

917232

高等学校教学用书

粉末冶金实验技术



GAODENG XUEXIAO JIAOXUE YONGSHU



冶金工业出版社

前 言

本书按照粉末冶金实验技术教学大纲编写。它可以作为高等学校粉末冶金专业及金属材料专业的教科书,也可供有关粉末冶金、金属材料和粉体工程方面的技术人员、检测人员及研究人员参考。

在编写过程中,参考了国内外有关粉末冶金、金属学及粉体工程方面的先进实验技术,并收集和总结了国内常用测试技术。比较系统地阐述了各种粉末冶金实验技术的基本原理、仪器装备、测试技术及数据处理方法。本书分五章,重点介绍了粉末及粉末制品的测试技术、压制过程和烧结过程主要变化量的测试技术,以及激光衍射法测定粉末粒度、三轴向压制、真空烧结等新技术。

本书第一章由刘立华编写,第二章由姚德超编写,第三章由刘海珊编写,第三章第二节由姚德超、刘海珊合编,第四、五章由阚季仪编写。全书由姚德超主编。

广东工学院黄声洪副教授、宝鸡有色金属研究所廖际常高级工程师对本书初稿进行了评审、并提出了宝贵意见,在此表示感谢。

由于水平有限,书中难免有不少缺点和错误,恳请读者批评指正。

编 者 1988年4月

24053/01

目 录

第一章 粉末性能测试技术	1
第一节 粉末性能测试方法综述	1
一、粉末颗粒和粉末体的定义	1
二、粉末性能及其测试方法综述	1
三、粉末取样及处理	6
第二节 常用的粉末粒度测定方法	9
一、筛分析法	9
二、显微镜法	17
三、沉降分析法	27
第三节 常用的粉末比表面测定方法	43
一、气体透过法	43
二、气体吸附法	47
第四节 粉末粒度测试方法的适用范围和新发展	53
一、粉末粒度测试方法的新发展	53
二、各种粉末粒度测定方法的适用范围	58
第五节 粉末颗粒形状及结构的观察	61
一、粉末颗粒形状的生物显微镜观察和电子显微镜观察	61
二、粉末金相试样的制备及观察	62
三、粉末颗粒的外形和显微结构照片	71
第六节 粉末松装密度、流动性及压制性的测定	71
一、粉末松装密度的测定	71
二、粉末流动性的测定	76
三、粉末压制性的测定	77
第二章 压制过程的测试技术	82
第一节 压制过程的变化规律及测试方法	82
第二节 压制过程的测试技术与实验研究	84

一、实验装置设计	84
二、压制方程的实验研究	89
三、压制过程的参数测定	100
四、压坯密度分布与压制方式关系的实验研究	103
第三节 三轴向压制实验技术	106
一、三轴向压制原理及效果	106
二、实验装置及方法	108
三、实验过程剪切断裂条件的确定	108
第三章 烧结过程的测试技术	111
第一节 烧结过程的基本变化规律及测试技术综述	111
一、烧结过程的基本变化及致密化规律	111
二、烧结过程的尺寸变化及测试技术综述	113
第二节 烧结过程收缩的测定与实验研究	115
一、测定烧结过程收缩的装置	115
二、用膨胀仪法研究烧结过程的合金化、相变和补偿收缩	118
三、用膨胀仪法研究等温烧结过程的致密化曲线	120
四、烧结方程的实验研究	123
第三节 真空烧结技术	125
一、概述	125
二、真空技术在粉末冶金中的应用	128
三、真空烧结过程的物理化学现象	131
四、真空烧结装置	136
第四章 粉末冶金金相技术	164
第一节 粉末冶金金相技术综述	164
一、孔隙度对金相制样和组织结构分析的影响	164
二、金相显微镜与电子显微镜在金相分析中的应用	165
第二节 粉末冶金材料及制品微观组织的观察与分析	168
一、金相试样的制备	168
二、金相显微镜	181
三、透射电子显微镜	191
四、扫描电子显微镜	195
五、主要粉末冶金材料的金相分析	198
六、定量金相分析	213

