

# Metalurgia proszków

Dr inż. Hanna Smoleńska

Materiały edukacyjne

DO UŻYTKU WEWNĘTRZNEGO

Część I

# Literatura

1. Aleksander Cyunczyk; Podstawy inżynierii spieków metalowych
2. Władysław Rutkowski; Metalurgia proszków
3. Leszek Dobrzyński; Metaloznawstwo z podstawami nauki o materiałach
4. Jerzy Nowacki; Spiekane metale i kompozyty z osnową metaliczną

# METALURGIA PROSZKÓW

## DEFINICJA

Metalurgią proszków nazywamy metodę wytwarzania metali z ich proszków, bez przechodzenia przez stan ciekły. Oddzielne ziarna proszków łączą się ze sobą w jednolitą masę podczas wygrzewania silnie sprasowanych kształtek w atmosferze redukującej lub obojętnej.



# ZASTOSOWANIE

Metodę tą najczęściej wykorzystuje się wtedy ( ale nie tylko), gdy metody topnienia i odlewania zawodzą. Z tego powodu metodami metalurgii proszków wytwarzamy:

- metale trudno topliwe jak np. wolfram, molibden, tantal, iryd;
- spieki metali i niemetali wykazujących znaczne różnice temperatury topnienia jak np. materiały na styki elektryczne z wolframu i srebra, szczotki do maszyn elektrycznych z grafitu i miedzi;
- materiały porowate na łożyska samosmarujące;
- materiały, które w stanie ciekłym są gęstopłynne i trudne do odlewania jak np. materiały na specjalne magnesy trwałe.

Tabela 1.1. Wyroby wytwarzane wyłącznie metodą metalurgii proszków [38]

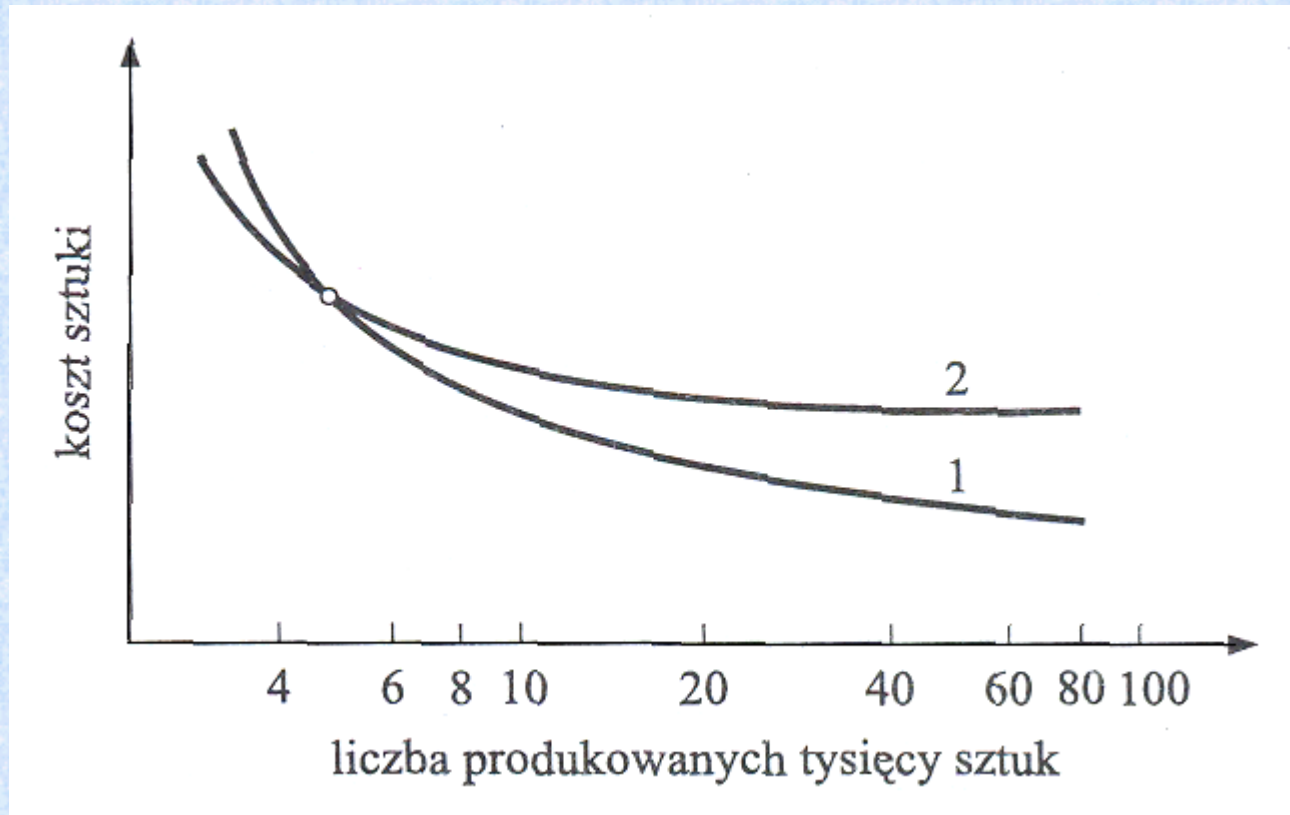
| Nazwa wyrobu   | Materiał   |
|--|--|
| Włókna lamp żarowych, elementy oporowe, elektrody              | W, Mo  |
| Elementy konstrukcyjne w lampach elektronowych, kineskopach    | W, Mo, Ta, Nb  |
| Stopy ciężkie na żyroskopy i osłony radiacyjne                 | W–Ni–Cu  |
| Twarde spieki cermetalowe                                      | WC, TaC, NbC, VC, Cr   |
| Porowate katalizatory  | Pt, Ni, Fe, Cu   |
| Elementy porowate w bateriach alkalicznych                     | Ni, Fe, Co   |
| Łożyska porowate, filtry, diafragmy                            | Cu, Fe, Sn, ich stopy  |
| Szczotki kolektorowe   | Cu–C   |
| Materiały cierne hamulcowe                                     | Tlenki, krzemiany, borki<br>w osnowie metali   |
| Rdzenie magnetyczne, ferryty                                   | Fe, złożone tlenki Fe, Li, Ba  |
| Styki elektryczne  | W–Ag, Mo–Ag, Mo–Cu, W–Cu,<br>W–Mo, tlenki  |
| Osłony chłodzące, osłony ablacyjne                             | W–Ag   |
| Materiały i wyroby stosowane w przemyśle kosmicznym i jądrowym | Be, Th, U, Zr  |
| Samosmarujące łożyska nieporowate                              | Fe, Cu–grafit i ich stopy<br>nasycane polimerami lub<br>metalami o niskiej temperaturze<br>topnienia |



# ZALETY METODY MP

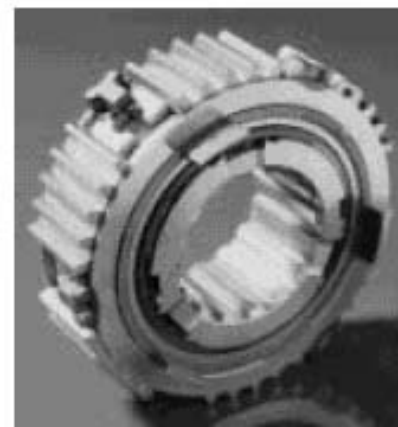
Metody metalurgii proszków są kosztowne, jednak dzięki ich zastosowaniu można otrzymywać :

- materiały o ściśle określonym składzie chemicznym i wysokim stopniu czystości
- drobnoziarnistą strukturę materiałów
- własności izotropowe
- eliminacja lub minimalizacja obróbki maszynowej
- eliminacja lub minimalizacja strat materiałów na wióry, nadlewy, ścinki itp.
- duża dokładność wymiarowa otrzymanych wyrobów
- możliwość stosowania szerokiego wyboru stopów
- wysoka jakość powierzchni gotowego wyrobu
- otrzymany materiał może podlegać obróbce cieplnej w celu podwyższenia własności wytrzymałościowych lub odporności na zużycie
- zapewniona kontrola porowatości materiału dla wyrobów typu łożyska samosmarowne lub filtry
- możliwość uzyskania wyrobów o skomplikowanych kształtach niemożliwych lub trudnych do uzyskania innymi metodami
- korzystna w przypadku produkcji średnio i wielko seryjnej
- oferuje długotrwałą żywotność wyrobów
- efektywność kosztowa.



Porównanie kosztu wyrobów produkowanych metodą metalurgii proszków (1) oraz innymi technikami (2)





Przykłady wyrobów otrzymywanych metodą metalurgii proszków



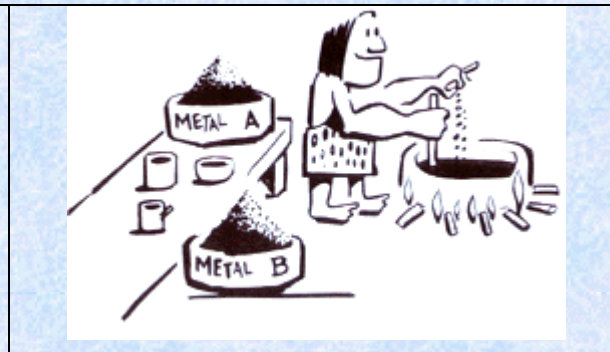
# ETAPY

Produkcja wyrobów dzieli się na następujące podstawowe etapy:

- wytwarzanie proszków metali,
- formowanie proszków
- prasowanie,
- spiekanie,
- ewentualna obróbka wykańczająca



1. Wytwarzanie proszku



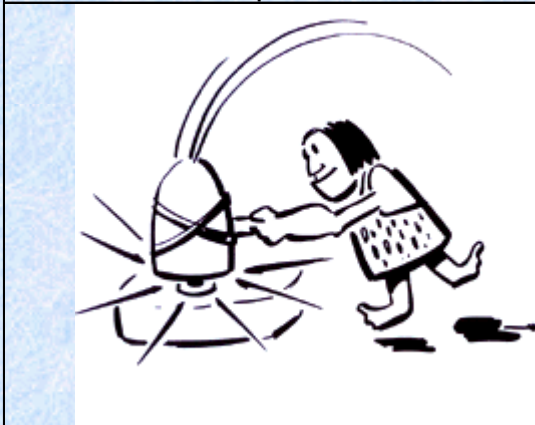
2. Przygotowanie i mieszanie proszku



3. Formowanie i prasowanie



4. Spiekanie



5. Kalibrowanie



6. Inne obróbki wykańczające



- Własności wyrobów spiekanych są podobne do własności odlewów lub materiałów walcowanych o podobnym składzie chemicznym.
- Porowatość może być regulowana poprzez stopień sprasowania.
- Zwykle po pojedynczym procesie prasowania następuje wzrost wytrzymałości ale plastyczność nie jest wysoka. Można to poprawić w drodze ponownego prasowania.

| Materiał                                       | Wytrzymałość na rozciąganie [MPa] | Jako procent wytrzymałości żelaza | Wydłużenie [%] |
|--|-----------------------------------|-----------------------------------|----------------|
| Żelazo walcowane na gorąco                     | 331                               | 100%                              | 30%            |
| Proszek metalu prasowany, gęstość 84%          | 214                               | 65%                               | 2%             |
| Proszek metalu prasowany ponownie, gęstość 95% | 283                               | 85%                               | 25%            |

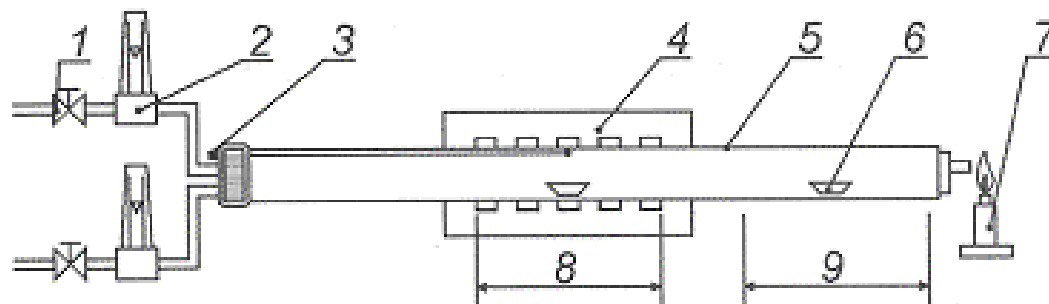
# Badanie proszków metali i właściwości technologiczne



- ***Skład chemiczny***

Kontrola składu chemicznego jest prowadzona typowymi metodami analizy chemicznej.

