

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: B2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

**Vlastnosti práškových směsí, které jsou používány pro slinování,
navařování a rapid prototyping**

Autor: Filip Votava

Vedoucí práce: Ing. David Bricín

Akademický rok 2017/2018

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
Fakulta strojní
Akademický rok: 2017/2018

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Filip VOTAVA**
Osobní číslo: **S15B0232P**
Studijní program: **B2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie**
Název tématu: **Vlastnosti práškových směsí, které jsou používány pro
slinování, navařování a rapid prototyping**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Způsoby výroby průmyslových prášků a příprava práškových směsí.
2. Vlastnosti práškových směsí.
3. Hodnocení vlastností práškových směsí.
4. Návrh experimentu se zaměřením na hodnocení vybraných vlastností práškových směsí.
5. Experimentální část.
6. Hodnocení dosažených výsledků.
7. Závěr

Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**

Rozsah kvalifikační práce: **30-40 stran**

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

Skotnicová K., Prášková metalurgie, VŠB OSTRAVA

http://katedry.fmmi.vsb.cz/Modin_Animace/Opory/03_Materialov%C3%A9_inženýrství/06_Praskova_metalurgie/Skotnicova_Praskova_metalurgie.pdf

<https://www.fmmi.vsb.cz/modin/cs/studijni-opory/resitelsky-tym-3-materialove-izenyrstvi/praskova-metalurgie/>

Humár A., Materiály pro řezné nástroje, VUT BRNO

http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat_pro_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. David Bricín**

Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant bakalářské práce: **Ing. Milan Vnouček, Ph.D.**

Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Datum zadání bakalářské práce: **20. září 2017**

Termín odevzdání bakalářské práce: **25. května 2018**



Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.
děkan

L.S.



Prof. Dr. Ing. Antonín Kříž
vedoucí katedry

V Plzni dne 20. září 2017

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě bakalářskou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

V Plzni dne:

.....

podpis autora

Poděkování

Rád bych poděkoval všem, kteří přispěli k úspěšnému dokončení této bakalářské práce. Největší díky patří Ing. Davidu Bricínovi, vedoucímu práce, za poskytování rad, za pomoc při experimentální činnosti, za poskytnutí materiálních podkladů a v neposlední řadě za trpělivost. Nakonec bych rád poděkoval Katedře materiálů a strojírenské metalurgie za poskytnutí prostředků a použití přístrojů pro řešení experimentální části bakalářské práce.

ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Votava	Jméno Filip		
STUDIJNÍ OBOR	B2301 „Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“			
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Ing. Bricín	Jméno David		
PRACOVISŤE	ZČU - FST - KMM			
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte	
NÁZEV PRÁCE	Vlastnosti práškových směsí, které jsou používány pro slinování, navařování a rapid prototyping			

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2018
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	48	TEXTOVÁ ČÁST	33	GRAFICKÁ ČÁST	15
---------------	----	---------------------	----	----------------------	----

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	<p>Tato práce je zaměřena na vyhodnocení základních a technologických vlastností kovových prášků, konkrétně prášků z karbidu wolframu (WC-Co) a kovového ocelového prášku, který sloužil jako etalon, jelikož je určený pro využití v oblasti aditivních technologií.</p> <p>Cílem práce bylo stanovení optimálních vlastností prášku na bázi karbidu wolframu, aby byl použitelný pro rapid prototyping, také známý jako 3D tisk.</p>
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	aditivní technologie, rapid prototyping, prášková metalurgie, karbid wolframu

SUMMARY OF BACHELOR SHEET

AUTHOR	Surname Votava	Name Filip		
FIELD OF STUDY	B2301 „Material Science and Technology“			
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Ing. Bricin	Name David		
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM			
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable	
TITLE OF THE WORK	Properties of powder mixtures used for sintering, welding applications and rapid prototyping			

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	Material Science and Technology	SUBMITTED IN	2018
----------------	---------------------------	-------------------	---------------------------------------	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	48	TEXT PART	33	GRAPHICAL PART	15
----------------	----	------------------	----	-----------------------	----

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	<p>This thesis is focused on evaluation of basic and technological properties of metal powders, especially tungsten carbide powders (WC-Co) and metallic steel powder, which served as a standard because it is developed for use in the sphere of additive technologies.</p> <p>The aim of the work was to determine optimal properties of a tungsten carbide powder to be able using it for rapid prototyping, also known as 3D printing.</p>
KEY WORDS	additive technology, rapid prototyping, powder metallurgy, tungsten carbide

Obsah

Seznam použitých zkratk a symbolů.....	10
TEORETICKÁ ČÁST.....	11
1 Úvod	11
2 Způsoby výroby prášků a přípravy práškových směsí	12
2.1 Mechanický způsob výroby	12
2.2 Fyzikálně – mechanické způsoby výroby	14
2.3 Chemické způsoby výroby	18
2.4 Elektro – chemický způsob výroby	18
3 Úprava prášků	19
3.1 Třídění prášků	19
3.2 Žihání prášků.....	19
3.3 Přísady a příměsi.....	19
3.4 Mísení homogenních a heterogenních prášků	20
3.5 Granulace prášků.....	20
4 Způsoby legování a mikrostruktura prášků	20
5 Vlastnosti práškových směsí.....	22
5.1 Základní vlastnosti	22
5.2 Technologické vlastnosti.....	26
5.3 Sdružené vlastnosti.....	28
6 Zhutňování výrobků z prášků	29
6.1 Zhutňování s použitím tlaku	29
6.2 Zhutňování bez použití tlaku	31

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	32
7 Úvod do experimentální části	32
8 Příprava metalografických výbrusů	33
9 Hodnocení metalografických výbrusů.....	34
10 Hodnocení základních vlastností práškových směsí.....	39
11 Hodnocení technologických vlastností prášků	47
11.1 Stanovení tekutosti.....	47
11.2 Stanovení sypné hustoty a setřepné hmotnosti	48
12 Rozplavovací zkouška	50
13 Vlastnosti prášků při rozsypu	53
14 Diskuze výsledků.....	57
15 Závěr	58
Použitá literatura.....	59

Seznam použitých zkratk a symbolů

Zkratka/symbol	Jednotka	Popis
WC		Karbid wolframu
Co		Kobalt
Fe		Železo
Ni		Nikl
Pb		Olovo
Cu		Měď
Be		Berylium
Ta		Tantal
Nb		Niob
W		Wolfram
Cr		Chrom
Si		Křemík
$K_3[Fe(CN)_6]$		Ferrikyanid draselný
KOH		Hydroxid draselný
KCl		Kyselina chlorovodíková
C_2H_5OH		Ethanol
HNO_3		Kyselina dusičná
VIM		Vacuum induction melter
EIGA		Electrode induction melting gas atomisation
REP		Rotation electrode process
PREP		Plazma rotating electrode process
HDH		Hydride-Dehydride
hm. %		hmotnostní %
m		hmotnost
	°C	stupeň Celsia
	μm	mikrometr
	min	minuta
	g	gram
	mm	milimetr
	ml	mililitr
	bar	jednotka tlaku
	cm ³	centimetr krychlový
	s	sekunda
	°	stupeň
	Hz	Hertz

TEORETICKÁ ČÁST

1 Úvod [1]

Prášková metalurgie se zabývá technickou výrobou kovových prášků, jejich slitin a sloučenin. Jedná se o procesy, vedoucí přes zpracování prášků ke konečnému tvarování výrobku. Po dosažení požadovaného tvaru je výrobek slinován, čímž získá svůj konečný tvar – rozměry, fyzikální a mechanické vlastnosti. K práškové metalurgii se přiřazuje i výroba a zpracování nekovových prášků do produktů, které vykazují kovové vlastnosti (např. magnetické materiály na bázi oxidů železa – tzv. ferity, slinutý korund k obrábění a tváření a některé typy polovodičů).

Z historického hlediska je prášková metalurgie nejstarším stupněm metalurgie, o čemž svědčí nálezy z různých částí světa. Například již 3000 př. n. l. staří Egypťané používali zlatý prášek ke zdobení dýk a šperků (obr. 1). Ozdobné prášky ze zlata, stříbra, mědi a jiných kovů byly vyráběny drcením částic těchto kovů ve speciálním hmoždíři, nebo mechanickým rozmělnováním ve vodě.



Obr. 1: Dýka z Tutanchamonovi hrobky [4]

Prášková metalurgie se začala ve větším rozsahu využívat na přelomu 19. a 20. století. Využití bylo převážně na průmyslovou výrobu kovů s vysokou teplotou tání (wolfram – 3422°C a molybden – 2623°C), pro které dříve neexistovala vhodná tavící zařízení. Následně se začaly vyrábět první slinované sloučeniny na bázi kov – uhlík, vyznačující se vysokou elektrickou vodivostí, což zapříčinilo rozvoj strojů, jako jsou dynamo a elektrické motory. Od dvacátých let 20. století se začaly metodami práškové metalurgie zpracovávat kompozitní materiály, dnes známé jako slinuté karbidy (WC-Co, (Fe, Ni)). Jejich hlavní aplikací je výroba nástrojů (břitů) s vysokou odolností proti opotřebení, určených k soustružení, frézování a vrtání. Břit musí mít odpovídající houževnatost a současně vysokou tvrdost, která nesmí poklesnout ani při vysokých pracovních teplotách. [2] Následoval vývoj cermetů, které se charakterizují jemnější a rovnoměrnější strukturou.

V současné době se výrobky z práškové metalurgie uplatňují především jako nástroje na obrábění, magnetické materiály, nebo jako porézní díly (např. kovové filtry).

Kromě výše uvedeného se práškovou metalurgií vyrábějí ocelové prášky a prášky neželezných kovů na bázi hliníku nebo titanu. Tyto prášky se používají v různých aplikacích. U ocelových prášků se jedná zejména o navařování, kdy je cílem zvýšit korozní odolnost podkladového materiálu, jeho otěruvzdornost nebo tvrdost, případně oprava porušené konstrukce či dílu. Další významnou oblastí, ve které se výrobky práškové metalurgie uplatňují, je oblast aditivní výroby, kde je možné produkty práškové metalurgie využít pro výrobu konstrukčně unikátních dílů a to z toho důvodu, že těmito technologiemi je možné např. vyrobit díly odlehčené se stejnými nebo lepšími mechanickými vlastnostmi, než lze získat u dílů vyrobených konvenčními technologiemi, a to díky implementované vnitřní struktuře, kterou nelze získat jinými než aditivními výrobními technologiemi.

Cílem této rešeršní části práce je čtenáře seznámit se základními způsoby výroby prášků a práškových směsí. Uvést jakým způsobem jejich výroba ovlivňuje jejich mechanické, geometrické, chemické a fyzikální vlastnosti a uvést, jakým způsobem ovlivňují tyto vlastnosti jejich technologické zpracování do podoby reálného výrobku. Dále je čtenář seznámen se základními postupy hodnocení práškových směsí, ze kterých některé budou později využity v experimentální části této práce.

2 Způsoby výroby prášků a přípravy práškových směsí [1]

Způsob výroby práškových materiálů do určité míry ovlivňuje jeho fyzikální a technologické vlastnosti. Skoro každý materiál je možné vyrobit ve formě prášku, ale volba technologie výroby záleží na specifických vlastnostech materiálu. Rozlišují se čtyři základní způsoby výroby: mechanický, fyzikálně-mechanický, chemický a fyzikálně-chemický.

2.1 Mechanický způsob výroby – Drcení a mletí [1]

Spočívá v přenosu mechanického pohybu na materiál, který se má rozmělnit. Tato energie způsobuje mechanické napětí v krystalech, které s ohledem na fyzikální vlastnosti materiálu vedou k jeho porušení. Princip je založen na lomovém mechanismu (nukleace a šíření trhlin, následný lom). Deformace mřížky a zvyšující se hustota vakancí, intersticií a dislokací vyvolává vnitřní pnutí, která vedou ke zvýšení počtu hranic zrn. Především vnitřní pnutí, dislokace a strukturní hranice, které zůstávají účinné až do vysokých teplot, mají při slinování značný význam a umožňují další zhutnění pórovitého materiálu.

Základní mechanické rozměňovací procesy jsou: náraz, stříh, otěr a tlak. Náraz se provádí rychlým úderem materiálu, při otěru se využívá třecího pohybu a stříh vytváří štěpný lom. Tyto dané procesy se při výrobě prášků často kombinují a jsou charakteristické nepravidelným tvarem. Minimální možná velikost částic, kterou lze získat, závisí na podmínkách mechanického procesu a zároveň i na vlastnostech samotného materiálu. Pro drcení a mletí se pro mnohé kovové a nekovové prášky uvádí velikost částic mezi 0,1 až 1 μm .

Drcení se uskutečňuje zejména na čelistových a kladivových drtičích. Drcení se v čelistovém drtiči uskutečňuje mezi pevnou a pohyblivou čelistí, což představuje první stupeň rozmělnování a získává se hrubý prášek. Ten se posléze domílá na finální produkt v některém typu mlýnu. V kladivovém drtiči se materiál drtí pomocí nárazu kladívek, které jsou upevněny na rotoru.

Pro mletí je nejjednodušším zařízením kulový mlýn. V něm probíhají mechanické nárazy tvrdých mlecích těles, vynášených rotačním pohybem bubnu na rozmělnovaný prášek. Mlecí tělesa, tzn. koule, válečky nebo tyče vložené do mlecích bubnů, se vyrábějí v závislosti na tvrdosti, melivosti a požadované čistotě prášků z nelegované a korozivzdorné oceli, porcelánu, achátu, tvrdokovu aj. Mletí lze provádět za sucha nebo za mokra, přičemž použití vhodné povrchově aktivní kapaliny usnadňuje rozmělnování. Při mletí za mokra zabraňuje kapalina vzniku větších sekundárních částic a jejich oxidaci. Pro velmi intenzivní mletí se používají atritory (obr. 2 a 3), kde se rozmělnování uskutečňuje třením mezi melivem a mlecími kuličkami. Mletí není příliš vhodné pro tvárné kovy, jelikož se velmi obtížně rozrušují, dochází k jejich spojování, což snižuje efektivitu procesu.



Obr. 2 a 3: Schéma atritoru [5] a reálný atritor [6]

2.2 Fyzikálně-mechanické způsoby výroby [1]

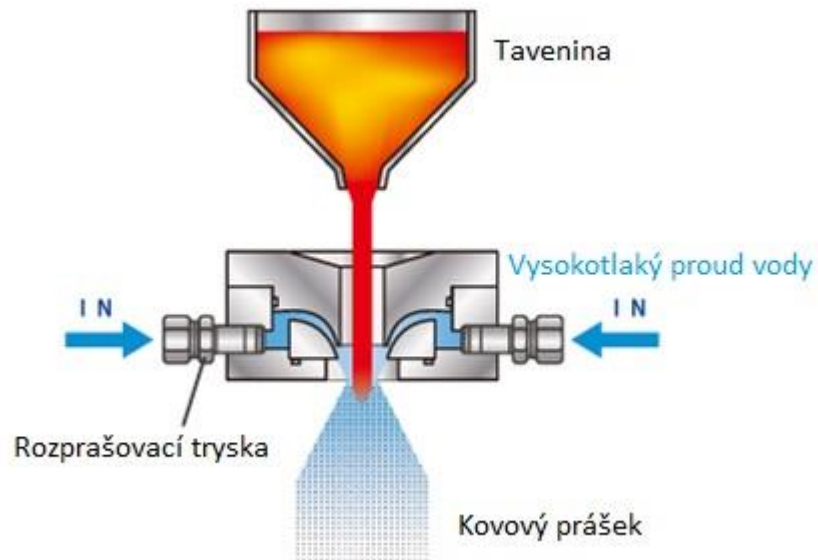
Mezi tyto způsoby výroby práškových kovů a slitin patří zejména rozstříkávání (atomizace) taveniny, jejíž podstata spočívá v působení tlakového plynu, proudu tekutiny nebo odstředivých sil na tekutý kov. Vzniklé kapky následně tuhnou kvůli rychlému ochlazení v rozstříkovacím médiu. Vlastnosti (struktura, velikost, tvar) vzniklých částic jsou závislé na řadě faktorů (např.: teplota taveniny, podmínky atomizace, podmínky ochlazování aj.). Čím větší je přehřátí taveniny a mechanická energie působící na taveninu, tím větší je množství jemného prášku.

Rychlé ochlazení taveniny umožňuje dosažení jemné a homogenní distribuce jednotlivých složek slitiny v částicích, které by se jinak z důvodů rozdílné hmotnosti silně odměšovaly (segregovaly), např. slitiny na bázi Fe-Pb, Cu-Pb apod. Další výhodou je zabránění tvorby hrubozrnných strukturních složek (precipitátů), které by vznikaly při pomalém ochlazování, jedná se například o různé typy karbidů v rychlořezných ocelích.

Možnosti rozstříkávání:

a) Rozstříkávání taveniny vodou [1], [12]

Všechny atomizační procesy začínají roztavením slitiny vstupní suroviny. Proces tavení má několik variant, ale obecně při atomizaci za použití vody se nejprve slitina nataví v peci a poté je tavenina přivedena do kelímku, který reguluje její průtok do rozprašovače. [12] Proud taveniny vstoupí do atomizační komory, kde je „roztržtěn“ proudem vody (obr. 4). Konečný prášek padá do sběrné komory. Poté je nutné prášek dále zpracovávat - sušit. Proces atomizace taveniny vodou se vyznačuje vysokou hustotou rozstříkovacího média (vody), vysokou rychlostí ochlazování a tvorbou páry v místě kontaktu vody a taveniny. Na rozdíl od ostatních způsobů je atomizace vodou ekonomicky výhodnější (nízká cena rozstříkovacího média) a dosahuje velmi vysoké produktivity. Získané částice jsou charakteristické nepravidelným tvarem, což snižuje tekutost prášku. Dále pak mají relativně vysoký obsah kyslíku. [1] Rozstříkávání taveniny vodou je metoda převážně používaná pro zpracování železa a ocelových prášků, které jsou určeny pro lisovací zařízení. Pro aditivní technologie nemá takové uplatnění. Rozsah velikosti částic 0 – 500 μm . [12]



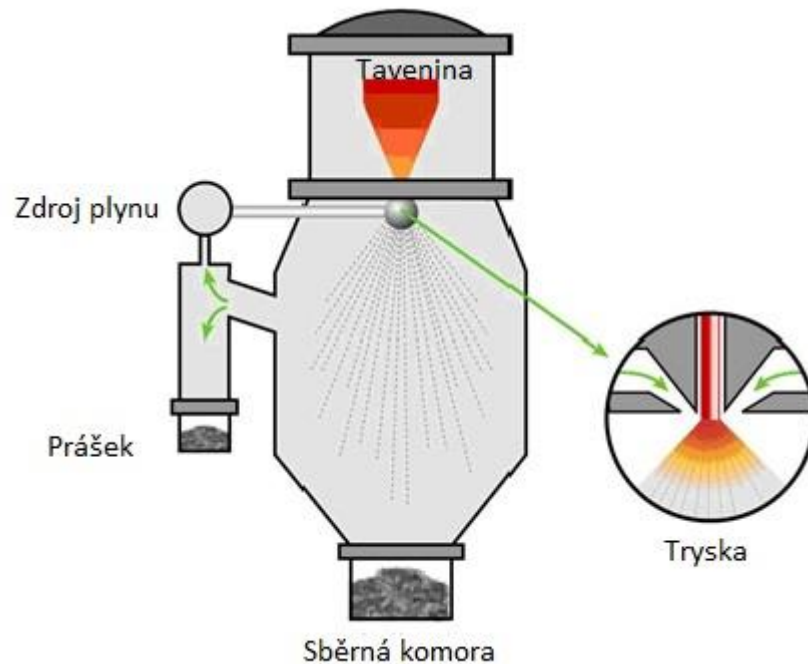
Obr. 4: Schéma atomizace taveniny vodou [7]

b) Rozstříkávání taveniny plynem [1], [10], [12]

Podstatou atomizace plynem je roztržení proudu taveniny vzduchem, dusíkem, heliem nebo argonem, proudícím z trysek pod tlakem (obr. 5). Jakmile trysky plynu zasáhnou proud roztaveného kovu, roztrhají jej na malé částice, které se ochlazují a ztuhnou ve sběrné komoře. Tato metoda je využívána k výrobě prášku niklových superslitin a mnoha dalších vysoce legovaných materiálů. Výchozí vlastnosti prášku jsou dané řadou parametrů atomizace – typ plynu, zbytková atmosféra, teplota tavení a viskozita, typ slitiny, tlak plynu a jeho teplota, geometrie trysek aj. Hlavní výhodou atomizace taveniny plynem je homogenita výroby a dobré vlastnosti prášků, plynoucí z jejich sférického tvaru. Střední velikost částic prášků, získaného atomizací plynem, se pohybuje mezi 20 až 300 μm .

