

## Контроль качества металлических порошков и процессов порошковой металлургии на основе анализа размера и формы частиц

Отрасли производства металлических порошков и изготовления деталей из порошковой металлургии получили современное развитие около 70 лет назад. С тех пор было разработано и до сих пор практикуется множество различных способов изготовления как металлических порошковых, так и порошковых деталей. Основные используемые процессы описаны ниже.

Производство керамических порошков и керамических деталей - это схожие отрасли, в которых также используются одни и те же технологии контроля качества порошка.

Процессы получения металлических порошков: Прямое восстановление (восстановление железоксидной руды), Распыление газа, Распыление жидкости и Центробежное распыление - все это процессы, используемые сегодня.

Прямое восстановление: Восстановленная железоксидная руда в сочетании с источником углерода, таким как кокс, нагревается до высоких температур во вращающейся печи. Продукт представляет собой железо прямого восстановления, которое очищается от избытка твердого углерода, измельчается, отжигается (для удаления избытка содержащегося углерода и кислорода) и повторно измельчается для окончательного использования в изготавливаемых деталях.

Распыление газа: Расплавленный металл, который может быть чистым или легированным металлом, проходит через сопло под высоким давлением в заполненную газом камеру, где он охлаждается и затвердевает по мере прохождения через камеру. Порошок собирается и отжигается для последующего изготовления деталей.

Распыление в жидкости: Аналогично распылению газа, но на поток металла воздействует жидкая струя под высоким давлением, которая быстрее охлаждает и затвердевают капли, в результате чего образуются более мелкие, менее пористые, более чистые частицы с более широким распределением по размерам по сравнению с порошками, распыляемыми газом. Затем изделие подвергают отжигу.

Центробежное распыление: Стержень из металла, подлежащего измельчению в порошок, поступает в камеру вращающегося вала. Электрическая дуга, проходящая через зазор, расплавляет конец стержня, из которого расплавленные капли выбрасываются в окружающую камеру и затвердевают. Этот метод может обеспечить гораздо более узкое распределение по размерам, чем любой из методов распыления.

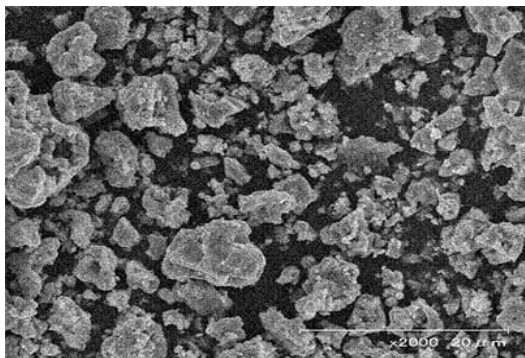


Рисунок 1. Порошок прямого восстановления: Плотный, шероховатый – обеспечивает высокую прочность на сжатие после прессования.

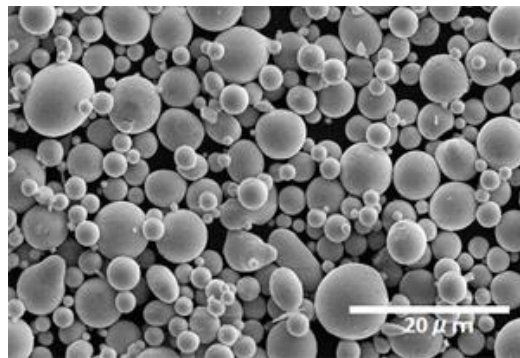


Рисунок 2. Порошок, распыленный в жидкости: Сферический, гладкий (требуется для селективного лазерного спекания).

Обычно доступные металлические порошки включают алюминий, бронзу, карбиды металлов, хром, кобальт, медь, гафний, железо, молибден, никель, ниобий, платину, рений, кремний, серебро, тантал, вольфрам, ванадий и множество различных их сплавов.

Производство деталей в порошковой металлургии: Компоненты из порошкообразных материалов изготавливаются из порошкообразного металла с использованием различных технологий производства. Эти методы включают прессование и спекание, порошковую ковку, горячее изостатическое прессование, спекание с помощью электрического тока, литье металла под давлением и селективное лазерное спекание.

Прессование и спекание: Деталь сначала прессуется прессованием в матрице при комнатной температуре. В некоторых случаях этого достаточно для создания готовой детали. В большинстве случаев за прессованием в матрице (прессованием) следует спекание при достаточно высоких температурах, чтобы частицы диффундировали или слипались вместе, а не плавилась полностью. Конечная деталь имеет некоторую пористость, в отличие от расплавленной литой детали. Чем ниже пористость конечной детали, тем выше конечная прочность и твердость.