Podstawowe badanie – *oznaczenie zawartości tlenu* w proszku – najczęściej metoda oznaczania straty wodorowej (pomiar zmniejszenia się masy proszku w wyniku wyżarzania w wodorze lub wodorze z azotem)



Rysunek 3.1. Schemat pomiaru zawartości tlenu w proszku metodą straty wodorowej. Oznaczenia: 1 – zawór, 2 – rotametr, 3 – termoelement, 4 – piec, 5 – rura, 6 – łódka z proszkiem: w strefie grzewczej w czasie wyżarzania, w strefie chłodzenia po wyżarzaniu, 7 – palnik gazowy, 8 – strefa grzewcza, 9 – strefa chłodzenia [79]

$$X_H = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \cdot 100\%$$

$X_H$  – strata wodorowa

$m_1$  - masa łódki [g]

$m_2$  – masa łódki z proszkiem przed wyżarzaniem [g]

$m_3$  – masa łódki z proszkiem po wyżarzaniu [g]

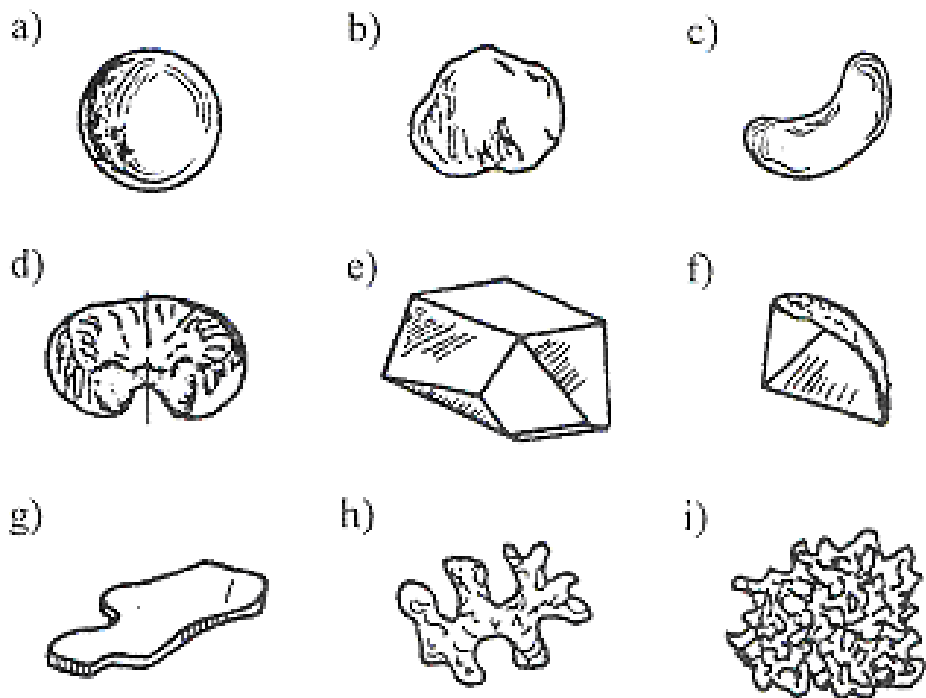
Tabela 3.1. Temperatura i czas wyżarzania proszku w metodzie oznaczania straty wodorowej [79]

| Proszek       | Temperatura wyżarzania<br>[°C] | Czas wyżarzania<br>[min] |
|---------------|--------------------------------|--------------------------|
| Brąz cynowy   | 775                            | 30                       |
| Brąz ołowiowy | 600                            | 10                       |
| Kobalt        | 1050                           | 60                       |
| Miedź         | 875                            | 30                       |
| Molibden      | 1100                           | 60                       |
| Nikiel        | 1050                           | 60                       |
| Ołów          | 550                            | 30                       |
| Stal stopowa  | 1150                           | 60                       |
| Wolfram       | 1150                           | 60                       |
| Żelazo        | 1150                           | 60                       |



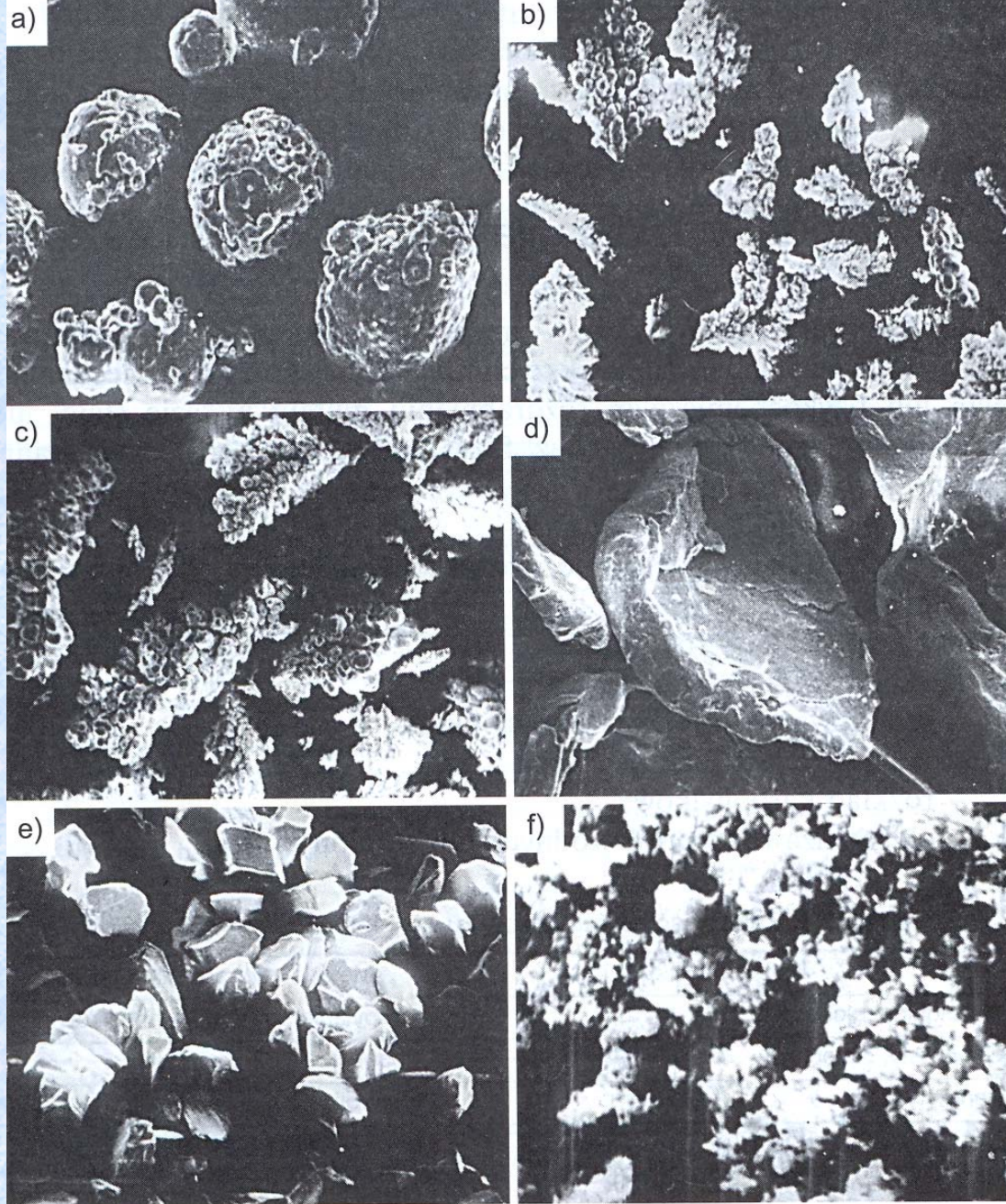
- ***Kształt cząstek***

– określa się za pomocą mikroskopu optycznego. Od kształtu cząstki zależy *sypkość* proszku oraz jego podatność w procesach *formowania*. Kształt zależy od sposobu wytwarzania (głównie), chociaż może ulegać zmianom w dalszych operacjach przygotowawczych przed formowaniem kształtek



Rys. 2.1. Charakterystyczne kształty cząstek proszków: a) kulisty, b) globularny, c) nieregularny zaokrąglony, d) talerzykowaty, e) wielościenny, f) odłamkowy, g) płatkowy, h) dendrytyczny, i) strzępiasty





Rysunek 2.1. Kształt proszku: a) kulisty; b) gąbczasty; c) dendrytyczny; d) talerzykowany; e) wielościenne; f) płatkowy

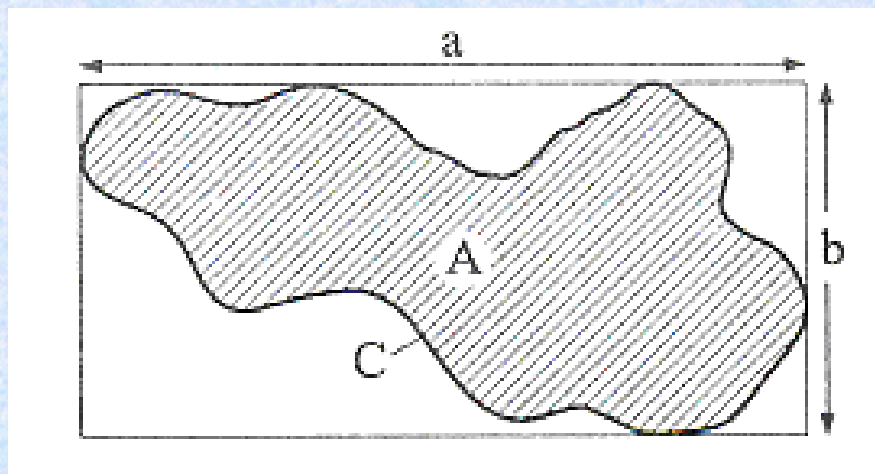


Jednoznaczna charakterystyka kształtu i wymiarów cząstki jest możliwa tylko dla cząstek kulistych. Dla cząstek nieregularnych jedną z metod opisu jest metoda Hausnera ; za pomocą 4 parametrów:

$a$  i  $b$  – wymiary najmniejszego prostokąta opisanego na rzucie cząstki w jej stabilnym położeniu;

$A$  – pole powierzchni rzutu

$C$  – obwód rzutu



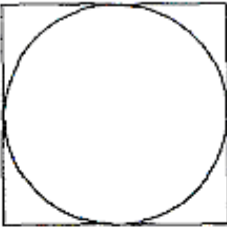
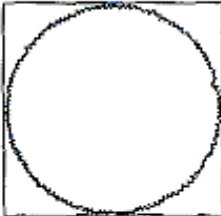