Prášky vyrobené touto metodou mají sférický tvar, což je velmi výhodné pro tekutost prášku. Proto je rozstříkávání taveniny plynem nejběžnější způsob výroby aditiva, protože zajišťuje dobrou hustotu prášku, právě díky sférickému tvaru a distribuci velikosti částic. Navíc se tímto způsobem dá vyrobit široké spektrum prášků. [10] Hlavní výhodou je použití dusíku nebo argonu, jelikož to jsou inertní plyny, které snižují riziko oxidace a znečištění kovu. [12]

U všech metod rozstříkávání taveniny plynem lze vyrobit částice v rozmezí 0 – 500 μm .



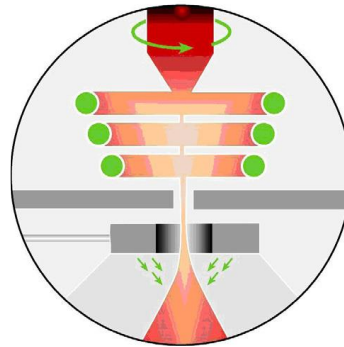
Obr. 5: Schéma atomizace plynem [8]

Rozstříkování taveniny plynem – VIM (Vakuová Indukční Tavící Pec) [10], [12]

Princip této metody je stejný, jako u rozstříkování taveniny plynem, s tím rozdílem, že se tavení provádí ve vakuové komoře a rozprašování probíhá pomocí vodíku. Tento způsob výroby je vhodný pro superslitiny, které jsou určeny pro špičkové aplikace, jako je letecký průmysl, aby se zabránilo zejména přístupu kyslíku při práci se slitinami s reaktivními prvky, jako jsou titan a hliník a byla možná kontrola intersticiálních prvků. Oproti rozstříkování taveniny vodou částice déle tuhnou, což vede k vytvoření prášku sférického (kulovitého) tvaru. Výstupní velikost částic lze ovlivnit změnou poměru proudícího plynu k průtoku taveniny. Výzkumem bylo dokázáno, že pro dosažení jemnější distribuce částic je vhodné použít horký plyn.

Rozstříkování taveniny plynem – tavení pomocí indukční cívky (EIGA) [12]

Ačkoliv intersticiální prvky mohou být dobře řízeny v prášcích atomizovaných plynem, stále existuje riziko kontaminace. Kontaminace by mohla nastat například uvolněním nežádoucího prvku z keramické části pece, nebo z použitých atomizačních trysek. Proto se používá metoda EIGA (Electrode Induction Melting Gas Atomization), kde je kov přiváděn do rozprašovače ve formě tyče, která je tavena indukční cívkou těsně před vstupem do atomizační komory (schéma na obr. 6). Tato metoda se používá pro reaktivní slitinu titanu k minimalizaci kontaminace a zamezení oxidace.



Obr. 6: Schéma metody EIGA [12]

c) Rozstříkování plazmou [12]

Atomizace plazmou produkuje sférické částice prášku v rozmezí velikosti 0 – 200 μm . Vstupním materiálem je drát nebo prášek. Cívka drátu nebo prášková surovina je přiváděna do atomizační komory, kde je současně roztavena a atomizována koaxiálními plazmovými hořáky a plynovými tryskami.

d) Rozstříkování taveniny odstředivou silou [1]

Metoda atomizace taveniny pomocí odstředivé síly se rozděluje na jednostupňový nebo dvoustupňový proces. Výhodou atomizace taveniny odstředivou silou je získání úzké distribuce velikosti částic. Střední velikost částic u jednostupňového procesu se pohybuje v rozmezí od 150 do 250 μm . U dvoustupňového procesu lze získat střední velikost částic od 80 do 90 μm . Průměr kapek taveniny se snižuje s rostoucí rotační rychlostí, hustotou taveniny a snížením rychlosti přísunu taveniny. Částice vykazují sférický tvar.

Mezi základní metody, využívající jednostupňový proces patří:

- Metoda REP (Rotation Electrode Process)
- Metoda PREP (Plazma Rotating Electrode Process) – na výstupu bude velmi čistý prášek s kulovitými (sférickými) částicemi

Při dvoustupňovém procesu probíhá tavení daného kovu nebo slitiny a roztržení taveniny pomocí rychle rotujícího chlazeného kola, disku nebo kelímku odděleně ve dvou krocích. Problémem při dvoustupňovém procesu je přenos vysokých rotačních rychlostí na taveninu. Tato metoda atomizace se používá na výrobu prášku hliníku, titanových slitin, superslitin a vysokotavitelných kovů.

e) Metoda Hydride – Dehydride (HDH) [12]

Tato metoda se od atomizačních způsobů výroby liší tím, že zde neprobíhá tavení kovové suroviny. Místo toho zahrnuje mechanické procesy jako drcení a mletí k zjemnění kovových částic. Tento proces závisí na křehkosti kovů. V případě titanu se vytvářejí hydridy v hydridové jednotce přivedením vodíku a tepla. Křehké kusy pak mohou být rozdrceny do požadované distribuce

velikosti částic. Prášek se poté opět vrací do hydridové jednotky, kde se odstraní nadbytek vodíku z částic, ale samotný prášek bude vykazovat velké množství intersticiálních prvků (vodík, kyslík). Práškové částice vyrobeny touto metodou jsou velmi nepravidelné, v rozsahu velikosti částic 45 – 500 μm a používají se jako vstupní surovina pro roztřikovávání plazmou.

2.3 Chemické způsoby výroby [1]

a) Redukce kovových sloučenin

Redukčními procesy se vyrábí více než polovina světové produkce práškového železa. Redukce kovových sloučenin probíhá pomocí pevného nebo plynného redukčního činidla. Při redukci v pevné fázi je eliminováno znečištění kovu struskou, která se vyskytuje při tavném způsobu. Získaný kovový prášek je však nutné dále rafinovat mechanickými, magnetickými nebo chemickými postupy. Hlavními redukčními činidly jsou uhlík a vodík (v elementární formě, ve formě sloučenin nebo směsí). Redukční procesy probíhají převážně za zvýšených teplot (800°C a více).

b) Výroba prášků z plynné fáze

V tomto procesu je prášek získáván z kovových sloučenin, které lze vhodným způsobem (např. ohřevem) převést do plynné fáze (např. halogenidy kovů). Vznikají velmi jemné a aktivní prášky pro speciální účely.

c) Výroba prášků tvrdých materiálů

Výroba těchto prášků se provádí termomechanickými reakcemi v pevném, kapalném nebo plynném stavu. Výchozí materiály mohou být kovy nebo jejich oxidy a nekovy nebo jejich sloučeniny většinou v disperzní formě. Jde převážně o přípravu karbidů, nitridů a silicidů, kde se získá buď hrubozrnný prášek, nebo jemné slinované částice. Další zpracování zahrnuje mechanické rozměňování reakčních produktů, odstraňování vedlejších produktů a čištění reakčních produktů. Např. karbidy kovů se většinou vyrábějí nauhličováním kovů a jejich oxidů.

2.4 Elektro-chemický způsob výroby [1]

Přibližně 60 kovů lze získat elektrolýzou, kde elektrický proud působí jako redukční činidlo. Elektrolyt bývá roztok nebo roztavená sůl, která vede proud díky přítomnosti iontů. Elektrolýzou z vodných roztoků se připravují práškové kovy, které nemají velkou afinitu ke kyslíku jako Cu, Fe a Ni. Vysoce reaktivní prášky jako Be, Ta, Nb aj., které tvoří vysoce stabilní oxidy, se musí vylučovat elektrolýzou z roztavených solí.

3 Úprava prášků [1]

Ve většině případů není vyrobený prášek vhodný pro aplikace práškové metalurgie, proto musí být upravován pomocí následujících způsobů:

3.1 Třídění prášků

Částice mají v surovém prášku zpravidla velký rozsah velikosti. Aby bylo dosaženo optimální hustoty a lisovatelnosti použitého prášku, je nutné zajistit určité složení z hlediska velikosti částic. Prášek se proto třídí na různé frakce, ze kterých se mísením dostává požadované složení. Třídění se provádí těmito metodami:

- a) **Prosévání** – použití pro prášky s velikostí zrna větší než 0,04 mm. Rozdělování prášků na různé velikostní třídy probíhá pomocí vibračních sít.
- b) **Vzdušné třídění** – pro částice v rozsahu velikosti 0,02 – 0,1 mm. Používá se řízený proud vzduchu, který lehké částice unáší do větších vzdáleností, kdežto velké a těžké částice urazí kratší vzdálenost.
- c) **Plavení** – použití řízeného proudu vody nebo jiné kapaliny.

3.2 Žíhání prášků

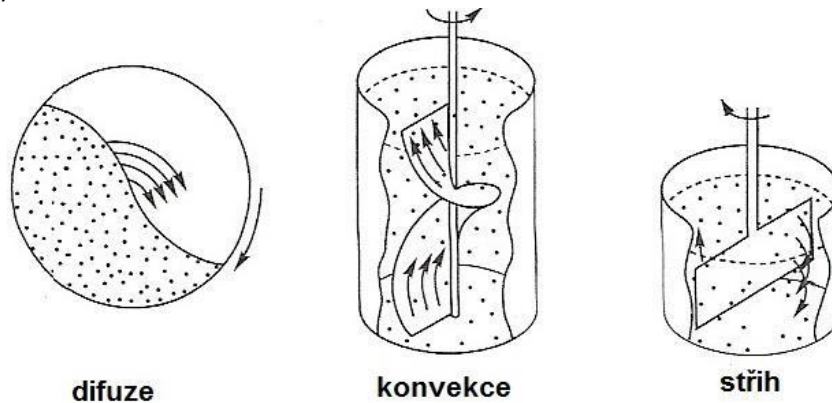
Redukce prášků je nutná v případě, že vlivem okolních podmínek dojde k jejich povrchové oxidaci. Redukovaný prášek se musí co nejrychleji zpracovat z důvodu jeho vysoké reaktivity, která se zvyšuje s klesající velikostí zrn. Redukce se provádí v pecích na slinování v atmosféře vodíku nebo štěpného plynu s amoniakem pokud možno za co nejnižších teplot.

3.3 Přísady a příměsi

Zejména k práškům se špatnou lisovatelností se velmi často přidávají pomocné lisovací přísady (maziva, plastifikátory, aj.), která snižují tření mezi stěnami lisovacího nástroje a mezi jednotlivými částicemi. Zároveň zmenšují opotřebování matic a jejich „zapečení“. Použití lisovacích přísad obecně vede ke snížení tekutosti a sypané hustoty prášků. Maziva musí být před slinováním odstraněna, aby nezabraňovala vzniku a růstu kovových spojů. Slinovadla (pojidla) jsou kovové přísady, které se přidávají do výchozích směsí pro zdokonalení slinovacího pochodu. Při slinování se částečně nebo zcela roztaví. Dalším pomocným prostředkem mohou být plniva, která se během slinování odpaří, takže v konečném výrobku vzniká požadovaný stupeň pórovitosti.

3.4 Mísení homogenních a heterogenních prášků

Mísení prášků a jejich homogenizace se provádí za účelem docílení jednotné kvality výchozí suroviny a pro získání vhodných technologických vlastností zpracovávaného prášku. K mísení se používají různá zařízení, kde se uplatňují tři typy mísení – difúze, konvekce (proudění) a stříh (obr. 7). K zajištění dobrého mísení a zamezení tvorby aglomerátů (shluků) se používají mísící přísady (např. tekutiny na bázi alkoholu).



Obr. 7: Schéma režimů mísení [1]

3.5 Granulace prášků

Granulace se provádí několika způsoby:

- a) **Za pomoci granulačních přísad** (např. glykol, glycerin, parafin, aj.) – provádí se na paletizačních talířích. Velmi jemné prášky (s částicemi menšími než $1\ \mu\text{m}$) se sbalují bez organických přísad. Sbalování má větší účinek při určité vlhkosti a toho se docílí přidáním vody.
- b) **Mechanická granulace** – po předběžném lisování prášku za nižších tlaků se rozemílá na vhodnou velikost granulí.
- c) **Tepelná granulace** – většinou se volně nasypaný prášek předslinuje a následně je rozmělněn na požadovanou velikost.

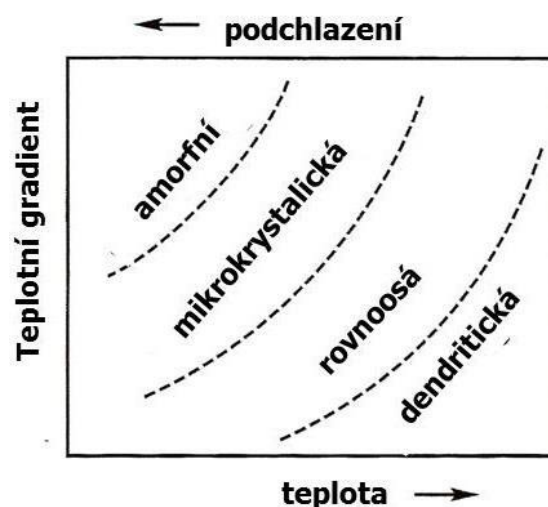
4 Způsoby legování a mikrostruktura prášků [1]

Legování prášku má vliv na technologické vlastnosti prášků, slinovací proces a ve výsledku i na finální vlastnosti slinovaného výrobku. Používá se několik způsobů legování:

- a) **Mechanické mísení jednotlivých složek slitiny** (směsné legování) – směs je dobře lisovatelná, někdy i lépe než samotný kov a snadno lze měnit chemické složení. Nevýhodami jsou vyšší segregace a prašnost. Tento způsob se používá pro výrobu součástí bez vysokých nároků na pevnost.

- b) Předlegované prášky** – vlivem legujících prvků mají prášky vysokou tvrdost, což zhoršuje lisovatelnost. Tyto prášky jsou obvykle připravovány atomizací taveniny, kdy vlivem vysokých rychlostí ochlazování dochází k potlačení segregčních jevů. Z těchto prášků lze získat vysoce homogenní polotovary, jako jsou rychlořezné oceli, heterogenní slitiny mědi, niklu apod. Dalším způsobem přípravy těchto prášků je mechanické legování.
- c) Částečně (difuzně) legované prášky** – připravují se mísením elementárních nebo předlegovaných prášků s následným difuzním žháním. Tyto prášky vykazují dobrou lisovatelnost a nízkou segregaci příměsí.
- d) Hybridní prášky** – získávají se mísením předlegovaných nebo částečně legovaných prášků s elementárními prášky nebo práškovými feroslitinami pro dosažení požadovaného chemického složení.

Mikrostruktura prášků – Prášky připravené rychlou solidifikací (např. atomizace taveniny) mají odlišnou strukturu, než prášky připravené za rovnovážných podmínek krystalizace. Rychle ztuhlé prášky mohou obsahovat i nové fáze, včetně amorfních struktur, s mnohem menšími rozměry mikrostruktury, nerovnovážným složením a značně sníženou segregací. S rychlejším zchlazením se docílí mikrostruktury, která bude více homogenní a menší velikosti částic. Klíčovými parametry, které ovlivňují výslednou mikrostrukturu prášku, jsou podchlazení a teplotní gradient v prášku (obr. 8). Oba parametry rostou se snižující se velikostí částice.



Obr. 8: Vliv podchlazení a teplotního gradientu na vznik různé morfologie struktury částic [1]

5 Vlastnosti práškových směsí [1]

Vlastnosti kovových prášků se obecně dělí na geometrické (základní), technologické a sdružené vlastnosti. Chování prášků v průběhu jednotlivých procesů jejich přeměny na kompaktní materiál závisí na mnoha parametrech. Čím lépe bude možné kontrolovat vlastnosti výchozího práškového materiálu, tím přesněji bude zhotoven konečný výrobek.

5.1 Základní vlastnosti [1]

Patří mezi nejdůležitější vlastnosti kovových prášků, proto je nutné je co nejpresněji definovat:

a) Velikost částic

Velikost částic lze vyjádřit na základě geometrických charakteristik průmětu částice (geometrickým průměrem). Částice jsou zpravidla nepravidelné (komplikovaný tvar), proto je účelné vyjádřit jejich velikost jediným rozměrem – většinou průměrem koule, která je s částicí ekvivalentní.

Rozmezí velikosti částic (obr. 9):

- 1.) Makroskopické částice – jsou definovány jako „prosévatelné“ (využívá se hrubé a jemné sítové analýzy). Dělí se na velmi hrubě disperzní, kde velikost částic je větší jak 500 μm a hrubě disperzní, kde se velikost pohybuje mezi 500 – 50 μm .
- 2.) Mikroskopické částice – spodní hranice velikosti je 1 μm , využití mikroskopie a sedimentace. Jemně disperzní a velmi jemně disperzní.
- 3.) Submikroskopické částice – částice menší než 1 μm .
- 4.) Ultrajemné nebo koloidní částice – částice menší než 0,1 μm . Hodnocení elektronovou mikroskopií.

Označení	Velmi hrubě disperzní	Hrubě disperzní	Jemně disperzní	Velmi jemně disperzní	Koloidně disperzní	Molekulárně disperzní
Oblast velikosti částic (μm)	> 500	500 - 50	50 - 5	5 - 0.2	0.2 - 0.02	< 0.02
Způsob měření	Hrubá síťová analýza	Jemná síťová analýza	Mikroskopie Sedimentace		Elektronová mikroskopie	

Obr. 9: Rozmezí a způsoby měření velikosti částic [1]

Stanovení velikosti částic síťovou analýzou

Sítový rozbor se používá do velikosti zrna větší než 50 μm . Provádí se v soustavě sít, která kmitají (140 – 160 cyklů/min). Za použití speciálních sít se dá rozšířit rozsah síťové analýzy až do velikosti 5 μm . Soustava sít s různou velikostí ok. Síta jsou z drátového pletiva s přesně definovanou tloušťkou drátu a vzdáleností mezi jednotlivými dráty. Pro velmi jemné částice lze použít mikro-síta z kovových fólií. Na každém síti uvízne určitý podíl částic v závislosti na jejich velikosti. Suché síťování je vhodné především pro relativně velké, nekohezní prášky. Jemné a kohezní prášky je nutné analyzovat mokřím síťováním. (Částice s velikostí menší než 40 μm se označují jako „podsítné“ prášky.)

Stanovení velikosti částic sedimentační metodou

U sedimentačního postupu je velikost zrna stanovena na základě rychlosti klesání zrn v klidném prostředí, většinou kapalině nebo vzduchu. Sedimentační postupy jsou určeny pro částice od 1 do 60 μm . Přesnost této analýzy závisí na použitém sedimentačním prostředí, které nesmí reagovat s částicemi a musí zabraňovat vzniku aglomerátu (nejčastěji používané kapaliny: voda, oleje, butanol, aj.). V případě, že je sedimentační rychlost v gravitačním poli příliš nízká, lze použít odstředivé zrychlení pomocí ultracentrifugy.