Порошковая ковка: Прессованная и спеченная деталь нагревается до высоких температур, а затем подвергается горячей ковке. Конечная деталь обладает свойствами, близкими к свойствам кованных деталей.

Горячее изостатическое прессование (HIP): Порошок заполняет форму, которая вакуумируется и нагревается до высоких температур при воздействии внешнего давления газа до 15 000 фунтов на квадратный дюйм. Конечная деталь имеет почти кованую плотность и прочность.

Спекание с помощью электрического тока (EACS): Аналогично HIP, за исключением того, что тепло является электрическим локализованным и массивным резистивным нагревом, иногда дополняемым электрическим током, который может активировать другие механизмы, такие как удаление поверхностных оксидов. Большое количество тепла концентрируется на поверхностях частиц, а локализованное тепло усиливает пластическую деформацию во время спекания.

Литье металла под давлением (MIM): Эта технология позволяет изготавливать более сложные детали, поскольку смесь порошка со связующим придает ему текучие свойства, которые могут проникать в небольшие пространства и проходы. Смесь уплотняется в “зеленую” предварительную деталь, после чего связующее удаляется термически или химически, чтобы получить “коричневую” спеченную порошковую деталь, которая спекается и сжимается, образуя сложную часть с плотностью 97–99%.

Селективное лазерное спекание (SLM): Это новейшая и, по мнению большинства, самая передовая технология процесса порошковой металлургии. (См. диаграмму ниже). В ней используется вращающееся зеркало, которое, следуя шаблону программы автоматизированного проектирования CAD, направляет лазерный луч на верхний слой порошка, расплавляя слой порошка поверх предыдущего слоя детали. Все частицы, не расплавившиеся на детали, соскабливаются при загрузке следующего слоя. Предпринимаются попытки успешно повторно использовать несплавленные частицы в течение как можно большего числа циклов, прежде чем они начнут изнашиваться слишком сильно, чтобы соответствовать критериям размера и формы. Для изготовления детали весом в 1 фунт может потребоваться 10 фунтов металлического порошка, если оставшийся порошок нельзя переработать.

Справа внизу приведен пример сложной металлической детали, которая может быть изготовлена методом лазерного спекания. Детали также могут быть очень прочными, поскольку они изготавливаются из цельного конструктивного элемента, не требующего сборки. Они также гораздо более легко настраиваемы по запросу. Один станок, поставляемый с несколькими различными доступными программами автоматизированного проектирования CAD, можно использовать для изготовления отдельных нестандартных деталей по желанию заказчика, экономя большие затраты на настройке процесса изготовления деталей одного типа.

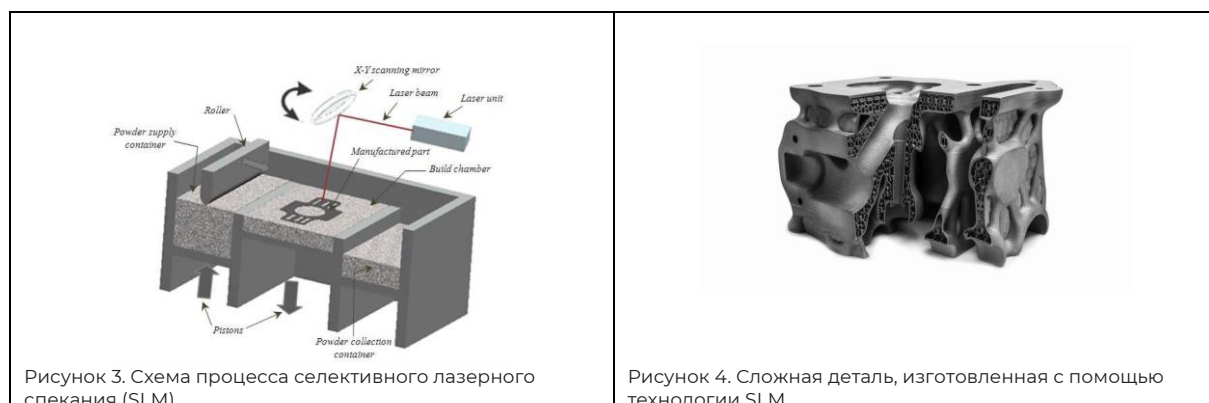


Рисунок 3. Схема процесса селективного лазерного спекания (SLM).

