

К. т. н. **В. П. Тарасовский**<sup>1,2</sup> (✉), д. т. н. **А. Д. Шляпин**<sup>1</sup>, к. т. н. **А. Ю. Омаров**<sup>1</sup>,  
к. т. н. **А. А. Васин**<sup>1</sup>, **М. Н. Кормилицин**<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ФГБОУ ВО «Московский политехнический университет»  
(Московский Политех), Москва, Россия

<sup>2</sup> ЗАО «НТЦ «Бакор», г. Щербинка Московской обл., Россия

УДК 621.921.33-492.2.001.5

## СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ПОДВИЖНОСТИ И УПЛОТНЯЕМОСТИ ШЛИФПОРОШКОВ F240 РАЗНЫХ ПРОИЗВОДИТЕЛЕЙ

Определены свойства шлифзерна и шлифпорошков белого электрокорунда различной зернистости разных производителей. Определяли распределение частиц порошков по размерам, а также реологические свойства статическим методом: насыпную плотность и плотность после утряски, время истечения из воронки, угол естественного откоса, критерии текучести, уплотняемости, степень утряски (показатели подвижности и уплотняемости порошков), некоторые динамические характеристики с использованием прибора Revolution. С помощью растровой электронной микроскопии изучены особенности морфологии порошков. По результатам проведенной работы выполнен сравнительный анализ порошков и сделаны выводы.

**Ключевые слова:** шлифпорошок, подвижность, уплотняемость, слеживаемость, текучесть, распределение частиц по размерам, реологические свойства, энергия лавины.

### ВВЕДЕНИЕ

Одним из важнейших условий обеспечения стабильности качества керамических изделий является воспроизводимость характеристик сырьевых материалов. Шлифзерно и шлифпорошки белого электрокорунда различной зернистости широко применяют в качестве сырья для производства керамики. В России на сегодняшний день существует несколько производителей этих порошков [1, 2]. Цель данной работы — определение и сравнение свойств двух шлифпорошков зернистости по FEPA F240, соответствующей ориентировочно марке M50 по ГОСТ 3647 разных производителей. Определяли такие показатели подвижности и уплотняемости порошков, как насыпная плотность и плотности после утряски, время истечения из воронки, угол естественного откоса, некоторые динамические характеристики, подробнее описанные ниже, и такой структурный показатель, как распределение частиц по размерам.

### МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ДАННЫЕ

Для проведения исследований использовали шлифпорошки зернистости F240 разных произ-

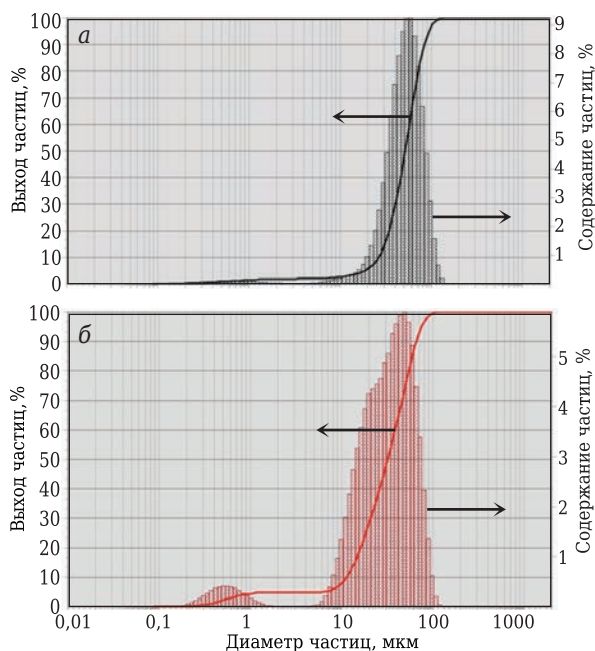
водителей, обозначенные как образцы № 1 и 2. Пробы отбирали в соответствии с ГОСТ 25389 [3], подготовку образцов проводили в соответствии с ГОСТ 25389 [4], взвешивание — с помощью весов по ГОСТ 24104–2001 [5], насыпную плотность порошков ( $\rho_1$ , г/см<sup>3</sup>) определяли согласно ГОСТ 27801 с помощью металлической воронки с отверстием диаметром 5 мм, плотность порошка после утряски — согласно [7] методом утряски в металлическом стакане объемом 28 см<sup>3</sup> с помощью постукивания по резиновому коврику [7], угол естественного откоса — по ГОСТ 27802 [8], распределение частиц порошков по размерам — методом лазерной дифракции на приборе Fritsch Analysette 22. Микрофотографии частиц порошков получали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) FEI Versa 3D LowVac.

### РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЧАСТИЦ ПО РАЗМЕРАМ ОБРАЗЦОВ № 1 И 2

Интегральное и дифференциальное распределение частиц в образцах № 1 и 2 показано на рис. 1. Видно, что образцы порошков сильно отличаются друг от друга, причем для образца № 2 характерно бимодальное распределение частиц по размерам. Средний размер частиц образца № 1 составляет 53,2 мкм, образца № 2 35,3 мкм, т. е. в обоих случаях величина среднего размера частиц лежит далеко от установленного стандартом для зернистости F240 значения среднего размера ( $44,5 \pm 2,0$ ) мкм.



В. П. Тарасовский  
E-mail: tarasvp@mail.ru



**Рис. 1.** Интегральная и дифференциальная диаграммы распределения частиц по размерам образцов № 1 (а) и 2 (б): а — модальный диаметр 57,64 мкм, размах ( $d_{90}-d_{10}$ )/ $d_{50}$  — 1,11 D [4,3] 53,2 мкм, удельная поверхность 3910 см<sup>2</sup>/см<sup>3</sup>; б — модальный диаметр 47,44 мкм, размах ( $d_{90}-d_{10}$ )/ $d_{50}$  — 1,71 D [4, 3] 35,3 мкм, удельная поверхность 8416 см<sup>2</sup>/см<sup>3</sup>

## РЕОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ОБРАЗЦОВ № 1 И 2 (СТАТИЧЕСКИЙ МЕТОД)

Перед определением показателей подвижности и уплотняемости порошковые образцы сушили в сушильном шкафу в течение 2 ч до постоянной массы. Определяли следующие показатели [9]:

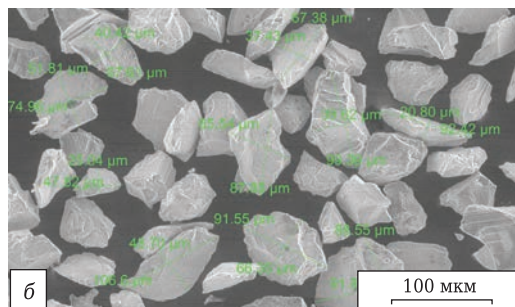
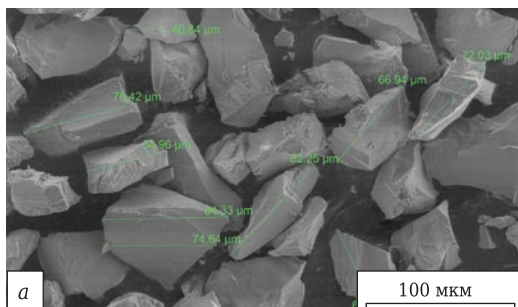
– критерий текучести  $K$  — отношение насыпной плотности  $\rho_1$  к плотности после утряски  $\rho_2$ :  $K = \rho_1/\rho_2$ . Значение  $K$  не может превышать 1, а при  $K = 1$   $\rho_1$  и  $\rho_2$  одинаковы. Чем выше показатель  $K$ , тем плотнее укладываются частицы порошка при засыпке в емкость под действием силы тяжести благодаря хорошей текучести;

– критерий структурной уплотняемости  $\delta$  — разница значений  $\rho_2$  и  $\rho_1$ , определяет способность частиц порошка размещаться наиболее компактно в положении устойчивого равновесия относительно друг друга в ограниченном объеме. Величина  $\delta$  выражает прирост массы на единицу объема в результате утряски. Чем меньше  $\delta$ , тем выше уплотняемость порошка. Идеальный случай структурной уплотняемости соответствует  $\delta = 0$ , когда после утряски свободно насыпанного порошка прироста его плотности не наблюдается, т. е.  $\rho_2 = \rho_1$ ;

– степень утряски  $S = \delta / \rho_1 \cdot 100$  % также описывает структурную уплотняемость порошка. Она является относительной характеристикой, поэтому тенденции изменения показателей  $\delta$  и  $S$  могут не совпадать.

