



Глава 19

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

А.Ф. ИЛЬЮЩЕНКО, В.В. САВИЧ, М.А. АНДРЕЕВ,
А.Л. ЖАРИН, А.А. ДМИТРОВИЧ, Е.П. МАКАРЕВИЧ,
Л.В. МАРКОВА, Л.П. ПИЛИНЕВИЧ, Д.И. САРОКА,
О.Л. СМОРЫГО, А.Н. СУВОРОВ, Н.А. ШИПИЦА

Порошковая металлургия использует в качестве исходного сырья порошки и другие дисперсные компоненты (волокна, гранулы) черных и цветных металлов, сплавов, оксидов и нитридов, карбидов и сульфидов, других соединений, природных минералов. Развитие порошковой металлургии связано с решением проблем создания новых материалов с определенным набором свойств и характеристик, обеспечения их стабильного воспроизведения при промышленном выпуске изделий из них. Характеристики спеченных изделий определяются свойствами исходных порошков, составом и свойствами шихты, методами формования, режимами спекания и дополнительной обработки.

Методы контроля свойств порошков достаточно полно описаны в монографиях В.Н.Анциферова, В.Я.Буланова, В.Б.Акименко [1, 2], П.А.Коузова [3], других авторов. Сведения о методах контроля свойств спеченных материалов отрывочны и разбросаны по многочисленным монографиям и другим публикациям, посвященным конкретным направлениям порошковой металлургии – конструкционным, триботехническим, пористым материалам и другим. Среди подобных трудов, следует отметить труды И.М.Федорченко [4, 5], О.В.Романа [6], П.А.Витязя [7], работу коллектива сотрудников ГНПО порошковой металлургии [8], которая обладает уникальной комплексной материаловедческой, производственно-технологической, лабораторно-испытательной и производственной базой. Это позволило коллективу авторов в монографии [9] обобщить научно-практический опыт исследования микро-, макроструктуры, свойств и эксплуатационных характеристик спеченных изделий с применением уникальных зарубежных и отечественных (в ряде случаев и разработки новых, оригинальных) методик и приборов, накопленный за годы работы в объединении по разработке составов материалов и технологий получения из них изделий различного назначения (конструкционных, антифрикционных, фрикционных, пористых). Впервые в работе [9] были представлены комплексные рекомендации по выбору методов контроля: плотности, гранулометрического состава, удельной поверхности, технологических свойств исходных порошков; макроструктуры, плотности и физико-механических свойств спеченных из них материалов; триботехнических свойств спеченных порошковых композиционных материалов; проницаемых, фильтрующих и капиллярных свойств спеченных пористых порошковых материалов.

Согласно классическим представлениям, разработанным М.Ю. Бальшиным [10], В.В. Скородом [11-13], В. Шаттом [14, 15], Р.А. Андриевским [16], в порошковой металлургии под термином «спеченные материалы» понимают консолидированные материалы, полученные спеканием свободно насыпанного порошка, смеси порошков (волокон) или прессовок [17]. Свойства порошков весьма специфичны и отличаются от свойств консолидированных материалов, в то время как свойства последних во многом подобны свойствам материалов, полученных металлическим методом. Поэтому для контроля характеристик спеченных материалов можно использовать как традиционные методы, так и специальные, а для контроля свойств порошков – необходимо использовать только специальные методы. При этом даже в первом случае требуется разработка специальных методик, приборов, приспособлений, адаптированных к спеченным материалам.

Создание технологических процессов получения спеченных порошковых материалов (СПМ) невозможно без изучения их свойств, влияния на них свойств исходных порошков, технологических параметров, определения закономерностей их влияния на эффективность СПМ.

Порошки представляют собой дисперсный материал, состоящий из частиц, которые могут иметь самый широкий диапазон физико-химических свойств. Порошки принято характеризовать химическим составом, физическими и технологическими свойствами. Кроме того, в ряде случаев появляется необходимость в исследованиях таких свойств, как коррозионная стойкость, адсорбционная способность, коэффициент внутреннего трения и др. Свойства порошков оказывают решающее влияние как на технологию получения из них спеченных материалов, так и на их характеристики.

Размер частиц порошков в зависимости от метода получения могут колебаться от долей микрометра до миллиметра. По размеру частиц порошки классифицируются на: наноразмерные (размер частиц менее 0,1 мкм); ультратонкие (размер частиц от 0,1 до 0,5 мкм); весьма тонкие (от 0,5 до 10 мкм); тонкие (от 10 до 40 мкм); средней тонкости (от 40 до 150 мкм) и крупные (свыше 150 мкм) [18].

От размера частиц порошков в сочетании с другими свойствами зависит насыпная плотность, давление прессования, усадка при спекании и механические свойства готовых изделий.

Форма частиц зависит от химического состава металла и способа получения порошка и может быть сферической (распыленные и карбонильные), губчатой (восстановленные), дендритной (электролитические), осколочной (при размоле в мельницах), чешуйчатой (при электролизе), игольчатой (при экстракции из расплава, конденсации из паровой фазы). Форма частиц оказывает большое влияние на технологические свойства порошков и характеризуется фактором формы, который изменяется от 0,2 (дендритные частицы) до 1,0 (сферические) [19].

Многообразие областей применения и типов СПМ предполагает наличие обширного комплекса свойств и эксплуатационных параметров, их характеризующих. Среди них есть и общие, которые определяют любой СПМ, так и специальные. К первой группе относятся: пористость (плотность); механические свойства, проявляющиеся в материале при приложении к нему нагрузки – предел текучести, предел прочности при сжатии (растяжении, изгибе), удлинение, твердость (микротвердость), модуль упругости, ударная вязкость, циклическая прочность, трещиностойкость (вязкость разрушения); физико-химические свойства – электро- и теплопроводность, коррозионная стойкость. Ко второй – специальные свойства. Для триботехнических СПМ – это коэффициент трения, износ, износстойкость, допустимая нагрузка, допустимая скорость, произведение нагрузки на скорость. Для пористых СПМ (ППМ) – пористость, ее распределение в объеме ППМ и ее вид (открытая, закрытая, тупиковая); форма, размеры пор (средние и максимальные) и их распределение в объеме ППМ; коэффициент извилистости пор; коэффициент реологичности поровой структуры; вязкостный и инерционный коэффициенты проницаемости; удельная поверхность; капиллярное давление и капиллярный потенциал; краевой угол смачивания.

1. ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ ПОРОШКОВ

Коэффициент внешнего и межчастичного трения являются показателями, необходимыми для расчета потерь усилия прессования, оценки равномерности плотности прессовки по объему и высоте.

В литературе для оценки коэффициента трения порошков предложено использовать угол естественного откоса – угол наклона свободно насыпанного порошка к горизонтальной плоскости. Однако такая оценка весьма приблизительна и субъективна. Авторами разработаны два метода, которые позволяют более точно и достоверно исследовать процессы трения в дисперсных системах, в том числе и в условиях воздействия вибраций.

Схема первого метода [20] и пример проведения измерения представлены на рис. 1 а и б.

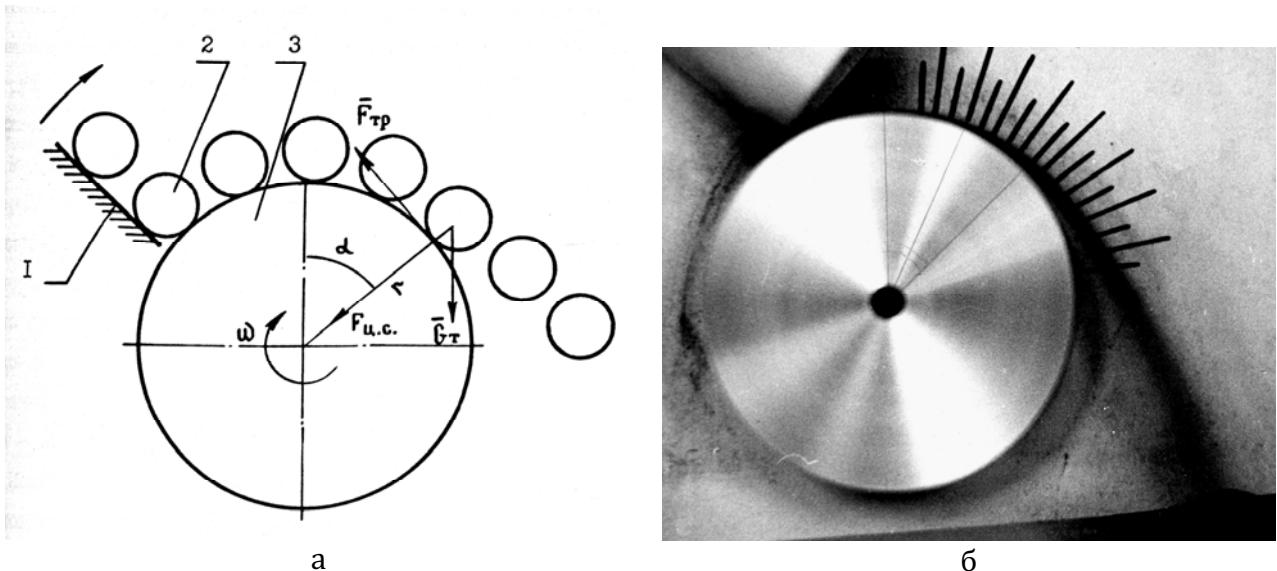


Рис. 1. Схема (а) и пример (б) определения коэффициента внешнего трения порошка [20]:
1 – держатель; 2 – исследуемый дисперсный материал; 3 – контробразец

Коэффициент внешнего трения определяется следующим образом. Навеску порошка помещают на держатель 1, который поворачивали относительно вращающегося с постоянной угловой скоростью цилиндрического контробразца 3 от исходного горизонтального положения до угла, обеспечивающего захват частиц контробразцом за счет сил трения. Когда сила трения F_{tr} между частицей и контробразцом уравновесится силой тяжести G_m и центростремительной силой F_{ce} , частицы отрываются от поверхности контробразца. В момент отрыва траектория направлена по касательной, измерив угол которой к вертикали α , можно рассчитать коэффициент трения по формуле

$$f = \frac{\sin \alpha}{\cos \alpha - \omega^2 r}, \quad (1)$$

где ω – угловая скорость контробразца, с^{-1} ; r – радиус контробразца. Для определения коэффициента межчастичного трения контробразец покрывают слоем частиц исследуемого порошка.

По второму методу [21] вращающийся контробразец установлен вертикально и полностью погружен в исследуемый порошок (рис. 2). Принцип действия этого метода заключается в фиксации момента сопротивления M вращению контробразца по потребляемой электродвигателем мощности [22]. Метод универсален – позволяет определять коэффициент трения в стационарных условиях, а также при наложении вибрации. Предварительно определяют момент сопротивления вращению контробразца без порошка – M_0 , а затем – с порошком – M_1 . Коэффициент трения рассчитывают по формуле:

$$f = \frac{K(M_1 - M_0)}{\omega^2 SP}, \quad (2)$$

где K – коэффициент, учитывающий форму контробразца (для цилиндра – равен 2,97); ω – угловая скорость вращения контробразца; S – площадь контробразца, находящаяся в дисперсном материале; P – масса исследуемого порошка.

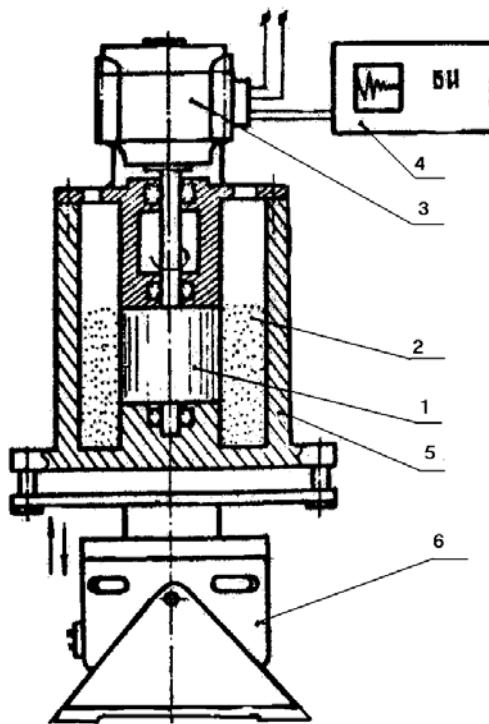


Рис. 2. Схема устройства для определения коэффициента трения дисперсных материалов в условиях воздействия вибрации [21]: 1 – контробразец; 2 – дисперсный материал; 3 – электродвигатель; 4 – блок измерений; 5 – контейнер; 6 – вибростол

Для определения коэффициента трения в условиях вибрации предварительно фиксируют при i -й частоте и амплитуде момент сопротивления вращению контробразца без порошка – M_i , а затем – с порошком – M'_i . Коэффициент трения порошка при этих режимах f_i рассчитывают по формуле, идентичной (19.2), в которой M_1 и M_0 заменены на M'_i и M_i соответственно.

2. ИССЛЕДОВАНИЯ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЕЧЕННЫХ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ (СПМ)

Электропроводность СПМ – одно из наиболее структурно чувствительных свойств, которое связано с пористостью соотношением [13]:

$$\lambda = \lambda_0 (1 - \Pi)^{3/2}, \quad (3)$$

где λ_0 – электропроводность компактного материала, химический и фазовый состав которого идентичен химическому и фазовому составу СПМ.

При этом все свойства проводимости, включая и теплопроводность, хорошо коррелируют между собой [13, 23]. В то же время аппаратура для измерения теплопроводности СПМ сложна и громоздка, а методики – не вполне точны. Поэтому для технических целей в ряде случаев проще измерять электропроводность, по значениям которой можно полукаличественно оценивать и другие свойства проводимости СПМ, их прочностные характеристики. Поскольку измеренная электропроводность пористых СПМ отличается от рассчитываемого по выражению (3) значения, В.В. Скороходом было введено понятие «совершенство межчастичных контактов», для расчета относительной величины которых получена формула [13]:

$$\xi = \frac{\lambda (1 - \Pi)^{-3/2}}{\lambda_0}. \quad (4)$$

Практически электропроводность оценивают по обратной ей величине – удельному электрическому сопротивлению. Методы измерения электросопротивлений твердых тел достаточно подробно описаны в работе [24], в которой для исследования материалов с относительно невысоким сопротивлением рекомендовано использовать методику измерения методом двойного моста. Преимуществом схемы двойного моста является сравнение сопротивлений образцовой катушки и измеряемого образца, что позволяет свести к минимуму влияние сопротивлений соединительных проводов и особенно контактных сопротивлений [24].

Теплопроводность СПМ связана при одной температуре с электропроводностью соотношением Видемана – Франца– Лоренца [23]:

$$\frac{k}{\lambda} = LT, \quad (5)$$

где k – коэффициент теплопроводности; L – число Лоренца, равное $2,45 \cdot 10^{-8}$ Вт·Ом/К 2 ; T – температура.

Для экспериментального определения теплопроводности и электропроводности СПМ в работе [24] рекомендовано использовать установку, которая работает следующим образом. В водоохлаждаемую вакуумную камеру помещают образец СПМ между двумя водоохлаждаемыми токоподводами. Для уменьшения тепловых потерь с боковой поверхности образца его помещают внутрь компенсационного нагревателя и системы лучезащитных экранов. Для измерения температуры на образце СПМ и на экране используют хромель-никелевые термопары и потенциометр. Образец нагревают пропусканием тока от трансформатора, измеряя при этом силу тока и падение напряжения на образце СПМ. Образцы СПМ для исследований должны при этом иметь вид стержня диаметром 5 и длиной 90-100 мм.

Теплопроводность СПМ рассчитывают по формуле:

$$\lambda_t = \frac{Ql}{2\Delta TF}, \quad (6)$$

где Q – количество теплоты, выделяемой в образце СПМ; l – длина образца; ΔT - усредненный перепад температур на образце; F – площадь поперечного сечения образца.

Усредненный перепад температур определяют по формуле:

$$\Delta T = T_2 - \frac{T_1 + T_3}{2}, \quad (7)$$

где T_2 – температура в центре образца; T_1 и T_3 – температуры на концах образца.

Удельное электрическое сопротивление СПМ определяется по параметрам электрической цепи.

3. ИССЛЕДОВАНИЯ ТРИБОТЕХНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПМ И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Машины трения с точечным контактом

В машинах трения, предназначенных для исследования контактного взаимодействия материалов реализуется, как правило, контакт типа «сфера – плоскость», «конус - плоскость» и т.п.

Для измерения сил трения в микромасштабном диапазоне в ИММС им. В.А.Белого НАН Беларуси разработан возвратно-поступательный микротрибометр RPT-02 [25]. Прибор предназначен для триботехнических испытаний образцов при малых нагрузках по схеме возвратно-поступательного перемещения сферического индентора по плоской пластине.

В ИПМ НАН Беларуси разработан лабораторный трибометр для исследования процессов трения в вакууме или контролируемой атмосфере [26]. Схема испытаний - «палец - диск» или «шарик - диск». В состав трибометра входит: испытательный узел и пульт управления на базе персонального компьютера (рис. 3). Трибометр работает следующим образом. Электропривод через переходную муфту 11 передает вращение на подвижный образец 1. Неподвижный образец 2 закреплен в держателе 8. Нагрузка на неподвижный образец 2 осуществляется сменными грузами 4 через систему рычагов держателем 9 (рис. 3). Узел нагрузки обеспечивает в процессе испытания материалов усилие на образце до 5 Н.

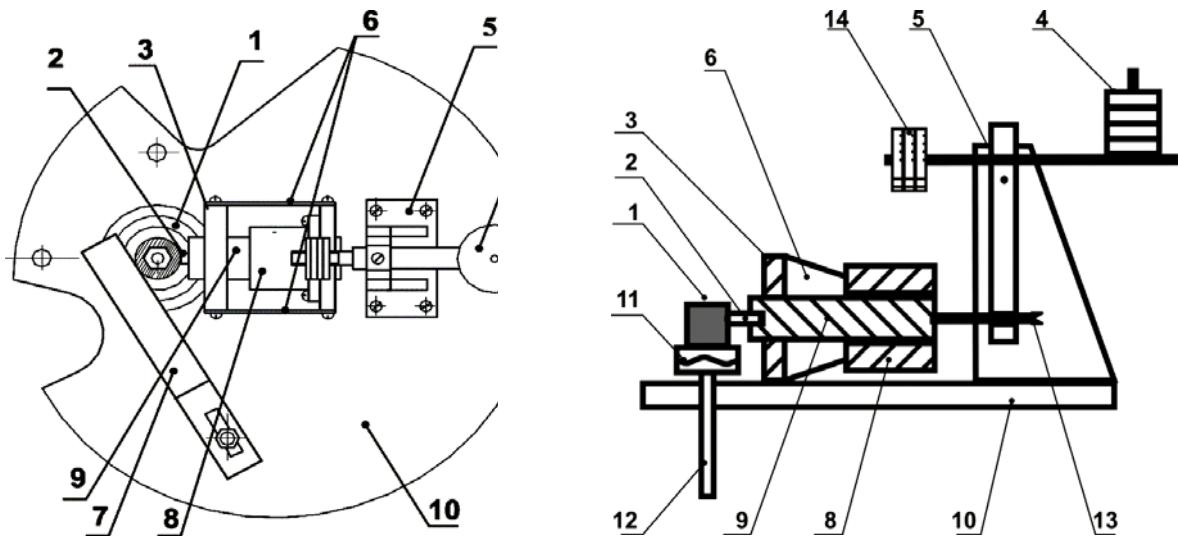


Рис. 3. Схема лабораторного трибометра для испытания материалов в условиях вакуума или контролируемой атмосферы: 1 – подвижный образец; 2 - неподвижный образец; 3 – рамка; 4 – грузы; 5 – рычаг; 6 – тензобалки; 7 – датчик Кельвин; 8 – державка; 9 – держатель образца; 10 - основание; 11 – предохранительная муфта; 12 – вал; 13 - толкатель; 14 - противовес

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ

И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

В процессе работы на трибометре контролируются следующие параметры: момент трения, скорость вращения, изменение работы выхода электрона, температура. Момент трения измеряется с помощью тензодатчиков, наклеенных на тензобалки 6. Скорость вращения – датчиком скорости, закрепленном на основании 10, и основанном на счетчике импульсов. Изменение работы выхода электрона контролируется датчиком Кельвина 7, смонтированном на специальной платформе. Платформа позволяет проводить настройку датчика на дорожку трения в горизонтальной и вертикальной плоскости. Держатель неподвижных образцов 6 выполнен съемным, что позволяет использовать в качестве образцов: пальчик диаметром 5 мм или шарик от 5 до 8 мм. Трибометр разработан и изготовлен таким образом, чтобы он мог бы быть помещен в стандартный вакуумный пост.

Машины трения с контактом по площади

Данная группа серийных машин трения позволяет моделировать режимы эксплуатации зубчатых колес, подшипников скольжения и качения, фрикционных накладок, пар трения «колесо – рельс». В качестве подвижного образца применяют вращающийся цилиндр, а сопрягаемый с ним неподвижный или подвижный образец имеет форму цилиндра (втулки) с плоской или криволинейной поверхностью трения. К этой группе относятся пальчиковая машина Арчарда, машина МИ-1М, машина СМТ-1.

Самой распространенной машиной этой группы является машина трения СМТ-1 и ее современная модификация – универсальная машина трения ИИ-5018. Машина позволяет проводить испытания материалов при трении качения по схеме контакта «вал – вал», при трении скольжения по схеме «вал - частичный вкладыш», «вал – втулка». Износ образцов измеряется путем их периодического взвешивания, либо с использованием датчиков (индикаторов) перемещения. Для проведения испытаний в жидкой среде предусмотрена испытательная камера [27]. На машине трения МИ-1М проводятся испытания при нормальной нагрузке 500-2000 Н и максимальной частоте вращения вала 70 с⁻¹. Аналогом МИ-1М является машина типа Amsler, в которой нагрузка на образцы составляет 10-250Н, а скорость относительного перемещения со прягаемых тел - 0,1-1,5 м/с.

Еще одной достаточно большой группой, являются машины трения, позволяющие моделировать условия нагружения материалов торцевых уплотнений, дисков сцеплений, упорных подшипников, дисковых тормозов и других узлов трения. К этой группе относятся трехпальчиковая машина трения АЕ-5, дисковая машина трения МДП-1, машина для испытаний материалов на фрикционную теплостойкость МФТ-1, универсальная машина трения УМТ-1 и т.д. Трущиеся тела в этих машинах трения могут быть выполнены в виде цилиндров и диска, контактирующих плоскими поверхностями.

В машине трения МТ-2, используемой в ГНУ ИПМ, аналог АЕ-5 (рис. 4), реализуется контакт «плоскость – три пальца». Вращающийся образец в виде диска или кольца диаметром 150-300 мм контактирует с плоской поверхностью трех пальчиковых образцов диаметром 6-12 мм. Машина обеспечивает возможность проведения испытаний при высоких давлениях. Скорость скольжения изменяется плавно путем регулирования частоты вращения вала от 300 до 2400 мин⁻¹.

Электродвигатель 1 через ременную передачу вращает вал 17, на котором установлен держатель подвижных образцов 14. Образцы 13 и 14 с помощью рычажного механизма 8 прижимаются дуг к другу. Величину силы нагружения регулируют электродвигателем 12, вращающим винт 16, перемещающим тележку с грузами 10 по направляющим 11. Вся система нагружения находится в равновесии относительно оси. При перемещении тележки изменяется плечо нагрузки и, следовательно, нагрузка, передаваемая на образцы посредством тяги 9. Такая система позволяет организовать нагружение образцов по сложному алгоритму автоматически под управлением процессора. Смазка осуществляется капельным путем. Смазка из масляного бака 6 через регулятор потока 7 поступает в держатель неподвижных образцов 2. В

зависимости от решаемых задач, смазка может поступать в центр и, за счет центробежной силы, перемещаться в зону контакта или непосредственно поступать к каждому пальчику отдельно. В процессе работы на машине трения измеряется момент трения – сигнал поступает с датчика момента 4, которым является прецизионное сопротивление; визуально момент трения может контролироваться с помощью маятникового датчика 5, скорость вращения подвижного образца – тахогенератором. В процессе работы происходит отсчет числа циклов нижнего образца – датчиком числа циклов служит бесконтактный выключатель. Температура в зоне трения может быть измерена с помощью термопар, установленных в неподвижных образцах.