Na tej podstawie określa się trzy wskaźniki charakteryzujące kształt cząstki proszku

$x = a/b$  – stosunek skrajnych rozmiarów

$y = A/(ab)$  - stopień wypełnienia prostokąta przez cząstkę

$z = C^2/(12,6A)$  – stosunek powierzchni cząstki nieregularnej do powierzchni cząstki kulistej o tej samej objętości

Tabela 2.1. Względne wymiary cząstek o różnym kształcie i odpowiadające im wskaźniki kształtu

| Parametry cząstki |     |      |      | Kształt cząstki  | Wskaźniki kształtu |      |      |
|-------------------|-----|------|------|--|--------------------|------|------|
| a                 | b   | A    | C    |  | x                  | y    | z    |
| 6                 | 6   | 28,2 | 18,8 |    | 1                  | 0,78 | 1    |
| 6                 | 6   | 28,2 | 26,5 |    | 1                  | 0,78 | 1,98 |
| 6                 | 6   | 25,4 | 25,5 |    | 1                  | 0,71 | 2,04 |
| 8                 | 6   | 35,2 | 29,4 |   | 1,34               | 0,76 | 1,89 |
| 9                 | 2,5 | 11,8 | 33,5 |  | 3,6                | 0,52 | 7,5  |
| 8                 | 2   | 13,2 | 17,8 |  | 4,0                | 0,83 | 1,86 |



- ***Oznaczanie wielkości cząstek proszku***

– najbardziej rozpowszechniona metoda to analiza sitowa, która umożliwia podział proszku na frakcje, czyli partie o rozmiarach cząstek mieszczących się w określonych przedziałach. Określa się masę każdej frakcji i oblicza ich udział w badanej próbce.



Rysunek 3.6. Sita z automatycznym frakcjonowaniem proszku [22]

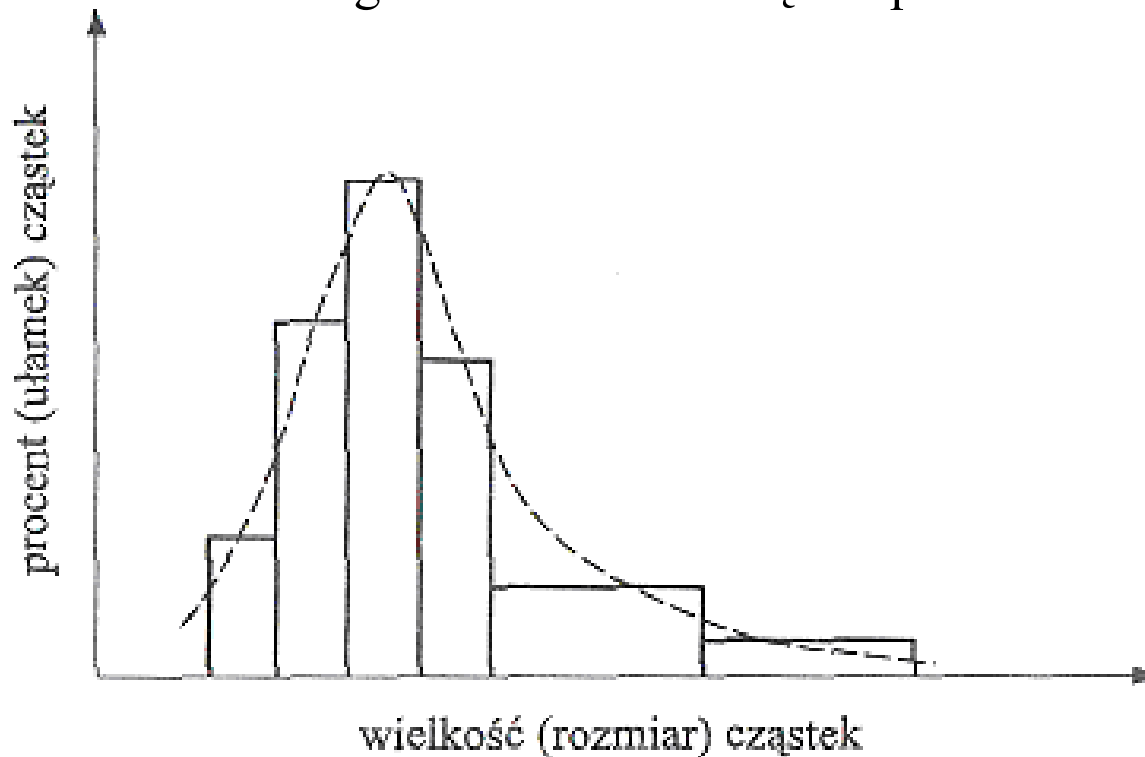
Tabela 3.2. Porównanie rodzajów sit stosowanych w metalurgii proszków wg wybranych norm

| PN-EN 24491-2:1996<br>Szereg podstawowy<br>[mm] | ISO 565 R20/3<br>Szereg główny<br>[mm] | DIN 4188<br>[mm] | ASTM E-11-1970 |       | BS 410 1969 |       |
|---|--|------------------|----------------|-------|-------------|-------|
|   |  |                  | nr             | [mm]  | mesh*       | [mm]  |
| 0,355   | 0,355                                  | 0,45             |                |       | 36          | 0,425 |
|   |  | 0,4              | 40             | 0,425 |             |       |
|   |  | 0,355            | 45             | 0,355 | 44          | 0,355 |
|   |  | 0,315            | 50             | 0,3   | 52          | 0,3   |
| 0,25  | 0,25                                   | 0,28             |                |       |             |       |
|   |  | 0,25             | 60             | 0,25  | 60          | 0,25  |
|   |  | 0,224            |                |       | 72          | 0,212 |
| 0,18  | 0,18                                   | 0,2              | 70             | 0,212 |             |       |
|   |  | 0,18             | 80             | 0,18  | 85          | 0,18  |
|   |  | 0,16             | 100            | 0,15  | 100         | 0,15  |
| 0,125   | 0,125                                  | 0,14             |                |       |             |       |
|   |  | 0,125            | 120            | 0,125 | 120         | 0,125 |
|   |  | 0,112            |                |       | 150         | 0,106 |
| 0,09  | 0,09                                   | 0,1              | 140            | 0,106 |             |       |
|   |  | 0,09             | 170            | 0,09  | 170         | 0,09  |
|   |  | 0,08             |                |       |             |       |
| 0,063   | 0,063                                  | 0,071            | 200            | 0,075 | 200         | 0,075 |
|   |  | 0,063            | 230            | 0,063 | 240         | 0,063 |
|   |  | 0,056            | 270            | 0,053 | 300         | 0,053 |
| 0,045   | 0,045                                  | 0,05             |                |       |             |       |
|   |  | 0,045            | 325            | 0,045 | 350         | 0,045 |
|   |  | 0,04             |                |       |             |       |
|   |  | 0,036            | 400            | 0,038 | 400         | 0,038 |
|   |  | 0,032            |                |       |             |       |
|   |  | 0,025            |                |       |             |       |
|   |  | 0,02             |                |       |             |       |

\* mesh – liczba oczek przypadająca na długość 1 cala sita



## histogram rozmiarów cząstek proszku



Najkorzystniejszy opis rozkładu to funkcja logarytmiczno-normalna

$$f(D) = \frac{1}{\ln \sigma \sqrt{2\pi}} \exp \left[ -\frac{(\ln D - \ln \bar{D})^2}{2 \ln^2 \sigma} \right]$$

gdzie:  $D$  - średnica cząstki,

$\bar{D}$  - mediana średnic,

$\sigma$  - odchylenie standardowe zbioru cząstek.

## Własności technologiczne proszków

- ***Gęstość nasypowa-***

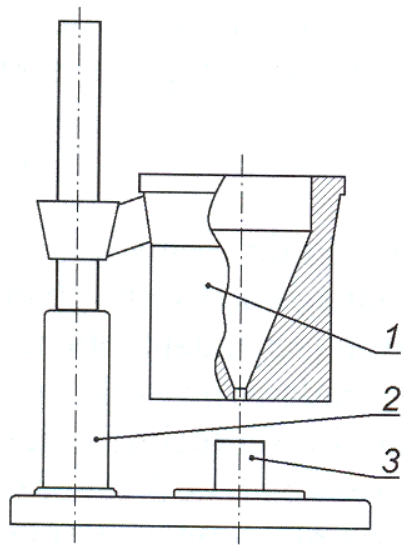
jest to stosunek masy proszku, zasypanego przez znormalizowany przyrząd, do objętości zajmowanej przez ten proszek. Jest to cecha proszku o luźnym układzie cząstek. Możliwe jest także wyznaczanie gęstości nasypowej z usadem.

$$\rho_{nas} = \frac{m_{ps}}{V_{pl}}, \left[ \frac{g}{cm^3} \right]$$

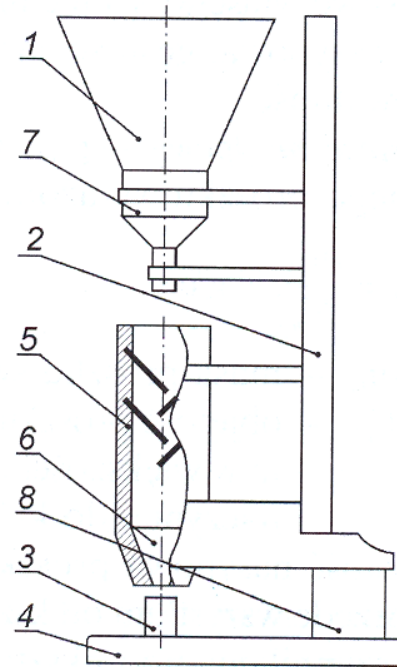
$m_{ps}$  – masa proszku swobodnie zasypanego do formy [g]

$V_{pl}$  – objętość proszku swobodnie zasypanego do formy [cm<sup>3</sup>]