Stanovení velikosti a tvaru částic mikroskopicky

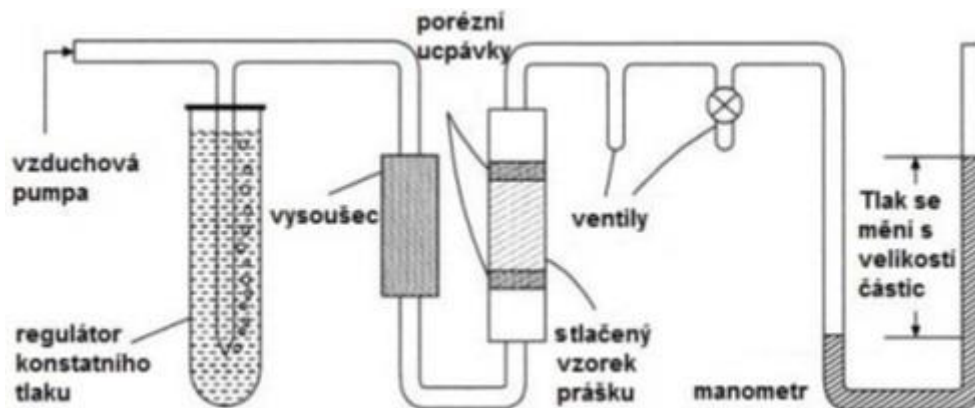
Velikost zrn se měří v případě, když je prášek menší než nejmenší síťová frakce. Dolní mez je dána rozlišovací schopností mikroskopu, např. optický světelný mikroskop rozliší maximálně 0,3 až 0,5 μm , kdežto elektronový mikroskop až do 0,003 μm . Je to nejpreciznější metoda, ovšem poměrně časově náročná a pro bezchybné měření je zapotřebí dokonalá příprava vzorků, která zabrání shlukování částic.

Stanovení měrného povrchu

Měrný povrch ovlivňuje tzv. povrchové aktivity práškových výlisků během slinování a poskytuje důležitou hnací sílu pro přepravu materiálu během procesu slinování. Měrný povrch práškových látek se zpravidla vztahuje na 1 g látky. Výpočet měrného povrchu z velikosti částic, která byla stanovena síťovým rozbořem, sedimentační analýzou nebo mikroskopicky, vychází z předpokladu, že všechny částice mají sférický tvar a hladký povrch, ovšem tento předpoklad ve většině případů není splněn. Proto se zavádí metody analýzy měrného povrchu částic, které neměří přímo povrch, ale jsou založeny na stanovení vlastností (adsorpce, plynová permeabilita), které mají k povrchu vztah.

- Plynová permeabilita

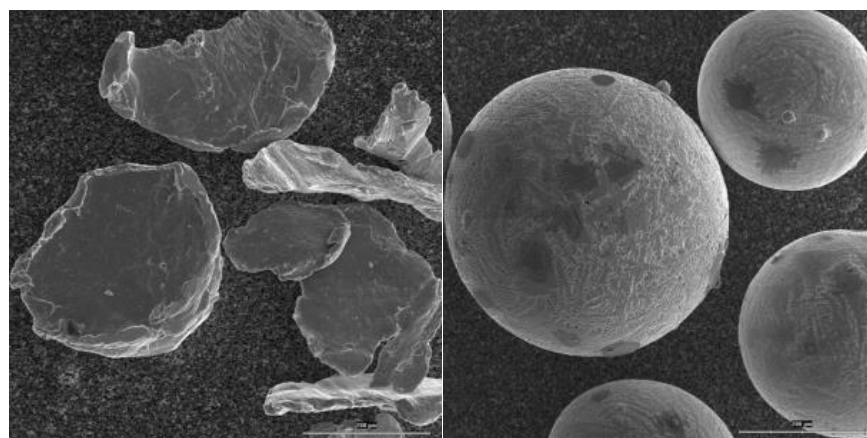
Pro stanovení hodnot měrného povrchu prášků se používá propustnostní metoda (tzv. metoda Fischer Subsieve Sizer), viz obr. 10. Tato metoda pracuje se vzduchem, který je pomocí pumpy natlačen do přístroje pod určitým tlakem. Vzorek prášku je uložen v měřící cele, která je tvořena kalibrovanou trubicí. Vzorek je v cele upevněn pomocí dvou porézních ucpávek a stlačen na pórovitost v rozsahu 40 až 70%. Při průchodu plynu dochází k poklesu tlaku, který je stanoven pomocí manometru. V závislosti na pórovitosti vzorku se tento údaj koriguje a pomocí tabulek se převede na hodnoty měrného povrchu. Tato metoda je vhodná pro prášky v rozmezí velikostí 0,15 až 50 μm .



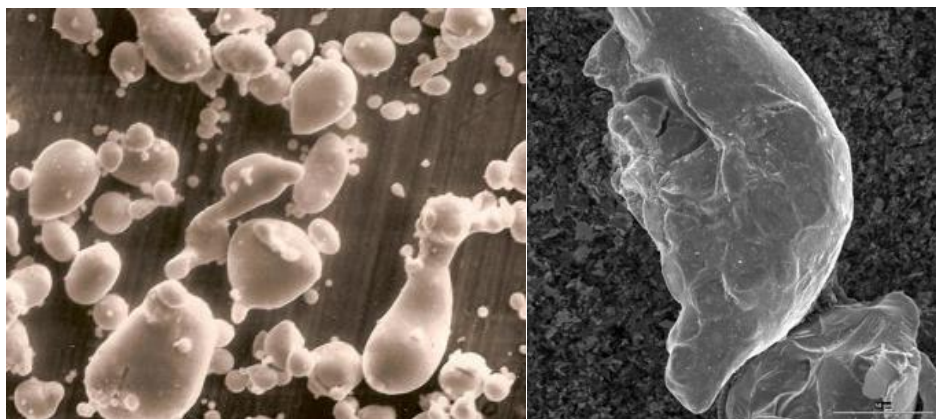
Obr. 10: Schéma propustnostní metody [1]

b) Tvar (morfologie) částic [1], [10], [12]

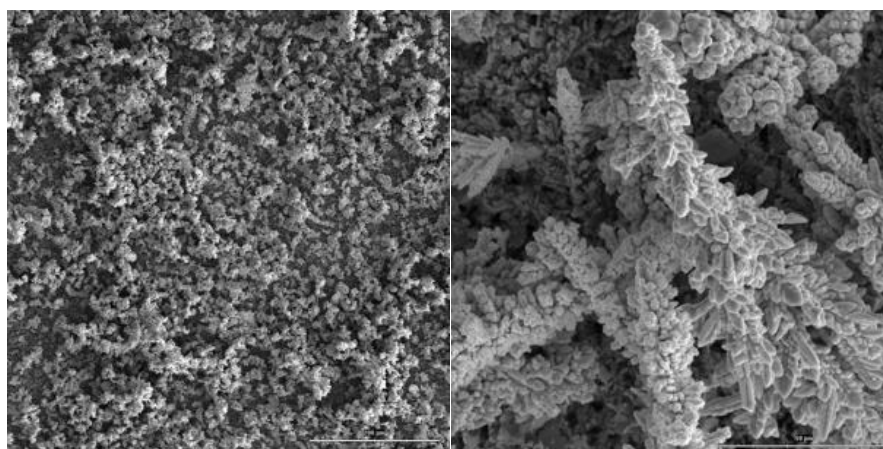
Tvar je závislý na druhu prášku a způsobu jeho výroby. Existuje několik tvarů, které se taktéž odlišují kvalitou povrchu. Tvary částic (obr. 11 až 16):



Obr. 11 a 12: Nepravidelný a kulovitý (sférický) tvar [1]



Obr. 13 a 14: Kapkový a miskovitý tvar [1]



Obr. 15 a 16: Houbovitý a dendritický tvar [1]

Morfologie částic bude mít významný dopad na balení prášku a jeho tekutost. Sférické (kulovité) nebo pravidelné částice jsou proto nejvhodnější, navíc finální komponenty z nich vyrobené budou mít vyšší hustotu, což je žádoucí. Proto se pro aditivní technologie upřednostňují právě tyto prášky. Na druhou stranu, právě toto omezuje levnější výrobu prášků pomocí rozstřikování taveniny vodou nebo metodou HDH, jelikož právě tyto dva způsoby výroby vykazují nepravidelné částice na konci procesu. [12]

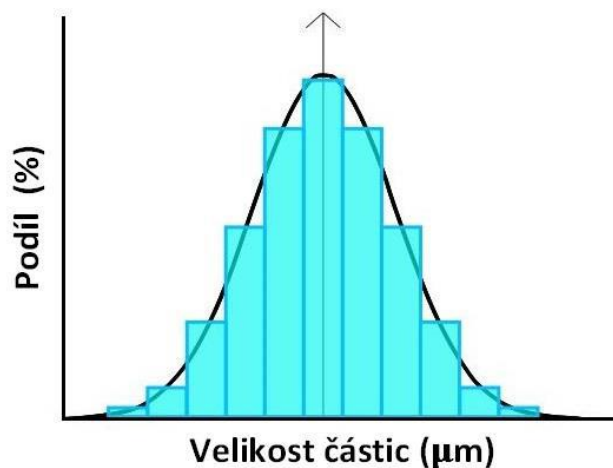
Typické závady, které je třeba kontrolovat a minimalizovat:

- Nepravidelné, protáhlé částice
- Satelity (malé prachové částice přilepené na povrchu větších zrn)
- Duté práškové částice s otevřenou nebo uzavřenou pórovitostí

c) Rozložení částic (distribuce velikosti částic)

Každý prášek má různě velké částice, jejichž velikost spojitě klesá od maximální velikosti až po určitou spodní mez. Tento rozsah se z praktického hlediska rozděluje do několika tříd, ve kterých se nacházejí částice s určitým rozdílem velikostí. Tyto množství podílů se pro frekvenční distribuci zobrazují v histogramu (obr. 17). Na horizontální osu se vynáší velikost jednotlivých frakcí a na vertikální osu hmotnostní podíl (%) nebo pouze podíl (%). Distribuce velikosti částic se stanovuje podle stupně dispersity. Pro hrubé prášky s částicemi o velikosti nad 50 μm se používá síťový rozbor, kdežto pro jemnozrnné prášky např. metoda sedimentace, mikroskopické měření, či třídění prášku vzduchem.

Rozložení prášku do jednotlivých tříd umožňuje následné mísení směsí hrubších a jemnějších částic v takovém poměru, aby byla naplněna matrice lisu a mohl vzniknout hutný výlisek, v němž budou dutiny mezi velkými částicemi vyplněny jemnozrnným podílem prášku. [1]



Obr. 17: Histogram distribuce velikosti částic [1]

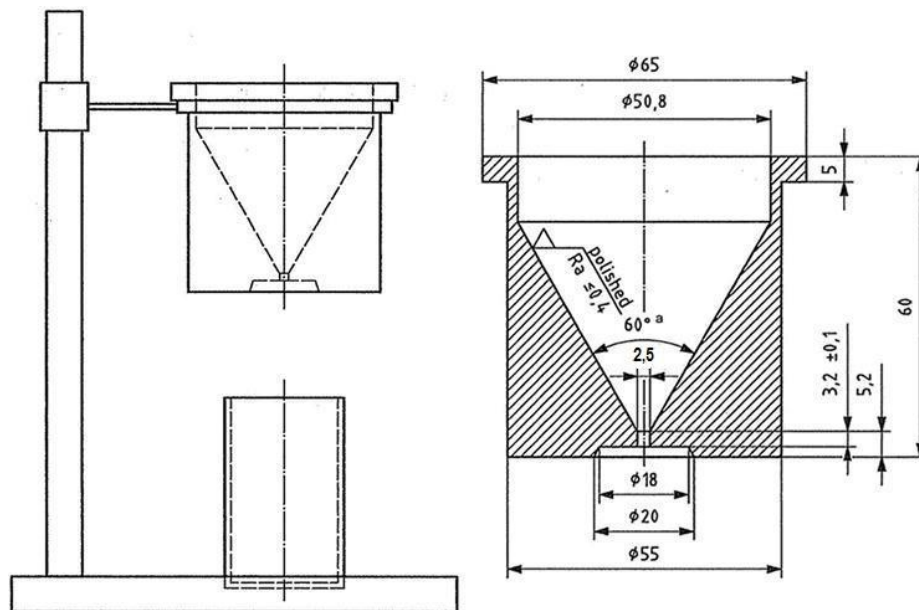
Distribuce velikosti částic je hlavním bodem při výrobě kovových prášků, protože může ovlivnit mnoho aspektů, jako jsou: tekutost a schopnost rovnoměrného rozptýlení, hustota prášku, potřebná energie k tavení práškových zrn, drsnost povrchu aj. [10]

5.2 Technologické vlastnosti [1]

Technologické vlastnosti slouží k úplnému popisu statického a dynamického chování materiálu při technologických procesech. Za tímto účelem se provádějí technologické zkoušky, které částečně modelují některé procesy při technologických operacích.

a) Stanovení tekutosti [1], [12]

Tekutost prášku je vlastnost podobná viskozitě kapaliny. Je to schopnost prášku téct v potrubí, násypkách a dutinách lisovacích strojů. Tvar částic ovlivňuje tuto vlastnost (vůbec nejhorším tvarem jsou hranaté nebo dendritické částice). Zkouška se provádí na zařízení zvaném „Hallowa nálevka“. Tekutost se vyjadřuje jako doba, po kterou vytéká dané množství prášku (50, 100 g) nálevkou o vrcholovém úhlu 60° a s definovaným otvorem o průměru 2,5 mm. Rozměry a schéma viz obr. 18. [1]



Obr. 18: Schéma Hallowy nálevky [1]

Tekutost prášků je jedním z nejdůležitějších technologických požadavků pro použití pro aditivní technologie. Kohezní prášky, které vykazují špatnou tekutost, ovlivní výslednou hustotu, která právě díky tomu nemusí být v celém objemu komponentu homogenní.

Obecná pravidla, která platí:

- Sférické (kulovité) částice mají lepší tekutost než nepravidelné nebo hranaté částice
- Velikost částic – větší částice mají obecně lepší tekutost než částice malé
- Obsah vlhkosti v prášku může snižovat tekutost kvůli kapilárním silám mezi částicemi
- Van der Waalovy síly nebo elektrostatické síly mohou snižovat tekutost prášků (větší dopad u jemnějších částic) [12]

b) Stanovení sypné hustoty a setřepné hmotnosti

Sypná hustota je definována jako poměr hmotnosti volně nasypaného prášku k zaujatému objemu. Zkouška se provádí taktéž v Hallově nálevce (obr. 18) a její princip spočívá v přesypávání prášku nálevkou do nádoby o konstantním objemu. Po stanovení hmotnosti prášku v nádobě se vypočítá sypná hustota, podle které se určí navážka pro vylisování výrobku žádaných tvarů a rozměrů. Využívá se převážně pro lisování mechanickými lisami s automatickým plněním lisovací matrice. Vzhledem k tomu, že se prášky při volném plnění nerozdělují rovnoměrně a mezi částicemi mohou vznikat dutiny, které zkreslují měření, určuje se setřepná hmotnost. Jedná se o hustotu ručně nebo mechanicky sestřeseného prášku do nádoby o konstantním objemu. [1]

c) Lisovatelnost kovových prášků

Lisovatelnost je schopnost prášku dosáhnout stanoveného tvaru, objemové hmotnosti a mechanické pevnosti lisováním.

Slisovatelnost je schopnost prášku docílit stanovené objemové hmotnosti při daném lisovacím tlaku.

Soudržnost prášku po lisování je schopnost prášku udržet tvar při vnějším mechanickém namáhání.

Hodnoty uvedených charakteristik jsou značně ovlivněny materiálem prášku. Čím je materiál tvárnější, tím se dosáhne větší relativní hustoty vylisku. Všechny faktory zhoršující tvařitelnost kompaktních materiálů (příměsi, dislokace) zhoršují zároveň lisovatelnost prášku. Prášky s různou velikostí částic vykazují nejlepší lisovatelnost z důvodu vysoké hustoty zaplnění. [1]

5.3 Sdružené vlastnosti [1]

Souvisí se základními a technologickými vlastnostmi, tak i s fyzikální povahou kovu nebo slitiny.

- Elektrická vodivost
- Tepelná vodivost
- Magnetické vlastnosti
- Teplota tání
- Struktura krystalů

6 Zhutňování výrobků z prášků [3]

Požadovaného tvaru, rozměrů a vlastností výrobků z prášků se dosáhne zhutňováním. Existuje mnoho metod zhutňování prášků, ovšem ne všechny vyhovují výrobním podmínkám. Při vývoji nových technologií je kladen důraz na dosažení homogenity zhutnění v celém objemu, minimální pórovitosti slinutého materiálu a zvětšení hmotnosti zhotovovaných výrobků s vyšší rozmanitostí tvarů. Zároveň je na snaze zvýšit výrobnost a snížit náklady. V zásadě se metody zhutňování dělí na dvě skupiny:

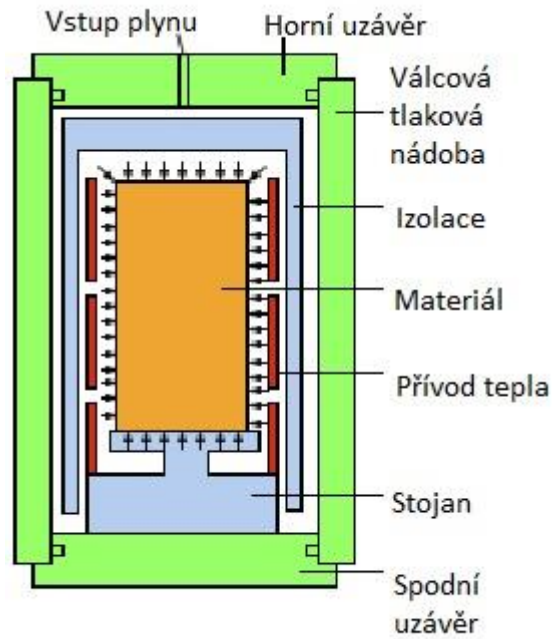
6.1 Zhutňování s použitím tlaku

a) Lisování – jednočinné (jednostranné), dvojčinné (dvojstranné)

Lisování je nejpoužívanějším způsobem tvarování, většinou je kovovým práškem vyplněna zápustka. Využití hydraulických či mechanických lisů. Při lisování dochází trvale ke změně hustoty, což s sebou přináší změny vlastností konečného vylisku v porovnání s výchozím materiálem. Zhutňování probíhá nejdříve otáčením a přemísťováním částic, které zaplňují póry. Následuje zhutňování deformací povrchu částic – ohlazováním a zvětšováním ploch, na závěr zhutňování objemovou deformací částic. [3] Oboustranné lisování zvládne udělat vylisky dvakrát vyšší než jednostranné, jelikož zde bude lepší rozdělení tlaku. [1]

b) Izostatické lisování – za studena, za tepla

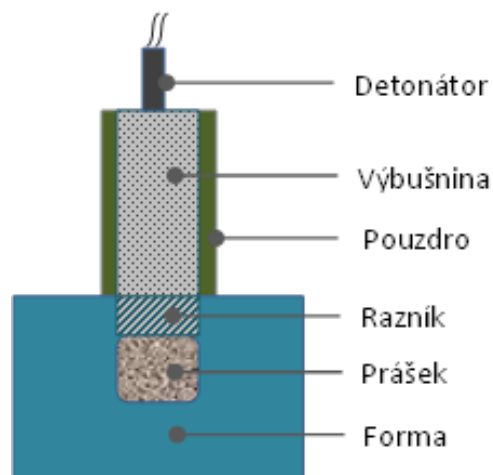
V tomto případě se potřebný lisovací tlak získá pomocí kapaliny nebo plynu prostřednictvím elastického pouzdra (obr. 19), které se za vysokých tlaků chová jako kapalina a za normálního jako pevná látka, např. pro tvarově jednoduché součástky a lisování za studena se používá kaučuk. V porovnání s klasickým lisováním se docílí vyšších mechanických vlastností.



Obr. 19: Schéma izostatického lisování za tepla [9]

c) Lisování explozí

Vzniklá tlaková vlna působí přímo na prášek nebo na razník (píst) – viz obr. 20. Zvýšená rychlost zhuťování vede k rovnoměrnější hustotě výrobku a ke zlepšení mechanických vlastností. Pro získání tlakové vlny se používá i elektrického výboje.