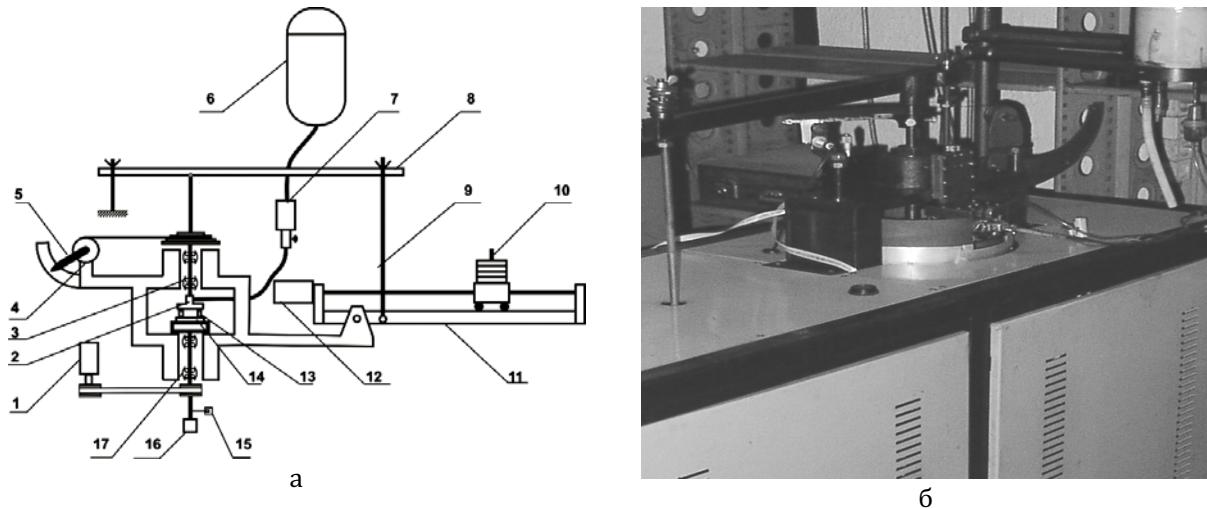


Рис. 4. Машина трения МТ-2: а - кинематическая схема, б – внешний вид

Станды для испытания фрикционных изделий

Надежность и долговечность машин и механизмов лимитируется узлами трения в тех случаях, когда ведущим процессом утраты работоспособности является износ. Для определения надежности и долговечности пар трения по износу часто применяется статистический анализ моментов отказов. Под отказом в статистике подразумевается событие, заключающееся в нарушении работоспособности объекта. Различают отказы внезапные, постепенные, производственные, эксплуатационные, а также систематические, частичные и полные. Причинами отказа могут быть дефекты, нарушения правил и норм эксплуатации, различного рода повреждения, а также естественные процессы изнашивания и старения. Около 80 % всех отказов машин, аппаратов и конструкций возникает по причине накопления в них различного рода повреждений (усталость, рост трещин, износ и т.п.) [28].

Для проведения ресурсных испытаний спеченных и других фрикционных дисков, а также для контроля готовой продукции ГНУ ИПМ разработан совместно с Минским тракторным заводом и Молодечненским заводом порошковой металлургии инерционный стенд «УЛИС», позволяющий воспроизводить условия работы реальных узлов и механизмов большинства современных тракторов, автомобилей, дорожно-строительных машин и обеспечивающий проверку работоспособности их узлов в экстремальных и чрезвычайных (аварийных) условиях (рис. 5) и таблица 19.1 [29, 30].

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ
И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

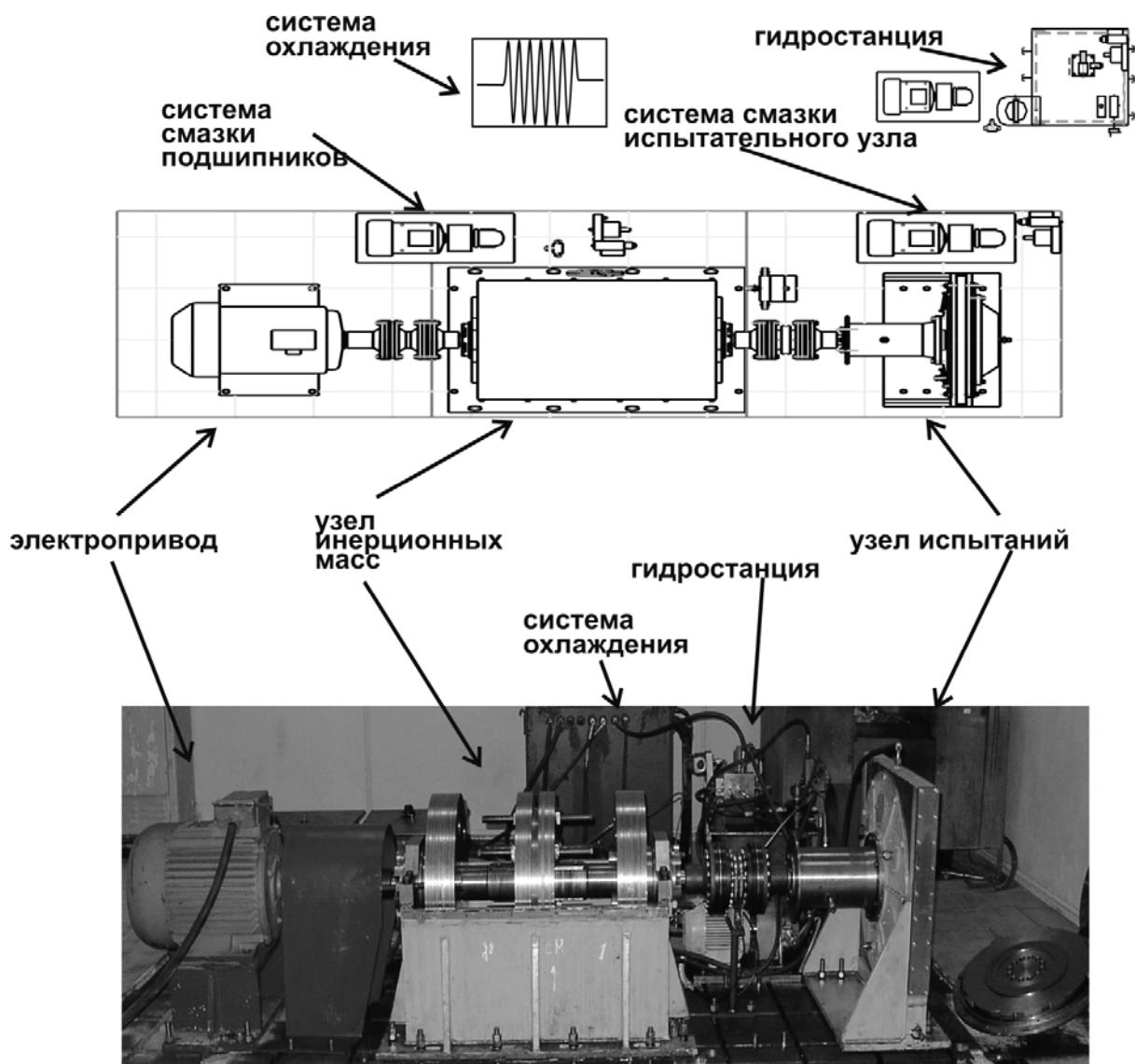


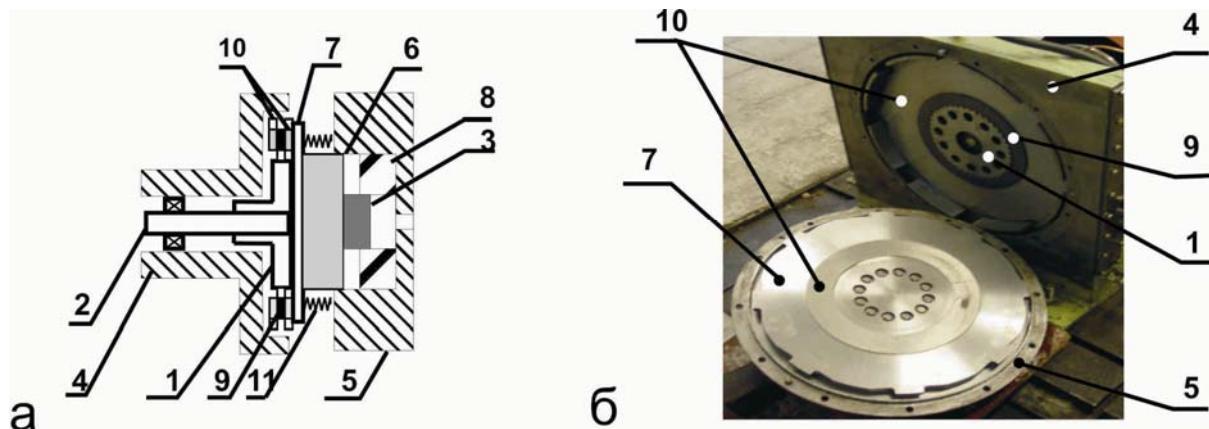
Рис. 5. Схема и внешний вид основных узлов стенда УЛИС

Стенд для испытания фрикционных дисков состоит из регулируемого электропривода, связанного с валом блока инерционных масс. Узел инерционных масс выполнен в виде тела вращения, закрепленного на двух опорах. Вал узла инерционных масс через датчик крутящего момента, совмещенный с датчиком скорости, соединен с валом испытательного узла. Узел трения выполнен таким образом, чтобы испытывать фрикционные диски широкого типоразмера без существенных переделок испытательного узла.

Таблица 1 Технические характеристики стенда для испытания
фрикционных дисков УЛИС

Наименование характеристик	Величина
Габаритные размеры стенда, мм,	3000x1200x1900
Масса стенда, кг, не более	3000
Мощность основного привода, кВт	30,0
Частота вращения, п, мин ⁻¹	500-5400
Параметры инерционных масс:	
- момент инерции J, кг·м ²	20
- момент инерции одного диска J ₁ , кг·м ²	0,572
Время разгона, с	120
Размер испытываемого диска, мм	75-497
Максимальная осевая нагрузка, Н	12000
Максимальная линейная скорость, м/с	140
Крутящий момент на валу установки дисков, Н·м	0-5000
Давление масла в гидроцилиндре, МПа	0-10.
Пределы измерения температуры масла °C	-50+200
Пределы измерение температуры в узле трения стенда, °C	20-800
Пределы измерение интервалов времени, мин	0-10
Система нагружения образцов	гидравлическая
Режимы испытаний	без смазки, со смазкой (картерная, в условиях полива)

Узел испытаний фрикционных дисков стенда УЛИС (рис. 6), состоит из корпуса 4, установленного на фундаменте.



Внутри корпуса на подшипниках установлен вал 2, на который закреплен сменный зубчатый фланец 1, который является держателем подвижного фрикционного диска 9. Два неподвижных тормозных диска 10 закреплены в корпусе и могут свободно перемещаться по оси нагрузки. Гидроцилиндр изготовлен в крышке 5, и имеет поршень 6. В зависимости от типоразмера фрикционных дисков предусмотрена установка сменных вставок гидроцилиндра и вставок поршня, позволяющих регулировать давление прижатие. Возврат дисков в исходное состояние происходит с помощью пружины 11, установленной в промежуточном диске 7.

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

Система контроля и управления выполнена на базе процессора FX1N-24 MR-DS (Mitsubishi). Система контроля и управления позволяет осуществлять ввод параметров испытаний по заданному циклу, автоматически, посредством исполнительного блока, управлять работой основного электропривода, всех гидросистем стенда, регулировать давление и подачу смазки, управлять основным гидроцилиндром. Кроме того, система контроля и управления осуществляет постоянный контроль и анализ состояния узлов и механизмов стенда: температуру в подшипниковых узлах, температуру в узле трения, наличие давления масла в гидросистемах, контроль момента и скорости. При отклонении контролируемых параметров от заданных значений система отрабатывает алгоритмы устранения ошибок или прекращает выполнение программы испытаний. Система контроля и управления позволяет организовать испытания фрикционных дисков в автоматическом режиме по заданной циклограмме.

Пульт управления стенда установлен в отдельном помещении и состоит из двух основных блоков: система контроля и управления стенда, и система регистрации результатов испытаний (рис. 7).



Рис. 7. Система контроля и управления стенда УЛИС:
а – внешний вид; б – схема установки датчиков.
1 – электропитание; 2, 4, 7 – датчики потока и температуры масла в подшипниковых узлах; 5 – датчик момента; 3 – датчик скорости; 6 – датчик давления масла в гидроцилиндре; 8 – датчик температуры вблизи поверхности трения; 9 – датчик температуры масла в узле трения

Система регистрации результатов испытаний предназначена для регистрации, предварительной обработки и отображения результатов испытаний. В большинстве случаев время до полной остановки инерционных масс является достаточно коротким. Промышленные контроллеры, обладая высокой надежностью и простотой управления, имеют существенное ограничение по быстродействию. На стенде УЛИС регистрация результатов испытаний осуществляется с помощью компьютера с встроенной платой сбора данных фирмы «National Instruments». В процессе испытаний регистрируются крутящий момент, температура масла в узле трения и вблизи поверхности неподвижного диска, время до остановки, количество оборотов до остановки, давления в гидроцилиндре. Кроме того, в процессе испытаний могут быть вычислены и производные параметры: коэффициент трения; стабильность коэффициента трения; эффективность торможения; потеря эффективности торможения; восстанавливаемость эффективности торможения.

Таким образом, стенд УЛИС позволяет регистрировать основные показатели качества фрикционных изделий, установленных ГОСТ 4.79-87 [31] согласно стандартным и специальным методикам. Кроме того, точность определения фрикционных параметров и технические характеристики стенда позволяют организовать в Республике Беларусь испытания фрикционных изделий согласно Правилам ЕЭК ООН № 13 и № 90.

Электрофизические методы в исследованиях процессов трения и изнашивания

Одним из методов контроля трущихся поверхностей является метод, основанный на непрерывной регистрации изменений работы выхода электрона в процессе трения [32].

Работа выхода электрона, Φ - энергия, которую необходимо затратить для удаления электрона из твердого или жидкого вещества в вакуум. Если электростатический потенциал в вакууме φ_0 , в веществе φ_i , а E_F – энергия Ферми, то работа выхода электрона определяется уравнением [33, 34]:

$$\Phi = (\varphi_i - \varphi_0) - E_F = \Delta\varphi - E_F = 4\pi P_s - E_F \quad (8)$$

Величина $\Delta\varphi$ представляет собой разность между электростатическим потенциалом электрона внутри металла и электростатическим потенциалом электрона вне металла в определенной точке; $\Delta\varphi$ зависит от состояния поверхности металла и, следовательно, от ее структуры. При этом $\Delta\varphi = 4\pi P_s$, где P_s – дипольный момент двойного слоя, приходящийся на единицу площади поверхности.

Наиболее часто употребляемым методом контроля работы выхода электрона с трущимся поверхности является модифицированный Зисманом метод Кельвина, в котором измерение работы выхода электрона ведется по контактной разности потенциалов между измеряемой поверхностью и относительно стабильной поверхностью эталонного образца. Этот метод, в отличие от других, не требует высоких температур, электрических полей, пучка электронов или ионов. Его можно использовать как при высоких давлениях окружающих газовых сред, так и в условиях вакуума. Кроме того, он позволяет измерять работу выхода электрона как усредненную по довольно большим участкам поверхности, так и локальную на участках размером $< 2 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2$ [35]. Метод Кельвина - Зисмана является самым универсальным среди методов измерения работы выхода электрона, что и обеспечивает возможность его применения для непрерывного контроля поверхности трения.

Вследствие высокого уровня вибраций, электромагнитных шумов и радиационного излучения к датчику для измерения контактной разности потенциалов предъявляются жесткие требования относительно помехозащищенности и стабильности работы.

Структурная схема датчика Кельвина для непрерывного контроля трущимся поверхности представлена на рис. 8. Вибрирующий под действием модулятора 4 эталонный образец 3 расположен на расстоянии 0,5 мм над дорожкой трения на вращающемся диске 2 и образует с ней плоский конденсатор емкостью C . Вследствие разности работы выхода электрона с эталонным образцом и вращающегося диска 2 этот конденсатор будет иметь заряд $Q = (\varphi_1 - \varphi_2)/e$. Измеритель 5 представляет собой фазовую автокомпенсационную систему, постоянно отслеживающую на выходе потенциал, равный контактной разности потенциалов между эталонным образцом и трущимся поверхностью, величина которого непрерывно регистрируется устройством 6.

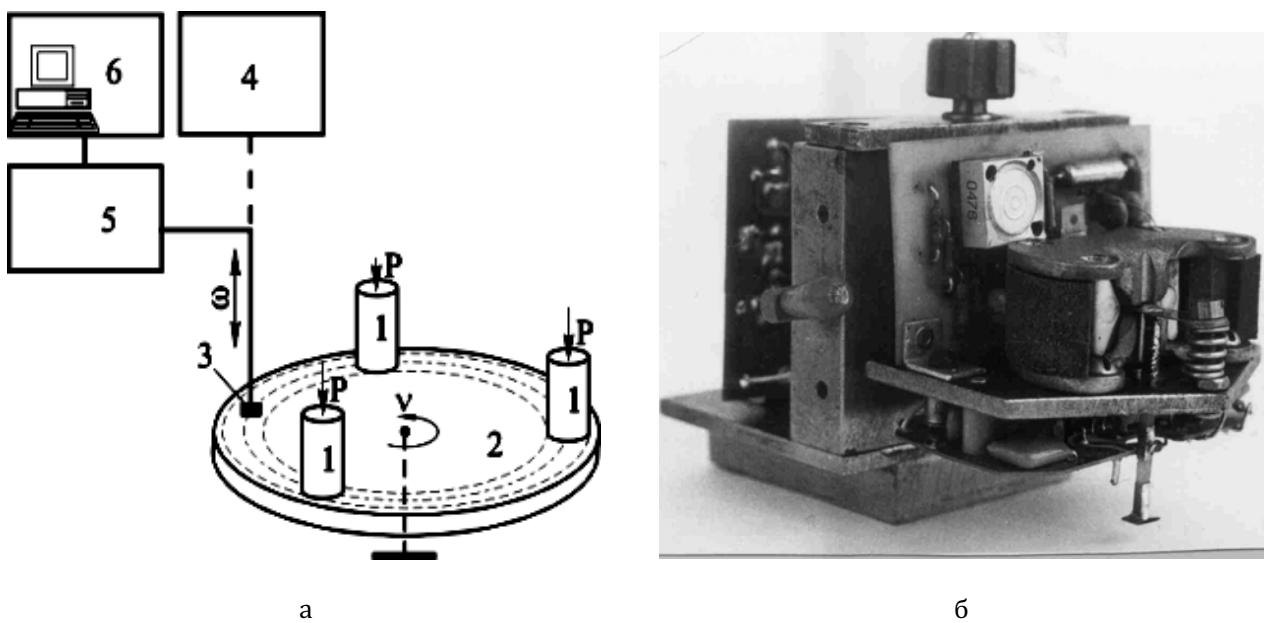


Рис. 8. Датчика Кельвина: а - структурная схема; б - внешний вид

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ

И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

Как видно из рис. 8, все измерительные манипуляции (механические колебания, снятие полезного сигнала и подача потенциала компенсации) выполняются только над эталонным образцом. Это предоставляет возможность оснащать разработанным прибором практически любые машины трения, собранные по разным схемам.

Разработанные в Институте порошковой металлургии датчики имеют следующие параметры: габаритные размеры 40x50x20 мм; масса – 0,1 кг; диапазон измерения потенциала $\pm 1,5$ В; погрешность измерения, не более 5 %; потребляемая мощность – не более 10 Вт; размер эталонного образца - 3 мм^2 ; частота колебаний - 300 Гц; амплитуда колебаний $\sim 0,1$ мм.

Датчик может быть подключен практически к любому трибометру, имеющему небольшой участок свободной поверхности трения.

4. ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОНИЦАЕМЫХ, ФИЛЬТРУЮЩИХ И КАПИЛЛЯРНЫХ СВОЙСТВ СПЕЧЕННЫХ ПОРОШКОВЫХ ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ (СППМ)

Одним из важнейших направлений порошковой металлургии является разработка и производство спеченных пористых порошковых материалов (СППМ), назначение и область применения которых определяются строением и параметрами их поровой структуры.

Именно поровая структура оказывает решающее влияние на такие функциональные свойства СППМ, как проницаемость, капиллярный потенциал (максимальная высота капиллярного подъема жидкости в порах СППМ), тонкость фильтрации, каталитическая активность и на многие другие.

В зависимости от свойств исходных порошков и параметров технологии изготовления СППМ обладают широким диапазоном эксплуатационных характеристик. Наиболее широкое распространение СППМ получили в качестве фильтрующих материалов. СППМ применяют в устройствах, где требуется равномерный подвод газа или жидкости на большой площади, например, при пневмотранспорте, охлаждении, сушке дисперсных сред, при диспергации или смешивании жидкостей и газов и т.п. Высокая механическая прочность и теплопроводность СППМ обеспечивают их успешное применение в качестве элементов различных защитных устройств, преград распространению пламени в газовом потоке, вибраций, шума выхлопа пневмооборудования и т.д.

СППМ характеризуются рядом структурных и эксплуатационных параметров, которые во многом определяются свойствами исходных порошков. К важнейшим характеристикам СППМ относятся: пористость, ее распределение в объеме СППМ и ее вид (открытая, закрытая, тупиковая); форма, размеры пор (средние и максимальные) и их распределение в объеме СППМ; коэффициент извилистости пор; коэффициент регулярности поровой структуры; вязкостный и инерционный коэффициенты проницаемости; удельная поверхность; механическая прочность, коррозионная стойкость и другие физико-химические свойства. Создание технологических процессов получения СППМ невозможно без изучения их свойств, влияния на них свойств исходных порошков, технологических параметров изготовления, определения закономерностей их влияния на эффективность работы СППМ.

4.1. Исследования структурных свойств СППМ

4.1.1. Исследование пористости

Термин «поровая структура» СППМ означает расположение и взаимосвязь составляющих элементов рассматриваемой системы в пространстве. Согласно работе [36, 37] понятие «структурата» подразумевает набор четко разграниченных структурных элементов, обладающих ограниченной автономностью. Методы определения пористости спеченных порошковых материалов приведены подробно в работе [36]. Они используются и при исследовании пористости СППМ. Различают три вида пор: открытые, тупиковые и закрытые, т.е. общая пористость СППМ является суммой всех трех упомянутых пористостей:

$$\Pi = \Pi_0 + \Pi_s + \Pi_m. \quad (9)$$

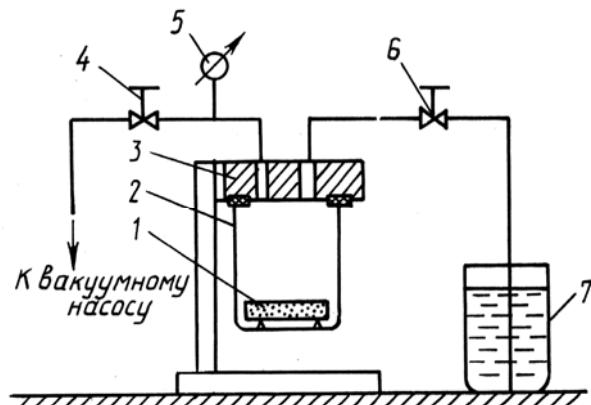


Рис. 9. Схема приспособления для пропитки образцов СППМ жидкостью

сферного давления потечет в стакан 2 и пропитает исследуемый образец 1.

Среди методов определения пористости, основанных на пропитке их жидкостями, широкое применение находит также ртутная порометрия, используемая, в первую очередь, для исследования распределения пор по размерам и более подробно представленная в работах [37, 38].

В работе [39] проведены результаты сравнительных исследований пористости образцов СППМ из различных порошков, проведенных следующими методами: расчетным, гидростатическим, ртутной порометрией, металлографическим и расчетом по проницаемости, которые показали существенные отклонения 4 вышеперечисленных методов от гидростатического, который принято в настоящее время считать наиболее точным методом определения открытой пористости. Эти отклонения зависят от абсолютного значения пористости исследуемого образца. На рис. 10 приведены зависимости относительного отклонения значений пористости образцов СППМ, определенных различными методами. Зависимости позволяют скорректировать результаты исследований пористости СППМ, полученные различными методами и сопоставить их.