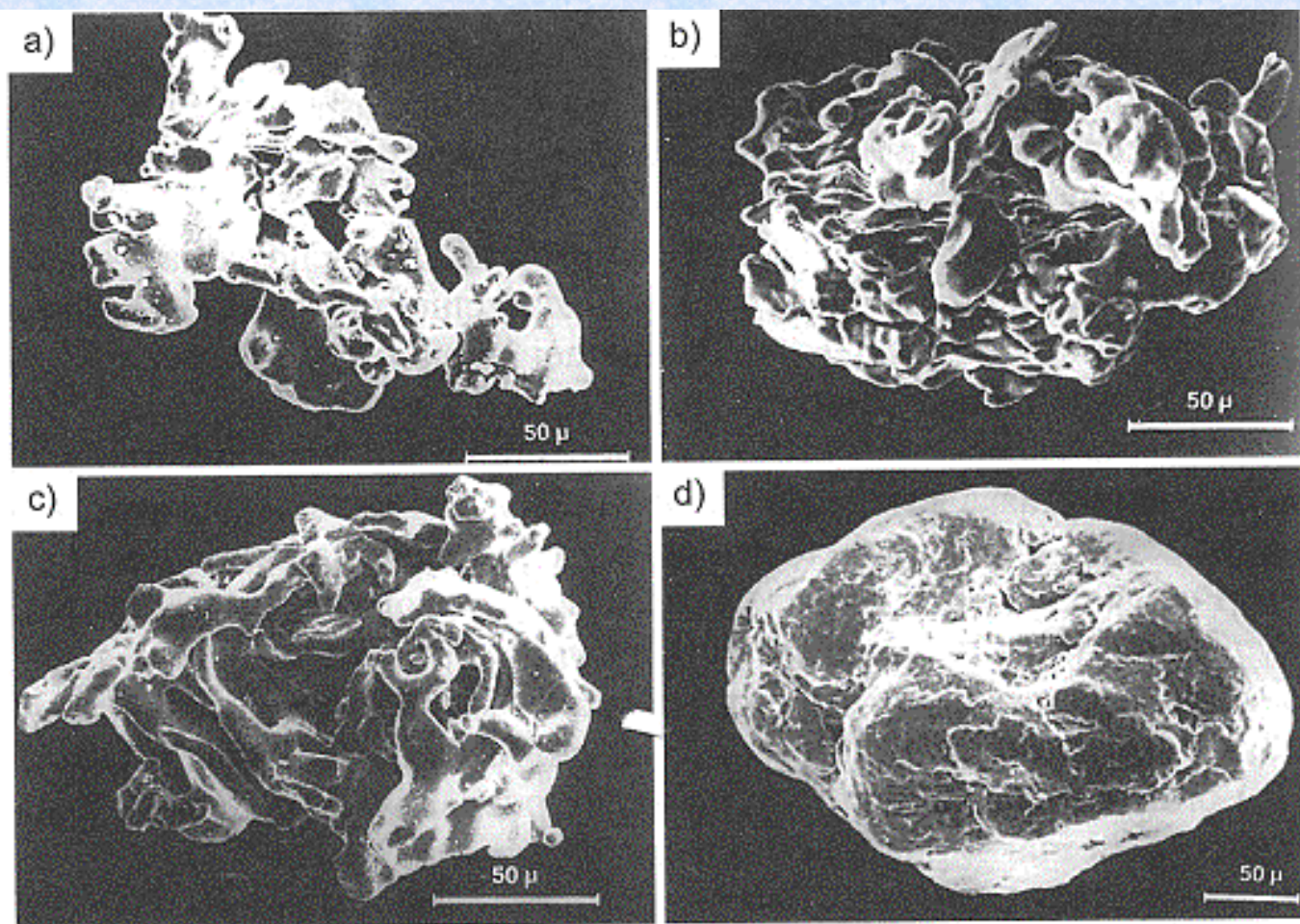


Rysunek 3.13. Przyrząd do określania gęstości nasypowej proszku **metodą Halla**. Oznaczenia: 1 – lejek zasypowy, 2 – stojak, 3 – naczynie pomiarowe [86]



Rysunek 3.14. Przyrząd do określania gęstości nasypowej proszku **metodą Scotta**. Oznaczenia: 1 – lejek zasypowy, 2 – stojak, 3 – naczynie pomiarowe, 4 – podstawa, 5 – kolumna, 6 – lejek prowadzący, 7 – lejek górny, 8 – łącznik [86]





Rysunek 3.15. Cząstki proszku żelaza o różnej gęstości nasypowej w [g/cm<sup>3</sup>]: a) 1,7; b) 2,6; c) 2,4; d) 3,7 [30]



- ***Sypkość proszku –  $X_p$***

określa czas przesypywania masy próbki przez lejek o ustalonym kształcie. W praktyce jest to czas przesypywania 50 gramowej próbki proszku przez lejek Halla z otworem  $\varnothing 2,5$ , wyrażona w sekundach. Znajomość sypkości umożliwia określenie czasu potrzebnego na wypełnienie proszkiem matrycy. Największą sypkość mają proszki kuliste.

$$X_p = t_s f = t_s \frac{25,3}{C} [s]$$

$t_s$  – czas przesypywania w sekundach

$f$  – współczynnik korygujący

$C$  – cecha lejka, tj. czas wylewania się 100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej w sekundach. Prawidłowa wartość to 25±2 s

- ***Zagęszczalność proszku***

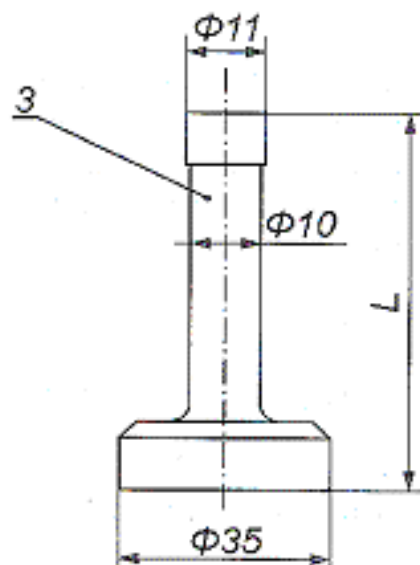
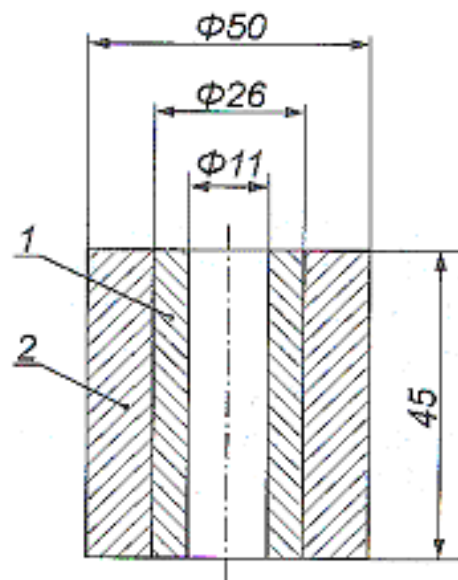
– podatność proszku do zmniejszania objętości w wyniku prasowania w matrycy. Pomiar polega na określeniu zmian gęstości wyprasek utworzonych w matrycy cylindrycznej w zależności od ciśnienia prasowania.

$$Z = \frac{\rho_w}{P_{\min}}$$

$\rho_w$  – gęstość względna wypraski ( stosunek gęstości wypraski do gęstości materiału, z którego utworzony jest proszek, %)

$P_{\min}$  – najmniejsze ciśnienie, przy którym gęstość względna wypraski  $\rho_w$  jest równa 65%, N/mm<sup>2</sup>



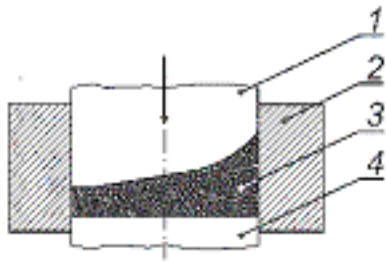


Górny stempel  
 $L = 40 \text{ mm}$   
 Dolny stempel  
 $L = 70 \text{ mm}$

Rysunek 3.19. Matryca do prasowania wyprasek stosowana do określania zagęszczalności. Oznaczenia: 1 – wkładka matrycowa, 2 – korpus, 3 – stempel,  $L$  – długość stempla górnego i dolnego [70]







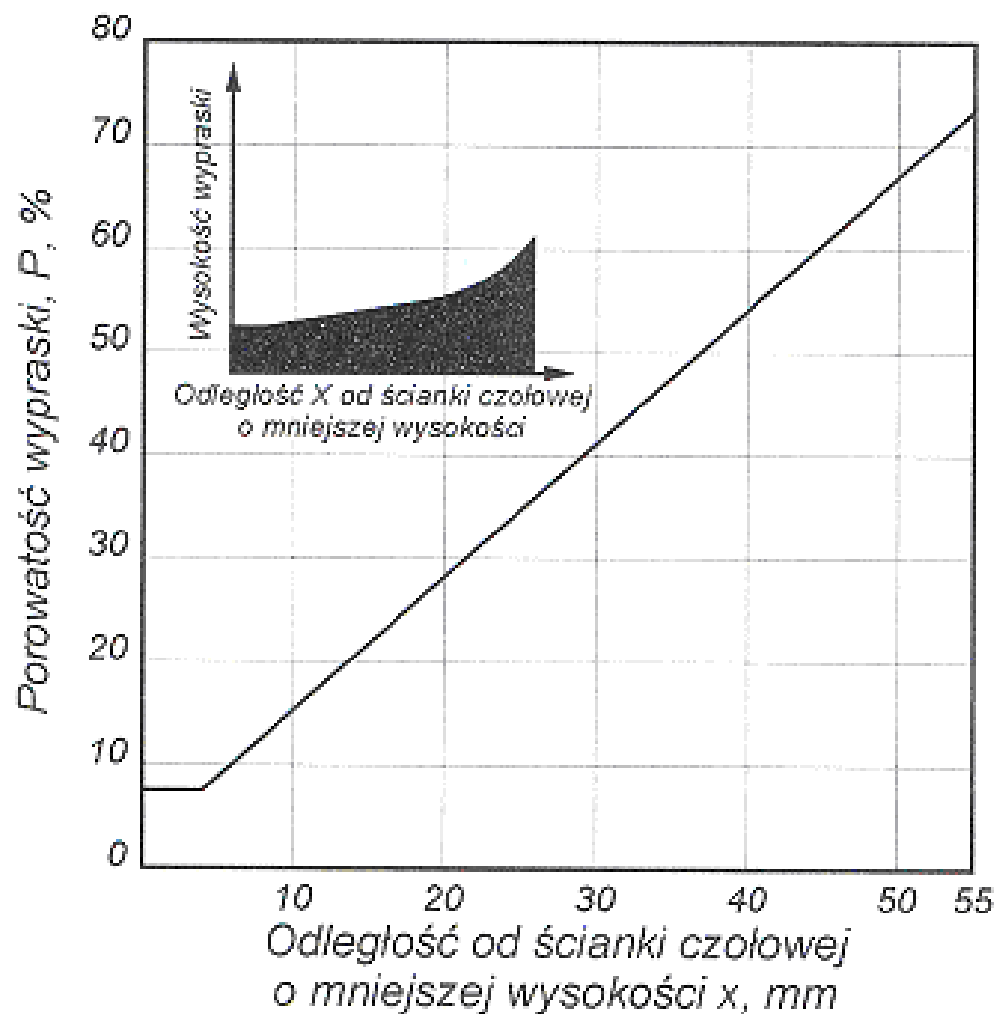
Rysunek 3.17. Sposób prasowania, który umożliwia uzyskanie wypraski o zmiennej wysokości w foremniku do oznaczania formowalności proszków. Oznaczenia: 1 – stempel górny, 2 – matryca, 3 – wypraska o zmiennej wysokości, 4 – stempel dolny [72]

Minimalną gęstość określa się w najmniej sprasowanym miejscu, w którym wypraska jeszcze się nie obsypuje, a maksymalną w najbardziej sprasowanym miejscu, w którym jeszcze nie występują pęknięcia. Po ustalenie odległości tych punktów od niższej ściany wypraski, odczytuje się z wykresu porowatość  $P_1$  (obsypywanie krawędzi) i  $P_2$  (pęknięcia) i oblicza się gęstość minimalną  $\rho_1$  i maksymalną  $\rho_2$

$$\rho_1 = \rho (1 - P_1) , \text{ g/cm}^3$$

$$\rho_2 = \rho (1 - P_2) , \text{ g/cm}^3$$

Formowalność umożliwia określenie najmniejszych ciśnień prasowania dla uzyskania prawidłowych wyprasek. Najlepszą formowalność wykazują proszki o rozwiniętej powierzchni i frakcji 0,063- 0,125 mm



Rysunek 3.18. Zależność między porowatością  $P$  wypraski o zmiennej wysokości a odległością od ścianki czołowej mniejszej wysokości  $x$ , po prasowaniu w foremniku do oznaczania formowalności proszków [72]

