

МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО
ОБРАЗОВАНИЯ БССР

БЕЛОРУССКИЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

З. И. АБАРБАНЕЛЬ

**РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ СПОСОБА
И УСТРОЙСТВА ДЛЯ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО
АНАЛИЗА ПОЛИДИСПЕРСНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

(05.325 — порошковая металлургия)

А в т о р е ф е р а т
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Минск—1971

Работа выполнена на кафедре физики Витебского технологического института легкой промышленности.

Научный руководитель — кандидат технических наук доцент **С. Е. Савицкий**.

Официальные оппоненты:

Доктор технических наук профессор **С. С. Кипарисов**.

Доктор технических наук старший научный сотрудник **Г. М. Жданович**.

Ведущее предприятие — Институт проблем материаловедения АН УССР.

Автореферат разослан „_____“ _____ 1971 г.

Защита диссертации состоится „_____“ _____ 1971 г., на заседании Объединенного совета по присуждению ученых степеней по механико-технологическим, машиностроительным и торфяным специальностям при Белорусском ордена Трудового Красного Знамени политехническом институте.

С диссертацией можно ознакомиться в зале научных работников БПИ за 10 дней до защиты.

Просим Вас и сотрудников Вашего учреждения принять участие в заседании Ученого совета и прислать свои отзывы (в двух экземплярах, заверенных печатью учреждения) по адресу: г. Минск, 27, Ленинский проспект, 65, Белорусский политехнический институт ученому секретарю совета.

**Ученый секретарь совета, кандидат технических наук
доцент Н. В. КИСЛОВ.**

В Директивах XXIV съезда КПСС по пятилетнему плану развития народного хозяйства СССР на 1971—1975 годы ставится задача создания и освоения новых, наиболее экономичных материалов. Важное место в ускорении темпов научно-технического прогресса принадлежит порошковой металлургии, быстрое и широкое развитие которой позволило найти материалы, обладающие новыми свойствами, и изыскать такие возможности их применения, которые раньше казались неосуществимыми. Особое значение порошковая металлургия приобрела для ядерной техники и ракетостроения. Многие другие промышленные процессы связаны с обработкой, потреблением или производством порошков. Достаточно упомянуть абразивы, керамику, ферриты, цемент, стекло, красители, уголь, удобрения, бумагу, медикаменты, косметические товары и многие другие продукты промышленного производства.

Современная тенденция в области измельчения и применения порошковых материалов проявляется в непрерывном уменьшении размеров частиц. При этом многие порошки обнаруживают столь необычные свойства, что их дисперсное состояние вполне можно рассматривать как особое, при котором степень измельчения материала имеет не меньшее значение, чем химический состав или наличие примесей. Поэтому гранулометрический анализ — определение спектра частиц тонких полидисперсных материалов — стоит в ряду необходимых и сложных современных технических проблем. Непрерывное повышение качества порошковых материалов требует создания быстрых и эффективных способов определения их дисперсных характеристик, особенно в области субмикронных размеров.

Диссертационная работа посвящена разработке и исследованию нового способа и устройства для гранулометрического анализа тонких полидисперсных материалов, частицы ко-

горых имеют микронные и субмикронные размеры. Работа состоит из пяти глав.

В главе I «**Методы исследования гранулометрического состава дисперсных систем**» рассмотрены основные работы, посвященные теоретическим и экспериментальным исследованиям в области дисперсного анализа. Одной из основных характеристик, общей для всех тонкоизмельченных веществ, является распределение частиц по размерам. Единственным прямым способом измерения величины частиц и определения их формы является оптическая и электронная микроскопия, которой присущи такие существенные недостатки, как дискретность получения информации и ошибки, связанные с субъективным восприятием оператора, особенно при анализе частиц неправильной формы. Поэтому чаще всего для исследования дисперсности пользуются косвенными методами, в основе которых лежит зависимость между определенными физическими или химическими свойствами частиц дисперсной системы и их величиной.

В последнее время в связи с общей тенденцией уменьшения размеров частиц, применяемых в современной технологии дисперсных материалов, проявляется повышенный интерес к методам центробежной седиментации, позволяющим осуществить гранулометрические измерения в области микронных и субмикронных размеров, в которой методы гравитационной седиментации оказываются совершенно неэффективными из-за длительного времени анализа и влияния броуновского движения, существенно искажающего результаты.