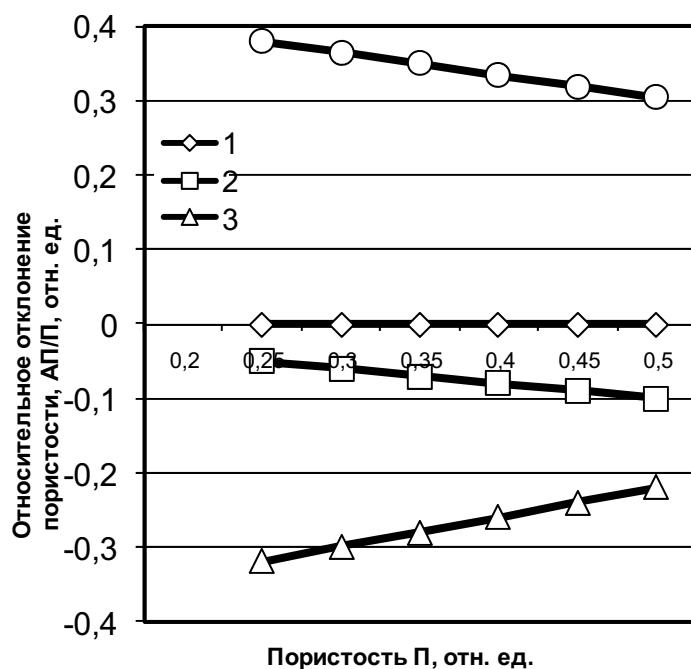


Рис. 10. Зависимость относительного отклонения значений пористости образцов СППМ, определенных ртутной порометрией (2), металлографическим методом (3), рассчитанных по проницаемости (4) от значений, полученных гидростатическим методом (1) [39]

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

Для СППМ с анизотропной поровой структурой, для контроля которой необходимо знать распределение пористости по толщине, известные методы не подходят, так как не позволяют измерять распределение пористости по толщине СППМ, не нарушая его целостности. Для этих целей в Институте порошковой металлургии НАН Беларуси разработан метод и устройство [40] для определения пористости с помощью вихревых токов. Вследствие того, что глубина проникновения вихревых токов зависит от частоты переменного магнитного поля, изменяя частоту, можно определить электропроводность слоев на разной глубине образца.

Удельную электропроводность любого внутреннего слоя образца можно рассчитать по формуле

$$\lambda_i = \frac{\lambda_n h_n - \lambda_{n-i} h_{n-i}}{n_i}, \quad (10)$$

где $\lambda_n, \lambda_{n-i}, \lambda_i$ – удельные электропроводимости слоев толщиной h_n, h_{n-i}, h_i соответственно.

Пористость i -го слоя легко рассчитать, используя зависимость Оделевского [41] из выражения

$$P_i = \frac{2(\lambda_k - \lambda_i)}{3\lambda_k}, \quad (11)$$

где P_i – пористость i -го слоя, λ_k – электропроводимость компактного материала.

4.1.2. Исследование размеров пор и распределения пор по размерам

Одной из важнейших характеристик фильтрующих СППМ является величина пор, так как она определяет такие эксплуатационные характеристики, как тонкость очистки.

Максимальные размеры пор являются одной из важнейших характеристик СППМ, поскольку определяют максимальный размер частиц загрязнителя, которые могут пройти через него. Средние размеры пор обычно используют для сравнения различных СППМ. Распределение пор по размерам дает представление о числе или объеме пор каждого размера, диапазоне изменения размеров пор в СППМ и является более полной характеристикой по сравнению с максимальными и средними размерами пор.

Наиболее простым и распространенным методом определения максимального и среднего размера пор является метод вытеснения смачивающей жидкости из пор СППМ (метод Баруса–Бехгольда по ГОСТ 26849-86). В зарубежной литературе его часто называют «метод пузырька» (bubble point). Он основан на измерении давления, необходимого для прохождения пузырьков газа через пористый образец, поры которого заполнены смачивающей жидкостью с известным поверхностным натяжением. При этом размер пор рассчитывают по формуле

$$d = \frac{4\sigma_{\infty} \cos \theta}{\Delta P}, \quad (12)$$

где d – размер пор; σ_{∞} – поверхностное натяжение, θ – краевой угол смачивания жидкостью СППМ; ΔP – перепад давления на образце.

При применении этого метода для реальных СППМ, поры которых имеют сужения и расширения, фиксируются, очевидно, наиболее узкие участки этих пор. Схема установки для определения максимального и среднего размера пор, а также проницаемости СППМ показана на рис. 19.11. А на рис. 19.12 представлен разработанный, изготовленный и используемый в ИПМ НАН Беларуси прибора «Поромер -1», реализующий данный метод.

Перед опытом образец пропитывают смачивающей жидкостью, при этом используется приспособление, схема которого представлена на рис. 9. Пропитанный жидкостью образец помещают в специальный патрон, на поверхность которого наливают дополнительный слой (до 5 мм) той же жидкости. В полость под образцом подают газ и плавно повышают его давление. Наблюдая за поверхностью образца, фиксируют давление газа, при котором на поверхности образца открывается не менее трех пор (в слое жидкости образуется соответствующее количество цепочек пузырьков газа). Это давление соответствует раскрытию пор максимальных размеров.

Когда откроется большинство пор в образце, но еще не начнется бурное «кипение», фиксируют второе значение давления газа, которое соответствует раскрытию пор среднего размера. Метод вытеснения жидкости применяют для определения размеров пор от 1 до 250 мкм. Нижний предел соответствует ограничению давления газа под образцом (не свыше 3-4 МПа), а верхний предел - невозможности заполнения пор жидкостью, так как капиллярные силы, удерживающие жидкость в порах, становятся сравнимыми с силами тяжести.

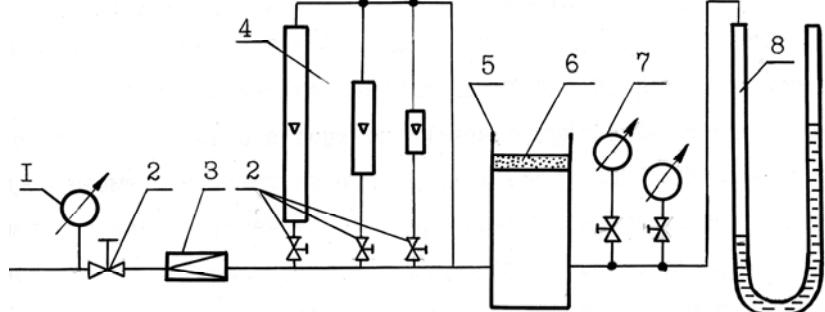


Рис. 11. Схема установки для определения размеров пор и проницаемости СППМ: 1 – манометр; 2 – краны; 3 – редуктор; 4 – блок датчиков расхода газа; 5 – патрон для закрепления исследуемого образца; 6 – образцовые манометры; 8 – U-образный водяной манометр

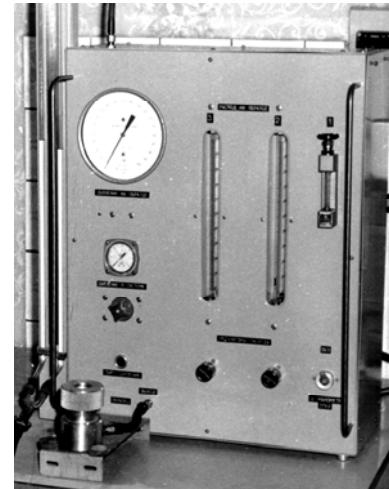


Рис. 12. Прибор «Поромер -1» для исследования размеров пор и проницаемости СППМ

Распределение пор по размерам обычно определяют методом вытеснения смачивающей жидкости из поровых каналов СППМ при одновременном снятии зависимости расхода газа от давления. Этот метод наиболее приемлем для пористых материалов, используемых в качестве фильтров [9]. Преимуществом данного метода, также как и метода вихревых токов, является то, что он позволяет определить распределение пор по размерам, не нарушая целостности образца. Одна из первых и довольно простых установок для исследования распределения пор по размерам в СППМ, была создана еще в начале 80-х годов XX века в МГТУ им. Н.Э. Баумана [24] С.В. Беловым с сотрудниками.

Метод основан на модели СППМ, представляющей собой совокупность цилиндрических капилляров разного диаметра и предположении о течении газа в них, описываемом законом Пуазейля. Сущность метода, аналогичная определению максимальных и средних размеров пор, заключается в плавном увеличении давления газа под образцом, пропитанном смачивающей жидкостью, и фиксации зависимости расхода газа от давления. Очевидно, что в диапазоне давлений от 0 до $\Delta P = P_1$, соответствующем раскрытию пор максимального размера r_1 , расход газа Q_1 будет равен 0.

В идеализированном общем виде указанная зависимость представлена на рис. 13. При $\Delta P = P_2$, раскроются капилляры меньшего радиуса r_2 . Суммарный расход газа через эти капилляры будет равен Q_2 . И так далее, по мере наращивания давления. Таким образом, можно получить систему

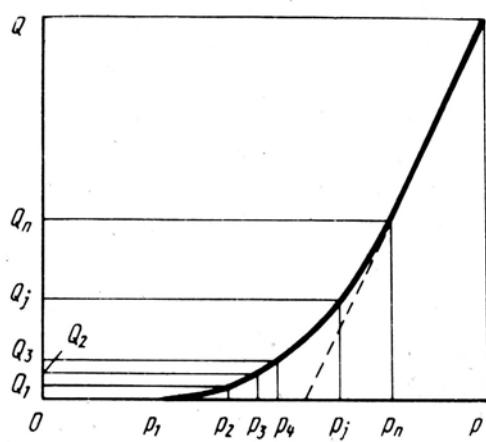


Рис. 13. Изменение расхода газа через пористый образец, пропитанный жидкостью

уравнений, решая которую, в конечном виде получаем зависимость:

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

$$N_j = \frac{8\eta l}{\pi r_j^4} \left(\frac{Q_{j+1} - Q_j}{P_{j+1} - P_j} - \frac{Q_j - Q_{j-1}}{P_j - P_{j-1}} \right), \quad (13)$$

где N_j – число пор размера r_j ; η – вязкость газа; l – толщина образца; Q и P давления и расходы газа.

В развитие описанного выше метода в ИПМ НАН Беларуси разработан метод центробежной порометрии [42], суть которого (рис. 14) в вытеснении жидкости из пор образца СППМ центробежными силами и измерении зависимости расхода газа от скорости вращения при постоянном давлении. Расчет размеров и числа пор ведут по формулам:

$$r_i = \frac{2\sigma \cos \theta}{P_0 + \rho h R \omega_i^2}, \quad (14)$$

$$N_i = \frac{q_i - q_{i-1}}{\frac{\pi P_0}{8\mu h} r_i^4}, \quad (15)$$

где r_i – радиус поры; σ , θ , ρ , – поверхностное натяжение, краевой угол и плотность жидкости; h – толщина образца; R – радиус вращения; ω_i – угловая скорость вращения; P_0 – постоянное избыточное давление газа; q_i и q_{i-1} – расходы газа через единицу площади при угловой скорости ω_i и ω_{i-1} соответственно; μ – вязкость газа.

Следует отметить, что благодаря совершенствованию микропроцессорной техники, применению высокочувствительных датчиков расхода, стало возможным создание относительно недорогих, достаточно точных приборов на основе классического метода вытеснения жидкости (воды) из пор газом. Важным достоинством метода является его универсальность – он позволяет на одном и том же образце СППМ измерять целый комплекс свойств: проницаемость по газу; максимальный и средний размеры пор по методу «пузырька»; распределение пор по размерам. При этом, в отличие от ртутной порометрии, образец СППМ не подвергается загрязнению токсичной ртутью и может быть использован для других исследований.

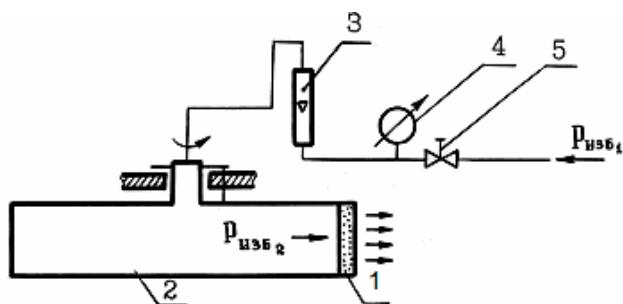


Рис. 14. Схема установки для контроля распределения пор по размерам [63]: 1 – исследуемый образец СППМ, пропитанный жидкостью; 2 – центрифуга; 3 – датчик расхода; 4 – манометр; 5 – редуктор

Не подвергается опасности оператор, прибор не требует отдельного специального помещения. Нижний предел чувствительности современных приборов составляет уже 0,2-0,4 мкм.

Порораспределение в СППМ можно определять и металлографическим методом, однако в этом случае весьма субъективной является процедура выделения отдельных пор в поле шлифа, на котором, как правило, сеть пор непрерывна и хаотична.

Нами разработан усовершенствованный металлографический метод исследования порораспределения СППМ [43]. Он проиллюстрирован рис. 15 и заключается в следующем. На фотографии шлифа соединяются отрезками центры соседних частиц, измеряются углы φ_i и φ_i' получившихся геометрических фигур – треугольников и четырехугольников. По значениям этих углов рассчитывают набор значений углов укладки частиц θ_i

$$\theta_i = \arccos \left(\frac{B + \sqrt{B^2 - AC}}{A} \right), \quad (16)$$

где

$$A = \left(\frac{9}{1 + \cos(\varphi_i, \varphi_i)} - 4 \right)^2 + 2, \quad (17)$$

$$B = \left(3,5 - \frac{4,5}{1 + \cos(\varphi_i, \varphi_i)} \right) \cdot \left(\frac{9}{1 + \cos(\varphi_i, \varphi_i)} - 4 \right) + 0,5' \quad (18)$$

$$C = \left(3,5 - \frac{4,5}{1 + \cos(\varphi_i, \varphi_i)} \right)^2 - 1. \quad (19)$$

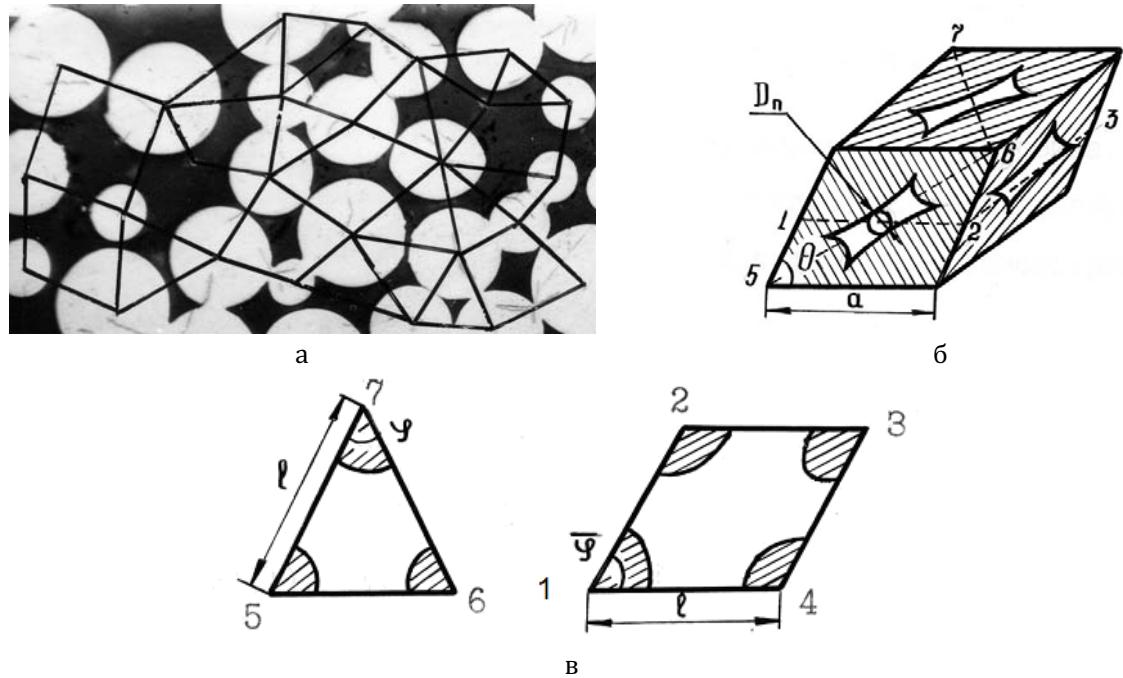


Рис. 15. Усовершенствованный металлографический метод исследования порораспределения СППМ [43]:
а - фотография шлифа СППМ из порошка бронзы марки БрОФ10-1; б - модель элементарной ячейки СППМ;
в - виды сечений ячейки плоскостями

В элементарных ячейках измеряются размеры сторон четырехугольников (длины отрезков, соединяющих центры частиц) и рассчитываются действительные расстояния между центрами частиц:

$$a_i = \frac{l_i}{1 - \frac{E}{F} \left[E^2 + F^2 \left(1 + \frac{E}{F} \right)^2 \right]^{1/2}}, \quad (20)$$

где

$$E = \frac{1}{3} \left[2 + \cos \theta_i - 2(1 + \cos \theta_i - 2 \cos^2 \theta_i)^{1/2} \right]^{1/2}, \quad (21)$$

$$F = \frac{1}{3} \left[5 - 2 \cos \theta_i + 4(1 + \cos \theta_i - 2 \cos^2 \theta_i)^{1/2} \right]^{1/2}. \quad (22)$$

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ

И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

Значения a_i (20) усредняют по всему объему выборки. По формуле Андерсена [9] рассчитывается средний диаметр частиц, а затем для каждой ячейки рассчитывается размер (D_{ni}) и объем (V_{ni}) пор для каждой ячейки по выражениям:

$$D_{ni} = \frac{a}{\cos \frac{\theta_i}{2}} - D_u' \quad (23)$$

$$V_{ni} = a^3 (1 - \cos^2 \theta_i + 2 \cos^3 \theta_i)^{1/2} - FF \frac{\pi D_u^3}{6}, \quad (24)$$

где FF – фактор формы частиц, определяемый по выражению С.С.Салтыкова [19]. Данным методом можно также рассчитать и более точно пористость, определяемую как отношение суммарного объема порового пространства элементарных ячеек к величине объема образца СППМ:

$$\Pi = \frac{\sum_i \left[a^3 (1 - \cos^2 \theta_i + 2 \cos^3 \theta_i)^{1/2} - FF \frac{\pi D_u^3}{6} \right]}{\sum_i \left[a^3 (1 - \cos^2 \theta_i + 2 \cos^3 \theta_i)^{1/2} \right]}. \quad (25)$$

Данный метод, не смотря на кажущуюся длительность и трудоемкость, в настоящее время при современном развитии техники анализа изображений, компьютерной техники, программного обеспечения легко может быть подвергнут автоматизации, и может быть совмещен с исследованиями микроструктуры СППМ.

В работе [44] проведен сравнительный анализ разных методов исследования порораспределения на образцах из порошка бронзы марки БрОФ10-1 различного гранулометрического состава (рис. 16).

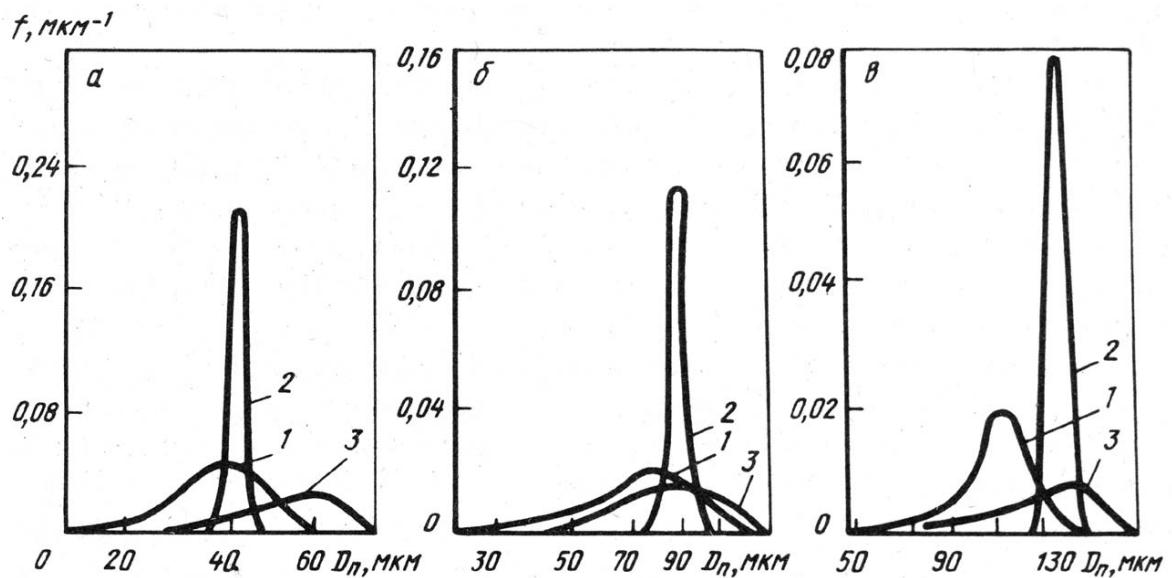


Рис. 16. Распределение пор по размерам СППМ из порошка бронзы марки БрОФ10-1 с размером частиц: 0,1-0,16 мм (а); 0,2-0,315 мм (б); 0,4-0,63 мм (в) [14]: 1 – метод ртутной порометрии; 2 – метод вытеснения смачивающей жидкости из пор; 3 – металлографический метод

Показано, что при ртутной порометрии функция порораспределения смещается, как это показано выше, в область мелких пор. Функция, полученная методом вытеснения жидкости, описывает узкий интервал пор в области среднего значения, что связано с использовавшимися

во время выполнения данных исследований малочувствительными датчиками расхода газа. Металлографический метод охватывает широкий диапазон размеров пор. Его смещение в область крупных пор связано с тем, что и метод ртутной порометрии, и метод вытеснения жидкости дают размеры по самым узким сечениям пор.

4.2. Исследование проницаемых, фильтрующих и физико-механических свойств СППМ

4.2.1. Исследование проницаемых свойств СППМ

Способность СППМ пропускать через себя жидкость или газ называется проницаемостью. Параметр, характеризующий проницаемость, впервые введен Дарси в 1856 г. и назван коэффициентом проницаемости. При определении **коэффициента проницаемости** принимается, что проникновение жидкости или газа через пористый материал происходит ламинарно и подчиняется закону Дарси [7, 37], согласно которому объем жидкости, протекающей через пористое тело, равен

$$V = \frac{KS}{\mu h} \cdot \frac{P_1^2 - P_2^2}{2P_1} \cdot \tau, \quad (26)$$

где S - площадь сечения образца, м^2 ; h - толщина образца, м; μ - динамическая вязкость фильтруемой среды, $\text{Па}\cdot\text{с}$; P_1 и P_2 - давление среды соответственно на входе и выходе, Па; τ - время течения жидкости, с; K - коэффициент проницаемости, м^2 . Экспериментально коэффициент проницаемости определяют по ГОСТ 25283-93 на приборе, схема которого представлена на рисунках 11-12.

Важной характеристикой фильтрующих СППМ, особенно используемых в качестве диспергаторов, является **распределение локальной проницаемости** по площади фильтрования. В ГНУ ИПМ разработан метод и установка для определения локальной проницаемости [45] с помощью термоанемометра. Согласно данному методу, термоанемометр расположен в определенной точке поверхности фильтрующего элемента и фиксирует скорость потока газа в данной точке. Сигнал от термоанемометра поступает на усилитель, а затем индикатор, шкала которого проградуирована в значениях расхода. Термоанемометр запитывается от стабилизированного источника питания. Данный метод контроля локальной проницаемости благодаря простоте, достаточной точности и возможности производить контроль, не нарушая целостности образцов и изделий можно применять не только в исследовательской работе, но и на производстве. На рис. 17 представлена схема установки для определения локальной проницаемости СППМ.

Установка содержит измерительную позицию, в которую входит корпус 1 с исследуемым образцом 2, уплотнение 3, крышка 4 и ряд вспомогательных элементов. На корпусе закреплено координатное устройство, состоящее из каретки 5 и направляющих 11, 12. На каретке 5 в пружинном параллелограмме 6 установлена державка 7 с нитью термоанемометра 8. При помощи винта 9 нить 8 в процессе измерений перемещается по нормам к поверхности образца, а вокруг оси 10 поворачивается вручную. Каретка перемещается по двум координатам с помощью микрометрических винтов 13 и 14. На исследуемом образце 2 с помощью источника избыточного давления 15 создается перепад давления газа, величина которого контролируется манометром 16, а устанавливается редуктором 17. Сигнал от термоанемометра поступает на усилитель, а затем индикатор, шкала которого проградуирована в значениях расхода. Термоанемометр запитывается от стабилизированного источника питания.