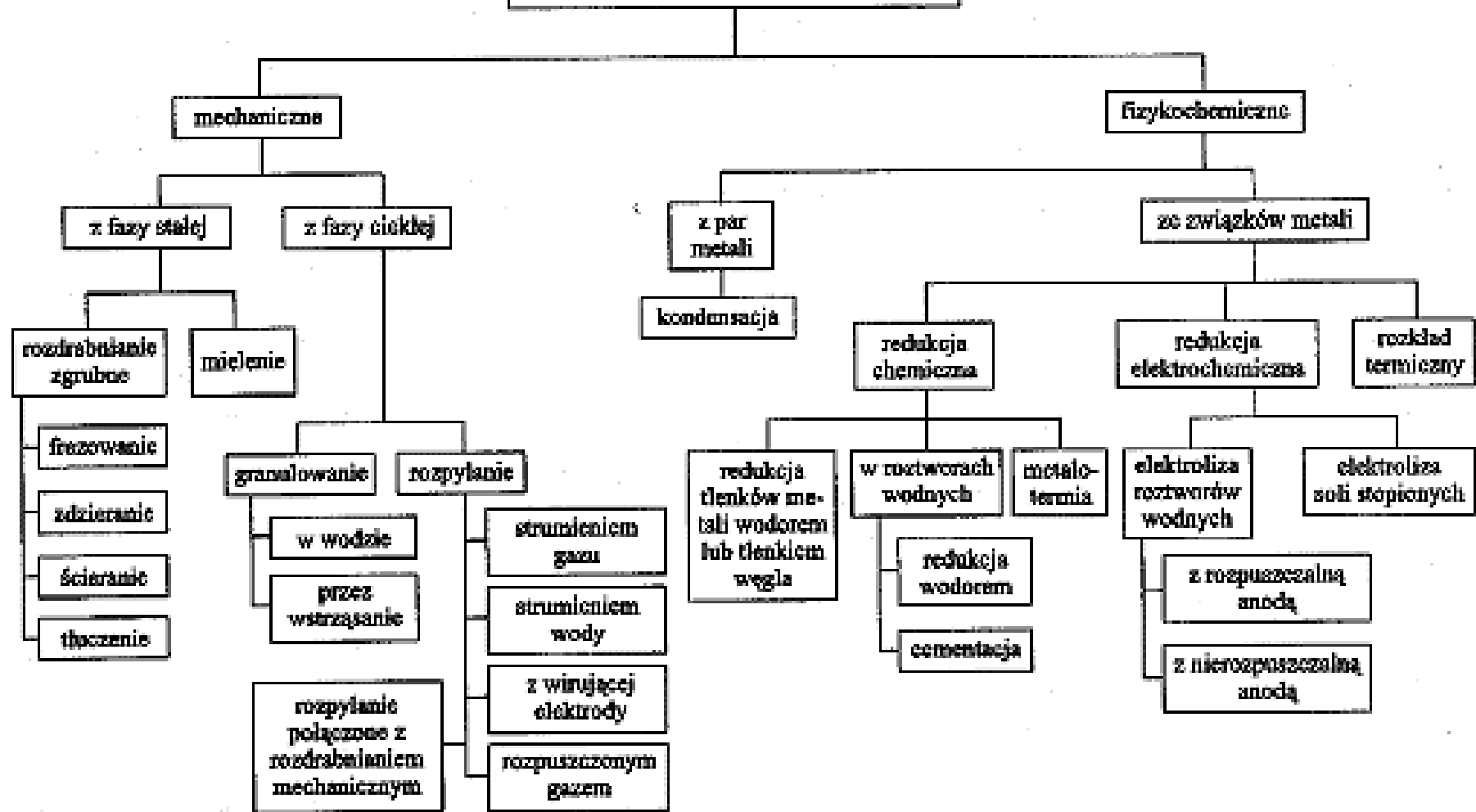


# Wytwarzanie proszków metali

**Wytwarzanie proszków** obejmuje zespół procesów mechanicznych i fizykochemicznych, które mają na celu uzyskanie określonego materiału w postaci proszku. Proszek może być produktem mechanicznego rozdrobnienia materiału bez zmiany jego składu chemicznego albo też uzyskuje się go jako produkt reakcji chemicznych z innymi substancjami.



# METODY WYTWARZANIA PROSZKÓW



Rys. 2.7. Klasyfikacja metod wytwarzania proszków

Tabela 2.1. Zależność kształtu proszku od metody jego wytwarzania

| Kształt proszku                        | Metoda wytwarzania proszku  |
|--|---|
| Sferoidalny, globularny                | Rozpylanie, rozkład karbonylków   |
| Gąbczasty, strzępiasty                 | Redukcja  |
| Dendrytyczny                           | Elektroliza   |
| Talerzykowaty, wielościenny, odłamkowy | Rozdrabnianie mechaniczne<br>w młynach wirowo-udarowych,<br>wibracyjnych lub kulowych |
| Płatkowy                               | Rozdrabnianie mechaniczne<br>w młynach  |



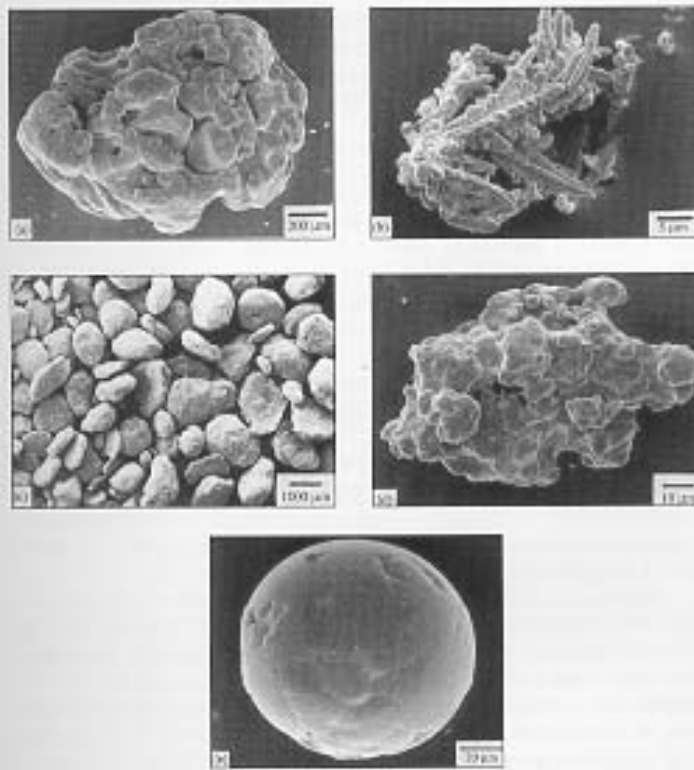
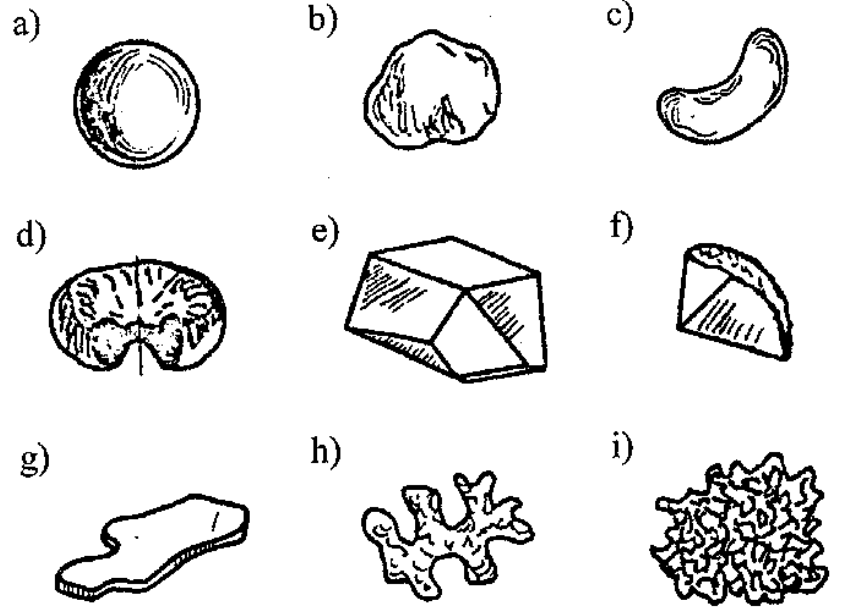
Wybór odpowiedniej metody wytwarzania proszków zależy od własności, jakich oczekuje się od produktu oraz od kalkulacji ekonomicznej:

- mielenie w młynach kulowych, kulowo - udarowych, wibracyjnych, wirowo - udarowych czy kruszarkach - otrzymany proszek jest drobnoziarnisty, a metody te stosuje się do rozdrabniania materiałów kruchych.
- obróbka skrawaniem - piłowanie, szlifowanie, zdzieranie - metoda ta jest najczęściej stosowana do produkcji proszków magnezu do celów pirotechnicznych.
- rozpylanie polega na rozbiciu na krople strugi ciekłego metalu lub metalu stopionego lokalnie w wyniku działania sprężonych gazów lub cieczy, sił mechanicznych lub ultradźwięków. Metodą tą wytwarza się proszki żelaza, stali, aluminium, stopów cynku, cyny i ołowiu.
- metoda parowania i kondensacji. Proces otrzymywania proszku polega w pierwszym etapie na przeprowadzeniu litego metalu w stan gazowy, natomiast w drugim stadium – na wywołaniu kondensacji par metalu na chłodzonych powierzchniach. Metodą tą wytwarza się proszki metali cechujących się wysoką prężnością par w stosunkowo niskiej temperaturze - cynk, magnez, kadm i beryl.

- redukcja związków metali, głównie tlenków w ośrodku stałym (koks, węgiel drzewny) lub gazowym (wodór, gaz konwertorowy) polega na wywołaniu reakcji chemicznych prowadzących do uzyskania czystego metalu lub jego tlenku niższego rzędu.
- metalotermia – redukcja związków metali (tlenków, halogenków) innymi metalami, które wykazują większe powinowactwo do metaloidu w warunkach prowadzonego procesu niż redukowany metal. Redukcji metalotermicznej poddaje się przede wszystkim związki metali ziem rzadkich.
- elektroliza - wodny roztwór lub stopiona sól metalu ulega elektrolizie wskutek przepływu prądu stałego. Jony metalu pochodzące z roztworu lub z rozpuszczalnej anody wykonanej z metalu przerabianego na proszek tworzą na katodzie gąbczasty osad, który rozdrabnia się mechanicznie (Cu, Fe, Ag, Ni, Mn i inne proszki o wysokiej czystości)
- synteza i dysocjacja karbonylków – w początkowym etapie związek chemiczny MeB reaguje z tlenkiem węgla. Produktem reakcji jest karbonylek metalu  $\text{Me}(\text{CO})\text{X}$  w stanie gazowym. W drugiej fazie karbonylek ulega dysocjacji termicznej związanej z wydzielaniem czystego metalu i tlenku węgla powracającego ponownie do reakcji ze związkiem metalu. Metoda stosowana jest głównie do produkcji proszków niklu i żelaza. Jest kosztowna i niebezpieczna.



