


**LABORATORIA
APARATURA
BADANIA**

ISSN-1427-5619

LAB

4 / 2018

DWUMIESIĘCZNIK



**Pomiar wielkości
i rozkładu cząstek**

Metody badań proszków

Metody badań proszków

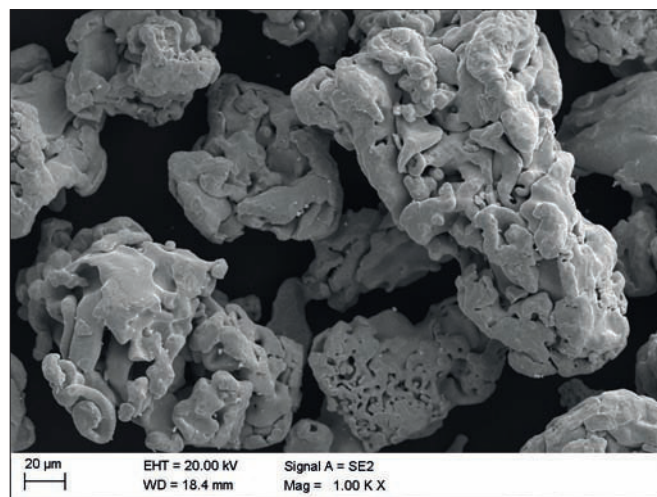
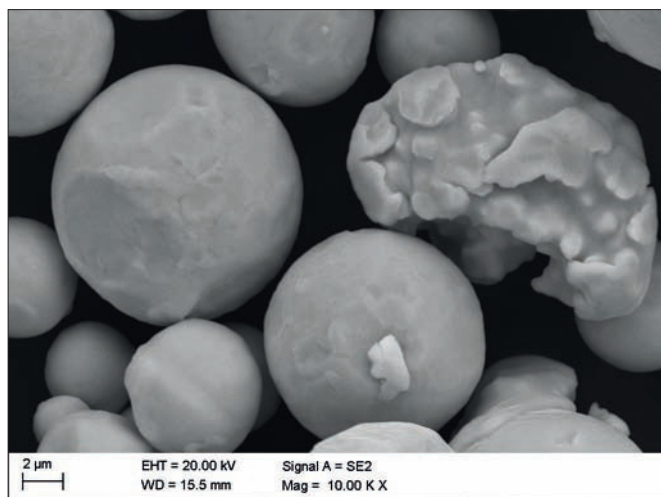
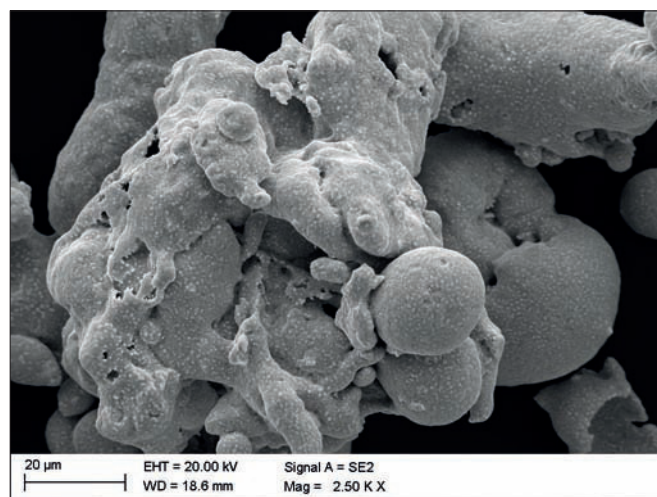
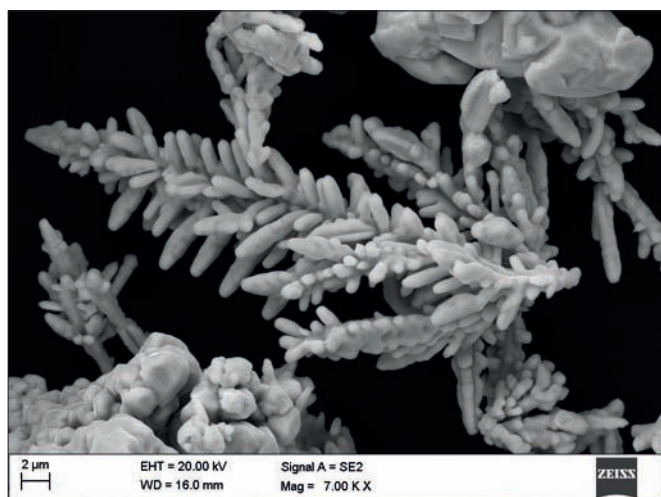
Grzegorz Matula, Błażej Tomiczek, Marek Kremzer, Mateusz Przybyła*