Глава II «**Теоретические основы центробежного седиментационного анализа**» посвящена исследованию основных закономерностей движения частиц в вязкой жидкости, вращающейся в полем роторе относительно горизонтальной оси. С точки зрения точности анализа несомненное преимущество седиментации при вращении роторной кюветы в вертикальной плоскости состоит в том, что при этом исключается воздействие на частицы со стороны днища кюветы, которое искажает результаты анализа. Получены уравнения движения частицы и показано, что начальная скорость, с которой частица вводится во вращающийся поток вязкой жидкости, существенно не изменяет характер ее дальнейшего движения. Этот вывод важен для обоснования седиментационного анализа способом стартового слоя. В общем случае движение частицы происходит под влиянием не только центробежного, но и гравита-

ционного силовых полей. При достаточно больших скоростях вращения движение частицы зависит только от воздействия центробежного поля, так как влияние гравитационной силы быстро убывает.

Предложен способ центробежной классификации порошков и их гранулометрического анализа, в основе которого лежит функциональная зависимость между углом поворота частицы относительно связанной с ротором системы отсчета и размером частицы.

Наибольшее практическое значение имеет та область седиментационного анализа, которая базируется на законе Стокса для вязкого сопротивления среды. В связи с этим в работе рассматривается ряд условий, выполнение которых необходимо для точного анализа.

Седиментационные исследования дисперсных систем как в гравитационном, так и в центробежном полях могут быть осуществлены по двум методикам. Способы, основанные на периодическом или непрерывном измерении концентрации частиц исследуемого материала, проходящих на заданном уровне, получили название инкрементальных или дифференциальных. Вторая группа способов анализа связана с измерениями общего количества вещества, осаждающегося на определенном уровне в функции времени или расстояния седиментации, и получила название кумулятивных или интегральных. В начальный момент седиментации исследуемое вещество может быть либо гомогенно распределено во всем объеме суспензии (способ гомогенного объема), либо сконцентрировано в другом тонком слое суспензии, покрывающем свободную поверхность седиментационной жидкости (способ стартового слоя). Показано, что при центробежном седиментационном анализе способом гомогенного объема аналитическое выражение для функции распределения частиц по размерам может быть получено только в том случае, когда расстояние седиментации является переменной величиной. Если переменной величиной является время седиментации, то приходится ограничиваться приближенными решениями, степень точности которых зависит от принятых допущений. При центробежном анализе способом стартового слоя предполагается, что в начальный момент времени все частицы исследуемого материала имеют начальную радиальную скорость, равную нулю, и находятся на одинаковом стартовом уровне от оси вращения. В отличие от анализа способом гомогенного объе-

ма, точное решение для функций распределения может быть получено также и в случае переменного времени седиментации, что существенно упрощает технику эксперимента и математическую обработку результатов.

В главе III «Теоретические основы метода исследования дисперсных систем по характеристикам рассеяния и поглощения света» рассматривается ослабление потока излучения при прохождении света через среду, содержащую рассеивающие частицы. При этом предполагается, что рассеяние осуществляется независимыми частицами и влиянием многократного рассеяния можно пренебречь. Так как отдельные частицы располагаются в макрообъеме хаотично или, во всяком случае, их взаимное расположение изменяется за время, сравнимое со временем наблюдения, то систему таких частиц можно рассматривать как собрание некогерентных излучателей и складывать их интенсивности, а не поля.

Интерференционные эффекты, связанные с рассеянием и поглощением света, определяются величиной фактора ослабления и зависят от целого ряда условий: соотношение между размерами частиц и длиной волны излучения, форма частиц и их ориентация, оптические константы среды и частицы, состояние поляризации падающего света, телесный угол входящего и выходящего конусов света. При заданном спектре излучения, определенных оптических константах и конкретной геометрии опыта фактор ослабления становится функцией размера эквивалентного шара. Существующие методы оценки величины фактора ослабления могут быть разбиты на три основные группы:

1. Величина фактора ослабления рассчитывается теоретически на основе формального решения уравнений Максвелла с соответствующими граничными условиями.

2. Величина фактора ослабления определяется экспериментально для различных фракций конкретного материала.

3. Предполагается, что в интервале дисперсности измеряемых частиц величина фактора ослабления не зависит от их размера и является постоянной величиной.