Rys. 2.1. Charakterystyczne kształty cząstek proszków: a) kulisty, b) globularny, c) nieregularny zaokrąglony, d) talerzykowaty, e) wielościenny, f) odłamkowy, g) płatkowy, h) dendrytyczny, i) strzępiasty



a) metoda chemiczna – gąbczaste żelazo jako wynik redukcji rudy  
 b) metoda elektrolityczna – miedź

c) metoda mechaniczna – mielony proszek aluminium  
 d) rozpylanie wodne – żelazo

e) rozpylanie gazowe – stop na bazie niklu

# Własności cząstek

Tablica I

|   |   | Własności fizykochemiczne cząstek |                            |              |           |
|---|---|-----------------------------------|----------------------------|--------------|-----------|
| Metody otrzymywania   | Produkt                                 | Kształt                           | Wielkość                   | Powierzchnia | Aktywność |
| Mechaniczne:  |   |                                   |                            |              |           |
| -mielenie w młynach udarowych                                     | Fe, Cu, Ag, Al, Fe-Ni                   | dyskowy                           | duża<br>(20÷400)µm         | mala         | niska     |
| -rozpylenie w gazach lub wodzie                                   | Pb, Fe, Cu, Ag, Al, Ni, brązy, mosiądze | sferoidalny<br>o (kulisty)        | zróżnicowana<br>(20÷500)µm | mala         | niska     |
| Fizykochemiczne:  |   |                                   |                            |              |           |
| -karbonylkowa   | Fe, Ni                                  | kulisty o budowie warstwowej      | bardzo mala<br>ok. 3µm     | duża         | wysoka    |
| -redukcja tlenków w wysokich temperaturach H <sub>2</sub> , C, CO | W, Mo, Fe, Ni, Co, Cu                   | nieregularny, poszerepiiony       | zróżnicowana<br>(0.1÷10)µm | bardzo duża  | wysoka    |
| -redukcja roztworów soli  | Ag, Au, Pt, Sn                          | nieregularny (gąbczasty)          | zróżnicowana<br>(0.1÷10)µm | duża         | wysoka    |
| -elektroliza roztworów wodnych                                    | Fe, Cu, Pb, Sn                          | iglasty dendrytyczny              | zróżnicowana<br>(0.1÷30)µm | bardzo duża  | wysoka    |

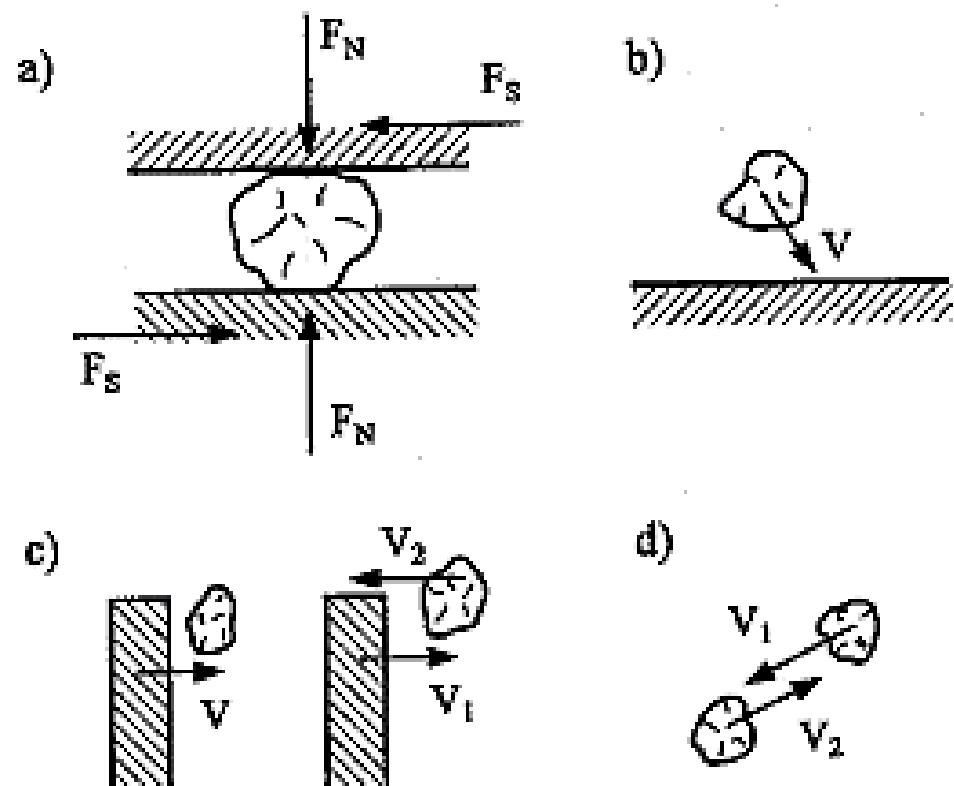


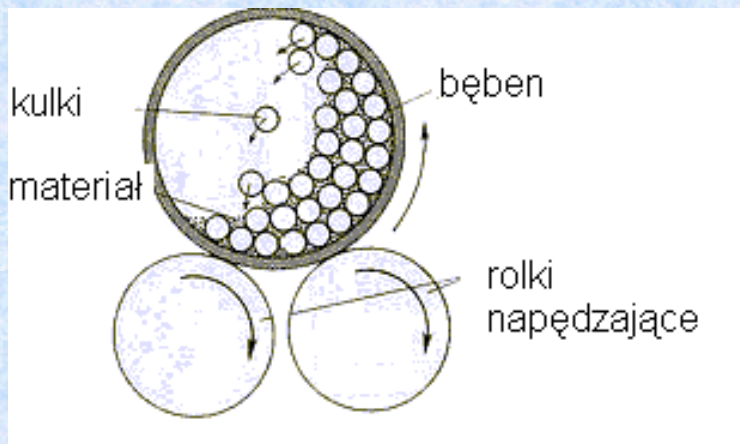
Mechaniczne metody  
wytwarzania proszków z metalu  
w stanie stałym

- Rozdrabnianie w kruszarkach szczękowych
- Rozdrabnianie w młynach kulowych
- Rozdrabnianie w młynach wirowych
- Wytwarzanie proszków metodą Coldstream
- Rozdrabnianie w młynach wibracyjnych
- Rozdrabnianie w młynach planetarnych
- Rozdrabnianie w attritorach



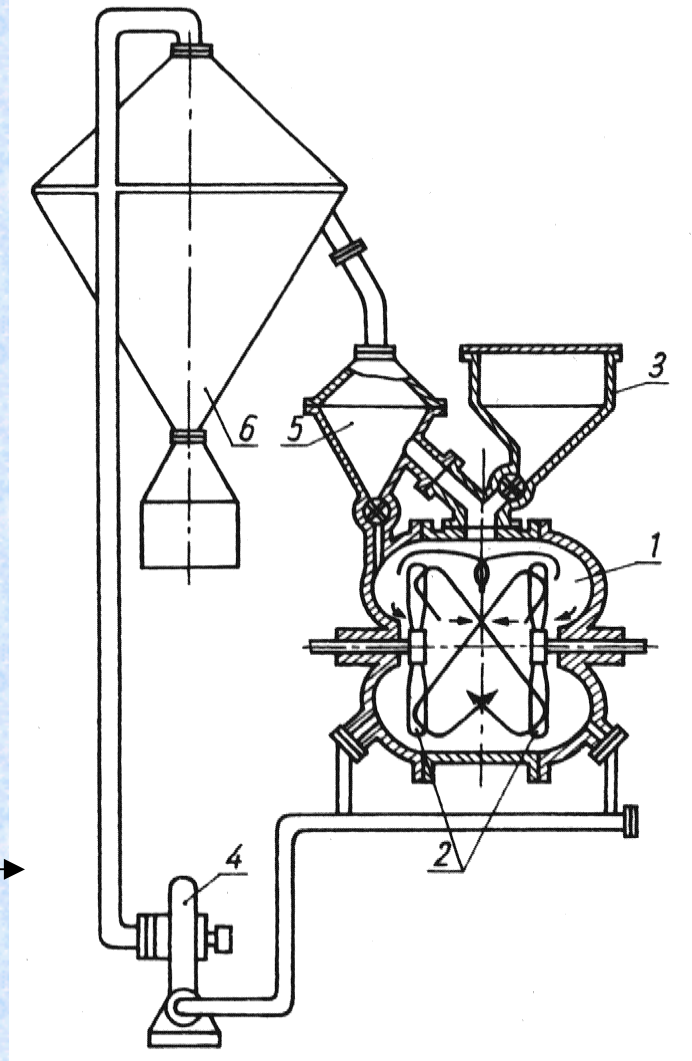
Rys. 2.8. Mechanizmy procesu rozdrobnienia występujące podczas mielenia: a) ściskanie, ścinanie i ścieranie ( $F_N$  - siła normalna,  $F_S$  - siła styczna), b) zderzenie cząstki z nieruchomą powierzchnią młyna, c) uderzenie cząstki ruchomym elementem młyna, d) zderzenie dwóch cząstek





### Rozdrabnianie materiału w bębnie kulowym

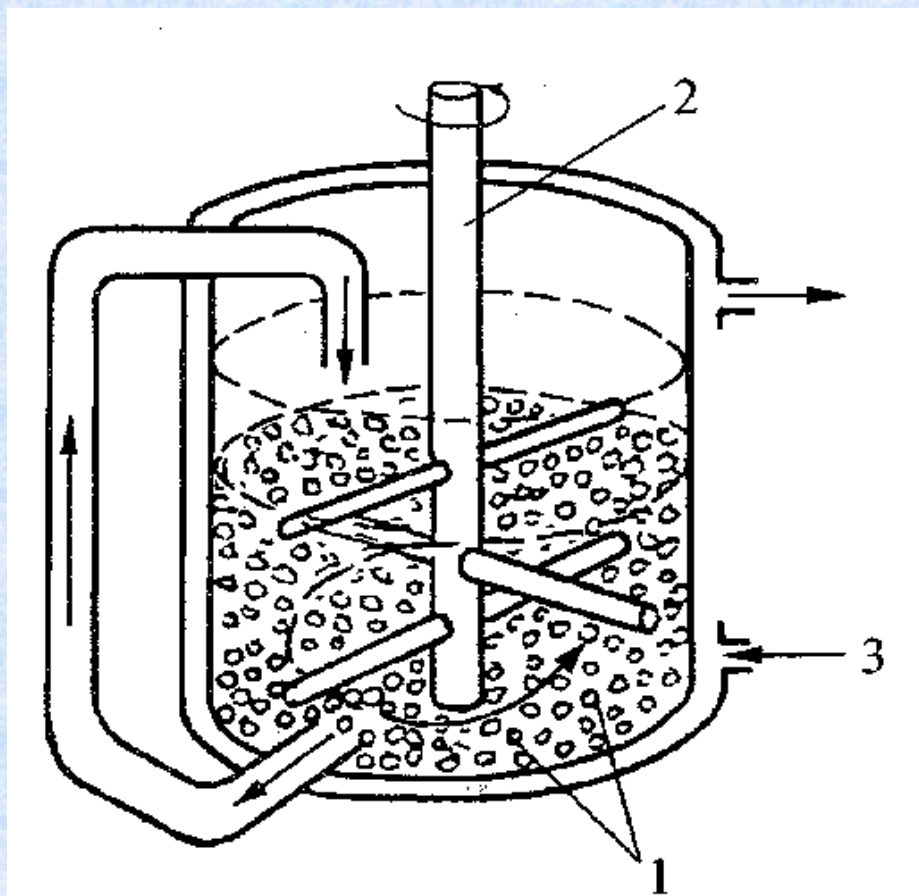
Materiał wstępnie rozdrobniony w postaci odcinków drutu lub obcinków blach jest zawirowany przez dwa śmigła obracające się w przeciwnych kierunkach. Sprężone powietrze unosi rozdrobniony materiał z przestrzeni roboczej do segregatora, z którego najgrubsze cząstki zawracają do dalszego rozdrabniania. Cząstki proszku o kształcie płatkowym i talerzykowatym cechują się niską zawartością tlenu. Po usunięciu skutków zgniotu proszek daje się łatwo zagęszczać. Mimo dobrych własności proszku młyny wirowo-udarowe są obecnie rzadko stosowane z uwagi na ich dużą energochłonność.



