующей разрядке соответствующих ионов металла на катоде:



Используемые при электролизе растворы называются электролитами и их относят к проводникам второго рода, передача электричества в которых осуществляется движением положительных и отрицательных ионов, образующихся за счет диссоциации молекул указанных химических соединений.

При электрическом выделении металла количество катодного осадка в соответствии с законом Фарадея прямо пропорционально силе тока, времени прохождения его через электролит и электрическому эквиваленту, т.е. количеству металла, выделяемого за один ампер-час. Реально получаемое при электролизе количество осадка всегда меньше, чем рассчитанное. Это связано как с совместным разрядом на катоде ионов нескольких элементов, так и с утечкой тока в результате несовершенной электроизоляции.

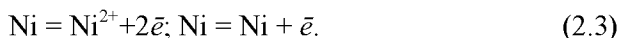
Для оценки степени несовпадения расчетных и реально получаемых количеств осадка используют показатель A , называемый выходом по току, %:

$$A = (q_p/q_r)100, \quad (2.2)$$

где q_p – масса осадка, реально выделившегося при прохождении электричества через электролит; q_t – масса осадка, которая должна выделиться в соответствии с электрохимическим эквивалентом.

Производство металлических порошков методом электролиза водных растворов с успехом конкурирует с другими известными методами. В промышленном масштабе получают порошки меди, серебра, железа, никеля, кобальта, хрома, цинка, кадмия, свинца, олова, сурьмы и их сплавов. Метод сравнительно дорогой из-за большого расхода электроэнергии и невысокой производительности.

В процессе электролиза никель (кобальт) образует одно- и двухвалентные ионы. Основные реакции на аноде:



Реакции на катоде те же, но протекают в обратную сторону. В работе между ионами устанавливается равновесие. Константа равновесия реакции при комнатной температуре имеет вид:

$$K_p = [\text{Ni}^{2+}]/[\text{Ni}^+]^2 \quad (2.4)$$

и её значение ($\sim 1,7 \cdot 10^6$) показывает, что в растворе находятся практически только ионы Ni^{2+} . Если концентрация ионов Ni^+ станет больше равновесной, то в прианодном пространстве образуется порошкообразный металлический никель. Для получения никелевого порошка в качестве электролита используют аммиачный раствор сернокислого никеля ($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$). Он содержит 5...15 г/л никеля (Ni^{2+}), 70...80 г/л сульфата аммония, 2...3 г/л серной кислоты, 40...50 г/л хлористого аммония и до 200 г/л хлористого натрия. Снижение концентрации сернокислого никеля в электролите приводит к уменьшению среднего размера частиц порошка. Хлористый натрий повышает электропроводность и съём металла с единицы площади катода. Хлористый аммоний поддерживает требуемое значение pH в электролите. Ионы натрия способствуют образованию порошкообразного осадка, ионы хлора – пассивированию растворимых никелевых анодов.

Выделение порошка проводят как правило ни пустотелых охлаждаемых коробках из меди (нержавеющей стали), служащих катодами. Осыпающийся с катода порошок улавливается фильтрующими катодными диафрагмами. Анодов (никель или нерастворимый из графита) в ванне электролизера на один больше, чем катодов, чтобы вся поверхность любого из катодов была рабочей. Расстояние между центрами одноименных электродов около 150 мм.

Электролитическое получение порошка проводят в зависимости от состава электролита при катодной плотности тока $1000 \dots 3000 \text{ А/м}^2$, концентрации ионов никеля $5 \dots 15 \text{ г/л}$, температуре электролита $35 \dots 55 \text{ }^\circ\text{C}$, циркуляции электролита $40 \dots 60 \text{ л/мин}$, напряжении на ванне $10 \dots 15 \text{ В}$.

Выход по току $90 \dots 94 \%$. Расход электроэнергии – $3000 \text{ кВт}\cdot\text{ч/т}$.

2.3. Оборудование и методика

Установка состоит из ванны с электродами, токоподводящей системы и желательной системы циркуляции раствора для электролита. Конструкции ванн для электролиза бывают ящичного или бункерного типа с деревянным железобетонным или металлическим каркасом, футерованными кислотостойким материалом (винипласт). В промышленных условиях с целью повышения производительности используют несколько ванн, на которые в электрическую цепь включаются последовательно, а электроды в них – параллельно. В процессе электролиза прикатодное пространство обедняется катионами никеля и обогащается ионами SO_4^{2-} , а прианодное пространство и электролит в целом обогащаются ионами никеля. Выравнивание концентрации этих ионов в объеме электролита осуществляется в лабораторных условиях «вручную» (подливают электролит и перемешивают), а в производственных условиях системой непрерывной замкнутой циркуляции.

Выгруженный из ванны электролизера порошок промывают горячей водой на нутч-фильтре или спецпромывателях. Полнота отмывки определяется реакцией на наличие катионов никеля в воде (отсутствие окрашивания раствора «кровяной соли»). После промывки порошок обезвоживают и сушат. Свойства порошка должны соответствовать ГОСТ 9722–97.

2.4. Порядок проведения работы и указания по охране труда

В начале работы следует включить подогреватель электролита в напорном бачке, из которого электролит заливают в электролизер (ванну). Поверхности катодов тщательно зачищают наждачной бумагой, взвешивают и измеряют площадь погружаемой в электролит часть катода.

Исходя из данной преподавателем плотности тока рассчитывают необходимую силу тока. После этого катоды и аноды устанавливают в ванне в соответствующем порядке, заливают электролит. Правильность собранной схемы и рассчитанной силы тока проверяется преподавателем. После заполнения ванны электролитом следует вклю-