Использование теоретических значений фактора ослабления представляется весьма заманчивым, но сопряжено с целым рядом трудностей. Конструкция измерительной оптической системы должна обеспечить физическую реализацию тех условий, для которых получены расчетные уравнения:

- а) частицы освещаются строго параллельным и монохро-

матическим пучком света. В наиболее полной мере этому условию соответствует лазерное излучение;

б) прошедшее излучение принимается фотоприемником в очень малом телесном угле, исключающем регистрацию рассеянного света;

в) для исследуемых материалов известны оптические константы, определяющие величину относительного комплексного показателя преломления.

Экспериментальные измерения фактора ослабления осложняются трудностями получения фракций с узким распределением размеров частиц, которые могли бы считаться монодисперсными. Даже многократно повторяемая декантация не исключает засорения выделяемой фракции частицами более мелких размеров. Нам представляется более удобным и точным другой способ, при котором вычисления фактора ослабления производятся по результатам фотоседиментации дисперсных материалов с известной функцией распределения частиц по размерам. Результаты таких измерений зависят от конструктивных параметров прибора, на котором они получены, и могут быть обобщены на другие приборы только в том случае, если они имеют аналогичные оптические и спектральные характеристики.

Вычисления, связанные с определением гранулометрического состава полидисперсных систем, существенно упрощаются, если для всего измеряемого интервала размеров частиц величина фактора ослабления принимает постоянное значение. Наиболее теоретически обоснованным способом, с помощью которого можно обеспечить выполнение этого условия, является применение излучения с длиной волны значительно меньшей, чем размеры исследуемых частиц, вследствие чего значение фактора ослабления выходит на геометрическую ассимптоту. Для увеличения точности и воспроизводимости результатов анализа, полученных в приближениях геометрической оптики, важно установить, какие конструктивные особенности приборов влияют на характер изменения величины фактора ослабления, уменьшая ее колебания около среднего значения. Как показали теоретические и экспериментальные исследования, при увеличении угловой апертуры фотоприемника ход кривой, выражающей зависимость фактора ослабления от размера частиц, сглаживается. Другим обстоятельством, способствующим такому сглаживанию, является при-

менение белого света. В этом случае усреднение происходит по длинам волн спектра излучения.

Размер частицы неправильной формы и, следовательно, связанные с этим размером ее оптические свойства в системе хаотически ориентированных частиц характеризуются средним поперечным сечением. Можно показать, что для выпуклых частиц такое сечение составляет $\frac{1}{4}$ площади ее поверхности. Это позволяет выразить линейный размер частицы как диаметр эквивалентного шара, имеющего одинаковую с ней поверхность.

В процессе фотоседimentации осуществляется измерение оптической плотности среды, содержащей исследуемую дисперсную систему. Подробный анализ показывает, что с точки зрения точности измерений ряд оптических плотностей, пригодных для фотометрического анализа, ограничен как в области высоких, так и в области низких значений. Оптимальное значение оптической плотности составляет 0,4343. Для того чтобы ошибка была не слишком большой, интервал измеряемых оптических плотностей приходится ограничивать значениями, обеспечивающими заданную точность.

В главе IV «Центробежная фотоседimentация полидисперсных систем» рассматриваются возможные способы седиментационного анализа с использованием фотоэлектрической регистрации частиц. Показано, что при анализе способом стартового слоя расчетные уравнения для функций распределения частиц по размерам имеют наиболее простую форму, исключая необходимость дифференцирования экспериментальных функций. В работе рассмотрены различные варианты анализа способом гомогенного объема и получены соответствующие уравнения для функций распределения.

С целью сокращения и повышения точности анализа материалов с широким спектром частиц нами разработан способ зонной седimentации частиц.

Излагается новый способ фотоэлектрического определения удельной поверхности, при котором дисперсная фаза гомогенно распределяется в некотором объеме в условиях, исключающих ее дальнейшую седimentацию. Это позволяет значительно сократить время измерений и, кроме того, делает возможным определение удельной поверхности для материалов, частицы которых имеют различную плотность, что является важным достоинством этого способа. Отсутствие седimentации частиц снижает требования к быстродействию измери-

тельной системы и позволяет с успехом применить рентгеновское или радиоактивное излучение.

Глава V «Экспериментальные исследования работы центробежного фотоседиментографа».

Для проведения экспериментальных работ была разработана и изготовлена установка для гранулометрического анализа полидисперсных материалов в поле центробежных сил — центробежный фотоседиментограф.