Rozwój metod formowania i konsolidacji proszków oraz badania z tym związane prowadzone są w Instytucie Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych Politechniki Śląskiej od ponad dwudziestu lat. Prace te są związane głównie z nowoczesnymi technikami formowania i spiekania proszków, takimi jak

formowanie wtryskowe, selektywne spiekanie laserem, wyciskanie na gorąco profili ze stopowanych mechanicznie i wstępnie prasowanych proszków aluminium i jego stopów. Bogate doświadczenie pracowników Instytutu oraz zaplecze laboratoryjne pozwalają na badania zarówno samych proszków, jak i po-

wstających z nich – w procesie spiekania lub wyciskania na gorąco – elementów. W prace badawcze zaangażowani są również studenci działający w ramach Studenckiego Koła Naukowego Metalurgii Proszków: ich duże zainteresowanie i działania przynoszą efekty w postaci wyników badań prowadzonych wspólnie

z pracownikami oraz nowych lub zmodernizowanych stanowisk badawczych, umożliwiających badania proszków, ułatwiających kontrolę procesu spiekania oraz prowadzenie operacji polegających na spiekaniu i bezpośrednim hartowaniu. Wszystkie urządzenia i stanowiska do badań własności proszków mieszczą



Rys. 1. Morfologia proszku: a) miedzi wytworzonego metodą elektrolityczną, b) stali szybko tnącej HS6-5-2 rozpylonego wodą, c) stopu Co-Cr-Mo rozpylonego gazem, d) żelaza rozpylonego wodą

się Laboratorium Naukowo-Dydaktycznym Nanotechnologii i Technologii Materiałowych.

Do badań morfologii proszków oraz składu chemicznego wykorzystywany jest wysokorozdzielczy skaningowy mikroskop elektronowy Supra 35 ZEISS z możliwością wykonywania mikroanalizy rentgenowskiej EDS i WDS, umożliwiającej analizę pierwiastków lekkich takich jak C, N, O. Oprócz badań morfologii proszków (rysunek 1) istnieje również możliwość pomiaru wielkości cząstek w mikroskopie skaningowym, przy czym badania te są dość czasochłonne. Badania gęstości proszków oraz materiałów litych i porowatych można natomiast wykonać w automatycznym piknometrze gazowym AccuPyc 1340 Micromeritics, którego zdjęcie przedstawiono na rys. 2. W metodzie tej gaz penetruje otwarte pory i nie jest absorbowany przez badany materiał, stąd też nie jest w stanie wypełnić porów zamkniętych. Do pomiarów można wykorzystać powietrze, azot, wodór i hel – gaz ten jest stosowany najczęściej z uwagi na brak reakcji z badanymi materiałami i mały rozmiar atomów, co pozwala wnikać im w mikropory cząstek proszku i spieków, wypierając z nich powietrze, zapewniając tym samym uzyskanie wyników o wysokiej dokładności. Metoda ta jest uznawana obecnie za bardzo uniwersalną i jednocześnie dokładną, pozwala bowiem na pomiar z błędem wynoszącym jedynie 0,02% w stosunku do wyników ob-

liczanych na podstawie technik dyfrakcyjnych, tj. masy atomowej i sieci krystalicznej badanego materiału. Na dokładność pomiaru wpływa stopień wypełnienia komory piknometru oraz ilość płukań komory gazem.