第三节 粉末冶金材料断口的观察与分析	220
一、断裂方式与断口特征	220
二、断口分析常用仪器	222
三、断裂源与断口的定量分析	223
四、粉末冶金材料断口分析举例	225
第四节 金相显微摄影与暗室技术	229
一、摄影前的准备	230
二、金相显微摄影	231
三、感光材料	232
四、胶片(卷)显影与定影	235
五、暗室技术	238
第五章 粉末冶金材料物理力学性能的测定	242
第一节 粉末冶金材料物理力学性能的特点	242
一、粉末冶金材料密度的特点	242
二、粉末冶金材料的孔隙与硬度的关系	242
三、粉末冶金材料的孔隙与力学性能的关系	243
第二节 粉末冶金材料物理性能的测定	246
一、粉末冶金材料的密度测定	246
二、粉末冶金材料的孔隙度和含油率的测定	248
三、粉末冶金材料电阻率的测定	250
第三节 粉末冶金材料力学性能的测定	251
一、粉末冶金材料的布、洛、维氏硬度试验	251
二、粉末冶金材料的显微硬度试验	258
三、粉末冶金材料的强度试验	260
四、粉末冶金材料的韧性试验	265
附录 I 基本实验内容参考目录	275
附录 II 物理力学性能的常用计量单位及换算关系	276
附录 III 常用硬度对照表	278
附录 IV 温度与毫伏对照表(分度表)	282
主要参考资料	295

第一章 粉末性能测试技术

第一节 粉末性能测试方法综述

一、粉末颗粒和粉末体的定义

粉末体简称粉末，通常是由大量的颗粒及颗粒间的空隙所购成的集合体，是由大量粉末颗粒组成的一种分散体，其颗粒大小一般小于1mm。

二、粉末性能及其测试方法综述

粉末性能及其测试方法可以概括于表1-1所示。

粉末性能包括粉末的结构（外部结构和内部结构）、物理性能、化学成分、工艺性能。粉末的结构对粉末的其他性能有直接的影响。

就粉末的外部结构而言，粉末颗粒有发达的外表面和内表面。外表面是可以看到的明显的表面，包括颗粒表面所有宏观的凸起和凹进的部分及宽度大于深度的裂隙。内表面包括深度超过宽度的裂隙、微缝以及与颗粒外表面连通的孔隙、空腔等内壁。粉末发达的表面积贮藏着高的表面能，对于气体、液体或微粒表现出极强的物理吸附和化学活性，因而微细粉末容易自发地聚集成团粒，在空气中极易氧化和燃烧。金属粉末长时间暴露在空气中与氧和水蒸气接触，颗粒表面上很快形成氧化膜，加上吸附的水分和气体(CO_2 、 N_2)，使表面覆盖层可达到几百个原子的厚度。粉末形状直接影响粉末的流动性、松装密度，对压制与烧结强度均有显著影响。

从粉末的内部结构看：金属和多数非金属颗粒是由晶粒组成的。可以是单晶颗粒，但大多数属于多晶结构。颗粒的实际结构要比相同致密材料的晶体结构复杂得多。在粉末的生产中晶粒

表 1-1 粉末性能及其测试方法一览表

粉末性能		主 要 测 试 方 法
种类	项 目	
外部 结构	颗粒形状	显微镜（光学显微镜、扫描电子显微镜）、全息照相
	表面状态	扫描电子显微镜、全息照相
内部 结构	晶 粒 度	金相显微镜
	孔隙与夹杂	金相显微镜、扫描电子显微镜、偏光显微镜
	晶体缺陷	高压透射电子显微镜
化学 成分	化学成分	化学分析、光谱、电子能谱、电子探针
物 理 性 能	粒 度	光学显微镜
	粒度组成	筛分析、光学显微镜、沉降法、电阻法（库尔特计数器）、X光小角度散射、激光衍射、全息照相、扩散法
	平均粒度	气体透过法
	比 表 面	气体吸附法，气体透过法
	显微硬度	显微硬度计
	有效密度	比重瓶法
	电 特 性	液体浸透法测介电常数，法拉第盒测带电量、平行平板电极测电阻率
	磁 特 性	古伊法测强磁性、比较法测弱磁性
工 艺 性 能	松装密度	GB1479—84 GB5060—85、GB5061—85
	振实密度	GB5162—65
	流 动 性	GB1482—84
	压 缩 性	GB1481—84
	成 形 性	GB5160—85

生长的条件不充分，晶体极不完整，原始粉末在经过破碎、研磨后，使晶粒产生严重的变形和破坏。从微观观察，晶体内存在着大量晶体缺陷，因而粉末颗粒贮存了大量晶格畸变能，具有高的活性。从宏观观察，颗粒中有内孔隙、裂隙、杂质。粉末的宏观和微观缺陷，降低粉末的有效密度（测量得到的实际密度，称为粉末的有效密度），引起金属电阻增大和改变金属的强度等。内部结构中的夹杂，主要影响粉末质量和化学成分。综上所述，粉末的性