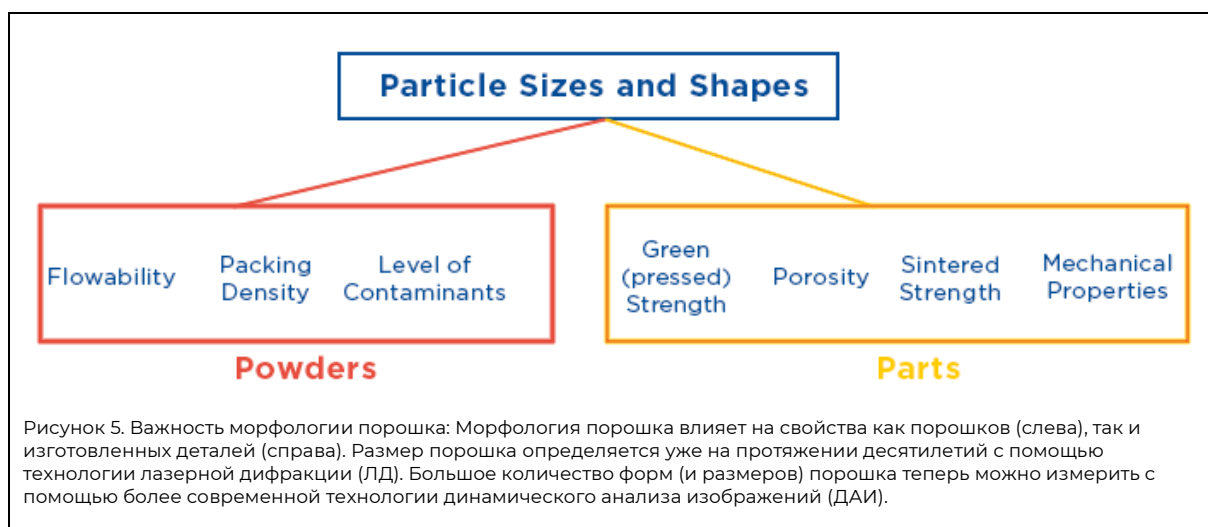
Рисунок 4. Сложная деталь, изготовленная с помощью технологии SLM.

Требования к размерам распыленного металлического порошка часто более жесткие, чем для большинства других процессов изготовления деталей. Средний размер может быть меньше, а распределение более узким для сложной детали с очень тонкими поверхностями. Или может потребоваться бимодальное распределение, чтобы максимизировать плотность свободной упаковки на слое лазерной плавильной машины, что позволит максимизировать плотность и прочность и свести к минимуму пустоты готовой детали.

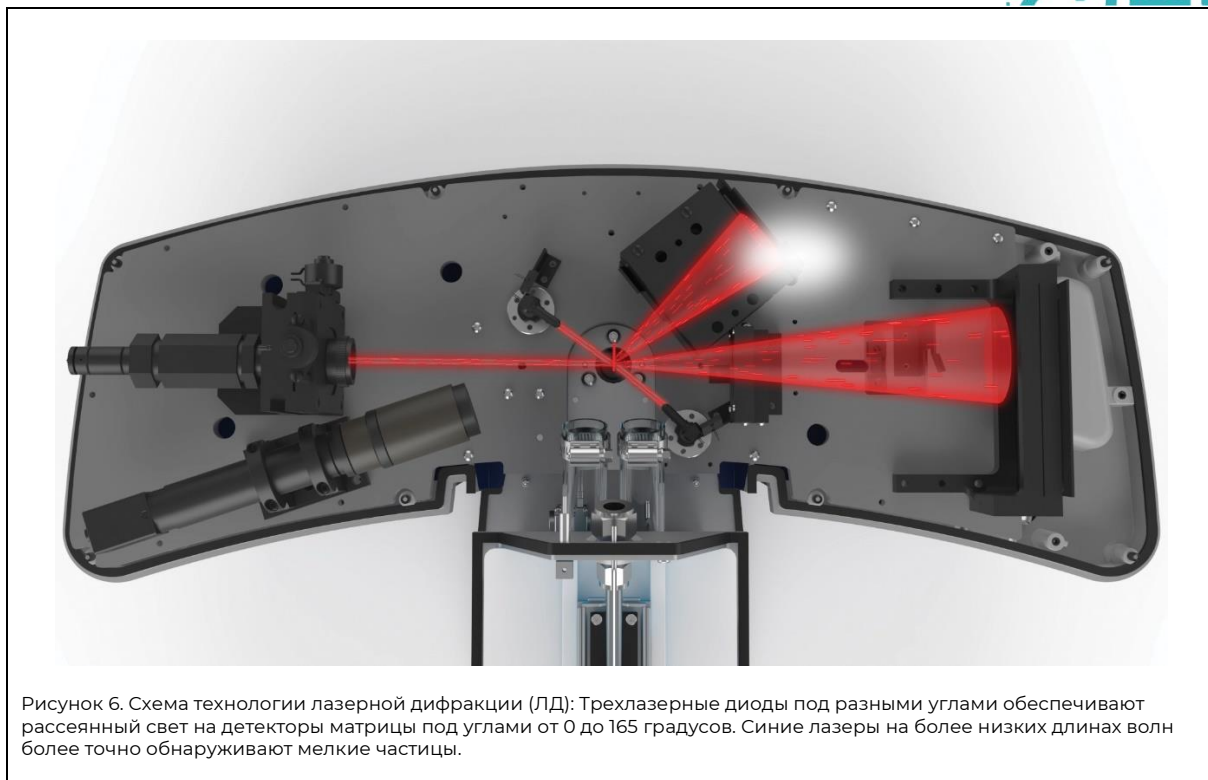
Теперь также очень важно контролировать форму отдельных частиц. Частицы должны иметь высокую сферическую форму и гладкую поверхность для 1) хорошей текучести и уплотнения, поскольку слой лазерного расплава восстанавливается после нанесения каждого слоя, и 2) наиболее устойчивая структурная целостность при сплавлении детали. И, поскольку загрязняющие вещества вредны для любого металлического порошка, они представляют особую проблему при подаче на лазерную плавку, так как даже единичное загрязнение может вызвать точечный дефект в очень тонком сечении детали. Загрязняющие вещества могут быть идентифицированы с помощью анализа изображений, если они имеют несферическую форму, шероховатую поверхность или полупрозрачны. Они также могут быть определены количественно как доля образца по объему или количеству.