Не вдаваясь в тонкости технологии получения узкофракционированных порошков электрокорунда, которая в настоящее время является коммерческой тайной каждого конкретного предприятия, перед рассмотрением полученных результатов исследования порошков следует отметить, что узкофракционированные порошки электрокорунда марки F240, полученные от разных производителей и исследуемые в настоящей статье, получали измельчением в разных мельницах и выделение необходимых фракций проводили на разных сепарирующих устройствах.

На основе полученных результатов можно сделать следующие выводы. Для обоих образцов порошка характерна хорошая уплотняемость в результате утряски; у образца № 1 насыпная плотность возрастает на 27 %, № 2 — на 26 %. Угол естественного откоса больше у образца № 1, чем у образца № 2, на 3 град (табл. 1). Этот результат может быть объяснен различием в форме частиц двух порошков (рис. 2). Причиной этого явления может быть то, что, как отмечалось ранее, предприятия для помола порошков используют раз-



**Рис. 2.** Микроструктура порошка образцов № 1 (а) и 2 (б)

**Таблица 1. Реологические свойства порошков F240**

Образец	$\rho_1$ , г/см <sup>3</sup>	$\rho_2$ , г/см <sup>3</sup>	Время истечения порошка из воронки, с	$K$	$\delta$ , г/см <sup>3</sup>	$S$ , %	Угол естественного откоса $\alpha$ , град
№ 1	1,61	2,05	11	0,78	0,44	27	45
№ 2	1,73	2,18	9	0,79	0,45	26	42

личные типы мельниц. Время истечения порошка из стальной воронки (диаметр отверстия 5 мм) образца № 1 на 22 % меньше, чем у образца № 2, что, на наш взгляд, связано как с разной формой частиц, так и с тем, что в образце порошка № 1 содержится меньшее количество тонкодисперсной составляющей. Вопрос влияния состава и количества тонкодисперсной составляющей порошка на скорость его истечения исследуется авторами в настоящее время, и в ближайшем будущем результаты этой работы будут опубликованы.

## ИССЛЕДОВАНИЕ ОБРАЗЦОВ № 1 И 2 НА ПРИБОРЕ Revolution

Реологические свойства порошков можно измерять не только статическим методом, но и динамическим. На сегодняшний день существует несколько приборов для динамических измерений. Использование автоматизированного прибора позволяет снизить погрешность измерений по сравнению со статическими методами, предусматривающими визуальное снятие показаний.

Принцип действия реометра порошков Revolution заключается во вращении барабана с порошком с определенной скоростью. Это позволяет измерить свойства течения порошка от времени. Порошок пересыпается внутри барабана с прозрачными торцами, сквозь которые он просвечивается мощной лампой. Цифровая камера с заданной частотой передает изображения для анализа в электронный измерительный блок. Прибор показывает не только угол откоса, плотность после свободной засыпки и после утряски и т. д., но и энергию порошка до и после схода лавины, а также энергию покоя. Лавиной называют в данном случае порцию порошка, которая обрушивается с верхней части засыпки внутри вращающегося горизонтального барабана. Такие характеристики нужны для того, чтобы понять, сколько необходимо приложить энергии, например в виде вибрации, чтобы порошок вернуть в исходное текучее состояние после слеживания. Эти исследования используют, чтобы проверить стабильность порошка под воздействием различных факторов (температура,

давление, влажность). Прибор автоматически производит 150 измерений, что позволяет накопить статистически достоверный результат за значительно более короткое время, чем это принципиально возможно при измерении статическим методом. При измерении показателей подвижности порошков задавали частоту вращения барабана (0,3 об/мин) и время работы (60 с).