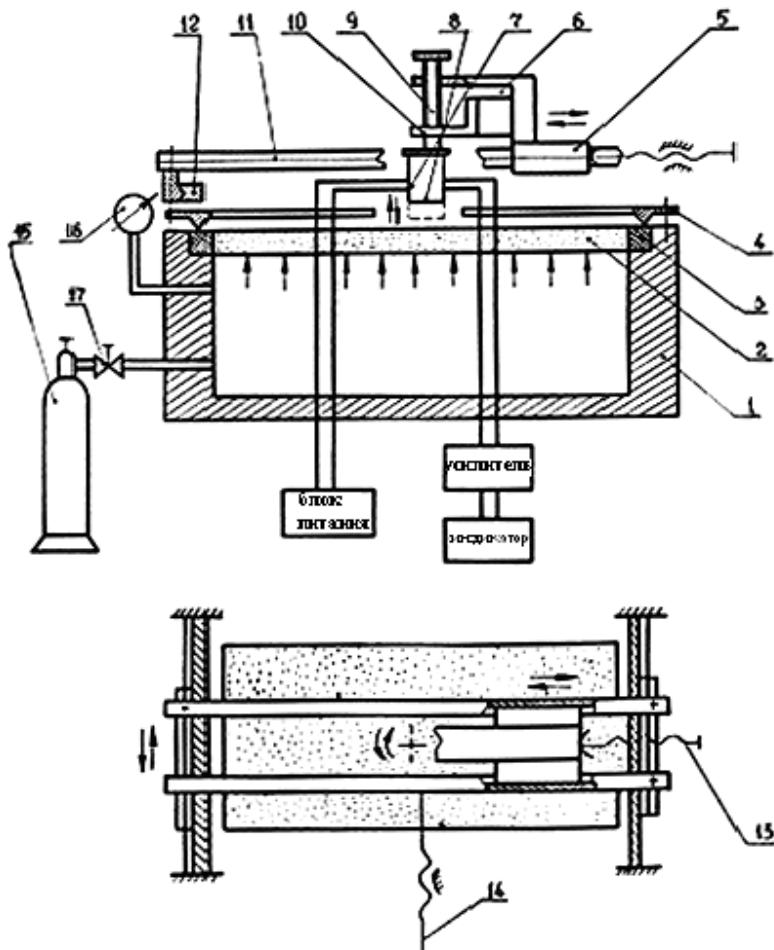


Рис. 17. Установка для определения локальной проницаемости [45]

5.2.2. Исследования фильтрующих свойств СПМ

Процесс очистки жидкости от загрязнений при ее прохождении через СПМ качественно характеризуется **тонкостью фильтрования**.

Тонкость фильтрования, в первую очередь, зависит от размеров, формы и извилистости пор, а также формы и размеров частиц загрязнителя. От данных параметров зависит и главная эксплуатационная характеристика фильтрующих СПМ – ресурс работы.

Абсолютная тонкость фильтрования определяется по максимальному размеру частиц загрязнителя, прошедших через СПМ. **Номинальная тонкость фильтрования** численно равна максимальному размеру частиц, прошедших через СПМ с определенным коэффициентом отфильтровывания ψ_i . Этот коэффициент характеризует снижение содержания частиц загрязнителя i -го размера в фильтрате при однократном пропускании суспензии через СПМ:

$$\psi_i = 1 - \frac{N_{2i}}{N_{1i}}, \quad (27)$$

где N_{2i} и N_{1i} – количество частиц i -го размера в единице объема фильтрата и суспензии соответственно. При определении номинальной тонкости фильтрования принимают $\psi_i \geq 0,97$ [24, 46]. Отношение N_{2i}/N_{1i} называют коэффициентом пропускания частиц i -го размера k_i .

Коэффициент полноты фильтрования φ характеризует интегральное уменьшение массы (количества) загрязнителя при однократном прохождении суспензии через СПМ.

Абсолютная тонкость фильтрования a эмпирически связана с размерами пор СППМ следующим соотношением [24, 46]:

$$a = \frac{D_{n\max}}{2\dots4}, \quad (28)$$

где $D_{n\max}$ – максимальный размер пор СППМ. Для СППМ из сферических порошков ($FF=1,0$) можно использовать в знаменателе 2, а чем более развитой становится форма частиц, тем большее значение можно подставлять в знаменатель [24, 46].

Грязеемкость СППМ оценивается по массе загрязнений, задержанных на единице площади при повышении перепада давления от номинального до предельно допустимого. Грязеемкость рассчитывается по формуле

$$G = \frac{G_1 - G_0}{S}, \quad (29)$$

где G_1 и G_0 – масса образца СППМ после и до испытаний; S – площадь поверхности испытуемого образца.

Для исследования фильтрующих характеристик СППМ необходимо пропустить суспензию (аэрозоль) через исследуемый образец, фиксируя при этом изменение параметров потока (расход, давление) во времени, а также контролировать при этом состав и концентрацию загрязнителя в исходном потоке и в фильтрате. Для контроля гранулометрического состава загрязнителя можно воспользоваться методами, описанными в работе [9].

Для исследования фильтрующих свойств СППМ, других пористых материалов создан ряд экспериментальных установок и испытательных стендов. Так, в работе [71] приведена схема (рис. 18) стенда для так называемого Single Pass Test – испытания фильтрующего материала, фильтра в режиме циркуляции суспензии.

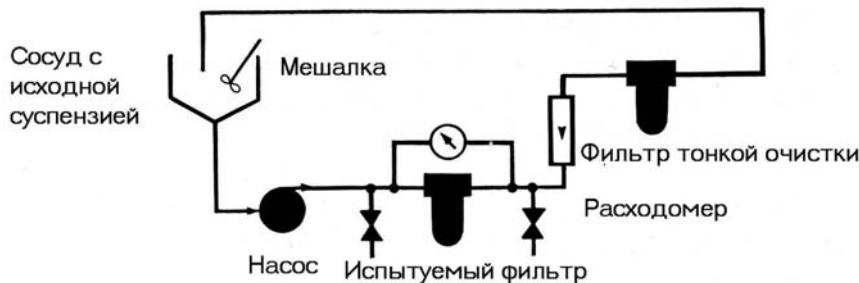


Рис. 18. Схема стенда для испытаний фильтрующих материалов [47]

В ИПМ НАН Беларуси разработан и используется стенд другой схемы (рис. 19) [24, 46], в котором порция загрязненной искусственным загрязнителем жидкой среды (вода, минеральное масло) продавливается избыточным давлением газа через исследуемый образец СППМ либо через фильтр. К недостаткам данной схемы можно отнести относительную нестабильность суспензии в исходной среде, вносящую некоторую погрешность в оцениваемую тонкость очистки в сторону уменьшения размеров задерживаемых частиц по сравнению с реальной тонкостью очистки. Еще один недостаток этой схемы – невозможность проведения ресурсных испытаний СППМ. Тем не менее, по данной схеме часто изготавливают стены для испытаний фильтрующих СППМ. Такой же стенд описан Б.Ф. Шибяевым и Е.И. Павловской в одной из первых отечественных работ, посвященных фильтрующим СППМ [48].

Для поддержания суспензии загрязнителя во взвешенном состоянии в течение длительного времени, что особенно важно при проведении ресурсных испытаний, можно использовать механическую (магнитную) мешалку [49].

**МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ
И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ**

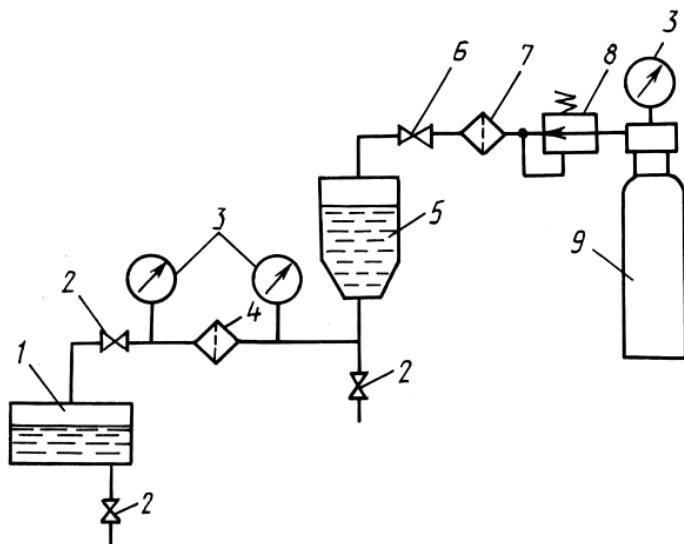


Рис. 19. Стенд для исследования фильтрующих характеристик СППМ [24, 46]

Скорость возрастания сопротивления фильтрации, связанная с забивкой фильтрующего материала при эксплуатации, будут зависеть не только от характеристики фильтрующего материала, но и от механизма фильтрования: объемного или поверхностного. В связи с этим на эффективность фильтров большое влияние оказывает вязкость жидкости, скорость фильтрования, характеристики частиц загрязнителя и т.п., поэтому для получения стабильных и объективных данных по фильтрующей способности СППМ необходимо обеспечить постоянство режимов и условий испытаний.

Наиболее универсальную установку исследования фильтрующих свойств различных проницаемых материалов (порошковых, волокновых, металлических и полимерных) создали в соответствии с ГОСТ 25277-82 специалисты Института механики металлополимерных систем им. В.А. Белого НАН Беларуси (рис. 20) [50]. Установка обеспечивает непрерывную циркуляцию суспензии, которую можно использовать как на водной основе, так и на основе минерального масла.

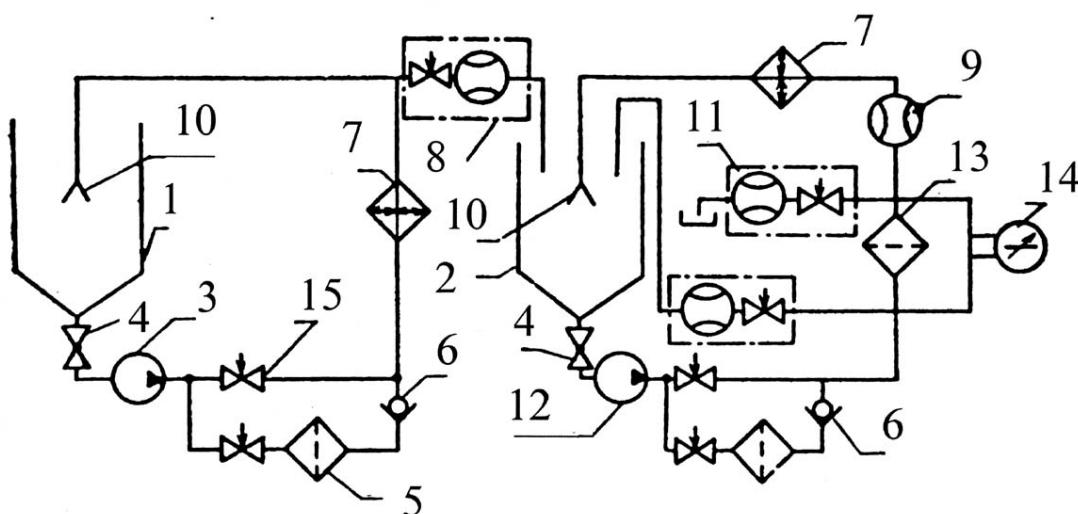


Рис. 20. Схема установки ИММС НАН Беларуси для исследования фильтрующих характеристик пористых материалов [50]: 1 – бак с суспензией загрязнителя; 2 – циркуляционный бак; 3 – насос подачи суспензии загрязнителя; 4 - кран; 5 – вспомогательный фильтр; 6 – обратный клапан; 7 – теплообменник; 8 – дозатор суспензии загрязнителя; 9 – расходомер; 10 – диффузор; 11 – пробоотборник; 12 – циркуляционный насос системы испытаний фильтрующего материала; 13 – исследуемый образец; 14 – дифференциальный манометр; 15 – вентиль

4.3. Исследования капиллярных свойств СППМ

Важной физической характеристикой СППМ, применяемых для отделения от газов капельной влаги, выделения воды из нефтепродуктов, капиллярного транспорта жидкости, является **краевой угол смачивания, капиллярное давление, максимальная высота капиллярного подъема жидкости или капиллярный потенциал**.

Традиционные методики и устройства для исследования капиллярных свойств пористых материалов имеют низкую точность, воспроизводимость, другие недостатки при контроле СППМ из металлических порошков. В основном это связано со спецификой регистрируемых параметров, измеряемых величин.

4.3.1. Исследование краевого угла

Традиционные методы определения **краевого угла смачивания**, такие как метод наклонной плиты, лежащей капли и другие разработаны для беспористых материалов с идеально гладкой поверхностью. В СППМ краевой угол имеет статистический смысл, его невозможно рассчитать теоретически, он определяется лишь экспериментально.

Разработанный в ИПМ НАН Беларуси [51, 52] метод определения краевого угла смачивания основан на использовании явления изменения коэффициента проницаемости пропитанного образца СППМ при изменении перепада давления в образце вследствие раскрытия все большего количества пор и заключается в поочередном определении зависимости потока газа через образец СППМ, пропитанный эталонной и исследуемой жидкостями, от перепада давления в образце. Метод применим к материалам, имеющим такое распределение пор по размерам, что при давлении, соответствующем раскрытию пор, для течения газа справедлив закон Дарси.

Дальнейшие исследования показали, что данный метод имеет невысокую точность. Это связано с тем, что значения давлений, соответствующие раскрытию пор одного размера, определяются как давления, соответствующие точкам пересечения прямой, проведенной из начала системы координат «давление - расход газа», с кривыми зависимостей расхода газа от давления. Такое определение давлений P_0 , P_0' справедливо, когда течение газа в порах описывается линейным законом. Однако линейный закон течения газа в порах справедлив лишь при малых давлениях, когда число Рейнольдса не превышает некоторого критического значения [53]. Так, при больших числах Рейнольдса действует квадратичный закон течения газа в порах. Расход газа через образец в этом случае не прямо пропорционален давлению.

Главной особенностью течения газа через пропитанный жидкостью СППМ является увеличение его расхода при повышении давления, во-первых, в результате раскрытия большего количества пор, во-вторых, за счет роста скорости газа в них. Одновременное влияние этих факторов при действии квадратичного закона течения делает невозможным определение давления, соответствующего раскрытию пор одного размера при пропускании газа через образец, смоченный поочередно эталонной и исследуемой жидкостями. Для установления однозначной связи между расходом газа через образец и количеством раскрытых пор необходимо устраниТЬ действие второго фактора увеличения скорости газа в порах при повышении давления. Этого можно добиться, поддерживая постоянным градиент давления в образце посредством изменения его толщины, а значит, и длины пор пропорционально давлению. При неизменности градиента давления в образце P/l подынтегральные выражения для двух различных жидкостей совпадают при равенстве величин $2\sigma \cos \theta / P$ - минимальных размеров пор, раскрытых при давлении P . Пределы интегрирования в этих случаях также совпадают. Следовательно, при неизменном градиенте давления в образце расход газа однозначно соответствует размеру раскрытых пор независимо от пропитывающей жидкости. Таким образом, при равных расходах газов и одинаковом градиенте давления справедливо соотношение [54, 55]:

$$\theta = \arccos \left(\frac{\sigma}{\sigma'} \frac{l}{l'} \cos \theta' \right). \quad (30)$$

Из выражения (30) краевой угол смачивания определяют экспериментально следующим образом. Из порошка одной фракции готовят одновременно по одинаковой технологии несколько образцов в виде диска с увеличивающейся толщиной $l_1, l_2, l_3, \dots, l_n$. Минимальную толщину l_1 для обеспечения регулярности поровой структуры СППМ выбирают в соответствии с рекомендациями [46]. Образец минимальной толщины l_1 пропитывают эталонной жидкостью с известным краевым углом, помещают в установку (рис. 17) и при давлении $P=2\sigma/r_{cp}$ (r_{cp} - средний радиус пор в образце) измеряют расход газа через образец Q_0 . Затем образец сушат, пропитывают его и все остальные образцы исследуемой жидкостью. Исходный образец вновь помещают в установку и при том же давлении P_0 измеряют расход газа Q_1 . После этого поочередно измеряют расход газа через остальные образцы Q_2, Q_3, \dots, Q_n при давлениях $P_2=P_0(l_2/l_1), P_3=P_0(l_3/l_1), \dots, P_n=P_0(l_n/l_1)$. После этого строят графическую зависимость расхода газа от толщины, по которой определяют толщину l' , соответствующую расходу Q_0 (рис. 21), а по выражению (30) рассчитывают краевой угол.

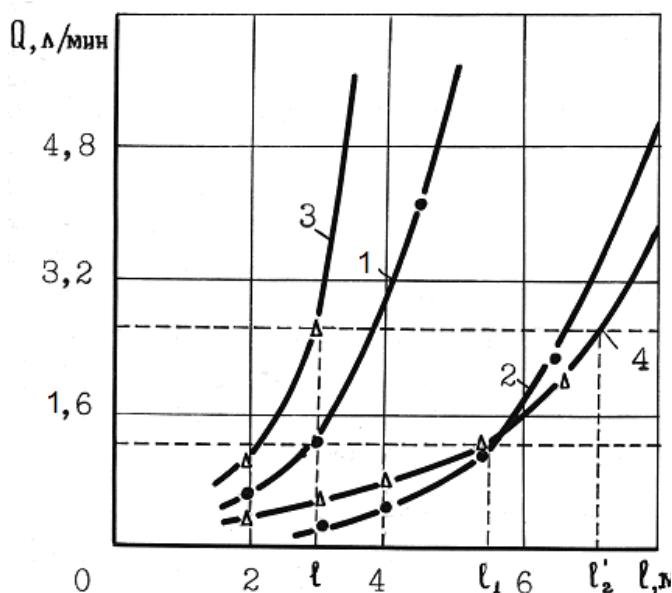


Рис. 21. Зависимость расхода воздуха от толщины образцов СППМ из порошка бронзы марки БрОФ10-1 (1, 2) и меди марки ПМС (3, 4);
1, 3 – эталонная жидкость (этиловый спирт);
4 – исследуемая жидкость (вода)

Существуют метод и установка определения краевого угла, заключающиеся в наблюдении за мениском жидкости в щелевом капилляре, образованном полосками из исследуемого СППМ [56]. В отличие от известной аналогичной методики [57], разработанной для сетчатых СППМ, ширину капилляра в этом случае устанавливают близкой к средним размерам пор СППМ, благодаря чему минимизируется погрешность, связанная с капиллярным давлением в порах. Кроме того, при увеличении либо уменьшении размера капилляра в процессе измерений можно, помимо равновесного, определять краевые углы отекания и натекания. Установив вначале размер капилляра меньше среднего размера пор СППМ, а затем, после прекращения видимого подъема жидкости, восстановив рекомендуемый размер, можно повысить точность измерений равновесного краевого угла и сократить время выдержки до установления равновесного состояния. В целом разработанная методика позволяет повысить точность измерений на 15-20 % по сравнению с известной [57], повысить информативность (дополнительно можно измерять динамические краевые углы) и резко сократить время одного измерения. Схема установки, реализующей методику, изображена на рисунке 22.

Установка включает в себя массивное жесткое виброустойчивое основание 1, на котором жестко закреплена стойка 2, в коническом седле которого установлена горизонтальная сферическая опора 3, на которой размещена пластина 4 из исследуемого СППМ. Другая аналогичная пластина 5 установлена в пружинном параллелограмме 6 с возможностью плоскопараллельного перемещения в горизонтальной плоскости. Ниже пластин 4 и 5 на винтовом подъемном механизме, соединенном с основанием 1, установлена емкость 7 с жидкостью 8. Параллелограмм 6 с

пластиной 5 перемещается от клинового механизма 9. Все узлы установки закрыты сверху крышкой 10 с прозрачными окнами для наблюдения за мениском. Для этой же цели предусмотрена оптическая система, включающая осветитель и монокуляр (на схеме не показаны).

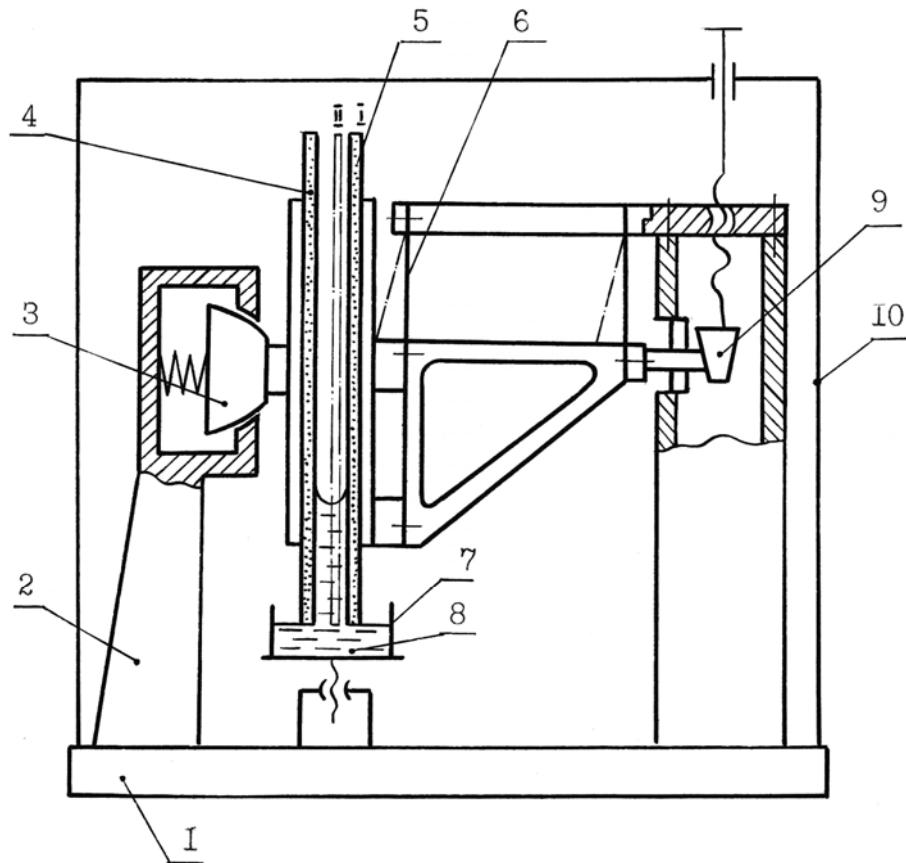


Рис. 22. Схема установки для определения краевого угла в щелевом капилляре:
1 – основание; 2 – стойка; 3 – подпружиненная сферическая опора; 4, 5 – пластины из СППМ;
6 – пружинный параллелограмм; 7 – емкость; 8 – жидкость; 9 – клиновый механизм; 10 – крышка

Устройство работает следующим образом. Пластины из исследуемого СППМ 4, 5 устанавливают на соответствующих узлах установки 3 и 6. С помощью клинового механизма 9 перемещают пружины параллелограмм 6 с пластиной 5 до контакта с пластиной 4 и далее, до отрыва последней вместе со сферической опорой 3 от конического седла в стойке 2. При обратном ходе параллелограмма 6 пластина 4 с опорой 3 вновь садится в седло, однако за счет указанных операций пластины 4 и 5 оказываются выставленными строго параллельно друг другу. Во время дальнейших измерений при перемещении пластины 5 параллельность пластин сохраняется, обеспечивая тем самым постоянный размер щелевого капилляра по высоте и ширине, а следовательно, резко повышая точность измерений.

4.3.2. Исследование капиллярного давления

При определении капиллярного давления по наиболее распространенному методу Баруса-Бехгольда (методу «пузырька») над установленным горизонтально пропитанным жидкостью образцом СППМ наливают тонкий (до 2-3 мм) слой этой же жидкости, создают на образце перепад давления вытесняющего газа, увеличивают этот перепад до появления в слое жидкости видимых пузырьков и считают, что зафиксированный перепад равен капиллярному давлению (рис. 23).