### Młyn wirowo-udarowy "Hametag".

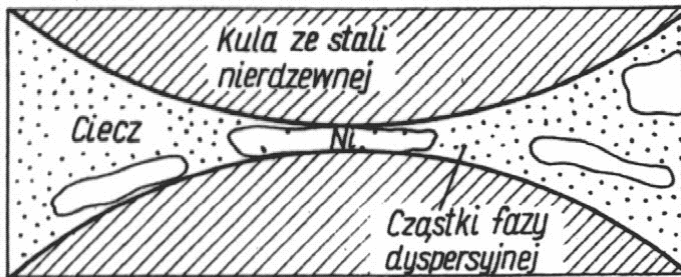
1-komora robocza, 2-śmigła, 3-lej zasypowy, 4-sprężarka, 5-segregator, 6-osadnik.



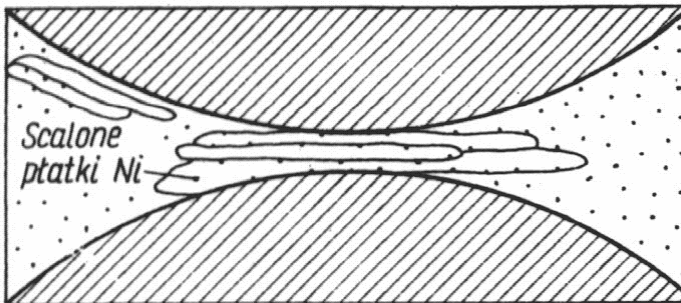


Rys. 2.13. Schemat młyna Attritor: 1 - kule stalowe, 2 - wał z ramionami, 3 - doprowadzenie cieczy chłodzącej

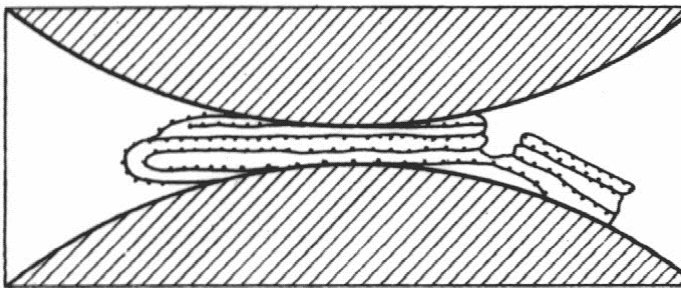
a)



b)



c)



. Wytwarzanie proszków kompozytowych w attritorze  
a). początkowy etap mielenia: cząstki proszku niklu są spłaszczone, faza dyspersyjna osadza się na ich powierzchniach,

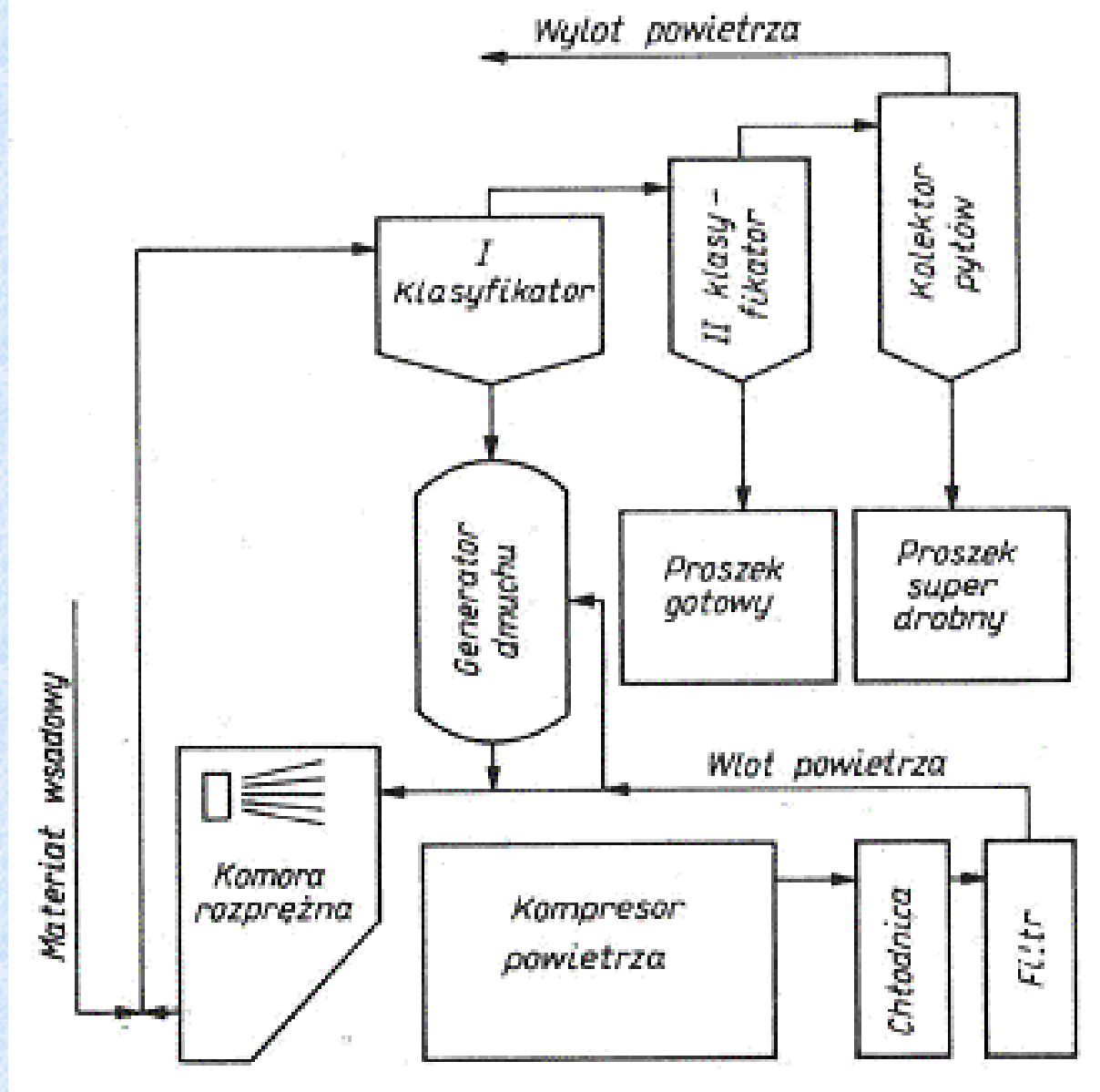
b). etap pośredni: płatkowe cząstki niklu powstają w dalszym ciągu, prócz tego łączą się z fazą dyspersyjną;

c) cząstki kompozytu.



## Wytwarzanie proszków metodą Coldstream

Metodą Coldstream („The Coldstream Process”) można wytwarzać proszki materiałów zarówno kruchych, jak i plastycznych. Za pomocą wysoko sprężonego gazu ( $p > 7$  MPa) materiał wsadowy (wióry, odcinki drutu, odłamki) jest wprowadzany do komory rozprężnej poprzez dyszę Venturiego. Materiał poruszający się z prędkością rozchodzenia się dźwięku w powietrzu, ulegając znacznemu ochłodzeniu wskutek adiabatycznego rozprężenia gazu, zwiększa swoją kruchość. W komorze rozprężnej znajduje się płyta pancerna, na którą trafia wsad ulegając rozbiciu. Grube cząstki są oddzielane i podobnie jak gaz uczestniczą ponownie w procesie rozdrabniania. Wielkość cząstek gotowego proszku wynosi ok.  $5 \mu\text{m}$ . Metodę stosuje się do wytwarzania proszków stali szybko tnącej, superstopów oraz węglików ze złomu węglkowego.



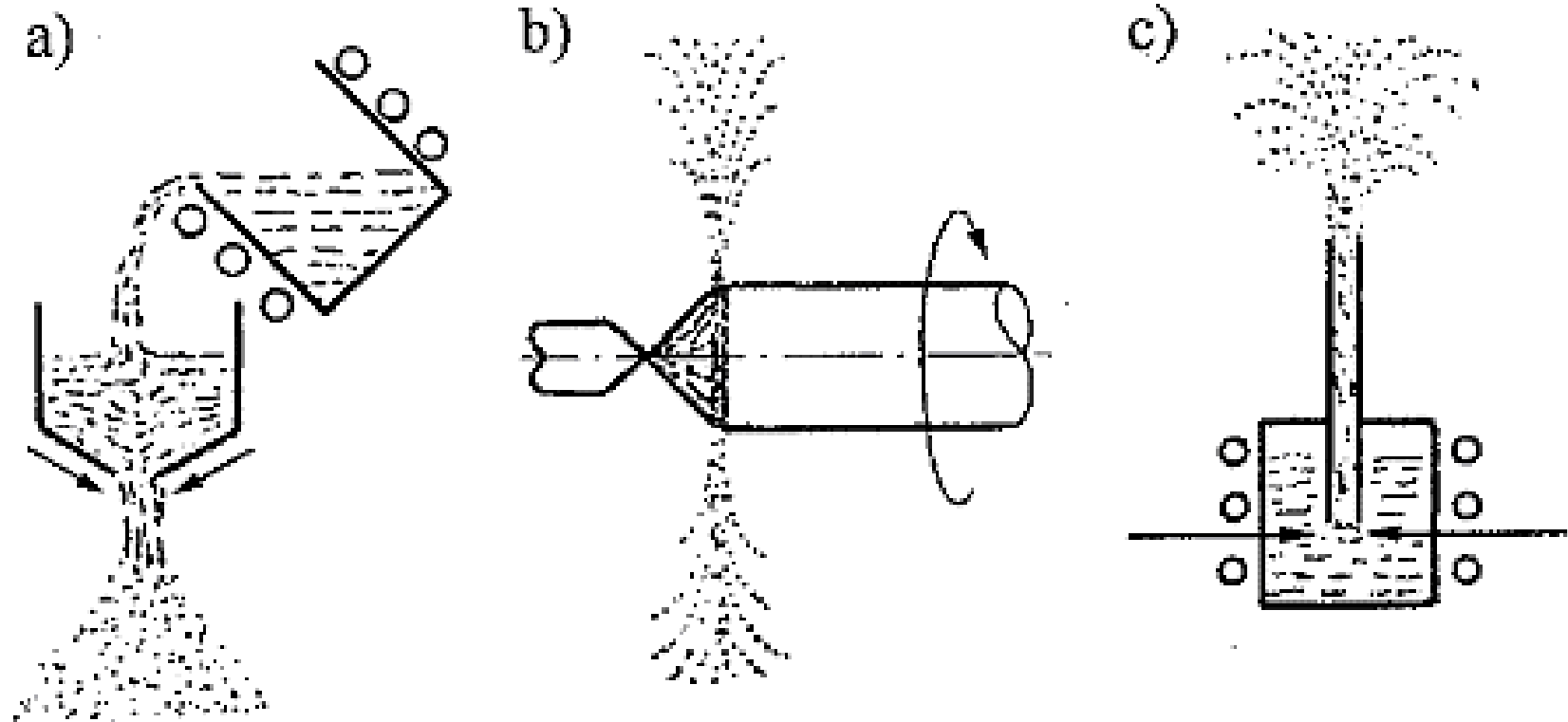
Schemat wytwarzania proszków metali metodą „The Coldstream Process”