Для экспериментальной проверки теоретических предположений, лежащих в основе метода фотоседиментации, проводились исследования зависимости между оптической плотностью суспензии и дисперсными характеристиками взвешенной в ней твердой фазы. Исследования показали, что в интервале концентраций дисперсной фазы, в котором осуществляется фотоседиментационный анализ, для одного и того же порошка зависимость между оптической плотностью суспензии и концентрацией твердой фазы имеет линейный характер. Во второй серии измерений наряду с оптической плотностью определялась также на приборе ПСХ-2 удельная поверхность порошков по методу Козени—Кармана. На результатах измерений, проведенных этим методом, слабо сказывается влияние внутренней пористости частиц, и величина удельной поверхности определяется в основном их геометрическими размерами. Эксперименты подтвердили существование линейной зависимости между оптической плотностью и удельной поверхностью порошков.

Исследование работы центробежного фотоседиментографа ставило своей целью выяснение условий, повышающих эффективность гранулометрического анализа способом стартового слоя. Специфическая особенность этого способа состоит в необходимости быстрого введения суспензии с исследуемым материалом во вращающуюся седиментационную жидкость. Как показали опыты, при этом может возникнуть неустойчивое турбулентное движение жидкости, нарушающее нормальную седиментацию частиц. Стробоскопическое наблюдение такой картины выявляет своеобразные «протуберанцы», направленные к периферии роторной кюветы. Чтобы стабилизировать движение частиц, необходимо исключить резкое повышение концентрации частиц на границе раздела жидких фаз, что может быть достигнуто соответствующим изменением физической структуры этой границы. Наиболее эффективным способом, с помощью которого решается эта задача, является

создание на поверхности вращающейся седиментационной жидкости тонкого слоя другой жидкости с меньшей плотностью, выполняющей роль буфера.

В работе рассмотрено влияние конечной толщины стартового слоя и времени его введения на точность анализа.

Разработан способ ультразвукового диспергирования порошков при их подготовке для гранулометрического анализа.

Всесторонние исследования работы центробежного фотоседиментографа и сравнение с другими методами показали высокую точность и воспроизводимость результатов анализа, полученных способом стартового слоя. Можно отметить еще одно достоинство способа стартового слоя, состоящее в том, что регистрируемый электронным потенциометром график фототока является по существу масштабным преобразованием дифференциальной функции распределения частиц по объему. Это позволяет легко определить такие важные параметры исследуемой дисперсной системы, как максимальный и наиболее вероятный размеры частиц. Максимальному размеру частиц соответствует на графике начало изменения величины фототока, а наиболее вероятному размеру — точка экстремума. Во многих случаях эти размеры являются основными показателями качества порошков.

Проведенные исследования показали, что центробежная фотоседиментация способом стартового слоя позволяет осуществить быстрый и эффективный анализ и контроль дисперсности порошковых материалов, а в условиях массового производства может оказаться весьма перспективной для автоматизации этих операций. Этому способствует то обстоятельство, что только способ стартового слоя позволяет провести в одной и той же седиментационной жидкости без остановки вращения роторной кюветы последовательно несколько анализов. При этом каждая следующая проба вводится после полного осаждения предыдущей. Особое положение, которое занимает способ стартового слоя в ряду известных методов седиментационного анализа, связано с тем, что вычисление функции распределения частиц по размерам не сопряжено с дифференцированием экспериментальных кривых. Для сравнения укажем, что при использовании кумулятивных методов, связанных с накоплением осадка, для вычисления дифференциальной функции распределения требуется дважды дифференцировать экспериментальную функцию.

Центробежный фотоседиментограф может найти широкое применение не только в порошковой металлургии, но и в других производствах, а также для научных исследований.

Во многих случаях получение различных тонкодисперсных порошков связано с операциями дробления и помола, в результате которых продукты измельчения засоряются примесями железа вследствие износа рабочих деталей измельчающих механизмов. В технологический процесс многих производств включены операции по очистке продуктов измельчения от примесей железа методом магнитной сепарации. Общепринятый способ контроля качества магнитной сепарации основан на весьма не точной и субъективной оценке количества железа, которое извлекается из тонкодисперсных немагнитных порошков с помощью контрольного постоянного магнита. В работе описывается разработанный нами и внедренный в производство метод определения ферромагнитных примесей в немагнитных порошках взвешиванием в неоднородном магнитном поле, обеспечивающий быстрый и точный анализ. В основе метода лежит теоретически обоснованная зависимость, существующая между магнитной восприимчивостью порошков и концентрацией в них ферромагнитных примесей. Магнитная восприимчивость измеряется с помощью магнитных весов по силе, с которой исследуемое вещество втягивается в магнитное поле. Дано теоретическое обоснование метода, описана разработанная установка и приведены результаты экспериментального исследования ее работы.