Переработка металлического порошка означает, что порошок будет вырабатываться и собирать некоторые загрязнения при каждом цикле переработки. Таким образом, порошок, используемый в рециркулируемом потоке должен быть повторно измерен как по размеру, так и по форме перед повторным использованием. Когда он выйдет за границы спецификации, его необходимо снова расплавить и распылить в качественный порошок.

Контроль качества металлических порошков: Металлические порошки должны соответствовать требованиям к качеству как производителей порошков (выходной контроль), так и производителей деталей для порошковой металлургии (входной контроль). Базовая морфология порошка (размеры и формы) сама по себе является спецификацией и влияет на все другие спецификации, изображенные в таблице ниже.



Лазерная дифракция (ЛД): Лазерный луч, попадающий на поток текущего порошка, рассеивается под большими углами и с меньшей интенсивностью, чем мелкие частицы. Детекторы, расположенные под разными углами вокруг потока образцов, измеряют распределение рассеянного света, и итерационный алгоритм вычисляет распределение рассеянного света по размерам. Лазерная дифракция стала де-факто стандартным методом определения размера частиц для металлических порошков, так и в порошковой металлургии.



Динамический анализ изображений (ДАИ): Частицы проходят через ячейку образца между высокоскоростным стробоскопом и цифровой камерой. Видеофайл с изображениями частиц отправляется на компьютер. Весь анализ происходит на записанных изображениях. Размер пикселей откалиброван, поэтому все данные о размере и форме легко вычисляются и передаются в отчет. Файл видеоизображения сохраняется и может быть повторно измерен при различных стандартных рабочих процедурах (СРП).



Microtrac Sync  
Комбинация ЛД и ДАИ  
Анализатор металлических порошков



Рисунок 8. Анализатор одновременно размера и формы: Каждый измерительный блок измеряет и сообщает все результаты одновременно на одном и том же образце.

Прибор, изображенный на рис. 8. измеряет один образец одновременно с использованием технологий лазерной дифракции и динамического анализа изображений.

Они сообщают обо всех параметрах, которые обсуждались ранее. Это единственная на сегодняшний день коммерчески доступная комбинированная система Лазерная дифракция/Динамический анализ изображений.

## Выводы

- Необходимо измерить размеры и форму (морфологию) металлических порошков:
  - Для удовлетворения требований поставщиков и пользователей по контролю качества
  - Для определения/количественной оценки нестандартных материалов и загрязняющих веществ всего процесса
  - Для контроля рециркулируемого потока при лазерном спекании в аддитивных технологиях
- ЛД - это технология определения размеров, преимущественно используемая в производстве металлических порошков / порошковой металлургии для получения данных контроля качества
- ДАИ - это технология, используемая для получения морфологических данных
- Теперь можно использовать комбинированную систему ЛД/ДАИ для одновременного выполнения обоих измерений на одном и том же образце за считанные минуты