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ
И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

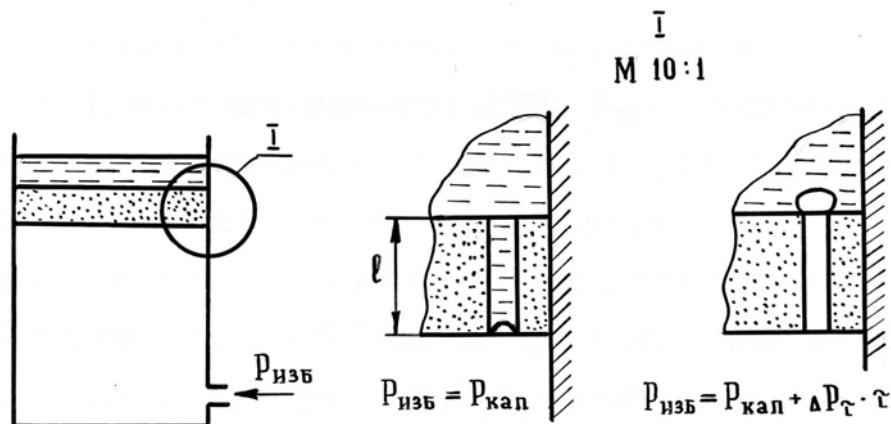


Рис. 23. Измерение капиллярного давления методом Баруса-Бехгольда

Однако при таком способе неизбежна систематическая погрешность, связанная с инерционностью. Измеренный перепад давления на пропитанном образце СППМ становится равным капиллярному и мениск жидкости перемещается по порам. Однако анализ динамики этого процесса показывает, что пока он выйдет на поверхность и образует видимый пузырек, перепад возрастает на величину, пропорциональную скорости увеличения давления $\Delta P\tau$, толщине образца l_0 , свойствам жидкости и свойствам СППМ. В окончательном виде расчетная зависимость относительной погрешности S имеет вид:

$$S = \frac{l_0 \sqrt{\frac{\mu\gamma \Delta P \tau \Pi}{K}}}{P_{кап}}, \quad (31)$$

где μ , γ – вязкость и удельный вес жидкости; Π и K – пористость и коэффициент проницаемости СППМ; $P_{кап}$ – величина капиллярного давления. Представленные на рис. 24 результаты расчетов этой погрешности показывают, что во многих случаях для СППМ с самыми распространенными значениями свойств она достигает весьма значительных величин – 10-40 %. Поэтому при определении капиллярного давления целесообразней регистрировать момент начала движения мениска по порам, а не момент его выхода из пор.

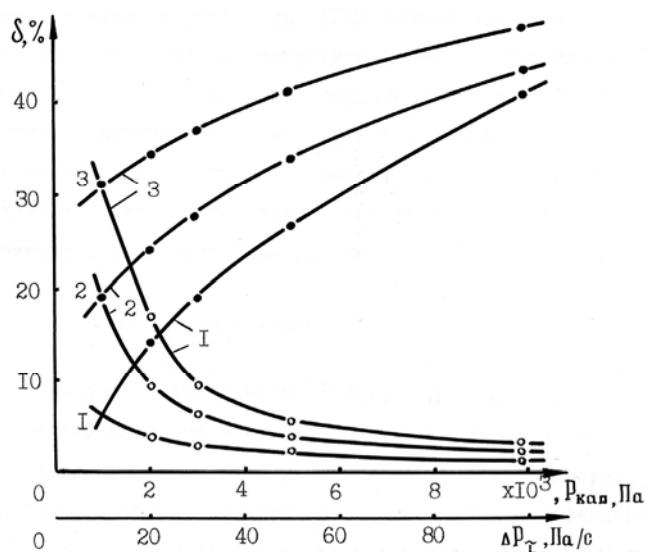


Рис. 24. Влияние капиллярного давления и скорости увеличения перепада на относительную погрешность измерений:

○ - $\delta = f(P_{кап})$; ● - $\delta = f(\Delta P\tau)$; 1 - $l = 1$ мм; 2 - $l = 3$ мм; 3 - $l = 5$ мм

В ИПМ НАН Беларуси разработана установка для определения капиллярного давления [58], которая позволяет также измерять и противодавление в гидрофобных СППМ.

Установка для определения капиллярного давления, схема которой представлена на рис. 25, содержит исследуемый образец 1, который установлен в уплотнение 2 и вместе с ним в патрон 3. Уплотнение сжато крышкой 4, в которую впаян сменный стеклянный капилляр 5. Крышка прижата к уплотнению с помощью гайки 6. Патрон соединен с левым коленом U-образного жидкостного манометра 7. Правое колено манометра подсоединенено через запорный клапан 8 к источнику регулируемого давления. К правому колену U-образного манометра подсоединен сильфон 9 с градуированной шкалой 10. Для измерения давления газа над свободным мениском жидкости установлен мановакууметр 11.

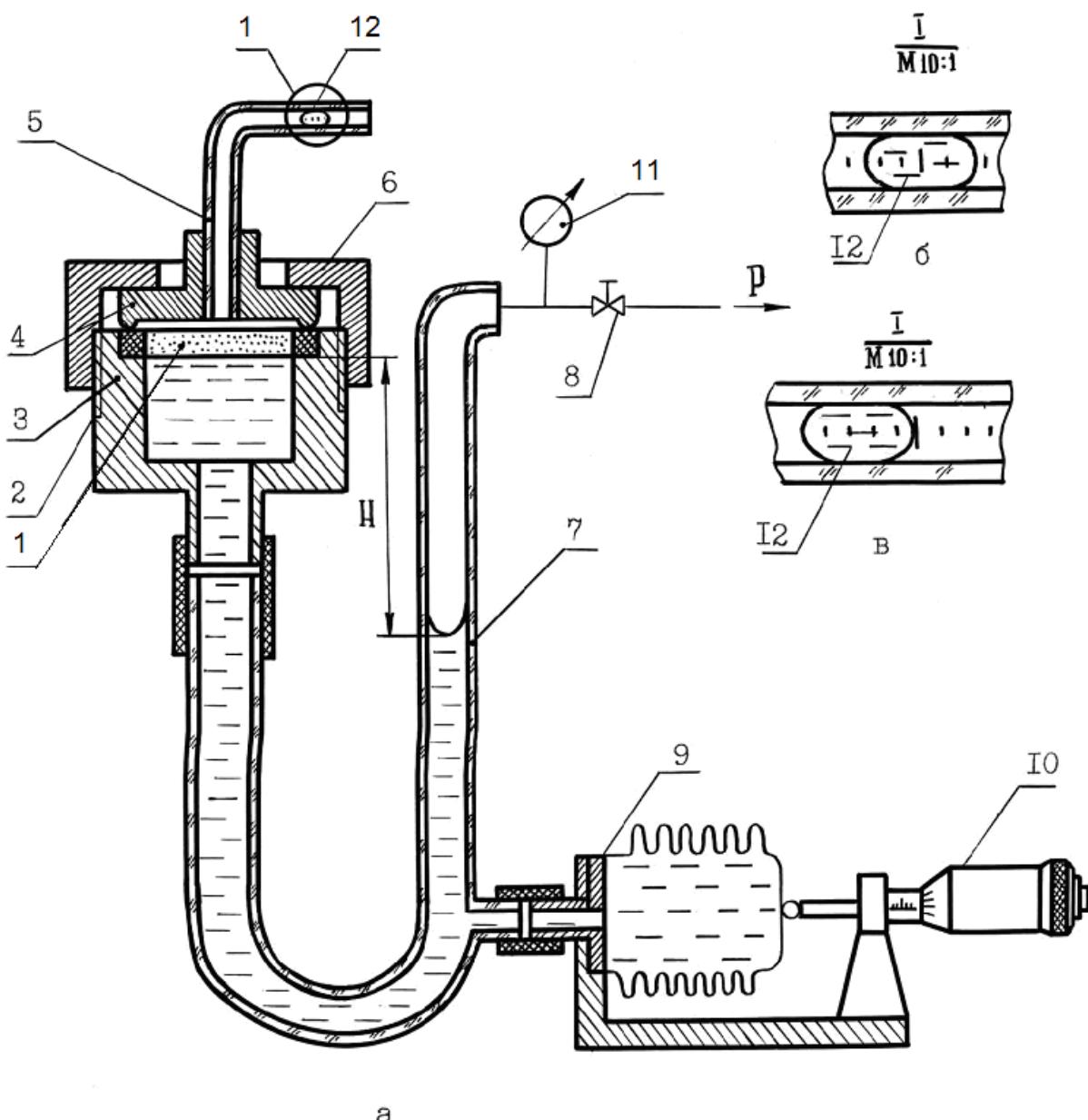


Рис. 25. Схема установки для определения капиллярного давления в СППМ [58]:
а – установка; б – положение капли в капилляре в момент начала измерений; в – положение капли
в момент начала движения мениска в порах; 1 – исследуемый образец СППМ; 2 – уплотнение; 3 – патрон;
4 – крышка; 5 – капилляр; 6 – прижимная гайка; 7 – U-образный манометр; 8 – запорный клапан; 9 – сильфон;
10 – микрометрический винт; 11 – мановакууметр; 12 – капля жидкости в капилляре 5

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

Для определения капиллярного давления образец СППМ 1, пропитанный жидкостью, заполняющей систему устройства, с помощью гайки 6 жестко фиксируют в патроне 3 так, чтобы нижний торец крышки 4 почти соприкасался с поверхностью образца. Свободная поверхность жидкости в правом колене трубки должна быть расположена на одном уровне с верхней поверхностью образца 1. С помощью микрометрического винта 10 увеличивается объем сильфона 9 и отводится часть жидкости из трубки. При снижении уровня жидкости на некоторую высоту, соответствующую капиллярному давлению, мениски в порах образца начинают перемещаться. Этот момент легко фиксируется по одновременному смещению капли жидкости 12 в стеклянном капилляре 5, так как объем газа между менисками в порах образца 1 и в капилляре 5 мал. В связи с этим удается минимизировать и даже полностью устранить методическую погрешность известных способов, связанную с инерционностью. С помощью шкалы микрометрического винта 10, градуированной в значениях разности уровней или сразу в значениях давления, определяют искомую величину.

При определении противокапиллярного давления образец СППМ 1 закрепляют в установке сухим, подводят столб жидкости до касания образца. Затем с помощью микрометрического винта 10 уменьшают объем сильфона 9 и повышают уровень жидкости в трубке над поверхностью образца. Если перепад высот H в трубках U-образного манометра недостаточно для преодоления противокапиллярного давления в СППМ, используют внешний источник давления газа (в данном случае – избыточного), соединенного с системой через запорный клапан 8. Момент проникновения первых капель жидкости на поверхность образца также фиксируют по смещению капли 12 в капилляре 5, но в сторону, противоположную при измерении капиллярного давления.

Метод контроля свойств гидравлических затворов из СППМ, по существу, аналогичен методу определения капиллярного давления, т.к. последнее определяет давление срабатывания затвора – давления, при котором поры пропитанного жидкостью СППМ открываются и выпускают из предохраняемого объекта избыток давления газа. Однако если проводить измерения таким путем, то точность определения рабочих характеристик затворов невысока (см. рис. 26). Увеличивая давление газа перед пропитанным жидкостью гидрозатвором из СППМ, можно, фиксируя зависимость давления от времени (рис. 26 б), определить зоны, в которых находятся давление и время срабатывания. Однако эти зоны не позволяют точно определить последние характеристики и давление запирания. Все эти недостатки связаны с несоответствием условий измерения работы гидравлических затворов. Поэтому контроль их свойств целесообразно проводить при наличии внутреннего источника избыточного давления, а не внешнего.

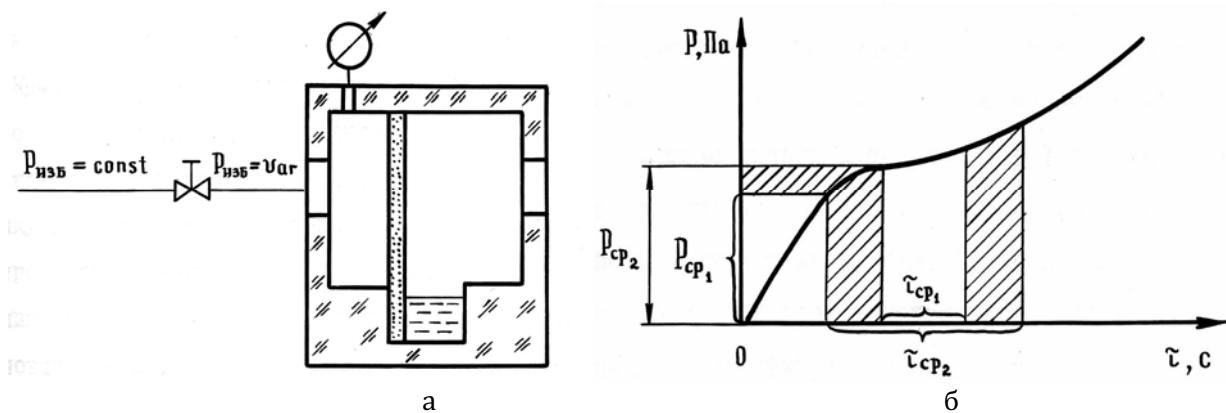


Рис. 26. Определение характеристик гидравлических затворов из СППМ методом капиллярного давления:
а – схема измерения; б – измеряемые характеристики

4.3.3. Определение максимальной высоты капиллярного подъема жидкости в СППМ

Методы определения максимальной высоты и кинетики капиллярного подъема, основанные на измерении количества впитавшейся жидкости [59, 60], пригодны лишь для элементарных капилляров постоянного радиуса. На рис. 27 представлены зависимости объема и веса впитавшейся жидкости, высоты впитывания для трех типов модельных структур СППМ. Первый – это цилиндрический монокапилляр; второй – поликапиллярная система; третий – сообщаю-

щиеся капилляры разного размера – наиболее близкий к реальной структуре СППМ. Видно, что только для первого типа структур все три зависимости совпадают. Для поликапиллярной системы зависимость высоты подъема от времени опережает, а если капилляры сообщаются, отстает от зависимости количества впитывающейся жидкости от времени. Поэтому целесообразно регистрировать непосредственно высоту впитывания. Это можно делать с помощью накладных датчиков, реагирующих на изменение влажности образца.

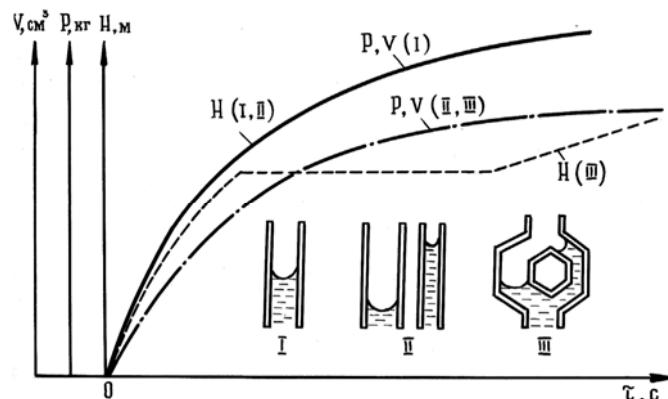


Рис. 27. Зависимости количества и высоты впитавшейся жидкости от времени для модельных структур СППМ:
1 – монокапиллярная ; 2 – поликапиллярная; 3 – поликапиллярная с сообщающимися капиллярами

Кроме того, ввиду большой длительности процесса капиллярного подъема (рис. 28), достигающей суток и более, целесообразно регистрировать указанную зависимость на начальном ее участке в течение относительно небольшого промежутка времени (до 10-30 мин), что, помимо резкого повышения производительности, позволит существенно уменьшить габариты и массу аппаратуры, исследуемых образцов.

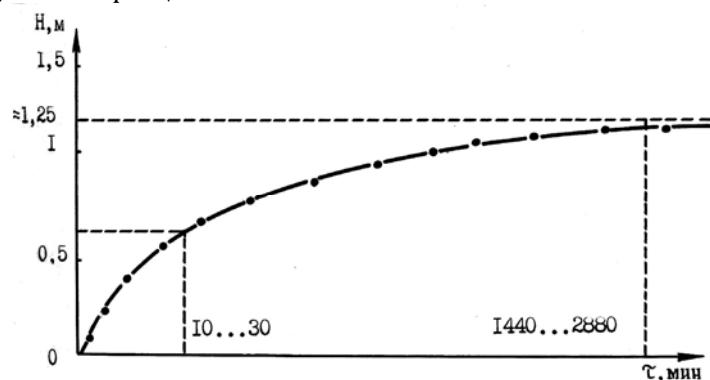


Рис. 28. Зависимость высоты подъема жидкости для образца СППМ со средним размером пор $\approx 5 \text{ мкм}$

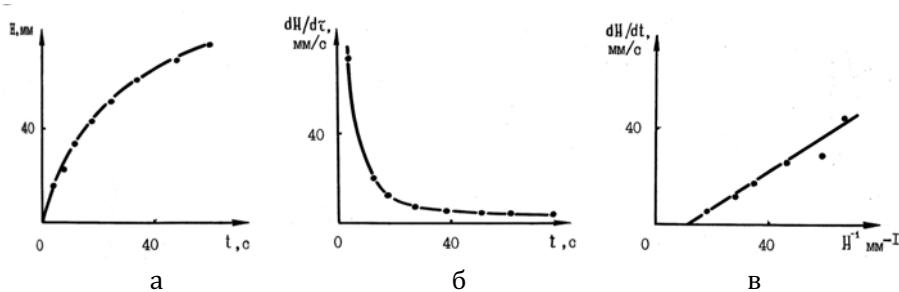


Рис. 29. Методика расчета максимальной высоты подъема жидкости по кинетике впитывания:
а – кинетика впитывания; б – скорость впитывания; в – зависимость скорости впитывания от H^{-1}

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ

И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

Для определения максимальной высоты капиллярного подъема жидкости известная методика расчета этой характеристики по зависимости высоты подъема жидкости по образцу от времени [59] была усовершенствована. Усовершенствование состоит в следующем. Исследуется и строится начальный участок ($0,25\text{--}0,5$ ожидаемой максимальной высоты подъема) зависимости $H(\tau)$ (рис. 29). Затем эту зависимость дифференцируют, получают $dH/d\tau(\tau)$, а затем после преобразования $dH/d\tau(H^{-1})$. Последняя зависимость хорошо аппроксимируется линейной зависимостью. Найдя точку пересечения этой прямой с осью абсцисс, координаты которой ($H^{-1}_{max}; 0$), находят искомое значение H_{max} . Установки [60 - 62], реализующие эту методику, работают следующим образом (рис. 30). Образец СППМ 1 устанавливается вертикально и прижимается зажимом 2 к датчикам 3, изолированным от образца сухим гигроскопическим диэлектриком (например, фильтровальной бумагой, тканью и т.п.) 4. Датчики изолированы друг от друга пластины 5. Кювета 6 с жидкостью 7 поднимается до контакта с образцом при помощи механизма 8. Вся система изолирована от окружающей среды и выдерживается до насыщения парами жидкости пространства вокруг образца.

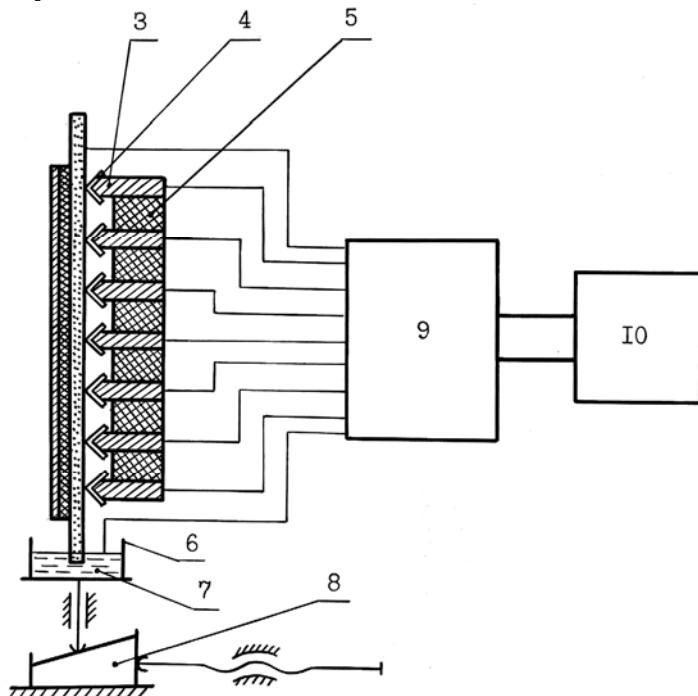


Рис. 30. Схема установки для определения максимальной высоты подъема жидкости: 1 - образец СППМ; 2- зажим; 3- датчик; 4- гигроскопичный диэлектрик; 5- изоляторы; 6- кювета; 7- жидкость; 8- клиновый механизм; 9- отсчетное устройство времени; 10- коммутатор

В момент контакта жидкость смачивает образец и под действием капиллярных сил поднимается по нему. Достигая первого датчика, жидкость смачивает гигроскопический электроизолирующий материал 4, который становится электропроводным. Цепь «исследуемый образец – первый датчик» замыкается, и многоканальное отсчетное устройство времени 9 начинает отсчет времени первым каналом. Достигая следующего датчика, жидкость замыкает цепь «исследуемый образец – второй датчик». В этот момент многоканальное отсчетное устройство прекращает отсчет времени первым каналом, этот временной интервал заносится в память отсчетного устройства, а коммутатор 10 включает второй канал. Расстояния между датчиками, размещенными по высоте образца, постоянны и известны, известны и интервалы времени, в течение которых фронт жидкости проходит расстояние от одного датчика к другому. По этим данным строят графическую зависимость высоты подъема жидкости от времени $H(\tau)$, обработав которую по указанной выше методике, находят максимальную высоту подъема.

Однако данный метод обладает методической погрешностью, связанной с несоответствием длины исследуемого образца максимальной высоте подъема [63]. Так, при размере пор

СППМ 5 мкм высота подъема этилового спирта $\sim 1,25$ м, а при размере пор 2 мкм $\sim 3,12$ м. Изготовить образец СППМ такой длины трудно, а часто и невозможно. Кроме того, в большинстве случаев готовые изделия, работающие в качестве капиллярных структур тепловых труб, капиллярных насосов, гидравлических затворов и т.п., имеют длину, заведомо меньшую максимальной высоты подъема жидкости в СППМ. Поэтому при исследовании изделий и образцов, длина которых меньше максимальной высоты подъема, экспериментально определяется зависимость $H(\tau)$ не на участке 0,25-0,5 H_{\max} , как это рекомендовано выше и в [51], а на значительно меньшем. Для устранения этой погрешности необходимо изолировать боковую поверхность образца от окружающей среды, создать в изолированном объеме избыточное давление газа и при этом давлении по описанной выше методике [51] определять максимальную высоту подъема жидкости H'_{\max} . При этом действительное значение максимальной высоты капиллярного подъема H_{\max} рассчитывают по уравнению

$$H_{\max} = H'_{\max} + \frac{P_{\text{изб}}}{\gamma}. \quad (32)$$

4.3.4. Определение кинетики фронта пропитки

Разработанный метод определения максимальной высоты подъема жидкости [51, 61, 62], в принципе, позволяет определить кинетику фронта пропитки, но с невысокой точностью из-за дискретности процесса измерения. Избавиться от этой погрешности позволяет другой метод [63], суть которого заключается в следующем. Исследуемый образец СППМ подвешивается на двух параллельных подвесах под углом α к горизонту, заключенном в интервале 0-85° (см. рис. 31). Как и в методе [51, 61, 62], образец изолируется от окружающей среды и выдерживается до насыщения атмосферы парами жидкости. Затем нижний конец образца приводится в контакт с жидкостью. Под действием капиллярных сил жидкость впитывается в образец. При этом силы натяжения подвесов F_1 и F_2 непрерывно изменяются.

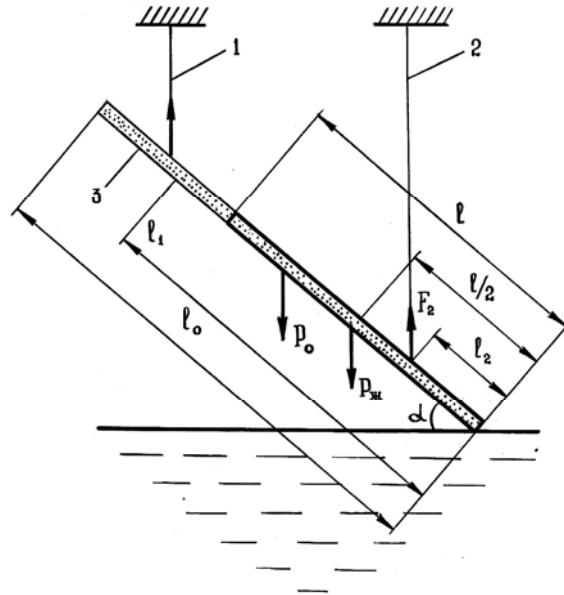


Рис. 31. Методика определения кинетики пропитки: 1, 2 – подвесы; 3 – образец

Если к моменту времени τ фронт пропитки перемещается на длину l , то центр тяжести впитавшейся жидкости находится в точке $l/2$. Условия равновесия выглядят следующим образом:

- для сил:

$$F_1 + F_2 = P_o + P_w, \quad (33)$$

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

- для момента сил:

$$(F_1 l_1 + F_2 l_2) \sin\left(\frac{\pi}{2} - \alpha\right) = (P \frac{l_0}{2} + P_{ж} \frac{l}{2}) \sin\left(\frac{\pi}{2} - \alpha\right), \quad (34)$$

где P_o - вес образца, $P_{ж}$ - вес впитавшейся жидкости, l_0 - длина образца.