能在很大的程度上取决于粉末的结构。

需要测量的粉末性能很多，本章所述仅限于粒度、粒度分布、平均粒度、颗粒形状、比表面、松装密度、流动性、压制性（包括压缩性和成形性）及其测定。

1. 颗粒形状 粉末颗粒形状主要是受粉末生产方法的影响。由于生产方法不同，粉末颗粒结晶或形成的条件不同，即使相同的金属，如果按不同方法制造，所得粉末颗粒的形状也各不相同。粉末形状与粉末生产方法的关系列于表1-2中。在这些制造方法中，由于某些条件的变化以及粉末的补充加工，也会使粉末形状发生变化，因此，粉末的形状远远不止这几种。

2. 粒度和粒度分布

(1) 粒度。粒度是指单个粉末颗粒的指定线性尺寸。习惯上，测量得到的粉末粒度是以毫米或微米为单位的颗粒直径。每个颗粒有无数不同方向的线性长度，只有将这些长度统计平均才能得到有意义的数值。对于大量颗粒也是如此。因此，通常所说的粉末粒度包含有粉末平均粒度的意义，也就是粉末的某种统计性平均粒径。按平均粒径一般可划分为几个级别（见表1-3）。实际上，颗粒直径是利用各种测量方法测得的某些与颗粒大小有关的性质进行换算而得到的。对于球形颗粒可用球直径或投影圆直径表示，对非球形颗粒常采用“等效粒径”（当量粒径）表示粉末的粒度。所谓等效粒径，就是把非球形颗粒当作某一相当直径的球状颗粒，而使球状颗粒的某种性质参数与被测颗粒等值。如两者体积相等、投影面相等。

按照所选择的性质参数不同而有多种不同的等效粒径。下面介绍常用的几种。

1) 体积直径(d_v): 与任意形状粉末颗粒的体积相等的球体直径作为该粉末颗粒的等效直径。由 $v = \frac{\pi}{6} d^3$ 求得。

2) 面积直径(d_s): 与任意形状的粉末颗粒的最大投影面积相等的球体直径作为该粉末颗粒的等效直径，由 $s = \pi d^2$ 求得。

表 1-2 粉末形状与粉末生产方法的关系

粉末生产方法	颗粒形状	
	种 类	示 意 图
气相沉积, 液相沉积	球状	
雾化、置换沉淀	近球状或不规则形状	
塑性金属机械研磨	板、片状	
金属旋涡研磨	碟状	
机械粉碎	多角形	
水溶液电解	树枝状	
金属氧化物还原	海绵状	
化学沉积、火冶收尘	针、杆状	

3) 面积体积直径(d_v):与颗粒具有相同的外表面积和体积

表 1-3 粉末粒度级别

级 别	粗粉	中粉	亚 筛 粉		
			细粉	极 细 粉	超 细 粉
粒度范围 (μm)	150~500	44~150	10~44	0.5~10	<0.5

比的圆球直径, 由 $d_{sv} = \frac{d_v^3}{d_s^3}$ 求得。

4) 斯托克斯径(d_{st}): 与任意形状的被测粉末颗粒在层流区 ($Re < 0.2$) 具有相同自由降落速度的同质球形粒子的直径。

5) 筛分直径: 用颗粒可以通过的最小方筛孔的宽度表示的粒径。

(2) 粒度分布。粒度分布(即粒度组成)是将一定量的粉末按粒度大小分成若干级, 每一级粉末(按个数、长度、面积、重量或体积)在粉末的总数量(总个数、总长度、总面积、总重量或总体积)中所占的百分数。粒度分布基准有个数分布基准、长度分布基准、面积分布基准、重量或体积分布基准等。粒度分布可以用大家熟知的列表法表示, 还可以用分布曲线和分布函数描述。

分布曲线可以以某种基准分布对粒度作图而获得。图1-1是各种类型的粉末粒度分布。不同粒度范围的粒度分布在数值上又可分成积分型和微分型。表1-4列出了分布曲线的坐标标识, 图1-2示出了对应于表1-4的几种分布曲线形态。用图的形式描述能使测得的结果表达得形象和更明了。

粒度分布还可用数学式表达。粒度分布若用数学式表达就称其为分布函数。研究粒度分布的数学规律有利于运用计算机。粉末的粒度分布函数复杂, 至今仍在不断研究并在不断发展之中。