Суммарный спектр лавины показывает сравнение текучести порошков: чем ниже энергия лавины и время, тем лучше порошок течет. Средняя энергия лавины — это энергия, высвободившаяся при сходе лавины порошка. Она рассчитывается вычитанием энергии порошка после схода лавины (энергия покоя) из энергии порошка до схода лавины (энергия схода). Средний угол схода лавин рассчитывается на основе статистики 150 лавин, программа набирает статистику максимальных углов схода лавин при максимальной энергии и рассчитывает средний угол схода лавин. Показатели подвижности образцов № 1 и 2, определенные на приборе Revolution, представлены в табл. 2.

Применение динамического метода измерения реологических свойств порошков с разным содержанием связующего, различной влажностью, по различным режимам грануляции и т. п. позволяет сравнивать вклад технологических факторов как в уровень рабочих свойств порошков, так и в стабильность этих свойств, что весьма важно как при разработке новых технологий, так и в условиях серийного производства.

Энергия лавины (Avalanche Energy) образца № 1 выше энергии образца № 2 на 8 %; это касается также и максимальной энергии (Break Energy) порошка перед сходом лавины, а вот энергия покоя (Rest Energy) практически идентична 86 мДж, что связано с одинаковым объемом образца в барабане. Максимальный угол перед сходом лавины у образца № 1 составляет 44,5 град, у образца № 2 41,8 град; разница составляет 6 %, что свидетельствует о том, что образец № 1 имеет более шероховатую поверхность и высокий коэффициент трения между частицами. Угол порошка после схода лавины у образцов № 1 и 2 также различается на 9 %. Динамическая плотность, как и при статическом методе измерений, выше у образца № 2 и составляет 1,73 г/см<sup>3</sup>.

Таблица 2. Показатели подвижности образцов № 1 и 2

Показатель	№ 1	№ 2
Энергия лавины — энергия, высвободившаяся при сходе лавины порошка, мДж	2,7	2,5
Максимальная энергия порошка перед сходом лавины, мДж	8,8	8,1
Энергия покоя, мДж	86,4	86,8
Максимальный угол перед сходом лавины, град	44,5	41,8
Угол порошка после схода лавины, град	39,8	37,5
Дельта угла — это разница между углом лавины и углом покоя, град	4,7	4,3
Динамическая плотность порошка, г/см <sup>3</sup>	1,67	1,73
Часть поверхности порошка, свидетельствующая о шероховатости	1,75	1,47

## АНАЛИЗ СЛЕЖИВАЕМОСТИ ОБРАЗЦОВ № 1 И 2 НА ПРИБОРЕ Revolution

В анализе упаковки изучается способность порошка упаковываться или осаждаться после воздействия вибрационной энергии при транспортировке и хранении. Метод анализа слеживаемости имеет три стадии: подготовку, вибрацию и анализ.

**Подготовка:** установка вращает барабан с частотой 5 об/мин в течение 30 с для полного насыщения порошка воздухом. Камера определяет



объем порошка после подготовки и рассчитывает плотность.

**Вибрация:** установка вибрирует барабан с частотой 50 Гц и амплитудой 850 мкм в течение 60 с. Камера определяет объем в барабане после вибрации и рассчитывает плотность порошка.

**Анализ:** происходит сбор информации в ходе вращения барабана с частотой 5 об/мин до тех пор, пока не разрушится упакованное состояние или не сойдет лавина. В конце программа рассчитывает объем во время вибрации и после анализа и выдает разницу объема в процентах. Результаты этого эксперимента представлены в табл. 3.