Oprócz kształtu i gęstości ważną cechą proszków jest wielkość cząstek, którą można badać metodą klasycznej analizy sitowej na wytrząsarce wibracyjnej wyposażonej w zestaw sit na których gromadzi się proszek (rys. 3). Po przesianiu proszek z każdego sita jest zsypywany i ważony, co umożliwia ocenę rozkładu wielkości cząstek badanego proszku. Ponadto dzięki zastosowanym sitom można do dalszych badań wybrać konkretną frakcję proszku.

Alternatywnym urządzeniem umożliwiającym pomiar wielkości cząstek jest laserowy miernik wielkości cząstek Analysette 22 MicroTec Plus, w którym można dokonywać pomiaru cząstek o wymiarach z zakresu od 0,08 do 2000 μm .

Do badań własności technologicznych proszków takich jak sypkość, gęstość nasypowa lub gęstość nasypowa z usadem zostało zaprojektowane i wykonane – w ramach działalności Studenckiego Koła Metalurgii Proszków – półautomatyczne stanowisko pomiarowe oparte o pomiar sypkości metodą lejka Halla (rys. 4). W celu wykonania pomiarów na tym stanowisku należy określić cechę lejka C na podstawie 5-ciu pomiarów czasu wylewania się 100 ml wody destylowanej, który po-

winien wynosić 25 ± 2 sekund. Na tej podstawie oblicza się współczynnik korygujący, który w przypadku opracowanego stanowiska wynosi 0,966. Aby określić sypkość badanego proszku zmierzony czas jego przesypania się należy pomnożyć przez współczynnik korygujący. Zastosowanie zautomatyzowanego pomiaru sypkości pozwala na uzyskanie odpowiedniej powtarzalności i dokładności wyników w stosunku do tradycyjnego rozwiązania.

Badanie gęstości nasypowej polega na pomiarze masy luźno wysypanego proszku, który dokładnie wypełnia zbiornik o pojemności 25 cm^3 . Stan luźnego wypełnienia uzyskuje się przez wsypanie proszku do zbiornika przez lejek umieszczony na wysokości wynoszącej 25 mm ponad górną powierzchnię naczynia. Nadmiar proszku należy wyrównać zsypując go delikatnie i nie ugniatając. Badanie gęstości nasypowej z usadem z kolei polega na utrząsaniu proszku tak długo aż jego poziom przestanie się zmieniać. Wynikiem badania jest stosunek masy proszku do zajmowanej objętości.

Zagęszczanie proszków ma na celu formowanie wyprasek o określonych wymiarach i kształcie oraz odpowiedniej gęstości i własnościach użytkowych. Najpopularniejszym sposobem ich zagęszczania jest prasowanie jednostronne, które wykonuje się w matrycach o odpowiedniej geometrii. Matryce swobodne umożliwiają dwustronne prasowanie; operacja ta jest często nazywana prasowaniem



Rys. 2. Piknometr helowy AccuPyc 1340



Rys. 3. Wytrząsarka wibracyjna z kompletem sit VWR – Haver EML 200 digital



Rys. 4. Stanowisko do badania sypkości proszku

w matrycy pływającej, gdzie sama matryca jest umieszczona na sprężynie lub innym elastycznym podłożu, uginającym się pod matrycą w trakcie prasowania proszku; stempel dolny dogęsza wypraskę.



Rys. 5. Prasa hydrauliczna płytowa

Prasę hydrauliczną oraz gotowe wypraski przedstawiono na rys. 5 i 6.