3. 平均粒度 实践中, 某些情况下需要知道粉末的平均粒度, 平均粒度是表征整个粉末体的一个粒度参数。平均粒径计算公式列于表1-5。

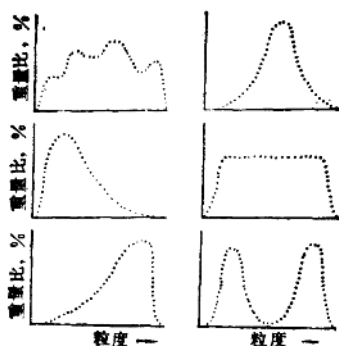


图 1-1 各种类型的粉末粒度分布

表 1-4 分布曲线的坐标标识

名 称		横 坐 标	纵 坐 标
粒度分布曲线		平均粒度 (μm)	相对百分数, $f\%$
累积分 布曲线	① 负累积	粒度 (μm)	累积百分数, $\sum_{i=1}^n f_i \%$ (由小到大量加)
	② 正累积	粒度 (μm)	累积百分数, $\sum_{i=1}^n f_i \%$ (由大到小累加)
微分分布曲线		粒度 (μm)	相对频度, $F(d) = \frac{\Delta f}{\Delta d}$

注: 表中相对频度等于相对百分数 $f\%$ 与对应粒级的粒度间隔 Δd 之比,
 $\Delta f = f\%$ 。

表 1-5 平均粒径计算公式

算术平均径	$d_a = \Sigma nd / \Sigma n$	n ——粉末中具有某种 粒径的颗粒数 d ——颗粒直径
长度平均径	$d_l = \Sigma nd / \Sigma n$	
面积平均径	$d_s = (\Sigma nd^2 / \Sigma n)^{1/2}$	
体积平均径	$d_v = (\Sigma nd^3 / \Sigma n)^{1/3}$	
体面积平均径	$d_{vs} = \Sigma nd^3 / \Sigma d^2$	
质量平均径	$d_w = \Sigma nd^4 / \Sigma nd^3$	
几何平均径	$d_g = (d_1 \cdot d_2 \cdot d_3 \cdot \dots \cdot d_n)^{1/n}$	

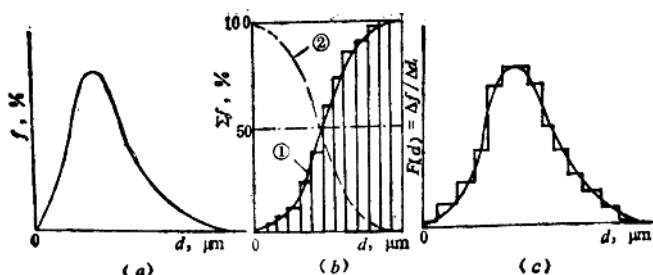


图 1-2 粒度分布曲线形态
(a) 粒度分布; (b) 累积分布; (c) 微分分布

平均粒径计算公式, 在计算多种测量方法的平均粒度比较其大小时是有用的, 但应以同一分布基准比较。究竟采用那种平均粒径, 要根据粉末的性质、粒度测试方法具体决定。

各种平均粒径的大小遵循下列关系:

$$d_o < d_g < d_l < d_s < d_v < d_{vs} < d_w.$$

三、粉末取样及处理

从大批粉末中取得实验室样品称为取样。样品进一步缩分, 以得到各种实验需要的数量, 称为分样或缩分。笼统地说, 样品的缩分也可算是一种取样。从大量物料缩分至被测试样, 取样偏差将对最后分析结果产生不良影响。取样的困难在于物料可能产生分离现象, 产生分离现象的最主要原因是物料颗粒的大小。将物料倾注于大堆上时, 细颗粒趋向于集中在料堆中部。在震动容器中, 粗颗粒趋向于表面, 即使粗颗粒的比重大于细颗粒时也是如此。由于粗粒往往集中于表面区域, 故决不可在表面取样。所取试样应尽可能代表该批粉末。

取样的一般过程是从批料 (即同一条件生产或处理的一定数量的粉末) 中取出分样 (用取样器每次取出的粉末) 合起来, 混合均匀, 然后缩分为实验室样品, 再根据实验要求取出或称量一定数量的粉末作为测定试样。