Таблица 3. Свойства порошков F240 после слеживания

Показатель	№ 1	№ 2
Объем после подготовки, см <sup>3</sup>	147,8	144,9
Объем после вибрации, см <sup>3</sup>	136,4	132,0
Изменение объема после вибрации, %	-7,68	-8,86
Восстановление объема после утряски, %	99,95	100,88
Увеличение плотности после вибрации, %	8,33	9,73
Относительное восстановление плотности после разбивания уплотнения, %	100,05	99,13
Плотность при свободной засыпке, г/см <sup>3</sup>	1,68	1,75
Плотность после подготовки 5 об/мин, г/см <sup>3</sup>	1,69	1,73
Плотность после вибрации, г/см <sup>3</sup>	1,83	1,90

Плотность образцов при свободной засыпке различается на 4 %: у образца № 1 она составляет 1,68 г/см<sup>3</sup>, у образца № 2 1,75 г/см<sup>3</sup>. Плотность после подготовки (5 об/мин) незначительно разнится (чуть больше 2 %), а плотность после вибрации различается на 4 %, у образца № 1 она составляет 1,83 г/см<sup>3</sup>, у образца № 2 1,90 г/см<sup>3</sup>.

#### Библиографический список

- Огнеупоры для промышленных агрегатов и топок. В 2 кн. Кн. 1. Производство огнеупоров : справочник ; под общ. ред. И. Д. Кащеева. — М. : Интермет Инжиниринг, 2000. — 663 с.
- Гаршин, А. П.** Керамика для машиностроения / А. П. Гаршин, В. М. Гропянов, Г. П. Зайцев, С. С. Семенов. — М. : Научтехлитиздат, 2003. — 384 с.
- ГОСТ 25389–93.** Глинозем. Отбор и подготовка проб. — М. : Изд-во стандартов, 1993.
- ГОСТ 25389–93.** Глинозем. Метод подготовки проб к испытанию. — М. : Изд-во стандартов, 1993.
- ГОСТ 24104–2001.** Весы лабораторные. Общие технические требования. — М. : Изд-во стандартов, 2001.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты реологических свойств образцов № 1 и 2, полученные статическим методом: плотность при свободной засыпке образца № 1 на 9 % выше, чем у образца № 2, плотность после утряски также различается на 9 %, угол естественного откоса — на 22 %, время истечения у образца № 2 на 19 % меньше, чем у образца № 1.

Реологические свойства образцов № 1 и 2, полученные динамическим методом, также отличаются друг от друга: динамическая плотность на 4 %, максимальный угол перед сходом лавины на 6 %, угол после схода лавины на 5 %, плотность после вибрации на 4 %, энергия лавины на 8 %, максимальная энергия на 8 %.

Исследования показали, что для образца № 1 характерно более узкое распределение частиц по размерам; средний размер частиц составляет 57,6 мкм. Для образца № 2 характерно бимодальное распределение частиц по размерам с двумя максимумами: от 0,2 до 1,2 мкм и от 8 до 100 мкм; средний размер частиц 35,3 мкм. Т. е. в обоих случаях величина среднего размера частиц лежит далеко от установленного стандартом для зернистости F240 значения среднего размера (44,5±2,0) мкм.

На основании полученных результатов можно заключить, что изученные шлифпорошки зернистости F240 разных производителей заметно отличаются друг от друга по показателям подвижности и уплотняемости, а по такому показателю, как средний размер частиц, оба образца не соответствуют стандарту.

\*\*\*

*Работа проведена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках Государственного задания № 11.5987.2017/ВУ на выполнение работы «Организация проведения научных исследований» (номер для публикаций: 11.5987.2017/6.7) с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Наукоемкие технологии в машиностроении» Московского Политеха.*

- ГОСТ 27801–93.** Глинозем. Метод определения насыпной плотности. — М. : Изд-во стандартов, 1993.
- ГОСТ 25279–93 (ИСО 3953–85).** Порошки металлические. Определение плотности после утряски. — М. : Изд-во стандартов, 1993.
- ГОСТ 27802–93.** Глинозем. Метод определения угла естественного откоса. — М. : Изд-во стандартов, 1993.
- Буланов, В. Я.** Диагностика металлических порошков / В. Я. Буланов, Л. И. Кватер, Т. В. Долгаль [и др.]. — М. : Наука, 1983. — 278 с. ■

Получено 09.02.18

© В. П. Тарасовский, А. Д. Шляпин, А. Ю. Омаров, А. А. Васин, М. Н. Кормилицин, 2018 г.