При $\tau = 0$ уравнения (33) и (34) соответственно имеют вид:

$$F_1(O) + F_2(O) = P_o, \quad (35)$$

$$(F_1(O)l_1 + F_2(O)l_2) \sin\left(\frac{\pi}{2} - \alpha\right) = P_o \frac{l_0}{2} \sin\left(\frac{\pi}{2} - \alpha\right). \quad (36)$$

В итоге получается выражение для расчета положения фронта пропитки как функции времени:

$$l(\tau) = 2 \frac{(F_1(\tau) - F_1(0))l_1 + (F_2(\tau) - F_2(0))l_2}{F_1(\tau) - F_1(0) + F_2(\tau) - F_2(0)}. \quad (37)$$

Определив экспериментальную зависимость $l(\tau)$ по методике [21] дифференцированием преобразованием, можно найти l_{max} , а затем по формуле $H_{max} = l_{max} \cdot \cos \alpha$ можно найти максимальную высоту подъема жидкости. Практически метод легко реализуется подвесом образца, например, на двух тензовесах.

4.3.5. Определение капиллярной проницаемости

Традиционно в расчетах капиллярно-транспортных свойств СППМ используют значение коэффициента проницаемости, измеренного при приложении внешнего давления [64-66]. Однако в работе [67, 68] было показано, что даже такой коэффициент проницаемости по жидкости меньше, чем по газу. В процессе капиллярного транспорта жидкость движется по порам СППМ под действием сил поверхностного натяжения и обусловленного их действием капиллярного, а не внешнего избыточного давления. Поэтому вполне резонно предположить, что коэффициент капиллярной проницаемости еще больше будет отличаться от проницаемости по газу. Это связано и с тем, что СППМ представляют собой поликапиллярные структуры, в которых с увеличением высоты подъема доля капилляров, транспортирующих жидкость, уменьшается, а следовательно, уменьшается и их проницаемость. Для практических целей, например, для расчета эксплуатационных характеристик тепловых труб необходимо знать, какая максимальная плотность потока жидкости через сечение пористого материала на данной высоте может быть вызвана действием капиллярных сил. Единственный известный метод, применяемый для решения этой задачи [69], для СППМ, как было показано выше, малопригоден в связи с использованием емкостного принципа регистрации измерения влагосодержания.

Этих недостатков лишен разработанный метод определения капиллярной проницаемости и высоты подъема жидкости [70]. Метод заключается в следующем. Пропитывают образец СППМ 1, установленный вертикально на стойке 2, жидкостью (рис. 32). Затем производят локальный нагрев образца на различной высоте нагревателем 3, увеличивая каждый раз тепловую мощность до критического значения, соответствующего пересыханию образца. Странят графическую зависимость критической мощности от высоты и определяют максимальную высоту подъема как высоту, при приближении к которой критическое значение мощности стремится к нулю. Проницаемость K на высоте H затем рассчитывают по формуле, полученной из рассмотрения процесса испарения жидкости.

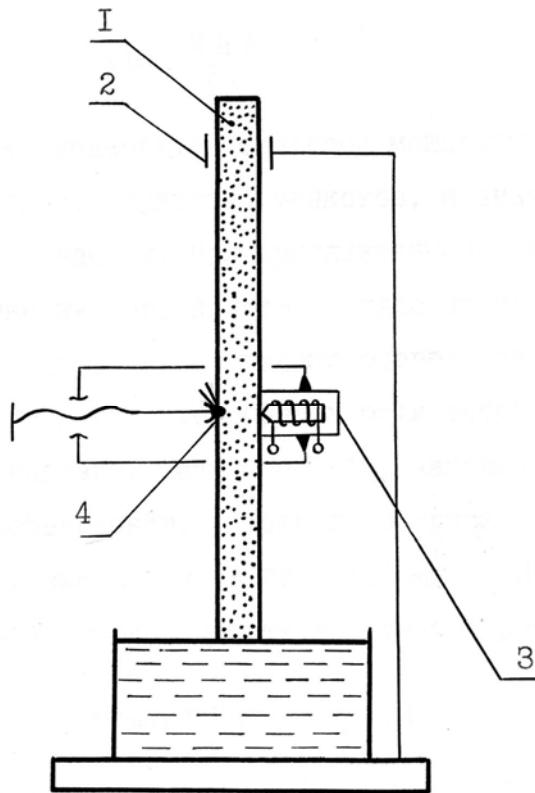


Рис. 32. Способ определения капиллярной проницаемости: 1- образец; 2- штатив; 3- нагреватель; 4- термопара

Максимальная высота капиллярного подъема жидкости в пористом материале H_{max} соответствует максимальному давлению P_{max} в порах минимального размера, мениск жидкости которых имеет максимальную кривизну:

$$P_{max} = \rho q H_{max} \quad (38)$$

где ρ – плотность жидкости; q – ускорение свободного падения.

Если нагреватель установлен на высоте $H < H_{max}$, а подводимая тепловая мощность P меньше критической P_{kp} , вызывающей пересыхание, то поток жидкости q через горизонтальное сечение равен:

$$q = \frac{P}{c\rho}, \quad (39)$$

где c – скрытая теплота парообразования. Из закона Дарси:

$$qP = \frac{K \Delta P}{\mu H} S, \quad (40)$$

где K – коэффициент проницаемости; μ - вязкость жидкости; S – площадь поперечного сечения образца СППМ, находим, что поток жидкости q вызван средним перепадом давления ΔP на высоте H , равным

$$\Delta P = \frac{qH\mu}{SK}. \quad (41)$$

При увеличении подводимой тепловой мощности испарение происходит все более интенсивно, кривизна менисков, а значит, и капиллярное давление увеличивается. При приближе-

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

нии P к P_{kp} начинается полное испарение из пор, причем вначале происходит полное испарение из крупных пор, а в последнюю очередь из самых мелких, т.к. испарение в вогнутой поверхности затруднено тем сильнее, чем больше кривизна. Таким образом, капиллярное давление, соответствующее пересыханию, обусловлено кривизной мениска в порах минимального размера, т.е. равно $\rho g H_{max}$. Перепад давления ΔP_{max} , вызывающий поток жидкости в момент пересыхания, равен

$$\Delta P_{max} = \rho g H_{max} - \rho g H. \quad (42)$$

Используя предыдущие выражения (164) – (168), легко получить формулу для расчета проницаемости $K_{kan}(H)$:

$$K_{kan}(H) = \frac{\mu}{\rho^2 g Sc} \frac{H}{H_{max} - H} P_{kp}(H). \quad (43)$$

4.3.6. Исследования физико-механических свойств СППМ

Для СППМ важное значение имеет их механическая прочность. Понижая или повышая давление прессования, температуру, время спекания, можно изменять их прочность. Однако данный прием повышения прочности может привести к понижению общей пористости, что снижает проницаемость СППМ. Поэтому при изготовлении фильтрующих СППМ необходимо создавать такие условия, при которых изделия обладают одновременно высокой открытой пористостью и достаточной механической прочностью. Согласно [9], максимальной прочностью обладают СППМ, у которых отношение среднего размера межчастичного контакта к среднему диаметру частиц порошка составляет $\sim 15\%$.

Механические характеристики СППМ оценивают, как и компактных материалов, общепринятыми стандартными параметрами: пределом прочности при поперечном изгибе (ГОСТ 14019-80), сжатии (ГОСТ 25.503-97) и срезе (ГОСТ 1497-84, временным сопротивлением и относительным удлинением при растяжении (ГОСТ 1855-84) и другими методами [9]. Однако имеется ряд особенностей и отличий при исследовании механических свойств образцов СППМ от компактных материалов, в том числе и порошковых. Так, для предотвращения разрыва в местах крепления стандартных плоских образцов при испытаниях на растяжение эти участки следует пропитать для упрочнения эпоксидной смолой либо другим твердеющим полимером. При определении предела прочности при сжатии для снижения влияния контактного трения следует использовать между образцом и плитами испытательной машины прокладки из материала с низким коэффициентом трения [9]. Серьезной проблемой при испытаниях на сжатие образцов СППМ является их высокая пластичность, что, в ряде случаев, принципиально не позволяет провести испытания на сжатие. Для механических испытаний СППМ можно использовать любые стандартные испытательные машины, в частности, машины, выпускаемые рядом зарубежных фирм: «Zwick» (Германия), «Instron» (Великобритания).

Часто в качестве основной сравнительной характеристики прочности фильтрующих СППМ выбирают номинальное усилие среза [71]. Это обусловлено тем, что при изготовлении фильтрующих элементов СППМ обычно помещают на армирующую решетку, поэтому данный метод испытаний наиболее близок к реальным условиям работы фильтрующих СППМ. На рис. 33 показано разработанное в ИПМ НАН Беларуси приспособление для измерения номинального усилия среза.

В ИПМ НАН Беларуси разработан комплекс методов и приборов неразрушающего контроля механических свойств, дефектов структуры порошковых, в том числе и пористых, материалов [72, 73]. По изменению скорости распространения УЗК возможно не только исследование интегральной прочности образцов, но и ее анизотропии, влияния на эти характеристики свойств исходных порошков, параметров прессования и спекания, других технологических параметров [73].

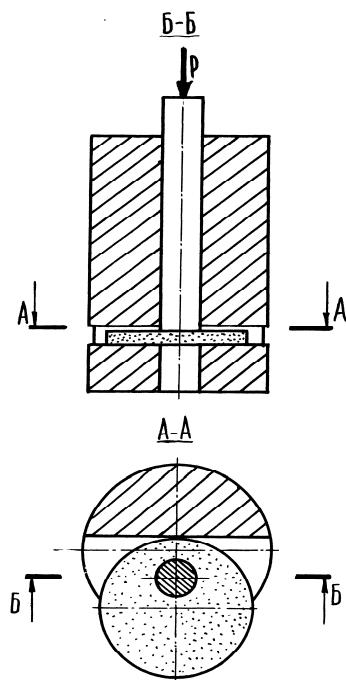


Рис. 33. Схема приспособления для определения номинального усилия среза образцов СППМ

Установка для исследования термомеханических свойств керамических пористых проницаемых материалов.

Термомеханические свойства (механическая прочность при высоких температурах и устойчивость к крипу при продолжительном воздействии внешних нагрузок и температуры) являются определяющими характеристиками изделий из пористой керамики, эксплуатирующихся при температурах выше 1000 °C – таких как фильтры для очистки расплавов металлов, теплоизоляционные элементы и т.п. Другой важной характеристикой, определяющей конструктивную совместимость керамических изделий, а также их устойчивость к термоциклированию, является изменение объема при нагреве, включая объемные изменения, вызванные фазовыми превращениями.

Традиционно для изучения термомеханических свойств высокотемпературных материалов используются дилатометры различных типов и разрывные машины с высокотемпературными камерами. Например, дилатометры фирм «Orton» (США) и «Netzsch» (Германия) позволяют контролировать изменение линейных размеров в диапазоне температур 20–2000 °C и определять изменение линейных размеров образцов с точностью 0.05–0.1 мкм. Фактически стандартный дилатометр позволяет исследовать только температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР) и фазовые переходы 1-го рода. Процессы высокотемпературной ползучести и жаропрочность исследуются в основном на универсальных разрывных машинах типа «Instron» (Великобритания), оснащенных высокотемпературной камерой, а также на специальных установках, например, Netzsch HMOR 422.

В ИПМ НАН Беларусь разработана и изготовлена установка [74], объединяющая функции дилатометра, разрывной машины с высокотемпературной камерой, а также позволяющая исследовать кинетику спекания. Отличительная особенность установки состоит в том, что она объединяет функции различных исследовательских устройств и позволяет комплексно исследовать свойства высокотемпературных керамических материалов при термическом и силовом нагружении. Установка сконструирована по блочному принципу (рис. 34) и включает следующие основные узлы: высокотемпературный блок нагрева образца, блок силового нагружения образца, блок регистрации и измерений, блок автоматизированной обработки экспериментальных данных. Высокотемпературный блок нагрева включает расположенную вертикально трубчатую

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ

И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

электропечь и блок автоматического управления температурой рабочего пространства печи по заданному режиму. Блок силового нагружения включает нагружающее устройство и блок управления для создания и поддержания заданного режима нагружения исследуемого образца. Блок регистрации и измерений состоит из аналого-цифрового преобразователя (АЦП) и 3-х измерительных датчиков: датчика силы (S-образный тензометрический датчик SBA-50L); датчика температуры (термопары ПП(S)); датчика линейных перемещений (голографический длинномер ДГ-30). Блок обеспечивает регистрацию значений температуры и силы, приложенных к исследуемому образцу, а также измерение изменения линейных размеров образца при тепловом и силовом воздействии. Блок обеспечивает управление датчиками: масштабирование внешних сигналов, дискретизацию аналоговых сигналов, синхронизацию регистрации сигналов от различных датчиков, согласование форматов данных, поступающих с аналого-цифрового АЦП с последующей передачей их на ПК.

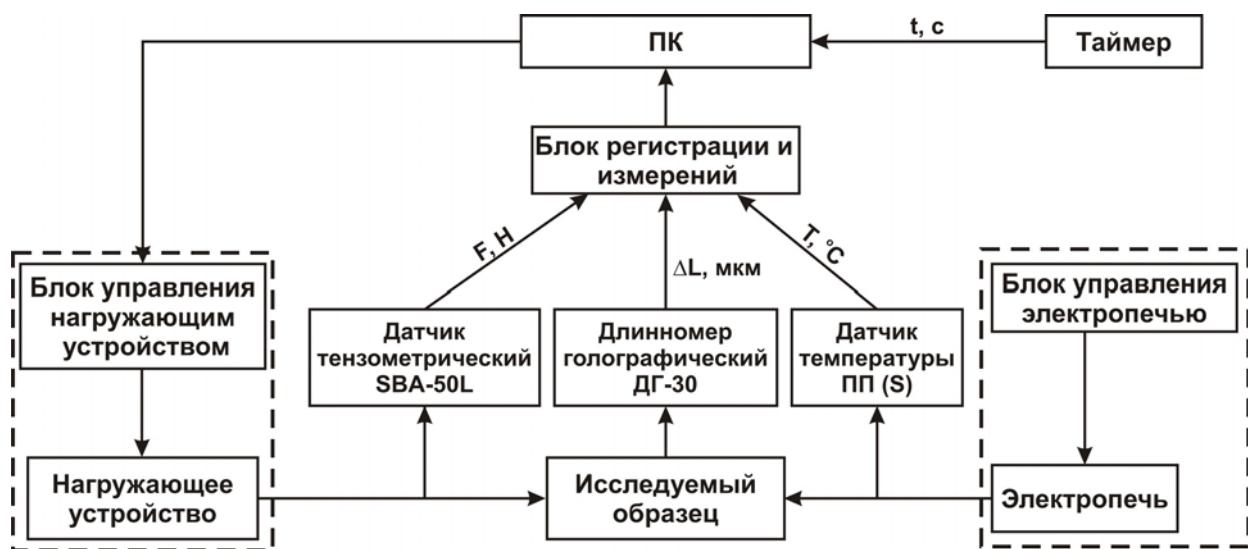


Рис. 34. Принципиальная блок-схема установки исследования термомеханических свойств

Блок автоматизированной обработки экспериментальных данных включает персональный компьютер со специально разработанным программным обеспечением. Программное обеспечение реализует следующие функции: отображение и накопление принятых данных, настройка параметров измерительных датчиков (включая калибровку), сброс текущих показаний датчиков на 0, предоставление принятых данных другим приложениям, математическую обработку результатов измерений, представление результатов в виде аналитических и графических зависимостей с последующим выводом на печать. Внешний вид установки и схема блоков нагрева и нагружения представлены на рисунке 35.

Принцип действия установки заключается в следующем. При определении ТКЛР и исследовании кинетики спекания изменение линейного размера образца в процессе нагрева измеряется при помощи датчика линейного перемещения. В процессе исследования термомеханических свойств на испытываемый образец, нагретый до требуемой температуры, при помощи нагружающего устройства прикладывается внешняя нагрузка. Величина приложенной нагрузки контролируется тензометрическим датчиком, прогиб образца под действием нагрузки контролируется датчиком линейного перемещения. При испытании на жаропрочность нагрузка линейно возрастает с постоянной скоростью. При испытании на высокотемпературную ползучесть образец подвергается длительному воздействию постоянной нагрузки, постоянство нагрузки в этом случае контролируется обратной связью между тензометрическим датчиком и нагружающим устройством.

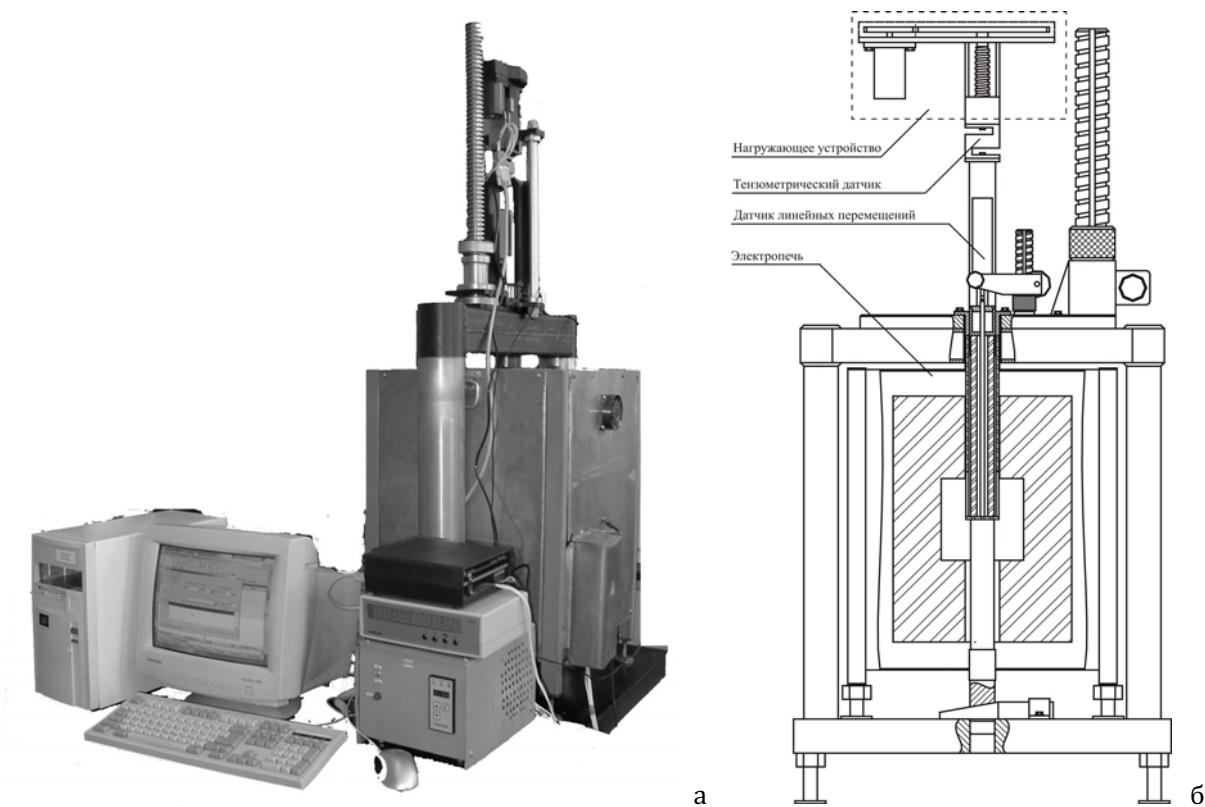


Рис. 35. Автоматизированная многофункциональная установка для исследования термомеханических свойств:
внешний вид (а) и схема блоков нагрева и нагрузки (б)

Установка аттестована в БелГИМе. Основные технические характеристики установки представлены в таблице 2.

Таблица 2. Технические данные и характеристики установки для исследования
термомеханических свойств

Наименование параметров	Фактические значения
Диапазон варьирования температуры, °С	20 – 1600
Погрешность измерения температуры в рабочем пространстве, °С	± 2
Диапазон измерения линейных размеров, мм	0–30
Погрешность измерения изменения линейных размеров в точном диапазоне (0,01-0,5 мм), мкм	± 0,1
Погрешность измерения изменения линейных размеров в грубом диапазоне (0,5-30 мм), мкм	± 0,2
Диапазон варьирования нагрузки, Н	3–500
Погрешность варьирования нагрузки от заданной, %	±1
Обработка результатов	автоматическая
Атмосфера испытаний	воздух

Базовая установка была разработана для исследований высокотемпературной оксидной керамики. Однако, возможно дооснащение установки, обеспечивающее возможность исследований других типов материалов в защитной атмосфере.

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ

И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

Установка для исследования термостойкости керамических материалов неразрушающим резонансно-акустическим методом

Термостойкость - многофакторный параметр, определяющийся физико-механическими свойствами материала, его макро- и микроструктурой материала, условиями термического нагружения [75]. Это объясняет факт отсутствия единого метода определения термостойкости материалов. За параметр, характеризующий термостойкость керамических материалов, как правило, принимают количество термоциклов по заданному режиму, после которого происходит снижение физико-механических свойств (например, прочности) до критического уровня [76].

В ИПМ разработана установка [74], позволяющая оценивать термостойкость керамических материалов неразрушающим резонансно-акустическим методом. Метод основан на гипотезе о корреляции между скоростью звука в керамическом материале, его модулем упругости и прочностью, которые снижаются при термоциклировании вследствие образования микродефектов. Резонансно-акустический метод позволяет построить зависимость модуля упругости (определяется плотностью материала, резонансной частотой, геометрическими размерами образца-резонатора [76]) от количества термоциклов. Известно, что:

$$f_i = F \cdot C_i, \quad (44)$$

где f_i - резонансная частота собственных колебаний в образце, с^{-1} ; F_i - коэффициент, зависящий от формы и размеров экспериментального образца, м^{-1} ; C_i - скорость распространения упругих колебаний, м/с . Скорость распространения упругих колебаний C_i связана с физико-механическими свойствами исследуемого материала следующим образом:

$$C_i = \sqrt{E_i / \rho}, \quad (45)$$

где E_i - модуль упругости, Па; ρ - плотность материала, $\text{кг}/\text{м}^3$.

Для определения резонансно-акустических характеристик экспериментальных образцов в ИПМ был разработан и изготовлен (на базе прибора «Звук-107») измерительный комплекс, состоящий из измерительной стойки, низкочастотного измерителя амплитудно-частотных характеристик и персонального компьютера (рис. 36). Измерительная стойка включает массивное основание и колонку с подвижной головкой. Один пьезоэлектрический датчик закреплен в головке, другой датчик - подвижно закреплен в основании. Пьезодатчики состоят из пластин в форме диска $\varnothing 10 \times 1$ мм из пьезокерамики ЦТС-19, демпфера, электрических контактов, разъема и кожуха. Низкочастотный измеритель амплитудно-частотных характеристик состоит из генератора синусоидального сигнала и измерителя эффективного значения переменного напряжения. Специально разработанное программное обеспечение позволяет в полном объеме осуществлять управление устройством, а также выводить на экран результаты измерения в графическом виде и записывать их в файл. Внешний вид основного окна управляющей программы показан на рисунке 37.

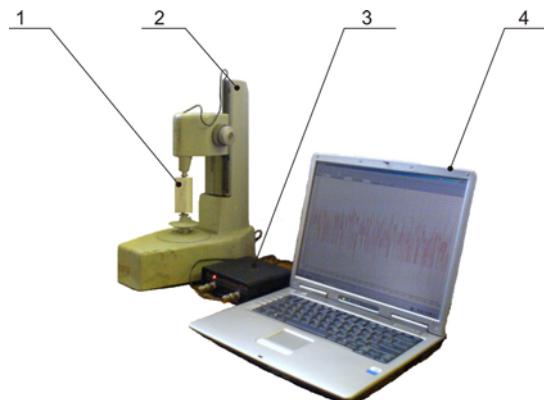


Рис. 36. Измерительный комплекс для исследования резонансно-акустических характеристик материалов: 1 экспериментальный образец; 2 измерительная стойка; 3 низкочастотный измеритель амплитудно-частотных характеристик; 4 персональный компьютер

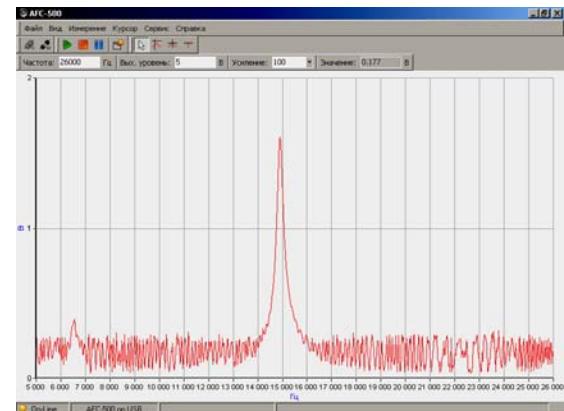


Рис. 37. Внешний вид основного окна управляющей программы

Основные технические характеристики комплекса приведены в таблице 3.