Do badania zgęszczalności i formowalności proszku służą prasowniki o odpowiednim kształcie i rozmiarach. Pomiar zgęszczalności podczas jednoosiowego ściskania pomaga ustalić jak proszek będzie się zachowywał w trakcie prasowania i jak zastosowane ciśnienie wpłynie na gęstość

wypraski. Analiza podatności proszku do zmiany objętości w wyniku prasowania, pozwala na dobór odpowiedniego ciśnienia prasowania. Zbyt duże ciśnienie może spowodować pękanie wypraski, natomiast zbyt niskie – niewystarczającą gęstość, a nawet obsypywanie się proszku. Ponadto znając zgęszczalność proszku można określić dozę proszku, tj. ilość proszku jaką powinna być zasypana matryca, tak aby uzyskać po prasowaniu odpowiednią wielkość wypraski.

Pomiar zgęszczalności polega na jednoosiowym ścisnieniu proszku pod ciśnieniami 200, 400, 500, 600 i 800 MPa w cylindrycznej matrycy o średnicy wewnętrznej 11 mm. Po sprasowaniu dokonuje się pomiaru średnicy zewnętrznej i wysokości wypraski celem obliczenia jej objętości – a co za tym idzie – gęstości pozornej. Za wynik przyjmuje się

dane uzyskane z pomiaru pięciu wyprasek (każda sprasowana pod innym ciśnieniem). Oznaczenie formowalności jest bezpośrednio związane z ustaleniem miejscowej maksymalnej i minimalnej gęstości, co jest możliwe tylko i wyłącznie przy zastosowaniu prasownika o specjalnym kształcie (rys. 7 i 8). Badanie polega na pobraniu trzech odważek proszku o masie wyliczonej według wzoru:

$$m = 2,5 * \rho$$

m - masa odważki, g;
 ρ - gęstość materiału, g/cm³.

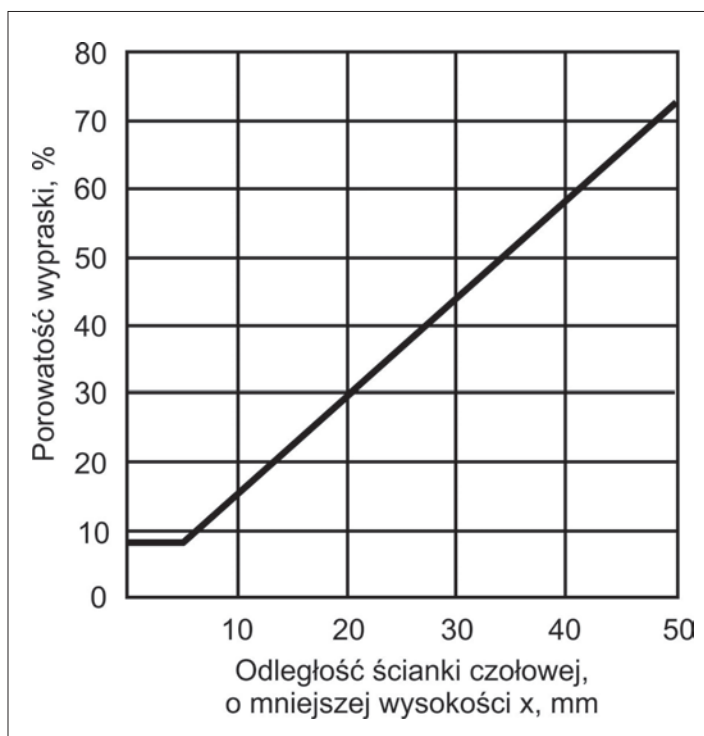
Następnie do dwudzielnej matrycy wsypywana jest odpowiednia ilość proszku – doza, po czym w otworze matrycy umieszczony zostaje stempel górny o zmieniającej się wysokości. W trakcie badania prasowanie należy realizować z przyrostem siły nie



Rys. 7. Wynik badania formowalności proszku miedzi



Rys. 6. Przykładowe wypraski z proszku aluminium o średniej wielkości ziarna 0,8 mm



Rys. 8. Zależność porowatości wypraski w funkcji odległości od ścianki czołowej o mniejszej wysokości



Rys. 9. Planetarne młyny kulowe

większym niż 50 kN/s oraz z siłą nie przekraczającą wartości 300 kN. Na rys. 7 przedstawiono wypraskę proszku miedzi. Jak można zauważyć formowalność proszku miedzi jest bardzo dobra. Wypraska nie wykazuje pęknięć, a proszek się nie obsypuje.