1. 取样方法及装置 由于粉末物料处于不同场合, 有的装

在容器中，有的堆放，有的装袋，有的处于运动状态等等，因此取样的方法及装置多种多样。实验样品通常是从容器内取得，下面介绍容器内的取样。粉末冶金用的粉末的取样标准规定，在容器内取样时，应任意地从一批粉中选出表1-6所示数目的容器，并规定超出该表所示数目时，以后每增加100个或不到100个装粉容器应增加一个取样容器数。用取样器从每个选出的容器中按梅花瓣布点形式取五份分样。

表 1-6 取样数目

一批粉的装粉容器数目，个	应取分样的容器数目，个
1~5	全部
6~11	5
12~20	6
21~35	7
36~60	8
61~99	9
100~149	10
150~199	11
200~299	12

常用的取样器（见图1-3）有一个内管和一个外管，器底封闭，在外管的适当位置开一纵向斜的长形孔，内管开一纵向直的、宽度与外管相同的长形孔，以便内外管转动时能依次打开和关闭。用取样器取样时先关闭长形孔，再缓慢垂直插入到容器底部。然后打开长形孔，待粉末由底到顶充满取样器，关闭长形孔，取出取样器，释放出份样。

2. 分样方法及装置 分样方法及装置也有多种，如四分法分样器、八分法分样器、旋转分样器、旋转圆锥分样器等。下面介绍常用的四分法分样器(图1-4)，它是金属十字形切割器。将需要缩分的试样堆成锥形尖堆，然后压平其顶部，利用其径向对称性，以四分法分样器尽可能分成四等分，将其中相对的两部分除去，将剩下的两部分又堆成一锥形尖堆，重复前述过程，分割至

所需数量。

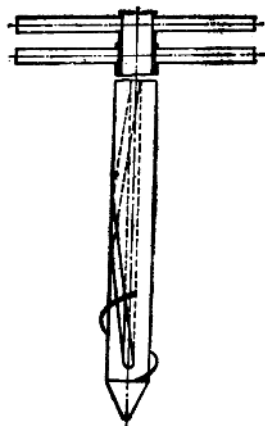


图 1-3 取样器

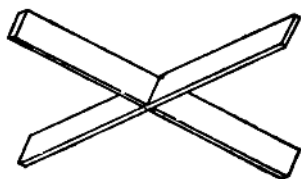


图 1-4 四分法分样器

第二节 常用的粉末粒度测定方法

一、筛分析法

(一) 基本原理

利用按筛孔尺寸由大到小组合的一套筛，借助振动把粉末分

表 1-7 常见筛

泰勒标准筛			日本标准筛		美国标准筛		
网 目 (孔/in)	孔 (mm)	丝径 (mm)	孔 (mm)	丝径 (mm)	筛号	孔 (mm)	丝 径 (mm)
			9.52	2.3			
2.5	7.925	2.235	7.93	2	2.5	8	1.83
3	6.68	1.778	6.73	1.8	3	6.73	1.65
3.5	5.691	1.651	5.66	1.6	3.5	5.66	1.45
4	4.699	1.651	4.76	1.24	4	4.76	1.27
5	3.962	1.118	4	1.08	5	4	1.12
6	3.327	0.914	3.36	0.87	6	3.36	1.02
7	2.794	0.833	2.83	0.8	7	2.83	0.92
8	2.262	0.813	2.38	0.8	8	2.38	0.84
9	1.981	0.838	2	0.75	10	2	0.76
10	1.651	0.889	1.68	0.74	12	1.68	0.69
12	1.397	0.711	1.41	0.71	14	1.41	0.61
14	1.168	0.635	1.19	0.62	16	1.19	0.52
16	0.991	0.597	1	0.59	18	1	0.48
20	0.833	0.437	0.84	0.43	20	0.84	0.42
24	0.701	0.358	0.71	0.35	25	0.71	0.37
28	0.589	0.318	0.59	0.32	30	0.59	0.33
32	0.495	0.3	0.5	0.29	35	0.5	0.29
35	0.417	0.31	0.42	0.29	40	0.42	0.25
42	0.351	0.254	0.35	0.26	45	0.35	0.22
48	0.295	0.234	0.297	0.232	50	0.297	0.188
60	0.246	0.178	0.25	0.212	60	0.25	0.162
65	0.208	0.183	0.21	0.181	70	0.21	0.14
80	0.175	0.162	0.177	0.141	80	0.177	0.119
100	0.147	0.107	0.149	0.105	100	0.149	0.102
115	0.124	0.097	0.125	0.037	120	0.125	0.086
150	0.104	0.066	0.105	0.07	140	0.105	0.074
170	0.088	0.061	0.088	0.061	170	0.088	0.063
200	0.074	0.053	0.074	0.053	200	0.074	0.053
230	0.062	0.041	0.062	0.048	230	0.062	0.046
270	0.053	0.041	0.053	0.038	270	0.052	0.041
325	0.043	0.036	0.044	0.034	325	0.044	0.036
400	0.038	0.025					