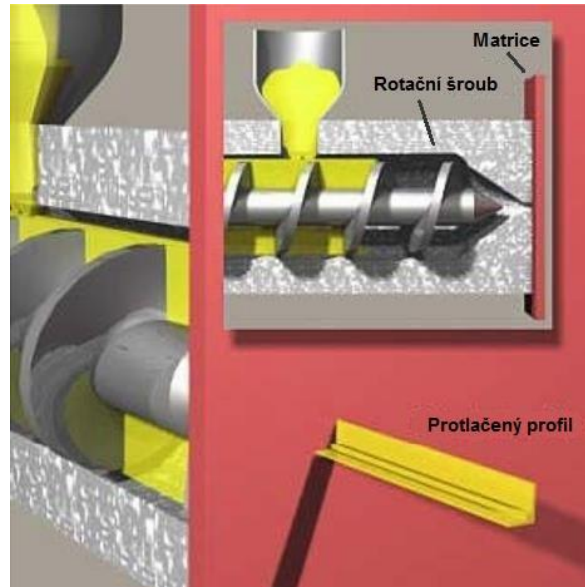
Obr. 20: Schéma lisování práškových materiálů explozí [1]

d) Válcování

Výroba pásů a plechů. Práškový kov se přivádí přímo mezi horizontální, vedle sebe umístěné válce.

e) Protlačování – za studena, za tepla

Výroba profilových polotovarů, trubek a tyčí. Jde o lisování kovového prášku nebo již předlisovaných polotovarů. Na obr. 21, je uvedena jedna z možností protlačování práškového materiálu.



Obr. 21: Schéma zařízení na protlačování práškových materiálů [1]

f) Kování

Lze provádět kování neslinovaného vylisku (tj. kování prášků), nebo vylisku slinovaného.

6.2 Zhutňování bez použití tlaku

a) Volné slinování prášku ve formě

Zásyp kovového prášku do formy, kde zhutnění bude prakticky nulové a bude zde vysoká pórovitost. Proto je nutno počítat s velkým smrštěním. Materiál formy nesmí reagovat s částicemi prášku při teplotě slinování (formy ocelové, grafitové nebo keramické).

b) Vibrační tvarování

Střásáním se rozrušují shluky a zvětšuje se hustota zhutnění.

c) Keramické lití

Tato metoda je rozšířena v keramickém průmyslu. Provádí se litím kaše (břečky) do vysušené pórovité sádrové formy. Keramicky odlité výrobky vykazují rovnoměrnou, ale vysokou pórovitost s nízkou přesností.

Z hlediska teplot se dělí procesy na zhutňování za tepla a za studena.

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

7 Úvod do experimentální části [10]

Aditivní technologie, známé také jako 3D tisk nebo rapid prototyping, je výrobním procesem, při kterém dochází k vytvoření 3D modelu z digitální předlohy (z CAD systémů). Aditivní technologie s použitím kovových prášků je novým a rychle rostoucím průmyslovým odvětvím, protože dokáže vyrobit složité kovové části. Hlavní využití je převážně v těchto průmyslových odvětvích: letecký, automobilový, energetický, zdravotnický průmysl, ale také i ve spotřebitelském. Ukázky, viz obrázky 22, 23, 24 a 25.



Obr. 22 a 23: Kyčelní implantát (slitina titanu) a ciferník hodinek (korozivzdorná ocel) [10]



Obr. 24 a 25: Hydraulický ventil (hliník) a výměník tepla (slitina niklu) [10]

Za největší výhody použití aditivní technologie se považují:

- nízká hmotnost konstrukcí (např. umožněná pomocí konstrukce mřížky)
- úspora materiálu (až 25x nižší spotřeba v porovnání s obráběním)
- větší možnosti při návrhu součástí oproti konvenčním technologiím
- možnost výroby složitých vnitřních kanálků
- krátký výrobní cyklus, aj.

Na druhou stranu, jsou zde také některá omezení:

- velikost součásti
- nevhodné pro hromadnou výrobu
- nesvařitelné kovy nelze zpracovat
- anizotropie ve směru konstrukce a zbytkové vnitřní póry.

Tato část práce je zaměřena na vyhodnocení a porovnání různých práškových směsí mezi sebou, konkrétně čtyř prášků. Tři z nich jsou prášky z karbidu wolframu (WC-Co), čtvrtý je práškem ocelovým.

Práškové směsi jsou zde pojmenovány následovně:

- Prášek č. 1 – Pramet (WC-Co) – tento prášek je určený pro slinování a pro zhutňování za pomoci tlaku, konkrétně izostatickým lisováním za tepla.
- Prášek č. 2 – GTP (WC-Co) – prášek využívaný pro navařování, které se používá pro zvýšení korozní odolnosti podkladového materiálu, otěruvzdornosti, tvrdosti, případně pro opravy porušené konstrukce či dílu.
- Prášek č. 3 – ADIT (WC-Co) – tento prášek z karbidu wolframu je určený pro aditivní technologie Binder Jet.
- Prášek č. 4 – PH1 (ocelový) – používaný prášek pro aditivní technologie SLS. Jeho vlastnosti jsou již přizpůsobeny právě využívání v oblasti aditivních technologií.

8 Příprava metalografických výbrusů

První fází experimentální části byla příprava metalografických výbrusů. Nejdříve byly připraveny všechny čtyři prášky, každý smíchán se zalévací hmotou MultiFast. Jednalo se pouze o malé množství prášku a muselo se dbát na dobré promísení s hmotou, aby samotný prášek byl co nejlépe rozložen v celém objemu. Tato směs byla následně vsypána do lisu Struers – Citopress10 a při teplotě 180°C a tlaku 150 bar se zapékala po dobu 3,5 min, poté 1,5 min chladnula. Po vyjmutí z lisu byl získán vzorek o průměru 30 mm. Postup byl pro všechny čtyři prášky stejný.

Dalším krokem bylo broušení, které se uskutečnilo na metalografické brusce Struers – LaboPol-1. Na tomto přístroji byly všechny čtyři vzorky broušeny současně. Pro výbrus byl použit přednastavený program broušení (viz tab. 1).

Následné leštění bylo provedeno na stejném přístroji, opět s použitím přednastaveného programu pro leštění (viz tab. 1).

	Kotouč	Prostředí	Čas
Broušení	MD-Piano 220	Voda	1 min
	MD-Piano 500	Voda	1,5 min
	MD-Piano 1200	Voda	1,5 min
Leštění	MD-Mol	DiaPro - Mol B 3 μm	5 min
	MD-Plus	DiaPro - Nap B 1 μm	4,5 min
	MD-Chem	OP-U, 0,04 μm	50 s

Tabulka 1: Průběh broušení a leštění vzorků

Po leštění byly vzorky vloženy do ultrazvukové čističky, kde byly ponechány po dobu 2 min. Následně byly vzorky leptány.

Leptání vzorků 1, 2 a 3 se provádělo dle americké normy B657-92. Příprava směsi A - leptadlo složené z:

- 10 g ferrikyanid draselný - $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
- 10 g hydroxid draselný – KOH
- 100 ml destilovaná voda

Směs B: kyselina chlorovodíková – KCl

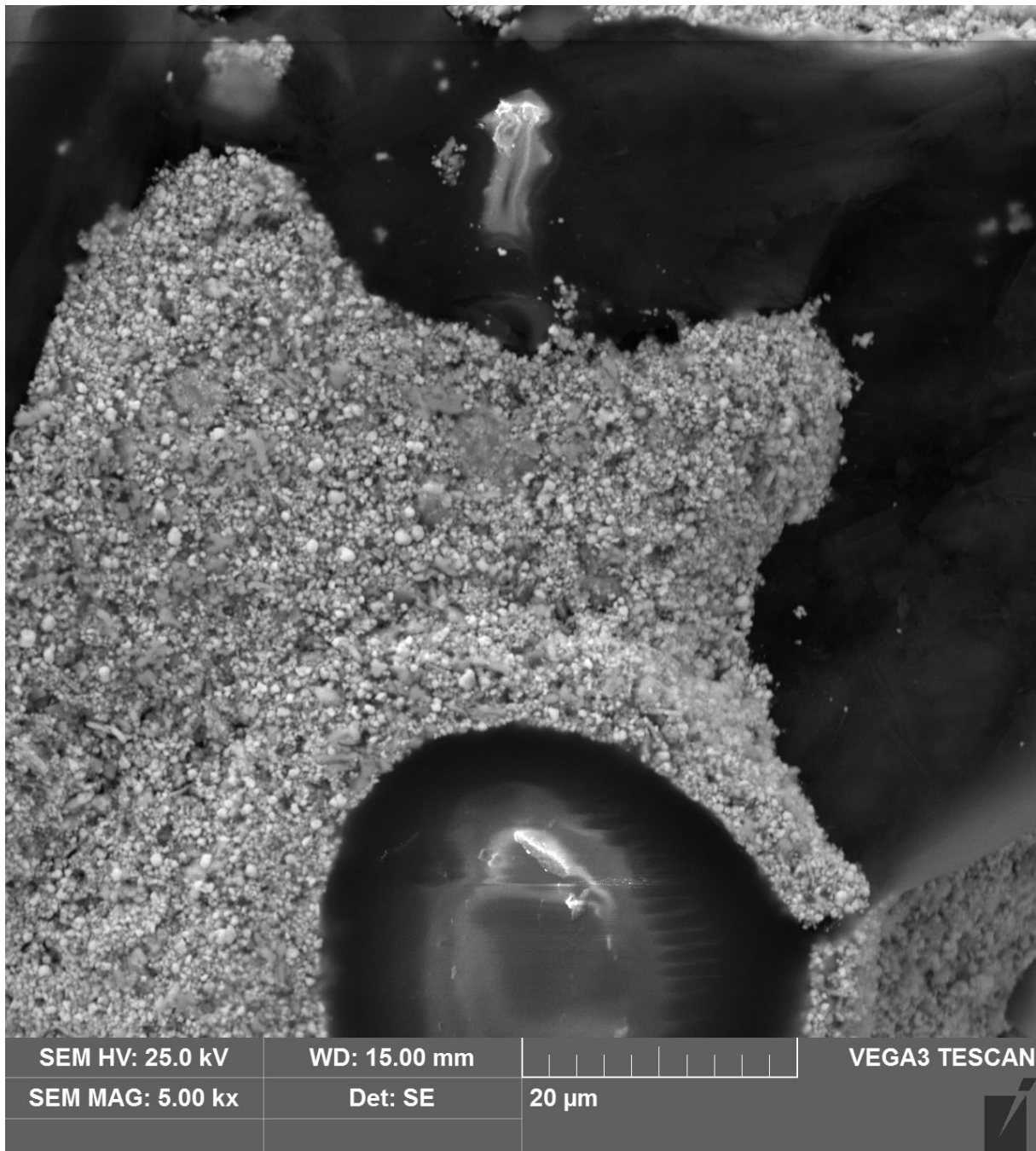
Průběh samotného leptání: vzorek ponořen na 3-4 min do směsi A přibližně při pokojové teplotě, opláchnuto vodou, 10 s ve směsi B, opláchnuto vodou, opláchnuto alkoholem, osušeno, 20 s ve směsi A, opláchnuto vodou, opláchnuto alkoholem, osušeno.

Leptání pro vzorek č. 4 (ocelový prášek): proběhnulo v leptadle NITAL 5% (100 ml $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 5 ml HNO_3) po dobu přibližně 5 s, opláchnuto vodou, alkoholem a osušeno. Po zkoumání pod světelným mikroskopem bylo zjištěno, že se vzorek nenaleptal, proto bylo leptání provedeno znovu v NITAL 5% tentokrát přibližně 10 s. Ani napodruhé vzorek nebyl naleptán, načež bylo zvoleno leptadlo Adler. V tomto leptadle byl vzorek ponechán přibližně 5 s, opláchnout vodou, alkoholem a osušeno a při pozorování světelným mikroskopem se již dalo konstatovat, že vzorek byl naleptán.

9 Hodnocení metalografických výbrusů

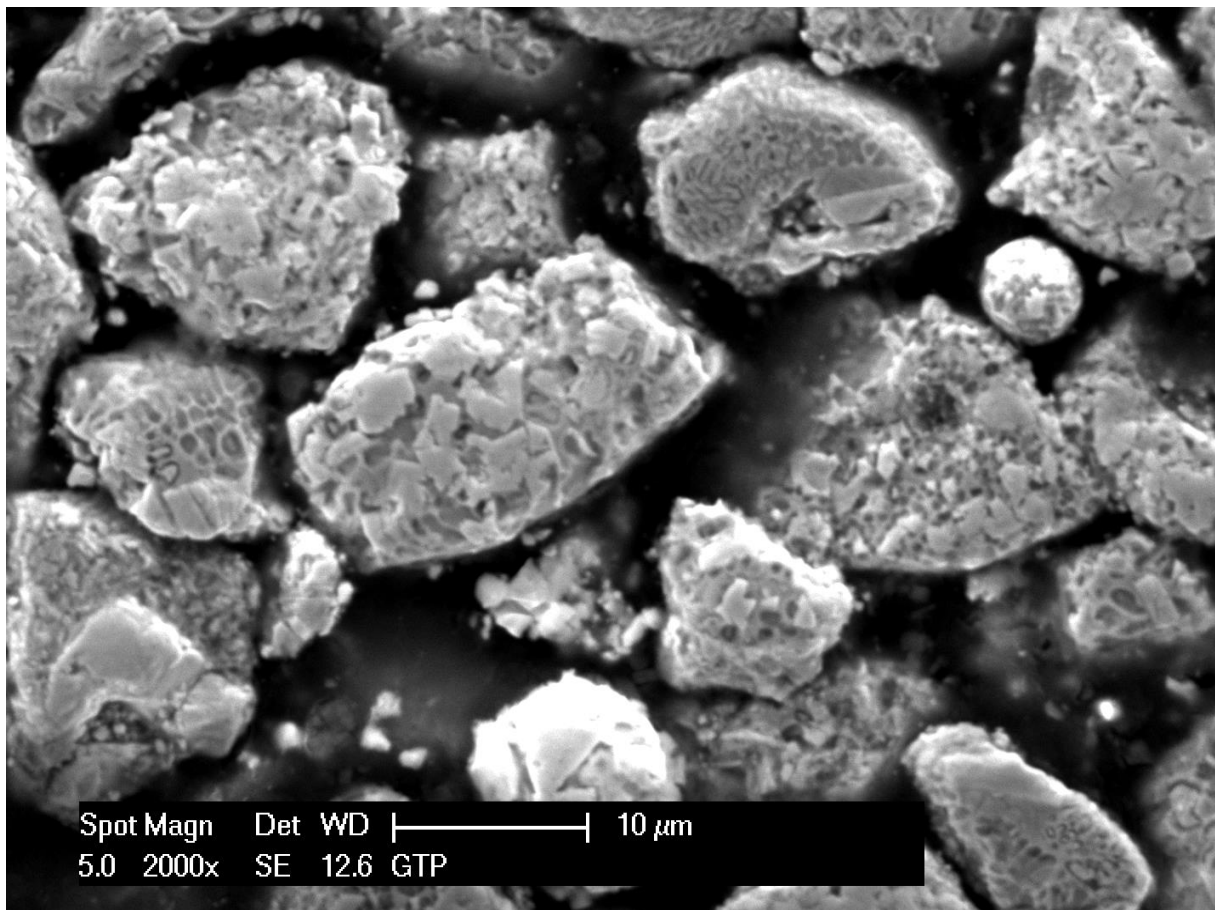
Hodnocení příčných výbrusů vzorků bylo nutné provést pomocí elektronové mikroskopie, protože bylo zapotřebí velkých zvětšení, která by nebyla na světelném mikroskopu možná. Cílem této analýzy bylo stanovení počáteční velikosti zrna karbidu wolframu.

Prášek č. 1 – Pramet: snímek byl proveden při 5000x zvětšení, kde je možné pozorovat částici prášku a její povrch (obr. 26). Na povrchu se nacházejí světlá sférická (kulovitá) zrna v různých velikostech. Tyto světlé objekty jsou karbidická zrna, která jsou pojena kobaltem, který je zde tmavší (šedý) a dle chemického složení by měl být v zastoupení pohybujícím se kolem 12 hm. %.



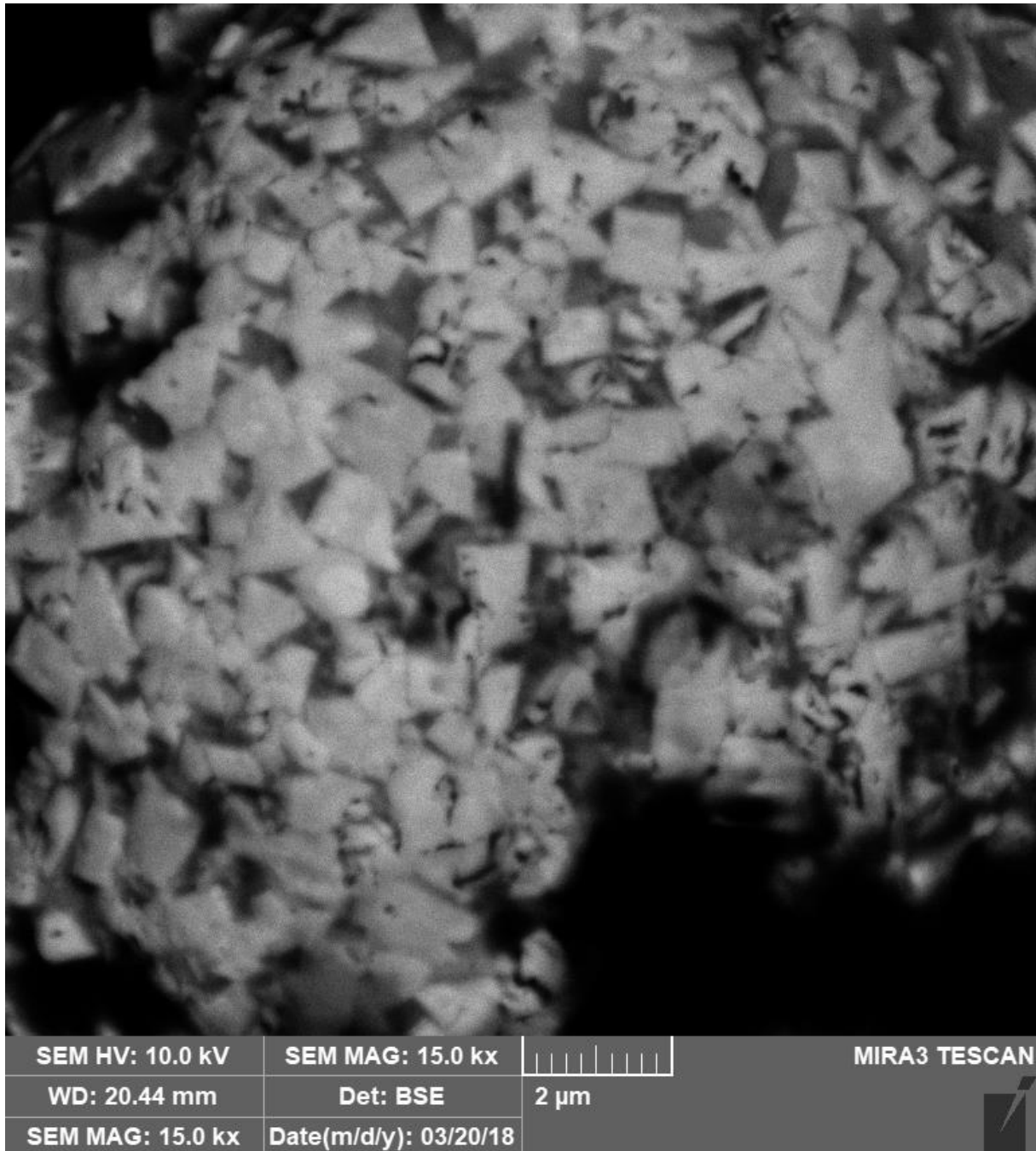
Obr. 26: Prášek č. 1 – Pramet při 5000x zvětšení

Prášek č. 2 – GTP: snímek pořízený při 2000x zvětšení, kde je možné pozorovat více částic. Světlejší vyvýšené větší útvary jsou karbidická zrna, která zde mají velké spektrum velikostí. Pojivo – kobalt lze pozorovat v propadlinách (tmavší), který by měl obsahovat přibližně 12 hm. %. Viz obr. 27.