Таблица 3. Технические характеристики измерительного комплекса для исследования
амплитудно-частотных характеристик материалов

Характеристики	Значения
Рабочий диапазон частот	10...500000 Гц
Амплитуда выходного сигнала генератора	до 10 В
Минимальное сопротивление нагрузки генератора	600 Ом
Номинальный входной диапазон измерителя	2.5 В ампл.
Усиление PGA измерителя	1, 2, 5, 10, 20, 50, 100
Входное сопротивление измерителя	1 МОм
Совместимость с ОС	Windows 98/ME/2000/XP
Тип интерфейса	USB (с гальванической развязкой)
Питание	сеть 220 В

Принцип работы измерительного комплекса следующий: генератор электрических колебаний возбуждает широкополосный сильно задемптированный пьезодатчик, который преобразует, электрические колебания в механические и передает их исследуемому образцу. Колебания образца принимаются сильно задемптированным пьезодатчиком, преобразуются в электрические и поступают на вход измерителя амплитудно-частотных характеристик. В момент совпадения частоты вынужденных колебаний с частотой собственных колебаний образца наступает резонанс, при котором амплитуда колебаний, воспринимаемых измерителем, резко возрастает, что и фиксируется на экране ПК.

В методе вводится следующее количественное определение термостойкости: термостойкость материала - это количество термоциклов нагрев-охлаждение, при котором происходит 50 % снижение значения резонансной частоты собственных колебаний экспериментального образца, с указанием скорости нагрева и охлаждения, температурного диапазона термоциклирования и первоначального значения предела прочности материала при изгибе. Согласно уравнениям (44) и (45) такое уменьшение соответствует 4-кратному снижению модуля упругости. И хотя метод не позволяет рассчитать абсолютные значения прочности материала после термоциклирования, однако метод экономичен и достоверен при сравнительных испытаниях различных материалов.

Автоматизированный стенд для исследований гидродинамических и каталитических свойств высокопористых блочных катализаторов

Гетерогенный газовый катализ является одной из перспективных областей применения высокопористых ячеистых материалов в качестве блочных носителей катализаторов. Уникальная открытоячеистая структура материала позволяет проектировать реакторы, сочетающие высокую каталитическую активность (степень конверсии) с низким гидравлическим сопротивлением – т.е. их применение особенно для процессов, протекающих при высоких объемных скоростях. Использование такого типа катализаторов создает благоприятные условия для протекания реакций, протекающих при высоких удельных расходах газа ($\sim 10^5 \text{ ч}^{-1}$) и контролируемых интенсивностью тепло- и массообмена.

В ИПМ был разработан и изготовлен автоматизированный стенд для комплексных исследований гидродинамических и каталитических свойств блочных носителей и катализаторов [74], общий вид и структурная схема которого представлены на рисунках 38 и 39.

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ



Рис. 38. Общий вид стенда для исследований гидродинамических и каталитических свойств блочных носителей и катализаторов

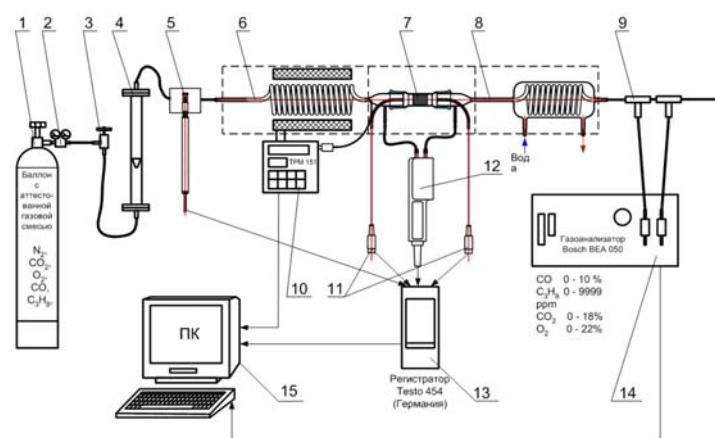


Рис. 39. Функциональная схема стенда для исследований гидродинамических и каталитических свойств блочных носителей и катализаторов

Стенд состоит из 3 взаимосвязанных систем.

1) **газовая система** – включает в себя элементы, предназначенные для хранения и транспортировки газовой смеси (баллон с аттестованной газовой смесью (1), редуктор давления (2), вентиль точной регулировки (3), ротаметр (4), монтажный элемент термоанемометра (5), змеевик нагревателя (6), конвертер (7), холодильник (8), газовые каналы газоанализатора (14), а так же элементы подвода газовой смеси)

2) **система нагрева газовой смеси** – включает в себя нагревательный элемент в виде никромовой спирали, намотанной на кварцевый змеевик (6) и ПИД-регулятор (10) с управляющей термопарой;

3) **система сбора и регистрации данных** – включающая в себя регистратор Testo- 454 (13) с термопарами (11), дифференциальным микроманометром (12) и термоанемометром (5), газоанализатор Bosch BEA 050 (14), укомплектованный датчиками концентрации CO; C₃H₈; CO₂ и O₂, персональный компьютер.

Стенд функционирует следующим образом. Из баллона (1) аттестованная газовая смесь заданного состава через редуктор (2) и вентиль точной регулировки (3) подаётся на ротаметр (4), по показаниям которого устанавливается объёмный расход. При помощи датчика-термоанемометра (5) определяется линейная скорость газового потока, данные записываются регистратором Testo-454 (13) и передаются на компьютер. Далее газовый поток подаётся в центральную часть стенда, выполненную в едином корпусе, где вначале нагревается в трубчатом змеевике (6) (нагрев управляется при помощи ПИД-регулятора ТРМ-151 (10)), а затем нагретый до требуемой температуры газовый поток поступает в конвертер (7) на образец катализатора. При помощи термопар (11) производится измерение температуры до и после катализатора, одновременно дифференциальным микроманометром (12) измеряется перепад давления. Данные с термопар и микроманометра передаются на регистратор (13) и персональный компьютер (15). После прохождения катализатора смесь охлаждается в двух контурном холодильнике (8), а затем через тройник (9) газоанализатором (14) производиться отбор пробы. Данные с газоанализатора поступают на персональный компьютер. Производится посекундная запись показаний датчиков, и представляется в табличном или в графическом виде. Стенд аттестован в БелГИМе, в таблице 19.4 приведены его основные технические характеристики.

Таблица 4. Технические характеристики стенда для исследований гидродинамических и катализитических свойств блочных носителей и катализаторов

Характеристика	Значение
Объёмный расход аттестованной газовой смеси	до 1 м ³ /ч
Температура нагрева газовой смеси	до 500 °C
Характеристики датчиков (диапазон измеряемых параметров):	
1) Термоанемометр	0-20 м/с
Погрешность измерения скорости потока	±0,03 м/с ± 4% от изм. зн.
2) Зонд дифференциального давления (точный)	0-100 Па
Погрешность измерения	0,3 Па ± 0,5% от изм. зн.
3) Зонд дифференциального давления	0-100 гПа
4) Погрешность измерения давления	± 0,5% от изм. зн.(20 - 100 гПа); ±10 Па (0 - 20 гПа);
5) Диапазон варьирования температуры	0-600 °C
Погрешность измерения температуры	± 1°C
6) Датчик концентрации CO	0-10 %
Погрешность измерения концентрации CO	±0,005 %
7) Датчик концентрации CO ₂	0-18 %
Погрешность измерения концентрации CO ₂	±0,2 %
8) Датчик концентрации C ₃ H ₈	0-9999 ppm
Погрешность измерения концентрации C ₃ H ₈	±12 ppm
9) Датчик концентрации O ₂	0-22 %
Погрешность измерения концентрации O ₂	±0,4 %

Обработка полученных данных осуществляется следующим образом. Измеряют зависимость перепада давления от скорости фильтрации на высокопористом ячеистом материале. При измерениях производится ступенчатый подъем расхода газа, при дальнейших расчетах учитываются только точки, полученные при установившемся режиме (соответствуют горизонтальному участку на кривых). Далее рассчитываются вязкостный k_μ (м²) и инерционный k_p (м) коэффициенты проницаемости, которые позволяют рассчитывать зависимость перепада давления от скорости по формуле:

$$\frac{\Delta P}{H_o} = \frac{\mu V_\phi}{k_\mu} + \frac{\rho V_\phi^2}{k_p}, \quad (46)$$

где ΔP – перепад давления на пористом образце катализатора, Па; H_o – толщина образца, м; μ – вязкость фильтруемой среды, Па с; ρ – плотность фильтруемой среды, кг/м³; V_ϕ – линейная скорость фильтрации, м/с.

Для расчета коэффициентов проницаемости по экспериментальным точкам строится зависимость $\frac{\Delta P}{H_o V_\phi} = f(V_\phi)$ и производится линейная аппроксимация двучленом вида:

$$\frac{\Delta P}{H_o V_\phi} = a + b \cdot V_\phi \quad (47)$$

где $k_\mu = \mu/a$; $k_p = \rho/b$.

Катализитическая активность определяется дискретно следующим образом. При фиксированном расходе газа с помощью ПИД-регулятора задается требуемый режим нагрева с выдержкой в течение не менее 15 мин при температуре, при которой планируется проводить замер концентрации на входе в катализатор и на выходе, для равномерного прогрева всего катализитического блока. Газоанализатор Bosch BEA 050 фиксирует абсолютные значения объемных концентраций компонентов.

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

Установка для исследований коррозионных свойств при повышенных температурах

В ИПМ создана установка [74], позволяющая проводить ресурсные испытания спеченных пористых материалов, использующихся для изготовления фильтроэлементов и носителей катализаторов, при воздействии агрессивных газовых сред при повышенных температурах, в том числе при одновременном пропускании электрического тока и постоянных механических нагрузках. Принцип действия установки основан на измерении электросопротивления пористого элемента, зафиксированного между двумя пластинами из коррозионно-стойкого материала. Схема установки приведена на рисунке 40. Общий вид установки – на рисунке 41.

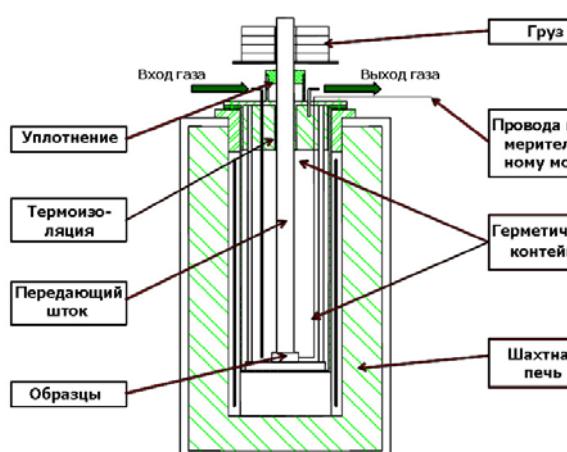


Рис. 40. Схема установки для исследования коррозионной стойкости



Рис. 41. Общий вид установки для исследования коррозионной стойкости

Таблица 5. Технические характеристики установки для коррозионных испытаний

Характеристика	Значение
Температура испытаний	до 900 °C
Газовая среда, предварительно подготовленная, в баллоне	Не ограничено
Максимальные размеры испытуемых образцов	40×40 мм
Количество одновременно испытуемых образцов	до 3 шт.
Характеристика измерительной аппаратуры:	
Измерение сопротивления постоянному электрическому току производится при помощи микроомметра Ф4104-М1	от 0-100 мкОм до 0-10 МОм
Предел допустимых значений основной погрешности от конечного значения диапазона измерений	
0-100 мкОм	±4 %
0-1 мОм, 0-10 мОм, 0-100 мОм, 0-1 Ом	±2,5 %
для остальных диапазонов	±1,5 %
Выходной ток	0-3,5 А
Выходное напряжение	0-60 В
При испытании возможно создавать прижимающее усилие	до 100 кг
Контроль температуры барботера (при насыщении газаарами) термостатом ХТ 3/40-2	3-40°C
Измерение относительной влажности газа после термостата термогигрометром Testo 605-H1	5-95±0.1 %

Испытания проводятся следующим образом. Образцы располагаются на дне цилиндрического герметичного контейнера, нижняя часть которого находится в шахтной печи, а верхняя – снаружи; контейнер сконструирован таким образом, что верхняя крышка, на которой смонтиро-

ваны штуцеры для подвода и отвода газа и вывода наружу соединительных проводов, остается во время измерений относительно холодной (<50 °C). Образцы зажимаются между двумя коррозионно-стойкими пластинами штоком, который также выведен наружу через уплотнительную прокладку; усилие сжатия регулируется грузами, которые надеваются на шток. К пластинам, между которыми зажимается образец, привариваются провода хромелевые или алюмелевые изолированные провода, которые используются для измерения электросопротивления по мостовой схеме и, если необходимо, пропускания электрического тока через образец во время эксперимента. Заранее приготовленная аттестованная газовая смесь поступает из баллона с контролируемым расходом 1-200 см³/с. При необходимости насыщения смеси парами воды газ пропускается через барботер, расположенный в термостате. Степень насыщения регулируется температурой в термостате.

5. АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ ТРЕНИЯ, ИЗНОСА И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МОДИФИЦИРОВАННЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ И ТОНКИХ ПОКРЫТИЙ

Автоматизированный комплекс для исследования процессов трения, износа и физико-механических характеристик модифицированных поверхностей и тонких покрытий (АКИПТ) разработан и изготовлен в ГНУ ИПМ [77-79] и предназначен для исследования процессов трения, износа и физико-механических характеристик модифицированных поверхностей и тонких покрытий. Комплекс также позволяет:

- с высокой точностью определять абсолютные значения коэффициента трения при исследовании широкого класса материалов;
- регистрировать измерения трибологических свойств тонких и износостойких покрытий;
- по характеру изменения коэффициента трения на начальной стадии фрикционных испытаний устанавливать зависимость топографии поверхности от вида и степени обработки материала;
- оценивать износостойкость покрытий толщиной до нескольких микрометров;
- оценивать микротвердость и износ тонких покрытий.

Принципиальное устройство АКИПТ показано на рисунке 42.

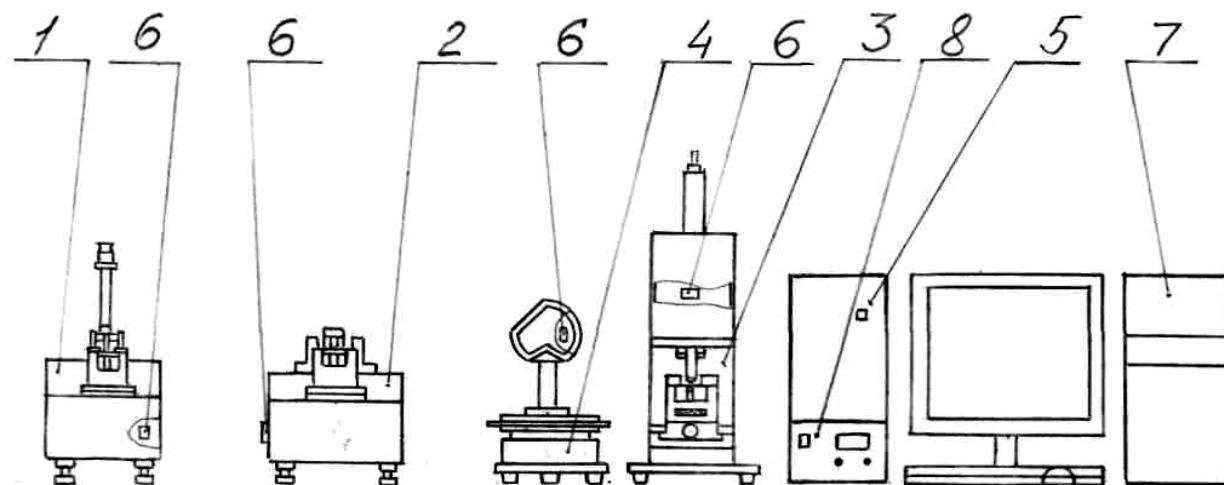


Рис. 42 Принципиальное устройство АКИПТ: 1 – модуль по исследованию процессов трения (МИПТ), 2 – модуль по определению адгезионной прочности покрытий (МОАПП), 3 – модуль по определению микротвердости и Модуля Юнга (МОММЮ), 4 – устройство по определению глубины трека износа (УОПТИ), 5 – блок управления, 6 – разъемы, 7 – персональный компьютер, 8 – блок управления ИМЮ

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

Комплекс состоит из следующих модулей: модуля по исследованию процессов трения 1 (далее – МИПТ); модуля по определению адгезионной прочности покрытий 2 (далее – МОАПП); модуля по определению микротвердости и модуля Юнга 3 (далее – МОММЮ) с блоком управления ИМЮ 8, который обеспечивает связь МОММЮ с управляющим персональным компьютером; устройства по определению профиля трека износа 4 (далее - УОПТИ); микропроцессорного блока управления 5 с источником питания, который обеспечивает связь комплекса с управляющим персональным компьютером, независимое питание шаговых двигателей, датчиков положения и контроля, входящих в модули.

5.1. Устройство и работа МИПТ

Принципиальная схема и внешний вид модуля МИПТ показаны на рисунке 43. Модуль состоит из: кожуха 12, внутри которого размещается направляющая каретки продольной подачи 10 и шаговый двигатель 1 с ходовым винтом 9. К каретке 10 крепится специальная гайка 8. При вращении двигателя 1 и винта 9 происходит перемещение каретки продольной подачи 10, с закрепленными на ней кареткой поперечной подачи 7, механизмом фиксации образца 6 и образцом 5. На верхней площадке корпуса 12 устанавливается на оси головка измерительная 2 с датчиком веса 3 AR 0,2 SCAIME.

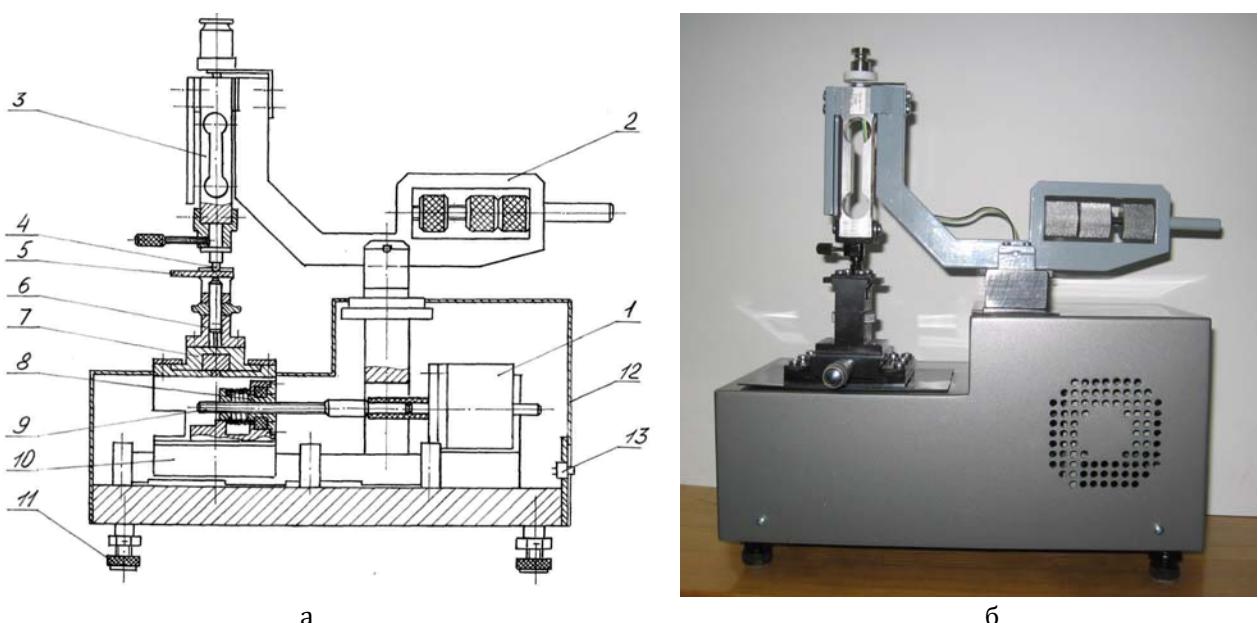


Рис. 43. Принципиальная схема (а) и внешний вид (б) модуля МИПТ: 1-двигатель шаговый ДШИ-200-2, 2-коромысло, 3- датчик веса AR 0,2 SCAIME, 4-индентор, 5-образец, 6-механизм фиксации образца, 7- каретка поперечной подачи, 8-гайка, 9-винт ходовой, 10-каретка продольной подачи, 11-винт установочный, 12- корпус, 13- разъёмы электрические

К датчику веса 3 с помощью кронштейна крепится сферический индентор 4. На нижнем основании корпуса 12 имеются четыре установочных винта 11 для выставления плоскости кареток подач 7 и 10 горизонтально. С помощью разъемов электрических 13 производится подача электрического питания на двигатель 1, а также снятие сигналов от датчика 3 и датчика конечного положения каретки 10. Для определения адгезионной стойкости плоских покрытий в режиме дискретного нагружения на МИПТ головка измерительная с датчиком веса заменяется на головку измерительную 1 с датчиком усилия FSL 0,5 N2C Honeywell, индентор – наконечник для измерения микротвердости 2 по методу Роквелла ГОСТ 9377-81 (рис. 44).

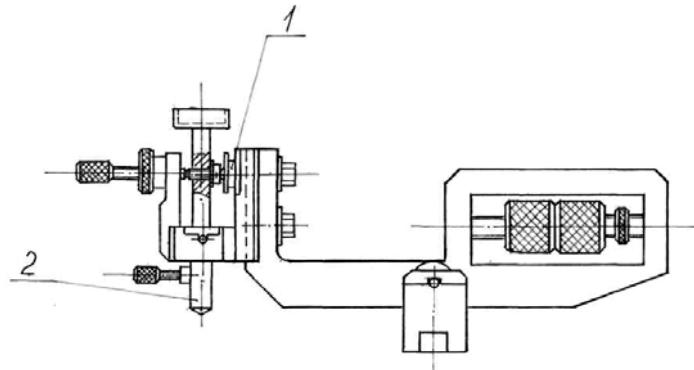


Рис. 44. Принципиальная схема головки измерительной в режиме дискретного нагружения.
1 - головка измерительная с датчиком усилия FSL 0,5 N2C Honeywell, 2 - наконечник для измерения
микротвердости 2 по методу Роквелла

5.2. Устройство и работа МОАПП

Принципиальная схема и внешний вид модуля МОАПП показаны на рисунке 45 состоит из кожуха 1, внутри которого на опорной плате 13 размещается каретка продольного перемещения 2, на ней закреплена каретка поперечного перемещения 6 с механизмом фиксации образца 7 и образец 8. На каретке продольного перемещения 2 крепится специальная гайка 5. Шаговый электродвигатель двигатель FL67ST56-1206A 3 с ходовым винтом 4 крепится на опорной плате 13. На опоре 9 устанавливается коромысло 10 с индентором 11. На коромысле 10, консольно, закреплен датчик веса AQ10C3SH10e 12, который регистрирует силу нагрузления индентора 11 на образец 8. Плавное динамическое нагружение индентора 11 производят система нагружения 17 с шаговым электродвигателем FL67ST56-1206A 3 через упор 16. На опорной плате 13 имеются четыре установочных винта 14 для выставления плоскости кареток продольного 2 и поперечного 6 перемещения горизонтально. С помощью разъемов электрических 15 производится подача электрического питания на шаговые электродвигатели 3, а также регистрация сигналов от датчика веса 12 и датчиков конечного положения каретки продольного перемещения 2, которые находятся на ее задней стенке. Момент отрыва нанесенного покрытия регистрируется датчиком акустической эмиссии 18.