Na wypraskach w miejscu gdzie stempel górny ma największą wysokość można zauważyć strefę dużego zagęszczenia proszku, o czym świadczy metaliczny połysk. Wraz ze zmniejszającą się wysokością stempla spada stopień zagęszczenia proszku aż do momentu gdzie ciśnienie prasowania jest niewystarczające i wypraska się usypuje. Oznaczenie formowalności polega na pomiarze odległości między miejscem pęknięcia wypraski i obsypywania się proszku – pomiar ten dokonywany jest od strony próbki o najniższej wysokości aż do miejsca gdzie zaczęła się obsypywać. Następnie z wykresu przedstawionego na rys. 8, odczytuje się porowatość w tych miejscach i oblicza minimalną oraz maksymalną gęstość wypraski. Badanie to

pozwała określić jakie jest minimalne ciśnienie prasowania zapewniające relatywnie dużą gęstość próbki. Zagadnienie to jest to szczególnie istotne w produkcji masowej ze względu na efektywność procesu, a także zużywanie się prasowników. Formowalność proszków można zwiększyć przez dodanie do nich środków poślizgowych.

W celu uzyskania jednorodności mieszaniny proszków stosuje się młynki kulowe (rys. 9) lub mieszalniki turbulenty (rys. 10). W przypadku gdy proszek jest drobnoziarnisty i silnie zaglomerowany, stosowanie mieszalnika nie daje gwarancji uzyskania mieszaniny homogenicznej. Należy wówczas zastosować młynki kulowe, co jest zalecane szczególnie w przypadku proszków twardych, np. ceramicznych. Podczas mielenia w zawieszynie alkoholu środek poślizgowy jest rozcierany na powierzchniach cząstek, co zapewnia jego dobrą formowalność. Planetarne młyny kulowe mogą służyć do realizacji procesu mieszania, mielenia i mechanicznego stopowania



Rys. 10. Mieszalnik turbulentny Turbula T2F

proszków ceramicznych, metalowych, a także kompozytowych. Ich podstawową zaletą jest możliwość uzyskania w procesie mielenia bardzo małych cząstek proszku, nawet poniżej 100nm. Ponadto dzięki zastosowaniu odpowiednich naczyń mielących, minimalna ilość wsadu wynosi zaledwie 0,5 ml, co jest szczególnie istotne podczas mielenia drogich materiałów. Na dużą efektywność mielenia wpływa prędkość obrotowa wynosząca maksymalnie 1100 obr/min.

Mielenie proszków plastycznych powoduje ich odkształcenie i umocnienie – z tego względu wskazane jest stosowanie mieszalnika. Turbulentny mieszalnik proszków lub mieszanin proszków i polimerów oraz środków poślizgowych z proszkami metalicznymi lub ceramicznymi jest podstawowym urządzeniem służącym do przygotowania mieszaniny proszków przeznaczonej do prasowania oraz do mieszania w wylączarce w temperaturze uplastyczniającej lepszycze polimerowe. Ruch turbulentny zapewnia dużą efektywność

mieszania i jednorodność mieszaniny proszków bez zmiany ich morfologii.

Podsumowując, badania własności proszków dostarczają niezbędnych informacji niezbędnych do projektowania i doboru parametrów procesów technologicznych związanych z wytwarzaniem części maszyn metodami metalurgii proszków.

Literatura

- [1] Ciaś A., Pieczonka T., Własności proszków metali i ich badanie. Skrypty uczelniane 1151 AGH 1989.
- [2] Dobrzański L.A, Matula G., Podstawy metalurgii proszków i materiały spiekane, Open Access Library, vol. 9/14 2012.
- [3] Baliński A., Podstawowe zagadnienia związane z pomiarem wielkości cząstek i rozkładu wielkości cząstek, Prace Instytutu Odlewnictwa, Kraków 1/2013.

* Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska w Gliwicach