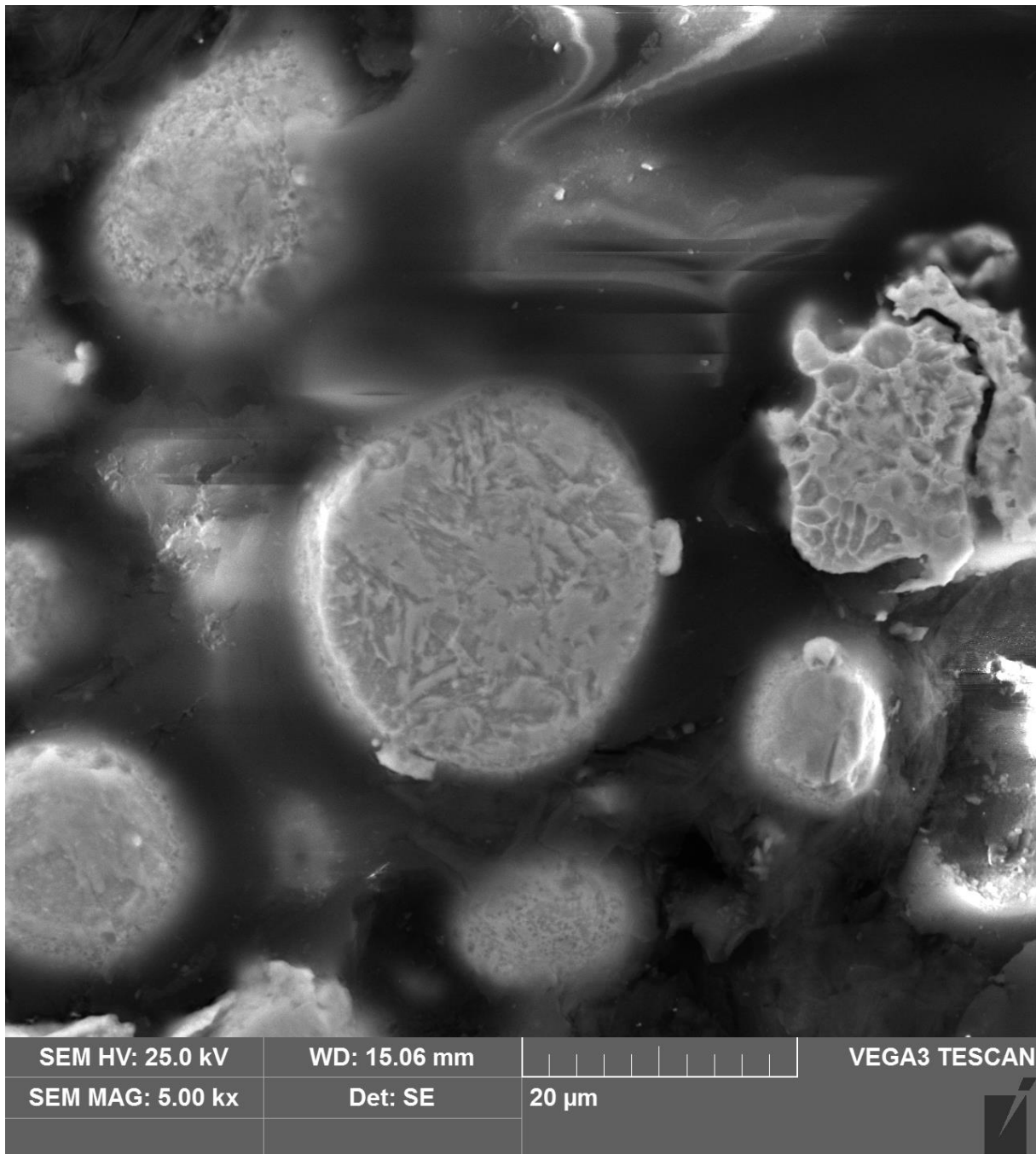
Obr. 27: Prášek č. 2 – GTP při 2000x zvětšení

Prášek č. 3 – ADIT: snímek pořízen při zvětšení 15000x. Na snímku se nachází povrch jedné částice, kde se dají pozorovat karbidická zrna, která jsou světlá místa. Mezi nimi je kobaltové pojivo, které je reprezentováno tmavší barvou a mělo by být v přibližném zastoupení 12 hm. % Co. Viz obr. 28.



Obr. 28: Prášek č. 3 – ADIT při 15000x zvětšení

Prášek č. 4 – PH1: snímek pořízen při 5000x zvětšení. Je zde pozorovatelných více částic a jejich povrchy (obr. 29). Jedná se o jednofázový prášek, který by měl mít dendritická zrna.

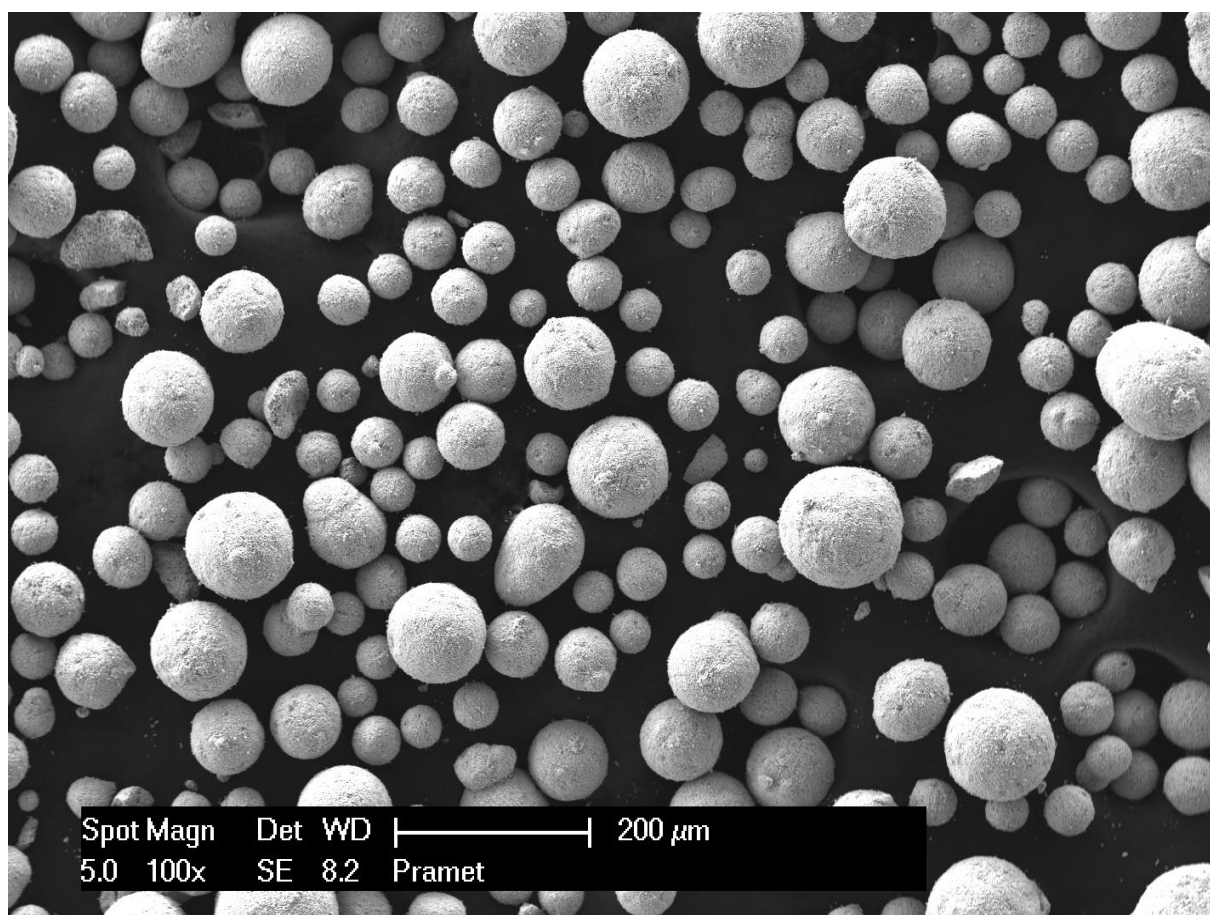


Obr. 29: Prášek č. 4 – PH1 při 5000x zvětšení

Při porovnání karbidických zrn lze říci, že prášek č. 1 – Pramet má jako jediný karbidická zrna sférického (kulovitého) tvaru a prášky č. 2 – GTP a č. 3 – ADIT mají tvar karbidických zrn nepravidelný s ostrými hranami.

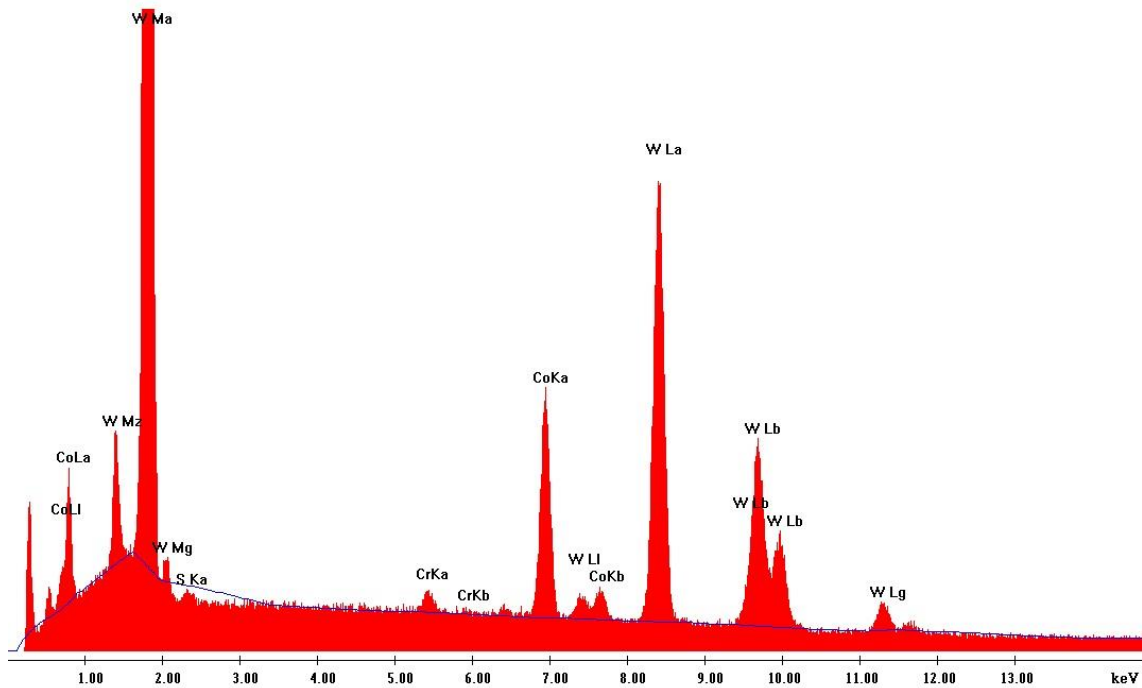
10 Hodnocení základních vlastností práškových směsí

Druhá fáze experimentální části se zaměřuje na pozorování prášků v neleptaném stavu a jejich základní vlastnosti, jako jsou velikost a tvar částic, chemické složení. Příprava vzorků v tomto kroku byla jednodušší, jelikož prášky byly naneseny na oboustrannou lepicí pásku. Opět se jednalo o malé množství prášku naneseného na vzorky. Vzorky byly následovně pozorovány na elektronovém mikroskopu – Philips XL-30 ESEM a byly podrobeny chemické analýze za pomoci programu – Genesis Spectrum. Zároveň u každého vzorku bylo vybráno pět míst (snímků), na kterých byla přeměřena jednotlivá zrna. Snímky z elektronového mikroskopu při 100x zvětšení, kde jsou světle zobrazené částice prášků a černý podklad je oboustranná lepicí páska (obr. 30, 32, 34 a 36).

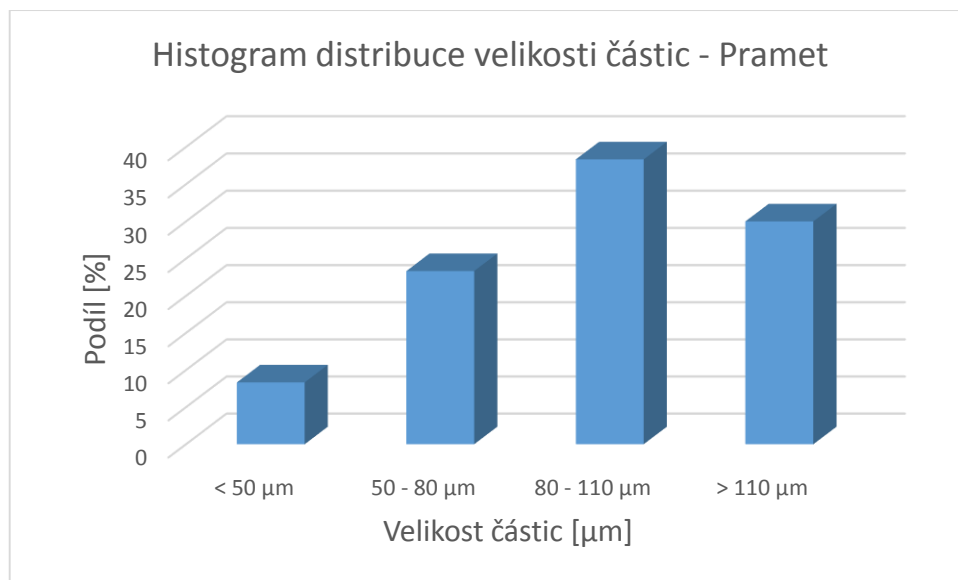


Obr. 30: Vzorek č. 1 – Pramet, 100x zvětšeno

Prášek č. 1 – Pramet (obr. 30) je charakteristický kulovitým (sférickým) tvarem částic. Chemická analýza vyhodnotila takovéto zastoupení prvků: 88 hm. % - W, 11 hm. % - Co a 1 hm. % - Cr (viz obr. 31). Jedná se tedy o wolframový kovový prášek pojený kobaltem. Pro určení distribuce velikosti částic bylo z pěti snímků naměřeno 60 hodnot průměrů částic při 100x zvětšení. Z naměřených hodnot byla vypočítána průměrná velikost částice 95 μm a vytvořen histogram pro tento prášek (graf 1).

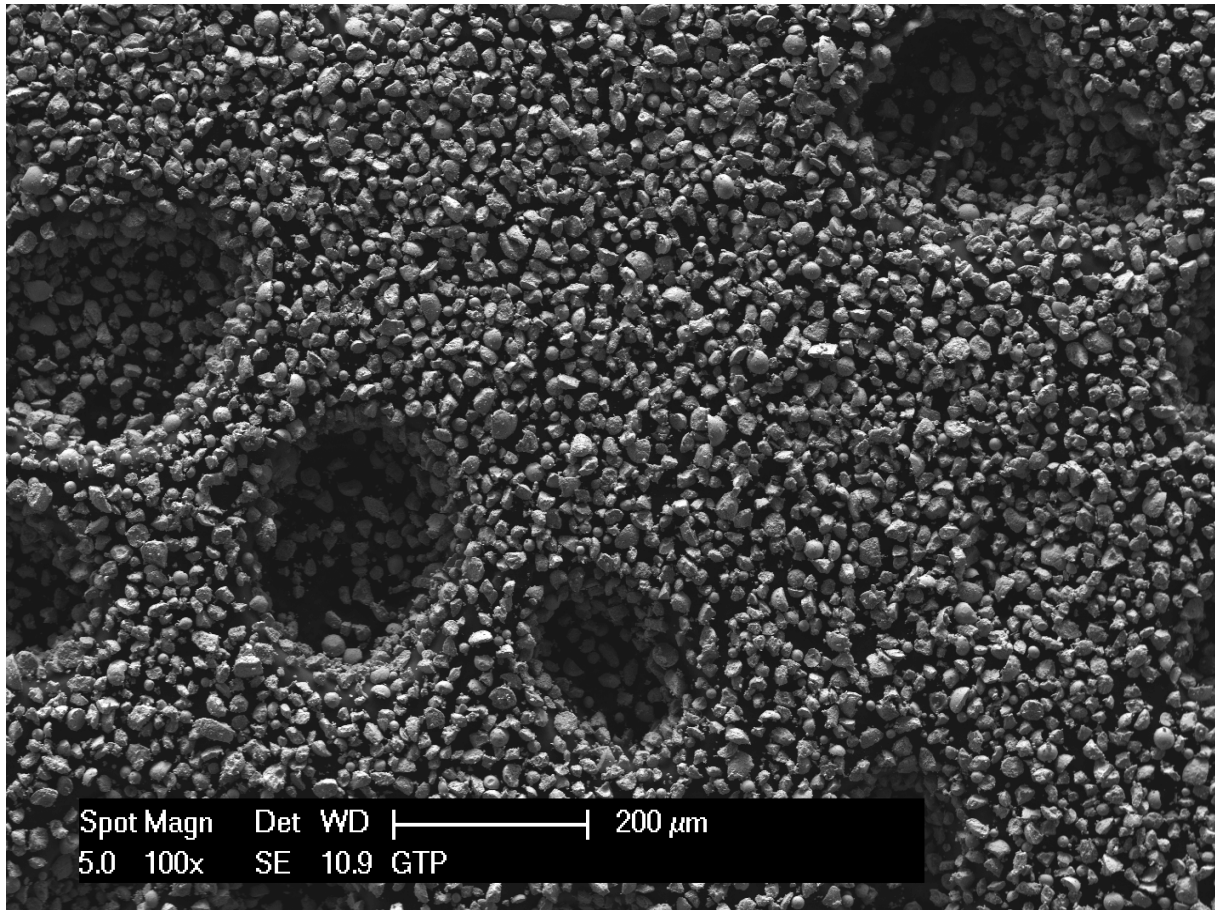


Obr. 31: Chemické složení pro prášek č. 1 – Pramet



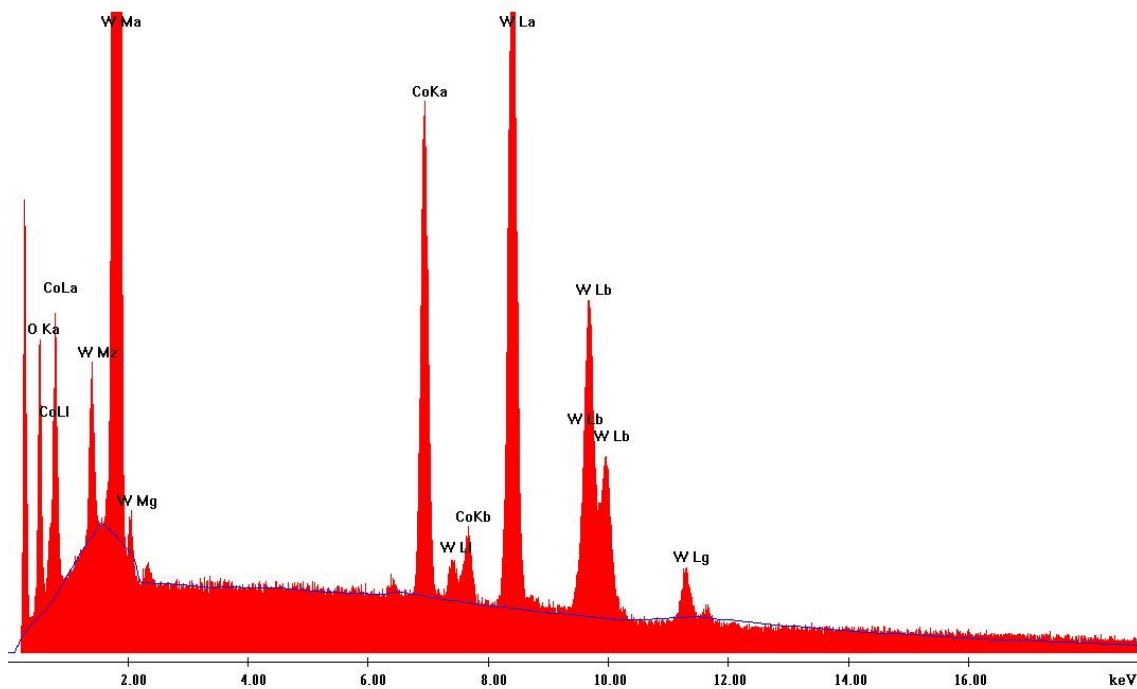
Graf 1: Vzorek č. 1 – Pramet – Histogram distribuce velikosti částic

Jelikož převážná většina částic se nachází v rozsahu velikosti 50 – 500 μm, jedná se o hrubě disperzní kovový prášek s malým podílem (méně než 10%) jemně disperzních částic.