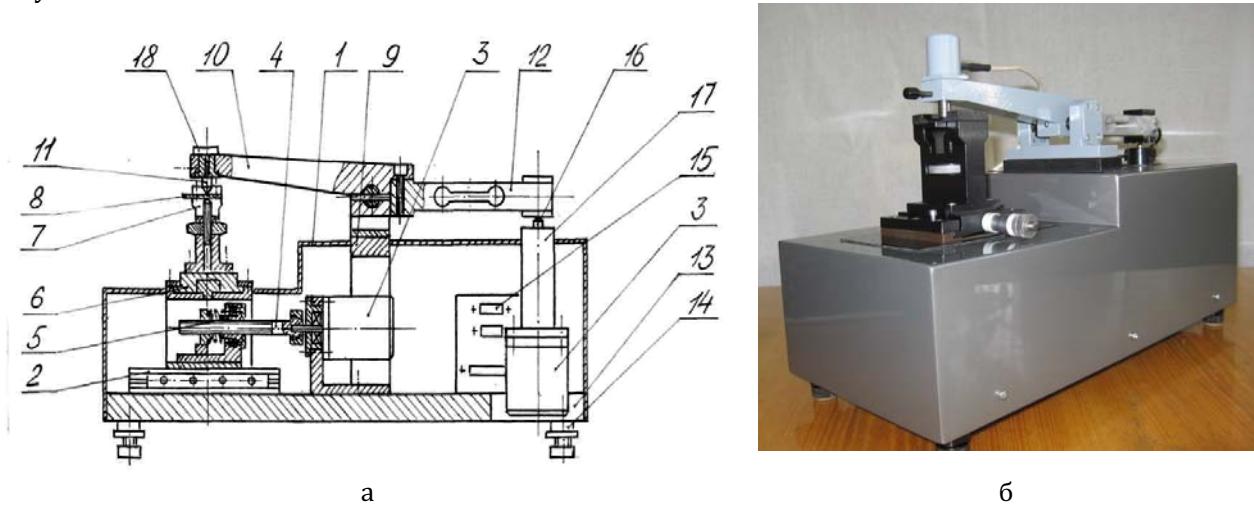


Рис. 45. Принципиальная схема (а) и внешний вид (б) модуля МОАПП: 1 – кожух, 2 – каретка продольного перемещения, 3 – шаговый электродвигатель FL67ST56-1206A, 4 – винт ходовой, 5 – гайка, 6 – каретка поперечного перемещения, 7 – механизм фиксации образца, 8 – образец, 9 – опора, 10 – коромысло, 11 – индентор, 12 – датчик веса AQ10C3SH10e, 13 – плита опорная, 14 – винт установочный, 15 – разъемы электрические, 16 – упор, 17 – система нагружения, 18 – датчик акустической эмиссии

5.3 Устройство и работа УОГТИ

Принципиальная схема (а) и внешний вид (б) устройства УОГТИ показаны на рисунке 46.

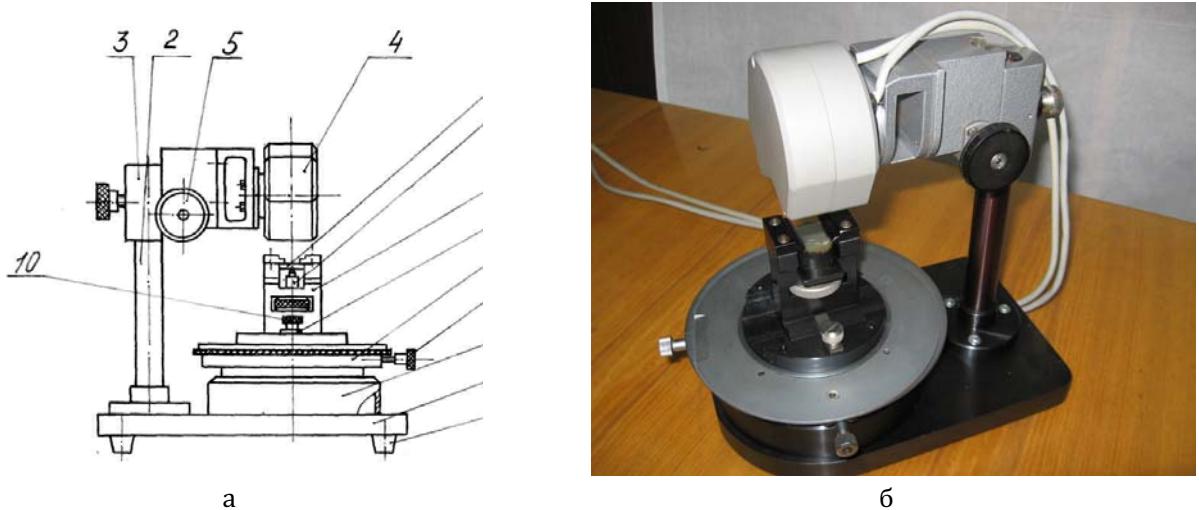


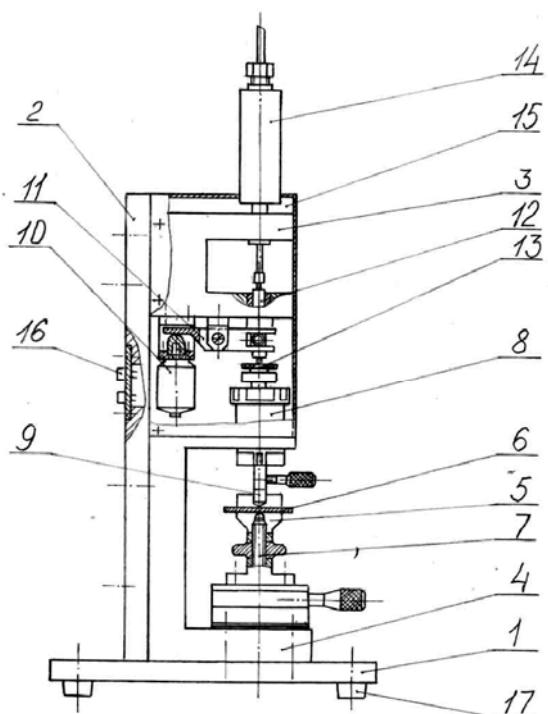
Рис. 46. Принципиальная схема (а) и внешний вид (б) устройства УОГТИ. 1 – плита опорная, 2 – стойка, 3 – устройство вертикального перемещения, 4 – сканер лазерный, 5 – маховик, 6 – опора, 7 – стол координатный, 8 – винты продольного и поперечного перемещения, 9 – пластина, 10 – винт, 11 – механизм фиксации образца, 12 – образец, 13 – винт, 14 – амортизатор.

Устройство состоит из опорной плиты 1, на которой устанавливается стойка 2, с устройством вертикального перемещения 3 лазерного сканера 4. Два маховика 5 регулируют высоту установки лазерного сканера 4. На опоре 6 закреплен стол координатный 7 с винтами продольного и поперечного перемещения 8, для установки образца 12, относительно сканера 4. Винт 13 с завальцованным шариком прижимает образец 12 параллельно плоскости стола координатного 7. Винты 10 с пластинами 9 закрепляют механизм фиксации образца 11 на столе координатном 7. На нижнем основании опорной плиты 1 имеются три амортизатора 14 для устранения вибрации. С помощью кабеля с разъемом на лазерный сканер производится подача электрического питания, а также съем сигналов от него и подача сигналов лазерного сканера на монитор.

5.4. Устройство и работа МОММЮ

Принципиальная схема и внешний вид модуля по определению микротвердости и Модуля Юнга (МОММЮ) показаны на рисунке 47.

Модуль состоит из опорной плиты 1, на которой установлена стойка 2 с закрепленными на ней верхним 3 и нижним 4 кронштейнами. На нижнем кронштейне 4 закреплен установочный столик 5, на котором закреплен испытуемый образец 6. Винт 7 с завальцованным шариком прижимает образец 6 параллельно плоскости установочного столика 5. На нижнем кронштейне установлен механизм возвратно-поступательного движения 8 с индентором 9. Индентор включает в себя наконечник для измерения твердости по методу Роквелла ГОСТ 9377-81. Для замены в комплект сменных частей МОММЮ включен наконечник Берковича. К нижнему кронштейну 4 модуля крепится электромагнит 10, который через вилку 11 приводит в движение направляющую 12. Направляющая 12 давит на датчик усилия 13 (FSL 0,5 N2C "Honeywell"), показания с которого снимаются на ПК. В верхнем кронштейне 3 закреплен преобразователь перемещений 14, который определяет глубину проникновения индентора в покрытие образца.



a



б

Рис. 47. Принципиальная схема (а) и внешний вид (б) модуля МОММЮ: 1 – плита, 2 – стойка, 3 – кронштейн верхний, 4 – кронштейн нижний, 5 – столик установочный, 6 – образец, 7 – винт, 8 – механизм возвратно-поступательного движения, 9 – индентор, 10 – электромагнит, 11 – вилка, 12 – направляющая, 13 – датчик усилия (FSL 0,5 N2C “Honeywell”), 14 – преобразователь перемещений, 15 – кожух, 16 – разъем электрический, 17 – амортизатор

Кожух 15 закрывает верхнюю часть модуля от всевозможных воздействий. С помощью разъемов электрических 16 производится подача электрического питания на электромагнит 10, а также регистрация сигналов от датчика усилия 13 и преобразователя перемещений 14. На нижнем основании опорной плиты 1 имеются четыре амортизатора 17 для устранения вибрации.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.Я. Буланов, Л.И. Кватер, Т.В. Довгаль, Т.А. Угольникова, В.Б. Акименко «Диагностика металлических порошков» (М.: «Наука», 1983);
2. В.Б. Акименко, В.Я. Буланов, И.А. Гуляев, Г.Г. Залазинский, О.Ю. Калашникова, Т.Л. Щенникова, В.Н. Анциферов «Состав, структура и свойства железных и легированных порошков» (Екатеринбург: «Наука», 1996);
3. П.А. Коузов «Основы анализа дисперсного состава промышленных пылей и измельченных материалов» (Л.: «Химия», 1987);
4. Федорченко И.М. Пугина Л.И. «Композиционные спеченные антифрикционные материалы» (Киев: «Наукова думка», 1981);
5. Федорченко И.М., Крячек В.М., Панайоти И.И. «Современные фрикционные материалы» (Киев: «Наукова думка», 1977);
6. О.В. Роман, И.П. Габриелов «Справочник по порошковой металлургии: порошки, материалы, процессы» (Минск: «Беларусь», 1988);
7. Белов С.В., Витязь П.А., Шелег В.К., Капцевич В.М. и др. «Пористые проницаемые материалы: справочник» (М.: «Металлургия», 1987).

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ

И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

8. Дьячкова Л.Н., Керженцева Л.Ф., Маркова Л.В. «Порошковые материалы на основе железа» (Минск: «Тонпик», 2004);
9. Спеченные порошковые материалы: методы и приборы контроля свойств исходных порошков, исследования структуры и эксплуатационных характеристик изделий из них / В.В. Савич, Л.Н. Дьячкова, Н.А. Шипица и др.; под ред. В.В. Савича. - Минск: Тонпик, 2008. - 320 с.
10. Бальшин М.Ю., Кипарисов С.С. Основы порошковой металлургии. - М.: Металлургия, 1978. - 184с.
11. Скороход В.В. Реологические основы теории спекания. - Киев: Наукова думка, 1972. - 151 с.
12. Скороход В.В. Порошковые материалы на основе тугоплавких соединений. - Киев: Техника, 1982. - 167 с.
13. Скороход В.В., Солонин С.М. Физико-металлургические основы спекания порошков. - М.: Металлургия, 1984. - 159 с.
14. Порошковая металлургия. Спеченные и композиционные материалы. Под ред. В. Шатта. Пер. с нем. - М.: Металлургия, 1983. - 520 с.
15. Schatt W., Wieters K.-P. Powder Metallurgy. Processing and Materials/EPMA, 1997.
16. Андриевский Р.А. Порошковое материаловедение. - М.: Металлургия, 1991. - 205 с.
17. Словарь-справочник по порошковой металлургии. Е.Л. Шведков, Э.Т. Денисенко, И.И. Ковенский. - Киев: Наукова думка, 1982. - 270 с.
18. Порошковая металлургия и напыленные покрытия: Учебник для ВУЗов/ В.Н. Анциферов, Г.В. Бобров, Л.К. Дружинин и др. - М.: Металлургия, 1987. - 792 с.
19. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. - М.: Металлургия, 1970, - 376 с.
20. А.с. №1046658 СССР. Способ определения коэффициента трения дисперсных материалов/ В.К. Шелег, В.М. Капцевич, Л.П. Пилиневич, В.В. Савич и др. // Открытия. Изобретения. -1983. -№37.
21. А.с. №1817007 СССР. Способ определения коэффициента трения дисперсных материалов/ В.М. Капцевич, Л.П. Пилиневич, В.В. Савич и др. // Открытия. Изобретения.- 1993.-№19.
22. Влияние параметров вибрации на коэффициент трения дисперсных материалов/ Л.П. Пилиневич, В.В. Савич, М.В. Тумилович// Порошковая металлургия. 2003. №26. С.145-148.
23. Миснар А. Теплопроводность твердых тел, жидкостей, газов и их композиций. - М.: Мир, 1968. - 460 с.
24. Пористые проницаемые материалы/ С.В. Белов, П.А. Витязь, В.К. Шелег, В.М. Капцевич и др. - М.: Металлургия, 1987. - 335 с.
25. Комков О.Ю. Микротрибометр возвратно-поступательного типа, работающий в области малых нагрузок: конструктивные особенности и методика испытания образцов // Трение и износ. - 2003 (24), №6, с. 642-649.
26. Разработка аппаратуры регистрации изменения работы выхода электрона трущимся поверхности подвижных элементов пар трения трибометра и модуля подшипников скольжения, методику прогнозирования работоспособности подвижных сопряжений космической техники. Разработать композиционные самосмазывающиеся материалы и износостойкие покрытия узлов трения на основе композиций твердых сплавов и твердых смазок, тугоплавких металлов и оксидных керамик для работы в условиях космоса. Провести комплексные физико-химические исследования материалов и покрытий до и после триботехнических испытаний в открытом космосе в аккредитованном испытательном центре института / Ильющенко А.Ф., Шипица Н.А., Андреев А.А. и др. // Трение и износ.. — 2004. — № Спец. выпуск. — с.27-52.
27. Braun E.D., Gorbunov V.N., Smushkovich B.L. Russian production tribotechnical complexes and measuring technique of friction and wear characteristics of friction pairs. Tribology 2001. 2nd World Tribology Congress. Vienna, Austria, 3-7 September 2001, pp.211-214
28. Богданофф Дж., Козин Ф. Вероятностные модели накопления повреждений. - М.: Мир, 1989.- 341 с.
29. Шипица Н.А., Дмитрович А.А., Бобко А.М., Грузд Д. Инерционный стенд для испытания фрикционных дисков // Порошковая металлургия. Вып. 29, Мин.: 2006 г., с.328-332.
30. Патент Республики Беларусь № 3399. Стенд для испытания фрикционных дисков.
31. ГОСТ 4.79-87 Изделия фрикционные для тормозных механизмов. Номенклатура показателей
32. А.Л. Жарин. Метод контактной разности потенциалов и его применение в трибологии. -Мин.: Бестпринт, 1996. -240 с.
33. В.С Фоменко. Эмиссионные свойства материалов. Справочник. Киев. Наукова думка. 1981.- 338 с.
34. Харрисон У. Электронная структура и свойства твердых тел. Физика химической связи. М.Мир. 1983. т.2. 332 с.
35. Scruton B., Blot B.H. A hihg resolution probe for electrostatic potential across surface. //J.Phys.E. 1973. V.5. P. 472 - 474.

**ГЛАВА 19 А.Ф. ИЛЬЮЩЕНКО, В.В. САВИЧ, М.А. АНДРЕЕВ, А.Л. ЖАРИН, А.А. ДМИТРОВИЧ, Е.П. МАКАРЕВИЧ,
Л.В. МАРКОВА, Л.П. ПИЛИНЕВИЧ, Д.И. САРОКА, О.Л. СМОРЫГО, А.Н. СУВОРОВ, Н.А. ШИПИЦА**

36. Шибряев Б.Ф. Пористые спеченные материалы. - М.: Металлургия, 1982. - 168 с.
37. Пористые порошковые материалы и изделия из них/ П.А. Витязь, В.М. Капцевич, В.К. Шелег.- Мн.: Выш. шк., 1987. - 164 с.
38. Грег С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость. - М.: Мир, 1984. - 306 с.
39. Сравнение результатов измерения пористости различными методами/ В.В. Капцевич, В.К. Шелег, В.В. Савич и др./ Порошковая металлургия. - 1989. - №2. - С.48-52.
40. L.P. Pilinovich, V.V. Savich, M.V. Tumilovich. Definition of Porosity by the Method of Eddy Currents// Proceedings of PM2001 Congress & Exhibition, Nice, France, 22-24, 2001. V.1, P.365-368.
41. Оделевский В.И. Расчет обобщенной проводимости гетерогенных систем// Техническая физика. - 1959. - Т.21. - №6. - С.678-682.
42. А.с. №1179161 СССР. Способ определения распределения пор по размерам/ В.К. Шелег, В.М. Капцевич, В.В. Савич и др./ Открытия. Изобретения. - 1985. - №34.
43. Определение распределения пор по размерам и пористости по шлифам порошковых материалов/ В.М. Капцевич, В.К. Шелег, Р.А. Кусин, и др./ Заводская лаборатория. - Т.56. 1990. - N 2. - С.64-67
44. Исследование распределения пор по размерам в пористых порошковых материалах различными методами/ В.М. Капцевич, В.К. Шелег, В.В. Савич, В.В. Мазюк и др./ Порошковая металлургия. - 1987. - №3. - С.57-59.
45. Метод контроля локальной проницаемости пористых порошковых материалов с использованием термоанемометра/ В.М. Капцевич, В.К. Шелег, Л.П. Пилиневич, В.В. Савич и др./ Порошковая металлургия. - 1987.-N 7. - С.60-63.
46. Формирование структуры и свойств пористых порошковых материалов/ П.А. Витязь, В.М. Капцевич, А.Г. Косторнов и др. - М.: Металлургия, 1993. - 240 с.
47. Handbuch der industriellen Fest/Fluessig-Filtration/ Horst Gasper und andere. - Heidelberg: Huethig, 1990. - 338 S.
48. Шибряев Б.Ф., Павловская Е.И. Металлокерамические фильтрующие элементы. - М.: Машиностроение, 1972. - 120 с.
49. Авиационные фильтры для топлив, масел, гидравлических жидкостей и воздуха/ К.В. Рыбаков, Ю.И. Дмитриев, А.С. Поляков - М.: Машиностроение, 1982. - 103 с.
50. Кравцов А.Г., Гольдаде В.А., Зотов С.В. Полимерные электретные фильтроматериалы для защиты органов дыхания/ Под ред. Л.С. Пинчука. - Гомель: ИММС НАН Беларуси, 2003. - 204с.
51. Исследование капиллярных свойств проницаемых материалов из порошка бронзы/ П.А. Витязь, В.К. Шелег, В.М. Капцевич и др./ Порошковая металлургия. - 1983. - №2. - С.58-62.
52. Определение краевого угла в капиллярно-пористых материалах/ П.А. Витязь, В.К. Шелег, В.М. Капцевич и др./ Заводская лаборатория. - 1985. - №4. - С.53-55.
53. Газопроницаемость в порошковых материалах при различных режимах течения/ П.А.Витязь, В.К.Шелег, В.М.Капцевич и др./ Порошковая металлургия. - 1984. - №8. - С.71-77.
54. А.с. №1183821 СССР. Способ определения краевого угла смачивания/ В.К. Шелег, В.М. Капцевич, В.В. Мазюк, В.В. Савич// Открытия. Изобретения. - 1985. - №37.
55. Метод определения краевого угла смачивания в пористых порошковых материалах/ П.А. Витязь, В.К. Шелег, В.М. Капцевич и др./ Порошковая металлургия.-1986.- N 4. - С.52-55
56. А.с. N 1346981 (СССР). Устройство для определения капиллярных свойств пористого материала/ Шелег В.К., Савич В.В., Денисевич С.В., Мазюк В.В. - БИ. - N 39.-1987
57. Рыбкин Б.И., Сергеев Ю.Ю., Сидоренко Е.М. и др. Исследование краевого угла смачивания хладоагента сеточных фитилей тепловых труб // ИФЖ. - 1979. - Т. 36. - № 4. - С. 620 - 626
58. А.с. N 1087835 СССР. Устройство для определения максимального капиллярного давления/ П.А. Витязь, В.К. Шелег, В.М. Капцевич и др. // Открытия. Изобретения. - 1984. - №15.
59. Лыков А.В. Теория сушки. - М.: Энергия, 1968. - 471 с
60. А.с.1188593 СССР. Устройство для определения проницаемости пористых порошковых материалов/ В.К. Шелег, В.М. Капцевич, В.Б. Медведев, В.В. Савич и др./ Опубл. Б.И. - 1985. - № 40
61. А.с. 1249408 СССР. Способ определения максимальной высоты подъема жидкости / Шелег В.К., Капцевич В.М., Кусин Р.А. и др. // Опубл. Б.И. - 1988. - № 29
62. А.с. 1346982 СССР. Устройство для определения капиллярных свойств пористого материала / Шелег В.К., Савич В.В., Денисевич С.В., Мазюк В.В. // Опубл. Б.И. - 1987. - № 39
63. А.с. 1188593 СССР. Способ определения капиллярных свойств пористых материалов/ Шелег В.К., Капцевич В.М., Савич В.В., Мазюк В.В.// Опубл. БИ. - N 40.-1985
64. Дан П.Д., Рэй Д.А. Тепловые трубы. - М.: Энергия, 1979. - 272 с.
65. Чи С. Тепловые трубы. Теория и практика. - М.: Машиностроение, 1981.- 208 с.

МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВ

И СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ НИХ, РАЗРАБОТАННЫЕ В БЕЛАРУСИ

66. Семена М.Г., Косторнов А.Г., Гершуни А.Н. и др. Исследование характеристик капиллярного впитывания фитилей тепловых труб // ИФЖ. – 1974. Т.27. - № 6. – С. 1009 – 1014.
67. Семена М.Г., Гершуни А.Н., Зарипов В.К. Тепловые трубы с металловолокнистыми капиллярными структурами. – Киев: Вища школа, 1984. – 215 с.
68. Белов С.В., Павлихин Г.Н. О некоторых особенностях фильтрации жилкости через пористые материалы // Известия ВУЗов. Машиностроение. – 1972. - № 6. – С. 70 – 76
69. Васильев Л.Л., Костко З.Н., Конев С.В. Исследование характеристик капиллярно-пористых фитилей для низкотемпературных тепловых трубок // Инженерно-физический журнал. – 1972. – Т.ХХ111. - № 4. – С. 606-611
70. А.с. N 1155913 СССР. Способ и устройство для определения проницаемости пористых материалов/ Шелег В.К., Конев С.В., Капцевич В.М. и др. // Опубл. - БИ.- N 18.- 1985
71. Испытания материалов: Справочник/ Под ред. Х. Блюменауера.- М.: Металлургия, 1979. – 448 с.
72. Справочник по порошковой металлургии: порошки, материалы, процессы/ О.В. Роман, И.П. Габриелов – Мин.: Беларусь, 1988. – 175 с.
73. Ультразвуковой и резистометрический контроль в порошковой металлургии/ О.В. Роман, В.В. Скороход, Г.В. Фридман – Мин.: Выш. шк., 1989. – 182 с.
74. Новые приборные комплексы для исследования эксплуатационных характеристик пористых проницаемых материалов/ Сморыго О.Л., Леонов А.Н., Марукович А.И., Микуцкий В.А./ Порошковая металлургия. 2009. №32. С.180-193.
75. И.Д. Кащеев, К.К. Стрелов. Испытание и контроль огнеупоров. М.: Металлургия, 2003 – 286 с.
76. Неразрушающий контроль: В 5-ти книгах – Под ред. В.В. Сухорукова. – М.: Высшая школа, 1992 – Кн. 2. Акустические методы контроля – 328 с.
77. Патент республики Беларусь № 5344. Устройство для измерения силы трения/ Андреев М.А., Макаревич Е.П., Суворов А.Н. и др.
78. Патент республики Беларусь № 6238. Устройство для измерения микротвердости и модуля Юнга/ Андреев М.А., Макаревич Е.П., Суворов А.Н. и др.
79. Патент республики Беларусь № 6468. Устройство для измерения силы трения/ Андреев М.А., Макаревич Е.П., Суворов А.Н. и др.