筛制表

国际 标准筛	苏联筛		英国标准筛		德国标准筛		
孔 (mm)	筛号	孔 (mm)	网目 (孔/ in)	孔 (mm)	网目 (孔/ cm)	孔 (mm)	丝径 (mm)
8							
6.3							
5							
4							
3.55							
2.8			5	2.54			
2.3							
2	2000	2					
	1700	1.7					
1.6	1600	1.6	8	1.57	4	1.5	1
1.4	1400	1.4			5	1.2	0.8
	1250	1.25	10	1.27			
1.18	1180	1.18			6	1.02	0.65
1	1000	1	12	1.06			
	850	0.85					
0.8	800	0.8	16	0.79			
0.71	710	0.71			8	0.75	0.5
	630	0.63	20	0.64	10	0.6	0.4
0.6	600	0.6			11	0.54	0.37
0.5	500	0.5			12	0.49	0.34
	425	0.425					
0.4	400	0.4	30	0.42	14	0.43	0.28
0.355	355	0.355	40	0.32	16	0.385	0.24
	315	0.315					
0.3	300	0.3			20	0.3	0.2
0.25	250	0.25	50	0.25	24	0.25	0.17
	212	0.212					
0.2	200	0.2	60	0.21	30	0.2	0.13
0.18	180	0.18	70	0.18			
	160	0.16	80	0.16			
0.15	150	0.15	90	0.14	40	0.15	0.1
0.125	125	0.125	100	0.13	50	0.12	0.08
	106	0.106					
0.1	100	0.1	120	0.11	60	0.1	0.065
0.09	90	0.09			70	0.088	0.055
	80	0.08	150	0.08			
0.075	75	0.075			80	0.075	0.06
0.063	63	0.063	200	0.06	100	0.06	0.04
0.05	50	0.05					
0.04	40	0.04					

成若干等级,称量各级粉末重量,即可计算用重量百分数表示的粉末粒度组成,筛网的孔径和粉末的粒度通常以毫米或微米表示,也有以网目数(简称目)表示的。所谓目是筛网1英寸(即25.4 mm)长度上的网孔数,可用下式表示:

$$m = \frac{25.4}{a + b} \quad (1-1)$$

式中 m ——目数,
 a ——网孔尺寸, mm,
 b ——丝径, mm。

(二) 筛网标准及类型

套筛的标准由两个参数决定。(1)筛比。即相邻两个筛子的筛孔尺寸之比;(2)基筛。是作为基准的筛子。根据筛比和基筛孔大小的不同,而有各种不同的标准筛制。目前使用的各种筛系,最常见的有美国泰勒(Tyler)标准筛、美国标准筛、日本(JIS)标准筛、国际(ISO)标准筛、苏联(ГОСТ)标准筛、英国(NMM)标准筛、德国(DIN-1171)标准筛(见表1-7),标准筛中以泰勒筛制应用较为广泛。我国使用的标准筛与国际标准筛基本相同,国际标准筛基本上沿用泰勒筛(筛比为 $\sqrt{2}$)。泰勒筛有两个序列:一个是基本序列,其筛比是 $\sqrt{2}=1.414$;另一个是附加序列,其筛比是 $\sqrt[3]{2}=1.189$ 。基筛是200目筛子,其筛孔尺寸是0.074mm。从200目的基筛为起点,如以基本筛序而论,则比它粗的筛子孔径用 $0.074 \times (\sqrt{2})^n$ 计算,例如比200目粗一级的筛子的筛孔大小约为 $0.074 \times \sqrt{2}=0.104$ (毫米),采用标准的筛丝编制成筛孔为0.104毫米的筛子,每1英寸长度上有150个筛孔,所以这一号筛孔称为150目。比200目基筛细的筛子的孔径用 $\frac{0.074}{(\sqrt{2})^n}$ 计算(两式中的 n 表示比200目上、下的层数)。一般只采用基本筛序,如果要求更窄的粒度,可插入附加筛序(筛比为 $\sqrt[3]{2}$ 的筛子)。

试验筛也是以标准筛孔为规格的。我国现行的《金属粉末粒度