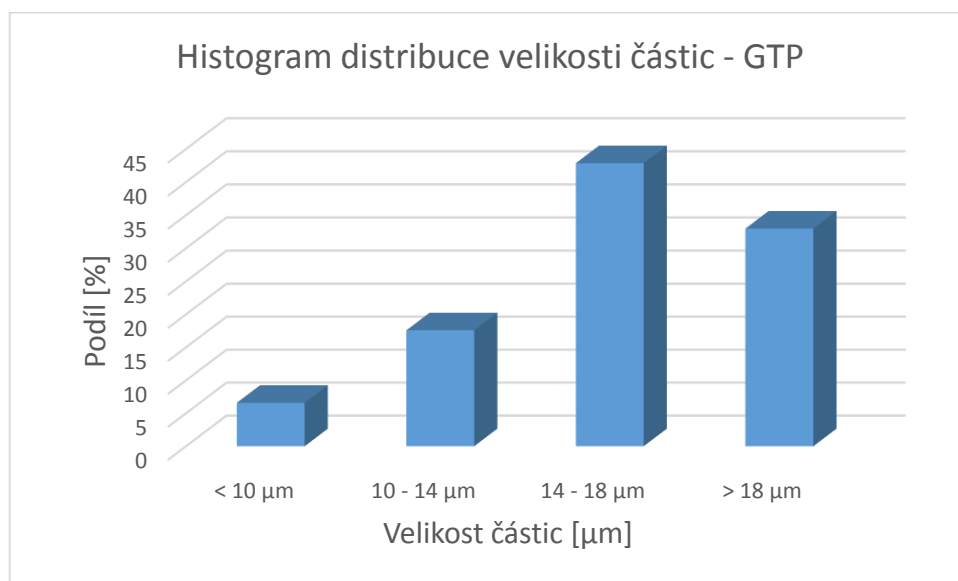


Obr. 32: Vzorek č. 2 – GTP, 100x zvětšeno

Prášek č. 2 (obr. 32) – GTP má nepravidelné částice (granule). Chemickou analýzou bylo zjištěno, že prášek obsahuje 76 hm. % - W, 12 hm. % - Co a 12 hm. % - O (viz obr. 33). Což znamená, že se jedná o prášek z karbidu wolframu pojený kobaltem s určitým množstvím kyslíku, který může zhoršovat materiálové vlastnosti. Distribuce velikosti částic byla opět určována z pěti snímků, tentokrát z naměřených 91 hodnot délek. Průměrná velikost částic: 16 μm , histogram pro GTP (graf 2).

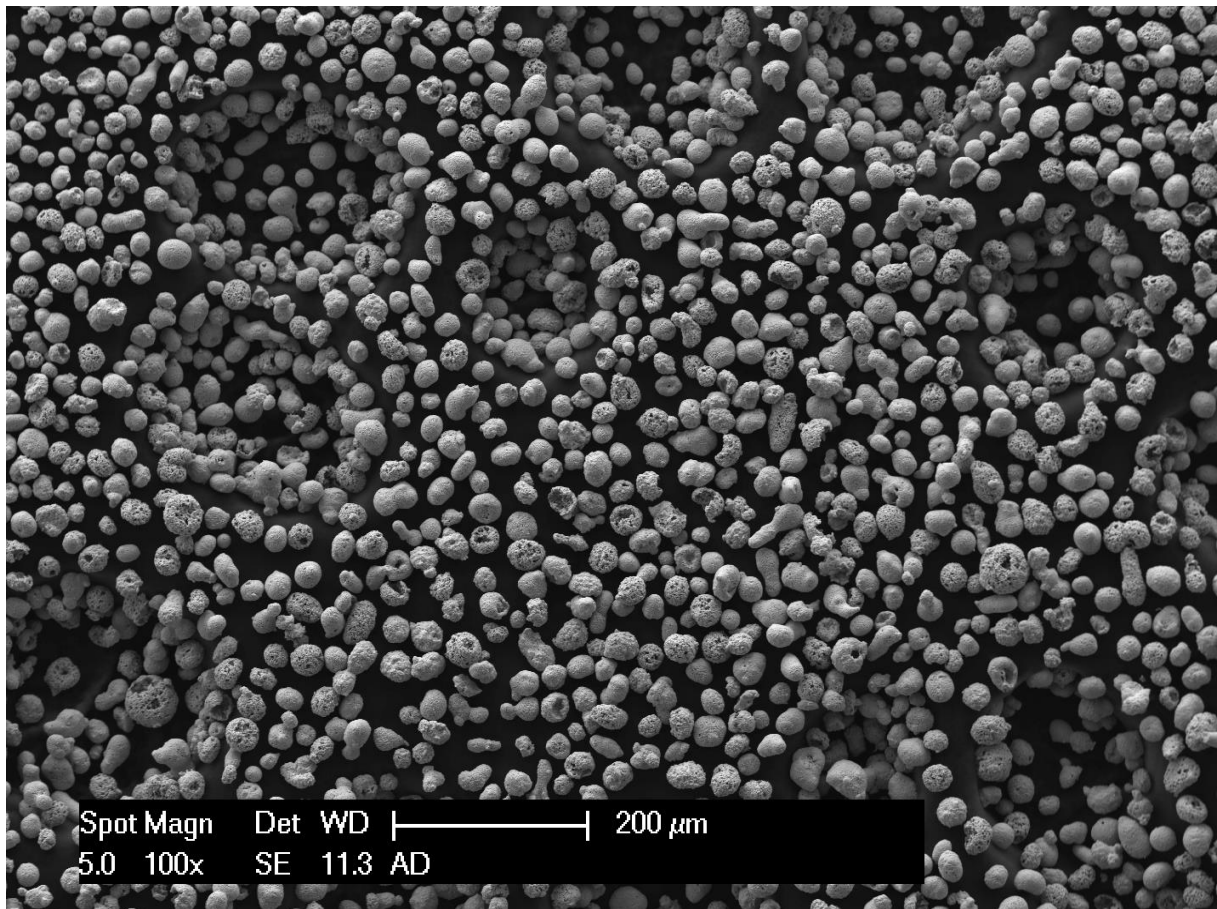


Obr. 33: Chemická analýza pro prášek č. 2 – GTP



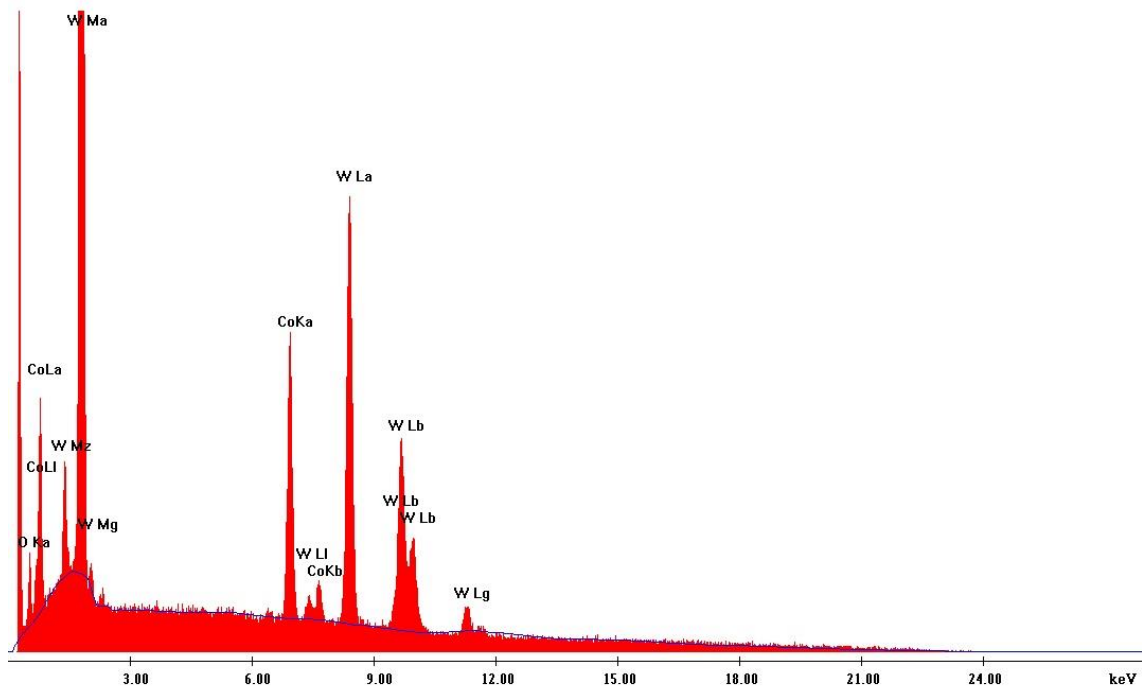
Graf 2: Vzorek č. 2 – GTP – Histogram distribuce velikosti částic

Veškeré částice se nacházejí v rozsahu 5 – 50 μm, tudíž jde o jemně disperzní kovový prášek.

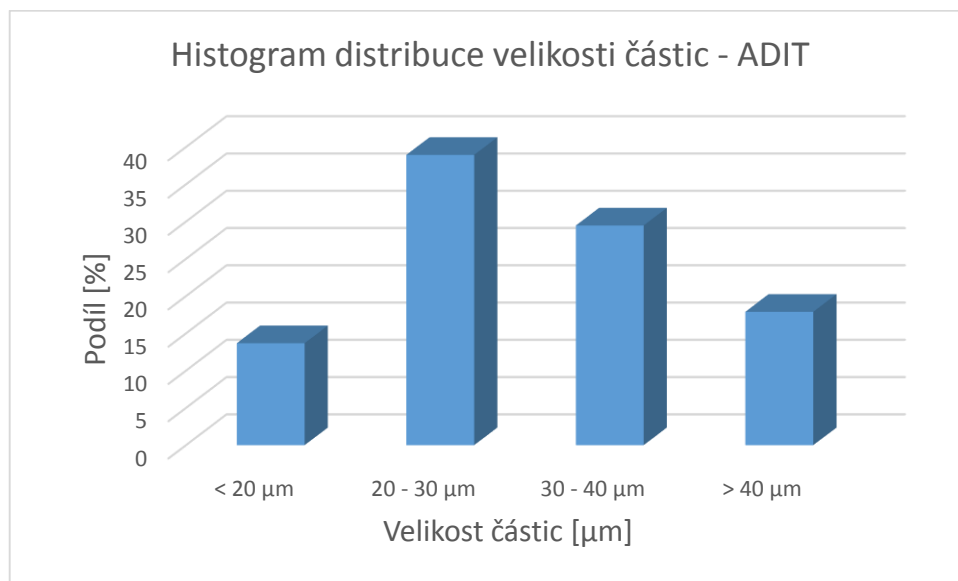


Obr. 34: Vzorek č. 3 – ADIT, 100x zvětšeno

Prášek č. 3 (obr. 34) – ADIT má většinu částic kulovitěho (sférického) tvaru, některé však tvaru kapkovitého, což znamená, že byl pravděpodobně vyroben rozstříkáním taveniny (atomizací). Povrch částic je pórovitý. Chemickou analýzou byl zjištěn obsah prvků v poměru: 81 hm. % - W, 13 hm. % - Co a 6 hm. % - O (viz obr. 35). Opět se tedy jedná o wolframový kovový prášek pojený kobaltem, tentokrát s nižším podílem kyslíku, než u předchozího prášku. Pro vyhodnocení distribuce bylo použito 5 snímků, naměřených hodnot průměrů částic bylo 95. Průměrná velikost částice byla vypočítána na 30 μm. Histogram je zobrazen na grafu 3.

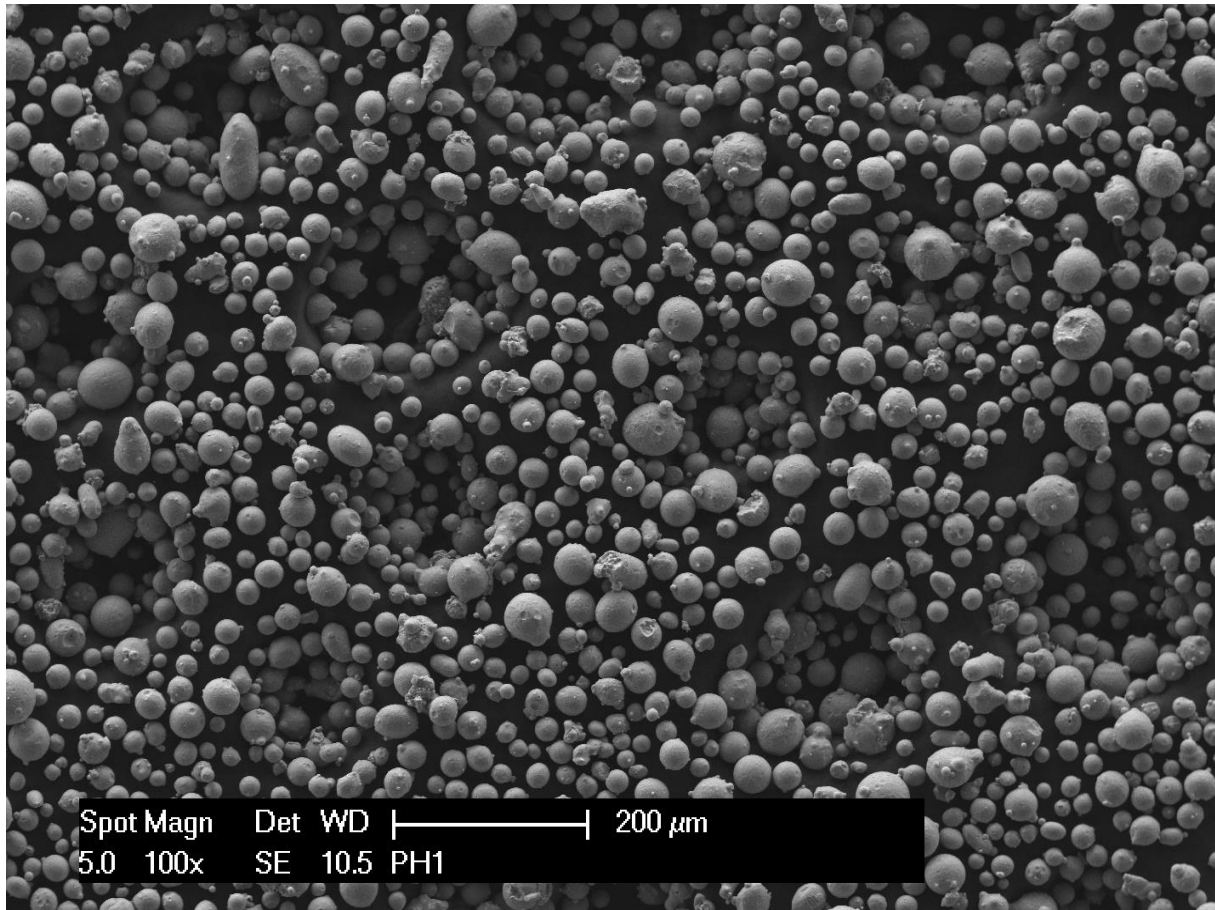


Obr. 35: Chemická analýza pro prášek č. 3 – ADIT



Graf 3: Vzorek č. 3 – ADIT – Histogram distribuce velikosti částic

V tomto případě se jedná převážně o jemně disperzní kovový prášek (rozsah 5 – 50 μm), jen malá část částic přesahuje hodnotu větší než 50 μm, proto by se dala tato část označit jako hrubě disperzní.



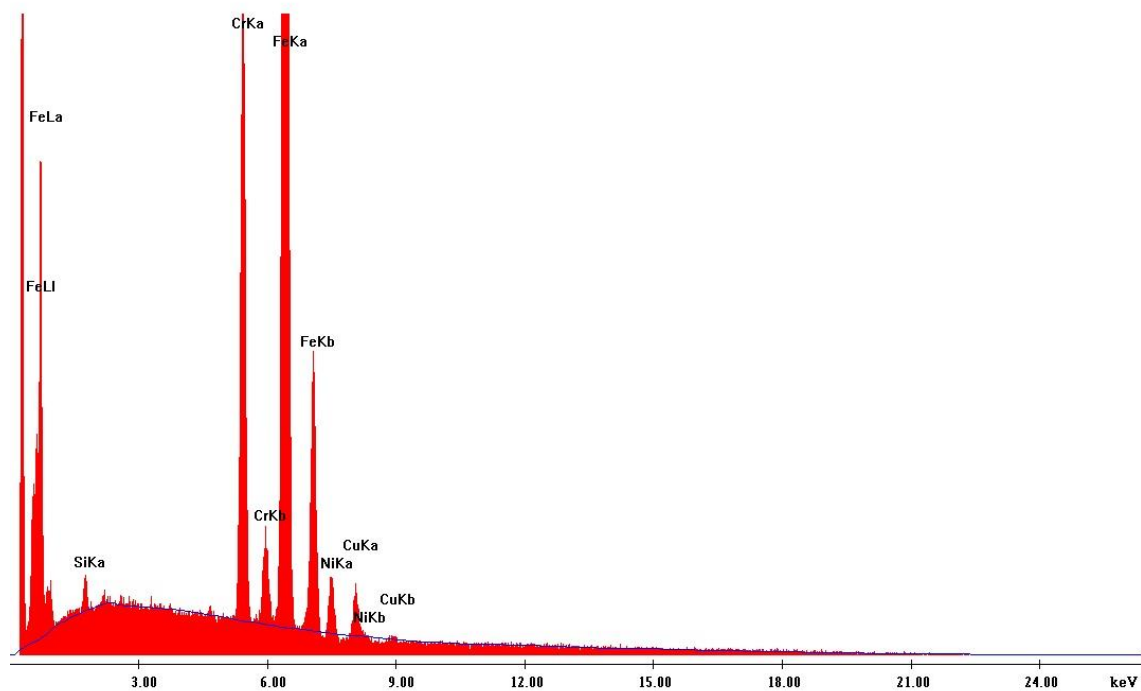
Obr. 36: Vzorek č. 4 – PH1, 100x zvětšeno

Prášek č. 4 – PH1 (obr. 36) je charakteristický částicemi kulovitěho (sférického) tvaru, některé však mají tvar kapkovitý (protáhlé – elipsoidní). Chemickou analýzou byly nalezeny prvky v tomto zastoupení: 77 hm. % - Fe, 16 hm. % - Cr, 3 hm. % - Ni, 3 hm. % - Cu a 1 hm. % - Si (viz obr. 37). Pro určení distribuce rozložení částic bylo použito 5 snímků, ze kterých bylo naměřeno 92 průměrů částic (histogram viz graf 4). Průměrná velikost částice je 30 μm .

Tento ocelový prášek PH1 zde slouží jako etalon pro určení ideálních vlastností, resp. vybrání ideálního kovového prášku na bázi karbidu wolframu. Právě proto, že prášek č. 4 – PH1 je používán a optimalizován pro aditivní technologie typu SLS/SLM.