ВЫВОДЫ

1. Предложен и теоретически обоснован фотоседиментационный способ исследования полидисперсных материалов в поле центробежных сил.

2. В результате совместного решения задачи движения частицы во вращающейся вязкой жидкости и рассеяния света малыми частицами получены уравнения для функций распределения частиц по размерам при различных вариантах центробежного фотоседиментационного анализа.

3. Предложен и теоретически обоснован способ центробежной классификации порошков.

4. На основе теории ослабления света в мутных средах разработан фотометрический способ определения удельной поверхности дисперсных систем. Отсутствие седиментации частиц позволяет значительно сократить время измерений, а

также анализировать многокомпонентные материалы, частицы которых имеют разную плотность.

5. Разработан способ зонной седиментации для гранулометрического анализа порошков с широким спектром размеров частиц.

6. На основе способа центробежной фотоседиментации разработана и изготовлена установка для гранулометрического анализа тонких полидисперсных материалов — центробежный фотоседиментограф.

7. Проведены экспериментальные исследования работы центробежного фотоседиментографа, которые показали высокую эффективность анализа способом стартового слоя. Установлены критерии точности при анализе этим способом. Разработана методика анализа с буферным слоем.

8. Разработан способ ультразвукового диспергирования порошков в суспензии для гранулометрического анализа.

9. Разработаны и внедрены для промышленного применения способ и установка для определения ферромагнитных примесей в немагнитных продуктах измельчения.

**Основные материалы диссертационной работы опубликованы
в следующих изданиях:**

1. З. И. Абарбанель. Сб. «Электронная техника», сер. 14, вып. 6, 1968.
2. З. И. Абарбанель. Сб. «Охлаждение отливки». Физико-технический институт АН БССР. Изд-во «Наука и техника», Минск, 1969.
3. З. И. Абарбанель, И. Я. Винер. Известия вузов, сер. «Физика», № 5, 1969.
4. З. И. Абарбанель, П. Д. Иванов. Сб. «Электронная техника», сер. 14, вып. 2, 1969.
5. З. И. Абарбанель. «Порошковая металлургия», № 10, 1969.
6. С. Е. Савицкий, В. И. Уродов, З. И. Абарбанель, С. Г. Ковчур. Исследование полидисперсных систем физическими методами Изд-во БГУ, Минск, 1971.
7. В. А. Саморосов, Г. М. Кац, З. И. Абарбанель. Автор. свид. 189686. Бюлл. изобр., № 24, 1966.
8. З. И. Абарбанель. Автор. свид. 254818. Бюлл. изобр., № 32, 1969.
9. З. И. Абарбанель. Автор. свид. 260280. Бюлл. изобр., № 3, 1970.
10. З. И. Абарбанель, С. Е. Савицкий, В. И. Уродов, Е. Г. Садовников. Труды Витебского технологического института легкой промышленности, т. I, Витебск, 1970.
11. З. И. Абарбанель, С. Г. Ковчур. Труды Витебского технологического института легкой промышленности, т. I, Витебск, 1970.

Основные результаты диссертационной работы докладывались на следующих конференциях, семинарах и совещаниях:

1. IX Всесоюзное совещание по порошковой металлургии, Рига, май 1968.
 2. Республиканская научно-техническая конференция, Брест, ноябрь 1968.
 3. Совещание по порошковой металлургии в Московском институте стали и сплавов, Москва, декабрь 1968.
 4. Научный семинар в Институте проблем материаловедения АН УССР, Киев, март 1969.
 5. Научно-техническая конференция в Белорусском политехническом институте, Минск, апрель 1969.
 6. Всесоюзная школа-симпозиум по оптике рассеивающих сред, Минск—Свитязь, июнь 1969.
 7. III научно-техническая конференция в Витебском технологическом институте легкой промышленности, Витебск, март 1970.
 8. IV научно-техническая конференция в Витебском технологическом институте легкой промышленности, Витебск, март 1971.
-