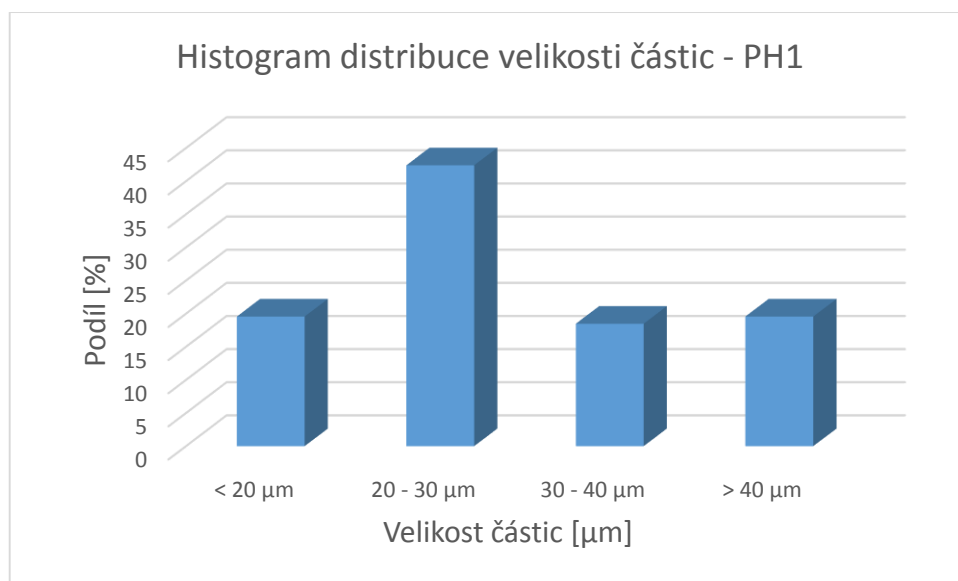
Popis ocelového prášku PH1 [11]

Jedná se o předlegovanou korozivzdornou ocel v jemném prášku. Chemické složení odpovídá materiálu dle normy DIN 1.4540 a UNS S15500. Tento druh oceli se vyznačuje dobrou odolností vůči korozi a výbornými mechanickými vlastnostmi. Tento typ oceli je velmi využíván ve zdravotnických, leteckých a jiných technických aplikacích, které vyžadují vysokou tvrdost, pevnost a odolnost proti korozi. Součásti vyrobené z ocelového prášku PH1 mohou být dále obráběny, svařovány, broušeny, leštěny i protahovány. Nevyužitý prášek lze znova použít.



Obr.

Obr. 37: Chemická analýza pro prášek č. 4 – PH1



Graf 4: Vzorek č. 4 – PH1 – Histogram distribuce velikosti částic

Dle grafu 4 - distribuce velikosti částic se dá určit, že se jedná o prášek převážně jemně disperzní v rozsahu velikostí částic 5-50 μm . Některé částice mohou přesahovat hranici 50 μm , v tom případě by se hovořilo o částicích hrubě disperzních 50-500 μm .

11 Hodnocení technologických vlastností prášků

Třetí fáze experimentálního programu byla zaměřena na technologické vlastnosti prášků. V rámci této části práce byla u jednotlivých prášků stanovena jejich tekutost, sypaná hustota a setřepná hmotnost.

11.1 Stanovení tekutosti

Patří mezi nejdůležitější vlastnosti kovových prášků, proto je nutné je co nejpřesněji definovat:

Stanovení tekutosti bylo provedeno za použití skleněného trychtýře o vrcholovém úhlu 60° s výstupním otvorem o průměru 5 mm a odměrného válce (100 ml).

Nejprve bylo odváženo množství prášku 200g na váze a vsypáno do zatím zavřeného trychtýře. Pod trychtýřem byl připraven odměrný válec, který byl následně využit i pro stanovení sypané hustoty a setřepné hmotnosti. Při otevření výstupního otvoru trychtýře byly spuštěny stopky a vypnuty při úplném vysypání trychtýře do odměrného válce. Měření tekutosti proběhlo pro každý prášek třikrát (a, b, c), aby byla minimalizována chyba měření. Výsledné hodnoty měření viz tab. 2.

m = 200 g		1 - Pramet	2 - GTP	3 - ADIT	4 - PH1
Čas [s]	a)	7,7	2,55	2,5	3,6
	b)	7,5	2,7	2,6	3,8
	c)	7,4	2,85	2,4	3,8
	Průměr	7,53	2,70	2,50	3,73

Tabulka 2: Stanovení tekutosti - Hodnoty měření pro všechny prášky

Dle průměrných hodnot času vytečení prášku do odměrného válce (tab. 2) má nejlepší tekutost prášek č. 3 – ADIT, následuje prášek č. 2 – GTP, prášek č. 4 – PH1 a prášek č. 1 – Pramet. Ovšem při měření prášků č. 2 – GTP a č. 4 – PH1 došlo k „zaseknutí se“ (netečení) prášku v trychtýři, proto čas nebyl zaznamenán a měření muselo proběhnout znovu. U prášku č. 2 – GTP, který má nepravidelný tvar částic se tento jev dá předpokládat a navíc je podpořen faktem, že průměrná velikost zrna byla 16 μm. Proto mohl být ovlivněn i Van der Waalsovými silami. Naopak u prášku č. 4 – PH1, který má sférický (kulovitý) tvar částic, řekněme ideální pro tekutost, bylo netečení zapříčiněno pravděpodobně velkým obsahem částic menších než 20 μm. Jelikož prášek má průměrnou velikost částice 30 μm, ale stejnou hodnotou disponuje prášek č. 3 – ADIT, který s tekutostí neměl problém. Proto rozhodující roli hraje právě rozdíl v částicích menších než 20 μm (viz grafy 3 a 4), který je právě u prášku č. 4 – PH1 vyšší přibližně o 7%.

Na základě těchto poznatků se dá konstatovat, že prášek č. 3 – ADIT disponuje nejlepší tekutostí, navzdory tomu, že jeho sférické (kulovité) částice mají pórovitý povrch, který tuto vlastnost může lehce zhoršovat. Ačkoliv prášek č. 1 – Pramet vyšel v této zkoušce nejhůře, jeho tekutost vztážená k objemu je také dobrá (ve srovnání s ostatními prášky zabírala hmotnost 200 g mnohem větší objem), protože jeho sférické (kulovité) částice jsou oproti ostatním práškům znatelně větší a u větších částic je lepší tekutost.

11.2 Stanovení sypné hustoty a setřepné hmotnosti

Sypná hustota byla vypočtena na základě vsypaných 200 g prášku do odměrného válce. Odečtena hodnota výšky v ml, kam daný prášek dosahoval a následně přepočtena na mm. Odměrný válec o průměru 28 mm. Pro každý prášek byl vypočten objem, který zaujímá a následně byla doložena hustota prášku, viz tab. 3.

Sypná hustota				
	1 - Pramet	2 - GTP	3 - ADIT	4 - PH1
h (ml)	64	27	33	47
h (mm)	105,6	44,55	54,45	77,55
V (mm ³)	65023,43	27431,76	33527,71	47751,58
V (cm ³)	65,02	27,43	33,53	47,75
ρ (g/cm ³)	3,08	7,29	5,97	4,19

Tabulka 3: Objem a sypná hustota prášků v odměrném válci

Z těchto výsledků objemu a sypné hustoty je zřejmé, že souvisí s distribucí velikosti částic. Prášek č. 1 – Pramet: nejvyšší průměrná velikost zrna 95 μm, proto také nejvyšší zaujímaný objem a nejnižší sypná hustota v porovnání s ostatními prášky. U prášku č. 2 – GTP je opačná situace, nejnižší průměrná velikost částic 16 μm, nejnižší objem a nejvyšší sypná hustota. U prášků č. 3 – ADIT a č. 4 – PH1 nestačí pouze porovnávat průměrnou velikost částic, jelikož u obou prášků byla 30 μm, ale je nutné porovnat konkrétní histogramy distribuce velikosti částic (grafy 3 a 4).

Setřepná hmotnost

Po odměření dosahovaných výšek pro určení sypné hustoty, byly odměrné válce umístěny do laboratorního přístroje pro setřásání – Elpan Laboratory Shaker Type 358S. Byly nastaveny hodnoty 250 cyklů/min při amplitudě 2, setřásáno po dobu 30 minut. Po uplynulé době byly opět odměřeny výšky, do kterých dosahoval prášek v ml. Následující výpočet proběhnul jako u určení sypné hustoty, viz tab. 4.

Po setřesení - setřepná hmotnost				
h (ml)	59	25	27	43
h (mm)	97,35	41,25	44,55	70,95
V (mm ³)	59943,47	25399,78	27431,76	43687,62
V (cm ³)	59,94	25,40	27,43	43,69
ρ (g/cm ³)	3,34	7,87	7,29	4,58

Tabulka 4: Objem a setřepná hmotnost (hustota) v odměrném válci

U všech prášků došlo ke snížení objemu, respektive zvýšení hustoty. V tab. 5 lze vidět, že rozdíly hustot byly rozdílné. U prášku č. 1 – Pramet s největšími částicemi došlo k nejmenšímu setřesení. Naopak k největším změnám hustoty došlo u prášků č. 3 – ADIT a č. 2 – GTP. U prášku č. 3 – ADIT výrazněji, jelikož to umožnil jeho sférický (kulovitý) tvar částic, kdežto u prášku č. 2 – GTP nepravidelné částice (granule) větší setřesení neumožnily.

	1 - Pramet	2 - GTP	3 - ADIT	4 - PH1
$\Delta\rho$ (g/cm ³)	0,26	0,58	1,33	0,39

Tabulka 5: Rozdíl hustot prášků

12 Rozplavovací zkouška

Cílem této zkoušky bylo odstranění jemných částic prášku. Tento krok je důležitý z toho důvodu, že je plánována aplikace těchto směsí pro aditivní výrobu na tiskárně typu SLM. U této tiskárny mohou částice menší než 10 μm způsobit jednak poškození vývěvy tiskárny, ale i ovlivnit sypanou hustotu prášku. Jejich vysoký podíl vede k nerovnoměrnému nanášení vrstvy a tak dochází k zvyšování poréznosti výrobku, což je nežádoucí děj. Různá rozplavovací média byla zvolena z toho důvodu, aby se zjistilo, jaké médium je vhodné pro sedimentaci hrubých částic a rozplavení jemných částic prášku.

Podmínky zkoušky byly opět pro všechny čtyři prášky stejné. Bylo odměřeno 10g prášku a 25 ml rozplavovacího média v odměrném válci (25 ml). Prášek byl vsypán do odměrného válce s rozplavovacím médiem, kde postupně sedimentoval. Po časových intervalech 2, 4 a 8 minut byl ze „směsi“ odebrán pomocí pipety vzorek, který byl umístěn na oboustrannou lepicí pásku. Na pásce bylo nutné, aby směs zaschnula a dále mohla být pozorována pod elektronovým mikroskopem. Při odebírání směsi z odměrného válce bylo nutné dbát na to, aby se vždy odebíralo přibližně ze stejné výšky. Při odběru mohlo dojít k tomu, že na hladině rozplavovacího média zůstal prášek, který v době průniku pipety hladinou mohl ovlivnit odebíraný vzorek.

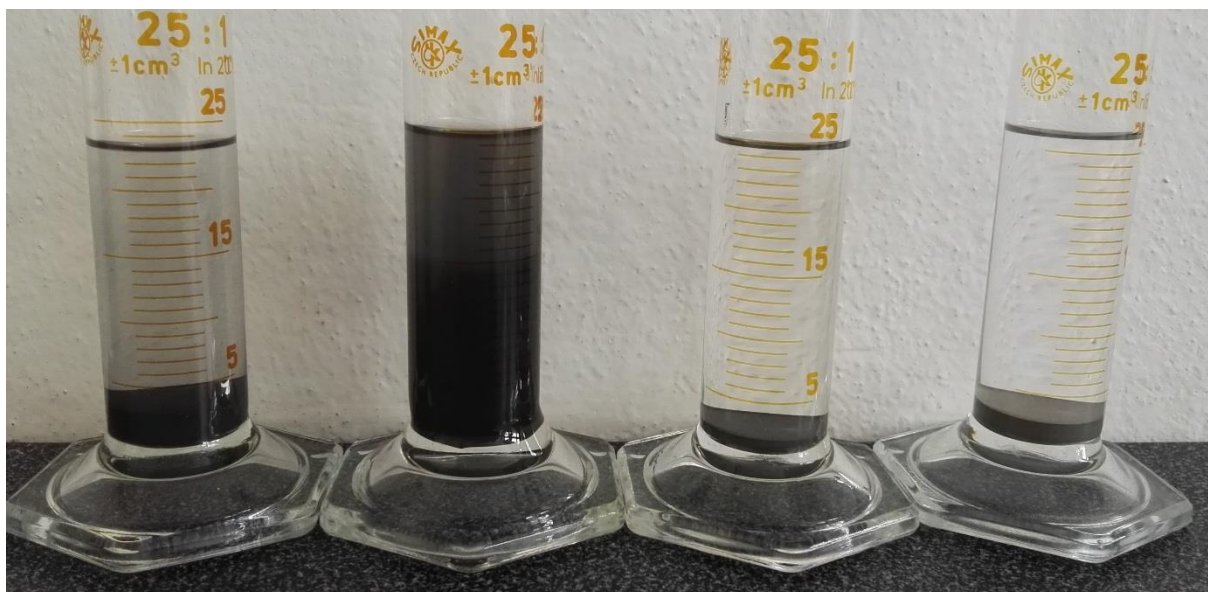
Byla použita tato rozplavovací média:

- 1.) Voda
- 2.) Ethanol denaturovaný
- 3.) Isopropylalkohol

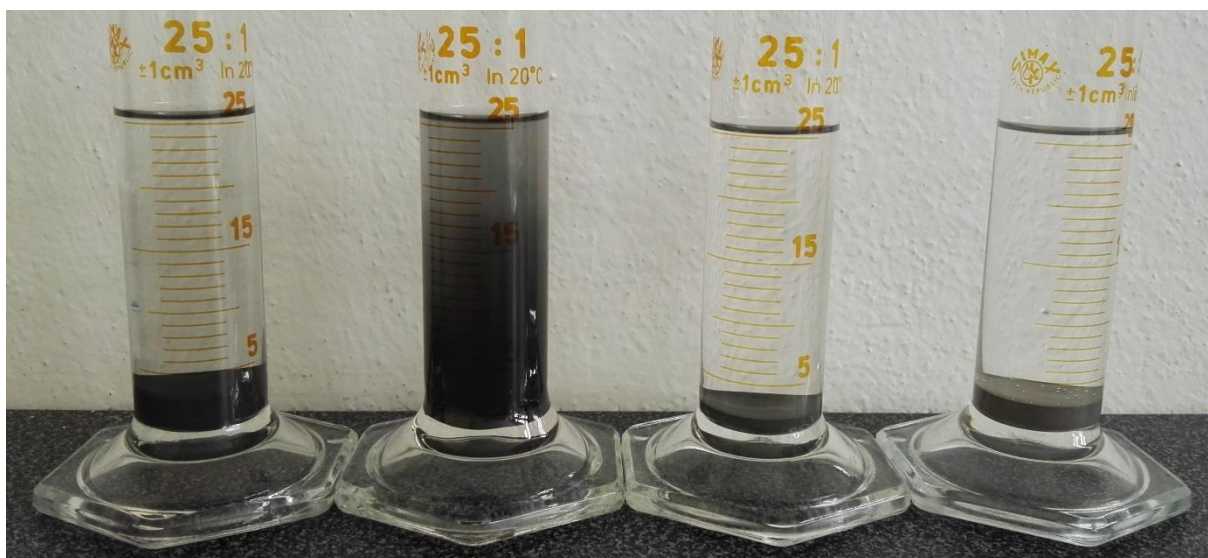
Chování prášků po přibližně 10 minutách v rozplavovacích médiích viz obr. 38, 39 a 40.



Obr. 38: Voda – zleva prášek č.: 1 – Pramet, 2 – GTP, 3 – ADIT a 4 – PH1



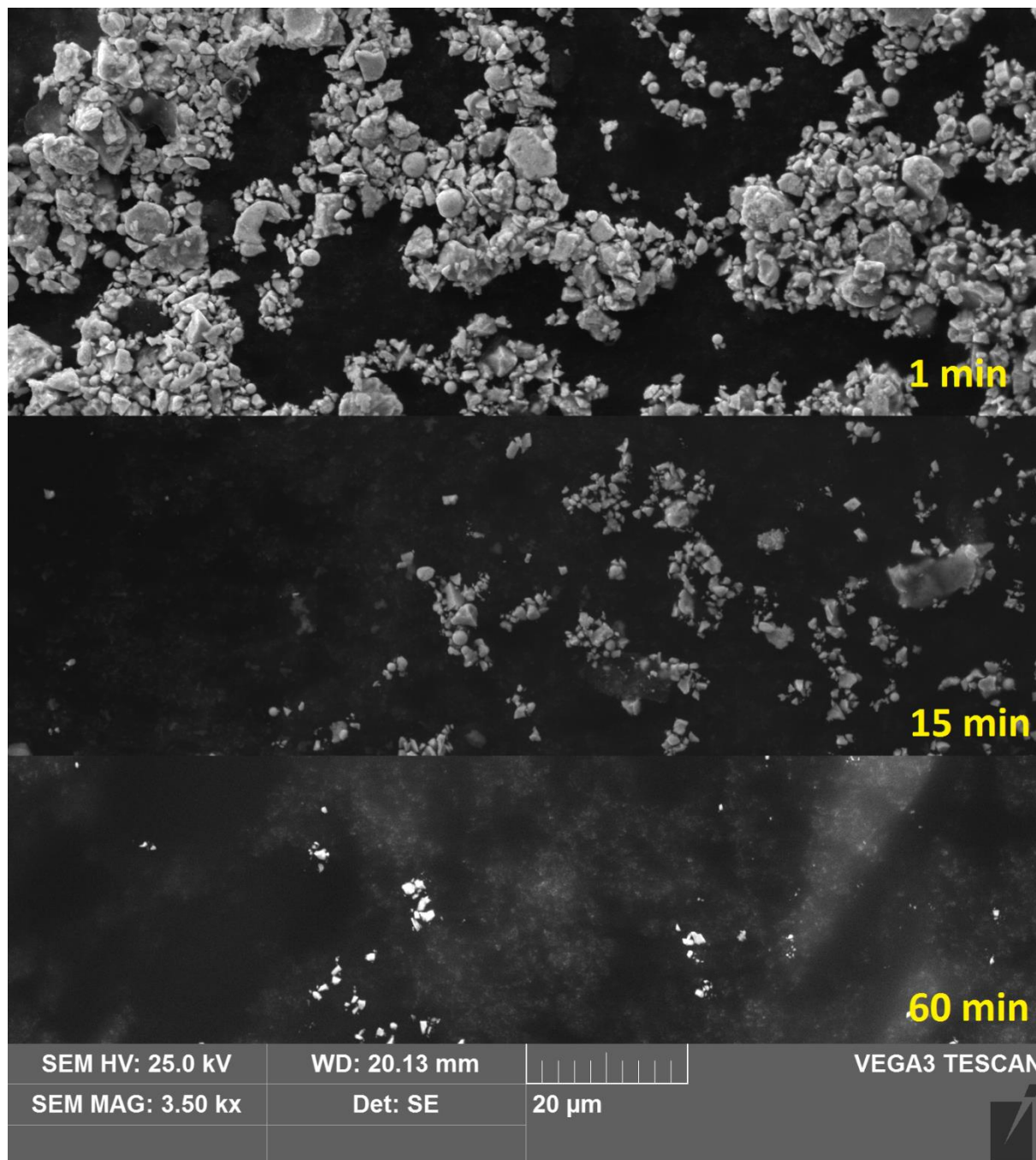
Obr. 39: Ethanol denaturovaný – zleva prášek č.: 1 – Pramet, 2 – GTP, 3 – ADIT a 4 – PH1



Obr. 40: Isopropylalkohol – zleva prášek č.: 1 – Pramet, 2 – GTP, 3 – ADIT a 4 – PH1

Sedimentace prášků probíhala ve všech rozplavovacích médiích. Povrchy prášků nebyly rozplavovacím médiem nijak ovlivněny. U prášku č. 2 – GTP byla sedimentační rychlost nejnižší a rozdíl mezi odebíranými vzorky po 2, 4 a 8 minutách byl minimální. U zbylých třech prášků byla naopak sedimentační rychlost tak vysoká, že se taktéž vzorky odebrané v časech téměř nelišily. To bylo zapříčiněno velikostí částic a podpořeno faktem, že tyto prášky neobsahovaly částice menší než 10 μm .

Z toho důvodu byla znovu provedena rozplavovací zkouška pouze pro prášek č. 2 – GTP a bylo zvoleno další rozplavovací médium – tentokrát aceton. Časy odebrání vzorků byly 1, 15 a 60 minut, rozdílné zastoupení sedimentujících částic viz obr. 41.



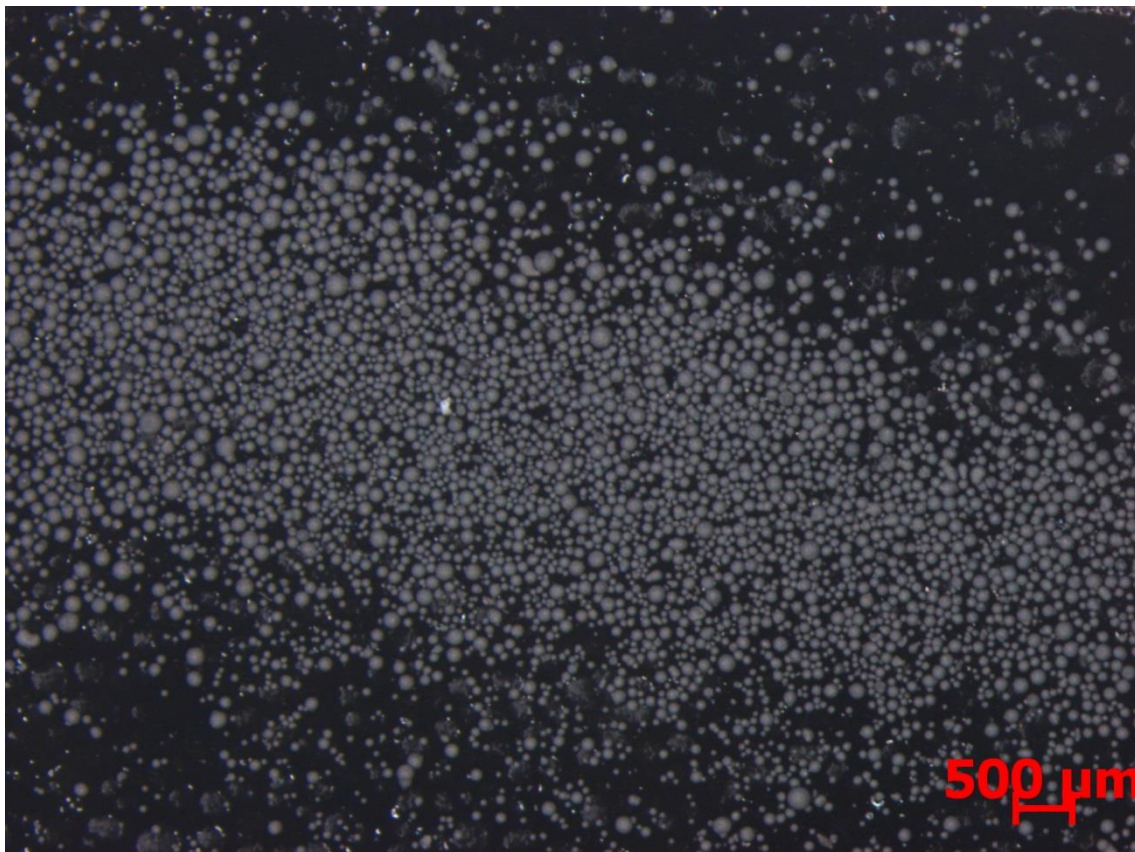
Obr. 41: Průběh sedimentace prášku č. 2 – GTP v acetonu, 3500x zvětšeno

Na obr. 41 se dá pozorovat, jak s rostoucím časem klesala velikost sedimentujících částic a jejich počet klesal. Ani aceton neovlivnil povrch prášku. Snímky byly pořízeny na elektronovém mikroskopu při 3500x zvětšení. Pro sedimentaci tohoto prášku byly vyhodnoceny jako vhodná rozplavovací média isopropylalkohol a aceton.

13 Vlastnosti prášků při rozsypu

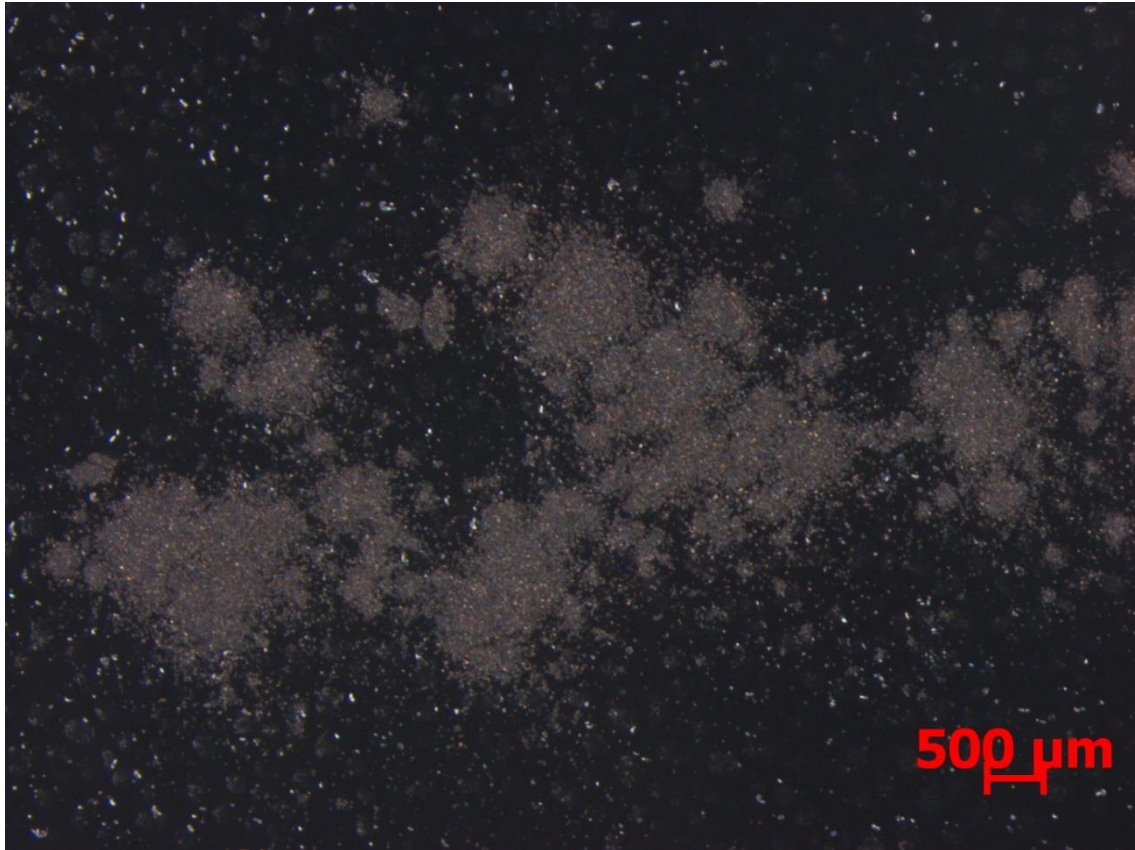
Poslední část experimentálního programu je zaměřena na pozorování chování prášků při jeho sypání z otvoru. Cílem této zkoušky bylo napodobit tvorbu vrstvy prášku při pohybu recouтеру po pracovní desce aditivního zařízení SLM.

Zkouška byla provedena na zařízení, které vykonávalo rovnoměrný přímočarý pohyb, nad kterým byl umístěn ve výšce 20 mm vzorek se čtvercovým výchozím otvorem o délce strany 1 mm. Výchozí frekvence nastavená na zařízení pro tuto zkoušku měla hodnotu 0,5 Hz. Prášek dopadal na připravené sklíčko s oboustrannou lepicí páskou, aby se při následné manipulaci zachoval charakteristický rozsyp pro každý prášek. Následně byly pořízeny snímky na světelném mikroskopu při 10x zvětšení.



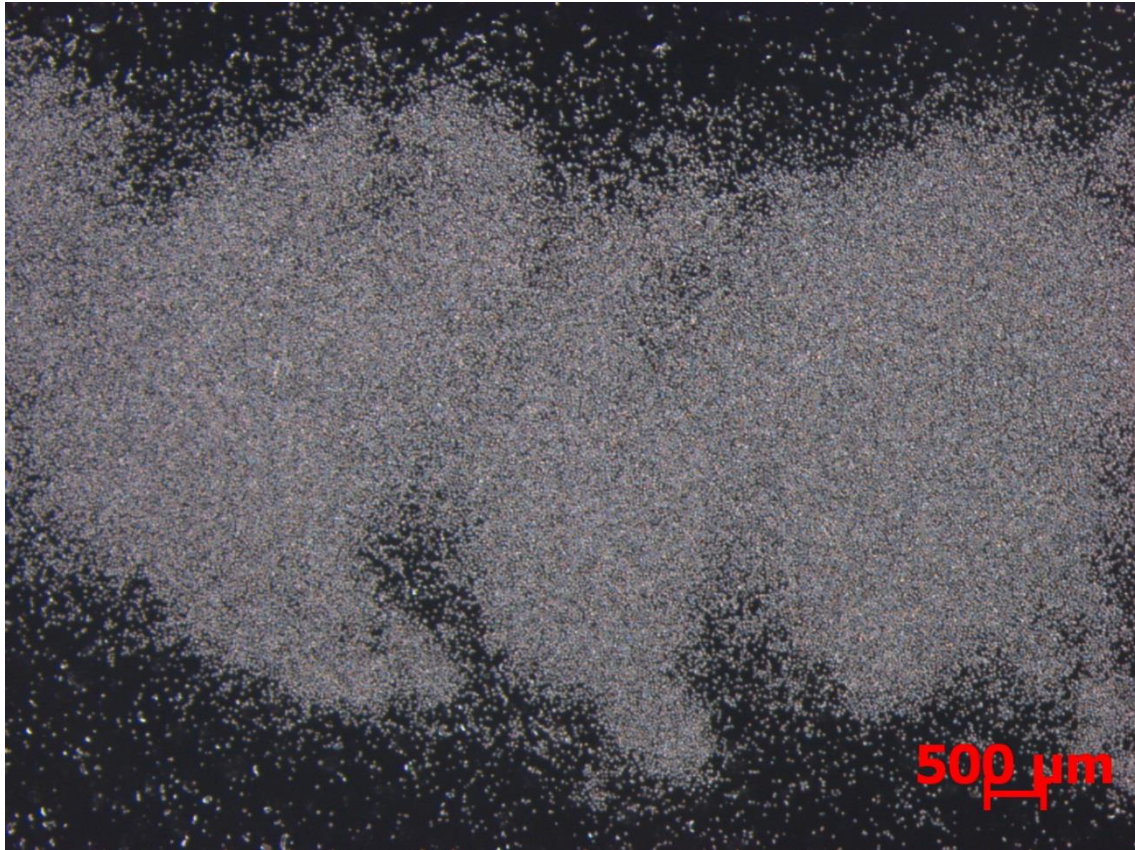
Obr. 42: Prášek č. 1 - Pramet, 10x zvětšení

U prášku na obr. 42 je viditelná rovnoměrně rozložená vrstva s dobrou hustotou. Přibližná šířka rozsypu se pohybuje kolem 48 mm.



Obr. 43: Prášek č. 2 - GTP, 10x zvětšení

U druhého prášku na obr. 43 lze pozorovat nerovnoměrně zasypané oblasti, ty jsou velmi hustě zaplněny, ovšem zbylá místa jsou téměř bez prášku. Šířka rozsypu byla stanovena na přibližnou hodnotu 45 mm.



Obr. 44: Prášek č. 3 - ADIT, 10x zvětšení

Pro třetí prášek (viz obr. 44) byla stanovena šířka rozsypu na přibližných 61 mm. Jedná se o rovnoměrně rozloženou vrstvu s dobrou hustotou po celé ploše.



Obr. 45: Prášek č. 4 – PH1, 10x zvětšení

Na obr. 45 je zachycena část průběhu rozsypu prášku č. 4 – PH1. Opět se jedná o rovnoměrně rozloženou vrstvu s dobrou hustotou na plochu. V tomto případě dosáhla šířka pásma rozsypu 66 mm.

14 Diskuze výsledků

Finální vyhodnocení vlastností práškových směsí používaných pro slinování, navařování a rapid prototyping:

- Prášek č. 1 – Pramet: Prášek se sférickými (kulovitými) částicemi, o průměrné velikosti částice 95 μm , hrubě disperzní prášek a svou distribucí velikosti částic nejhrubší ze všech porovnávaných. (Tvar karbidických zrn byl také sférický). Obsah kobaltového pojiva stanoven na 11 hm. % Co. Díky větší velikosti částic dobrá tekutost vztažená k objemu prášku. Objem stejného množství prášku v porovnání s ostatními byl nejvyšší, naopak sypná hustota a setřepná hmotnost dosahovaly nejnižších hodnot. Sedimentace tohoto prášku probíhala ze tří rozplavovacích médiích nejpomaleji ve vodě. Rozsyp byl díky dobré tekutosti rovnoměrně rozložený, s dobrou hustotou částic.
- Prášek č. 2 – GTP: Prášek s nepravidelnými částicemi (granulemi), o průměrné velikosti částice 16 μm , jemně disperzní prášek a svou distribucí velikosti částic nejjemnější ze všech porovnávaných. Obsah kobaltového pojiva 12 hm. % Co. Tekutost s ohledem na čas výborná, ovšem kvůli nepravidelným a velmi jemným částicím tendence k netečení. Sypná hustota spolu se setřepnou hmotností nejvyšší ze všech, logicky objem nejnižší (opět spjato s distribucí velikosti částic). Kvůli obsahu jemných částic byla sedimentace tohoto prášku nejpomalejší. Jako vhodné rozplavovací médium je možné použít isopropylalkohol nebo aceton. Rozsyp prášku byl vyhodnocen jako nejhorší ze všech zástupců, jelikož prášek malým otvorem netekl dobře a výsledný vzorek byl přerušovaně sypán (hustá a hluchá místa).
- Prášek č. 3 – ADIT: Sférické (kulovité) částice tohoto prášku s lehkou povrchovou pórovitostí, jemně disperzní prášek s průměrnou velikostí částice 30 μm . Obsah kobaltového pojiva 13 hm. % Co. Dosaženo nejlepší tekutosti v závislosti na čase bez jakéhokoliv netečení. Mezi sypnou hustotou a setřepnou hmotností došlo k nejvyšší změně hustoty prášku, kde se tento prášek po setřesení téměř dorovnal hodnotou setřepné hmotnosti k prášku č. 2 – GTP, který měl mnohem jemnější částice. Prášek velmi dobře a rychle sedimentoval ve všech zkoušených rozplavovacích médiích. I u zkoušky rozsypu se dá hodnotit tento prášek jako vítěz. Vrstva byla rovnoměrná s dobrou hustotou.
- Prášek č. 4 – PH1: Prášek se sférickými (kulovitými) částicemi, jemně disperzní s průměrnou velikostí částice 30 μm . Tekutost v závislosti na čase relativně dobrá, ale tendence k zaseknutí se (netečení). Prášek velmi dobře a rychle sedimentoval ve všech zkoušených rozplavovacích médiích. Rozsyp rovnoměrný, disponující dobrou hustotou.

15 Závěr

Byla popsána historie práškové metalurgie až do současné doby a její využití. Následně byl čtenář seznámen se způsoby výroby prášků a práškových směsí, které jsou přesněji popsány v podkapitolách – mechanické, fyzikálně-mechanické, chemické a elektro-chemické způsoby výroby s uvedenými technologiemi. Po tomto kroku je nutná úprava prášků a jejich případné legování, což obojí vede k hlavnímu tématu – vlastnosti prášků. V tomto bodě jsou detailněji uváděny jejich základní, technologické a sdružené vlastnosti, spolu se zařízeními, na kterých jsou zkoušky prováděny. Posledním bodem jsou technologie na zhutňování výrobků z prášků, rozdělené do základních skupin.

Experimentální část byla převážně zaměřena na vlastnosti práškových směsí. Čtenář byl zprvu seznámen s uplatněním aditivních technologií, jejich výhodami a nevýhodami, jelikož 3D tisk slinutých karbidů oproti tisku jiných materiálů je relativně nová a neprozkoumaná oblast. Následně byly představeny porovnávané práškové směsi, které byly při každém z hodnocení popsány a porovnány mezi sebou. Proto, pokud to jen bylo možné, bylo na snaze mít stejné podmínky pro přípravu vzorků, aby na výstupu byly co nepřesnější údaje vypovídající o daných práškových směsí.

V případě prášků karbidu wolframu se obsah pojiva kobaltu pohybuje kolem 12 hm. % Co.

Pro prášek č. 1 – Pramet, určený ke slinování, který je zhutňován pomocí izostatického lisování za tepla, jsou typické sférické (kulovité) částice, jedná se o hrubě disperzní prášek s dobrou tekutostí a relativně malou sypnou hustotou a setřepnou hmotností.

Prášek č. 2 – GTP – určený k navařování. Tento typ prášku je jemně disperzní s nepravidelnými částicemi (granulemi). Dosahuje nejvyšší sypné hustoty a setřepné hmotnosti z porovnávaných prášků, ale naopak zde byla pozorována horší tekutost, kvůli nejjemnějším částicím ze všech. Tento fakt se projevil u zkoušky rozsypu, kde byl prášek velmi nerovnoměrně rozmístěn.

Prášek č. 3 – ADIT a č. 4 – PH1 určené pro aditivní technologie. V obou případech jde o jemně disperzní prášky, které mají sférické (kulovité) částice a téměř shodnou distribuci velikosti částic. I v ostatních zkouškách si hodnoty obou prášků byly velmi blízko, v některých dokonce prášek č. 3 – ADIT předčil již odladěný ocelový prášek.

Každá oblast použití prášků je charakteristická jinými vlastnostmi. Rozdíl jak v základních vlastnostech (tvar, velikost částic), tak i v technologických vlastnostech (tekutost, sypná hustota).

POUŽITÁ LITERATURA:

- [1] – SKOTNICOVÁ, K., KURSA, M., *Prášková metalurgie*. 1. vydání, 2013. Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3378-1
- [2] – HUMÁR, A., *Materiály pro řezné nástroje*. 1. vydání, 2008. Praha: MM – Publishing, 2008. ISBN 978-80-254-2250-2
- [3] – KRAUS, V., *Tepelné zpracování a slinování*. 3. vydání, 2013. Západočeská univerzita v Plzni, 2013. ISBN 978-80-261-0260-1
- [4] – Dostupné z: <http://www.abc.net.au/news/2016-06-02/king-tutankhamun-buried-with-dagger-made-of-space-iron/7470736>, [vid. 24. 11. 2017]
- [5] – Dostupné z: http://www.attritor.in/attritor_working.html, [vid. 24. 11. 2017]
- [6] – Dostupné z: http://mixers.in/index.php?route=product/product&product_id=50, [vid. 24. 11. 2017]
- [7] – Dostupné z: <http://www.mt-innov.com/index.php?ac=article&at=list&tid=13>, [vid. 30. 11. 2017]
- [8] – Dostupné z: <http://www.lpwtechnology.com/technical-library/powder-production/>, [vid. 30. 11. 2017]
- [9] – Dostupné z: <http://www.kobelco.co.jp/english/products/ip/technology/hip.html>, [vid. 30. 11. 2017]
- [10] – EPMA (european powder metalurgy association), *Introduction to additive manufacturing technology*. 2. vydání, 2017. Shrewsbury: EPMA, 2017.
- [11] – Dostupné z: <http://gpiprototype.com/images/PDF/EOS-StainlessSteel-PH1.pdf>, [vid. 1. 4. 2018]
- [12] – DAWES, J., BOWERMAN, R., TREPLETON, R., *Introduction to the Additive Manufacturing Powder Metallurgy Supply Chain*, vydáno Johnson Matthey Technology Review, Volume 59, Number 3, July 2015. Dostupné z: <http://www.ingentaconnect.com/content/matthey/imtr/2015/00000059/00000003/art0010#>