Mechaniczne metody  
wytwarzania proszków z metalu  
w stanie ciekłym

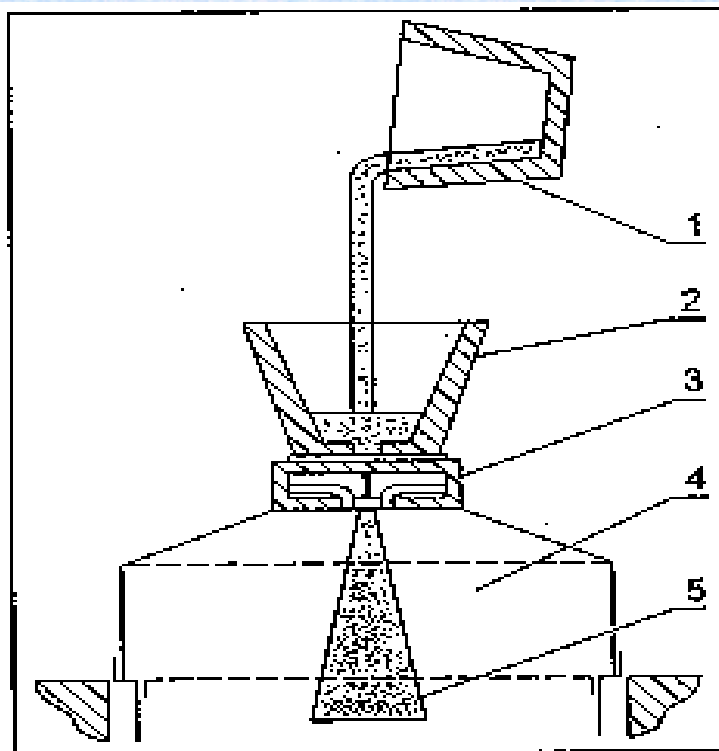
- Granulacja
- Proces rozpylania
- Wytwarzanie proszku żelaza metodą RZ
- Wytwarzanie proszków metali metodą rozpylania wodą
- Wytwarzanie proszku metali w procesie ASEA-STORA
- Wytwarzanie proszku aluminium
- Rozpylanie miedzi i stopów miedzi
- Rozpylanie metali łatwo topliwych



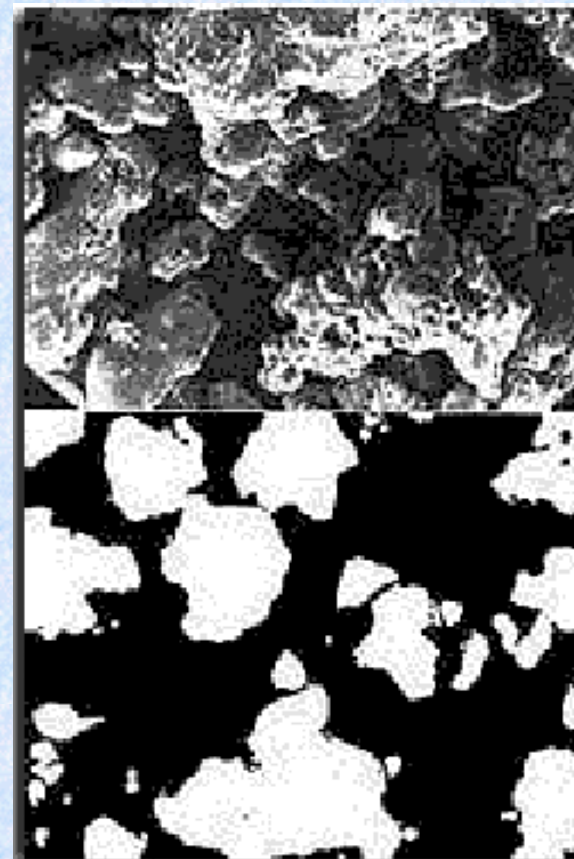


Rys. 2.16. Schematy metod wytwarzania proszków z ciekłych metali: a) rozpylanie strugi metalu strumieniem gazu lub cieczy, b) rozpylanie w łuku elektrycznym z wirującej elektrody, c) wtlaczanie gazu do płynnego metalu

# Rozpylanie parą wodną

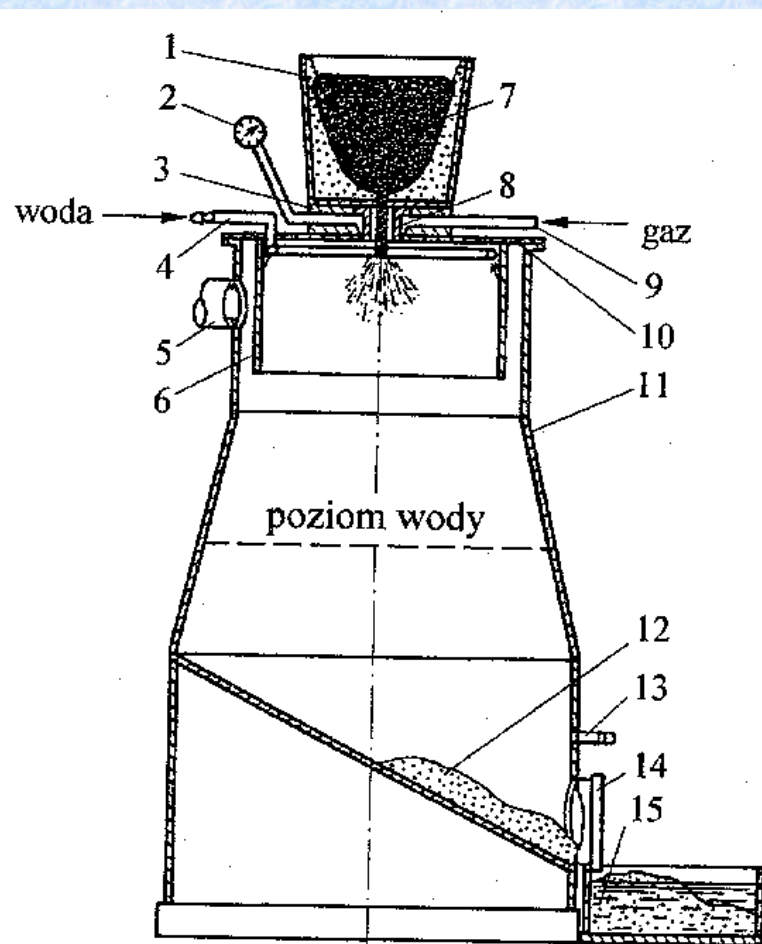
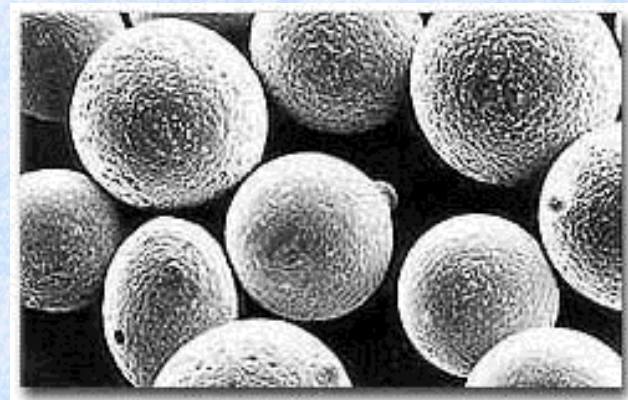


*Rys. 8.4. Schemat urządzenia do rozpylania metali; 1 – kadz, 2 – tygiel, 3 – dysza, 4 – komora rozpylania, 5 – proszek*

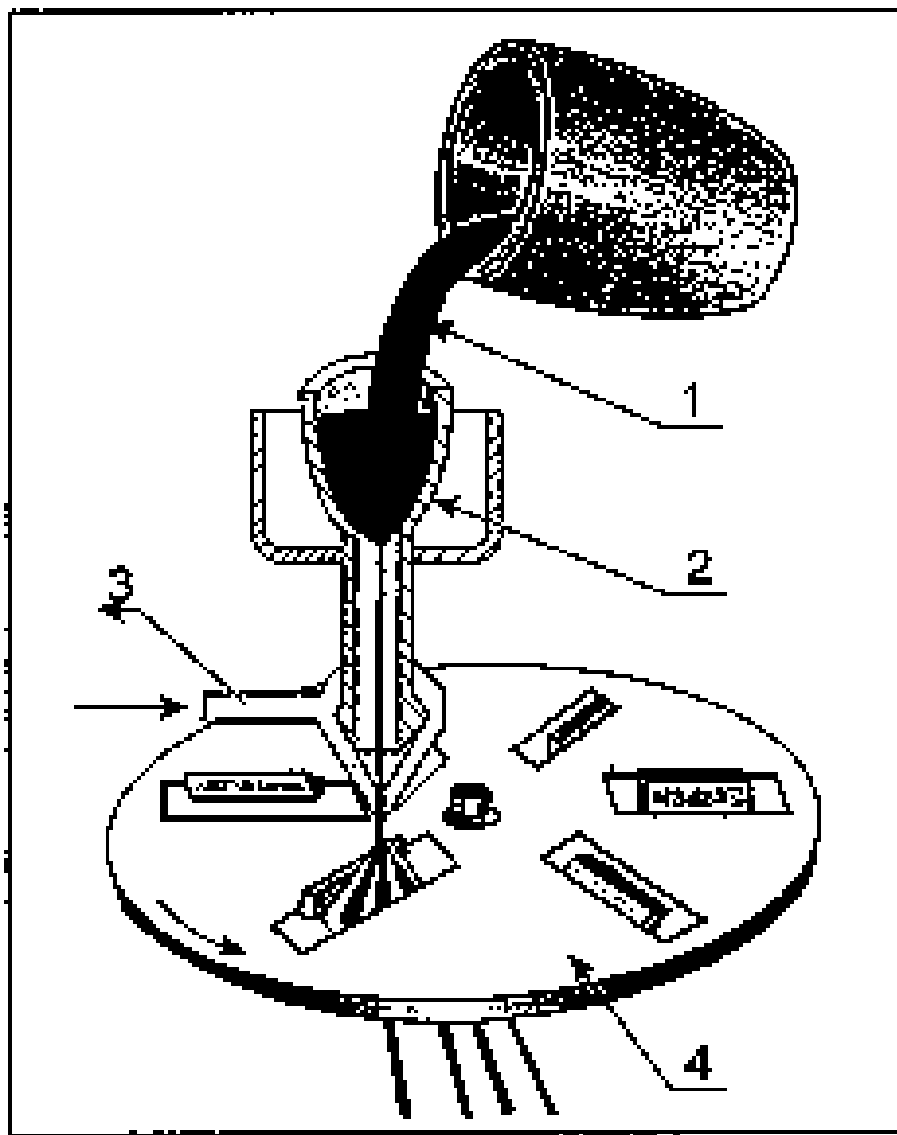




## Rozpylanie gazowe



Rys. 2.18. Schemat urządzenia do rozpylania metalu gazem: 1 - tygiel, 2 - manometr, 3 - dysza, 4 - doprowadzenie wody, 5 - odprowadzenie gazu, 6 - ekran, 7 - roztopiony metal, 8 - otwór dyszy, 9 - doprowadzenie gazu do dyszy, 10 - pokrywa, 11 - zbiornik, 12 - proszek na pochyłym dnie zbiornika, 13 - odprowadzenie wody, 14 - okno wyladowcze, 15 - pojemnik na proszek

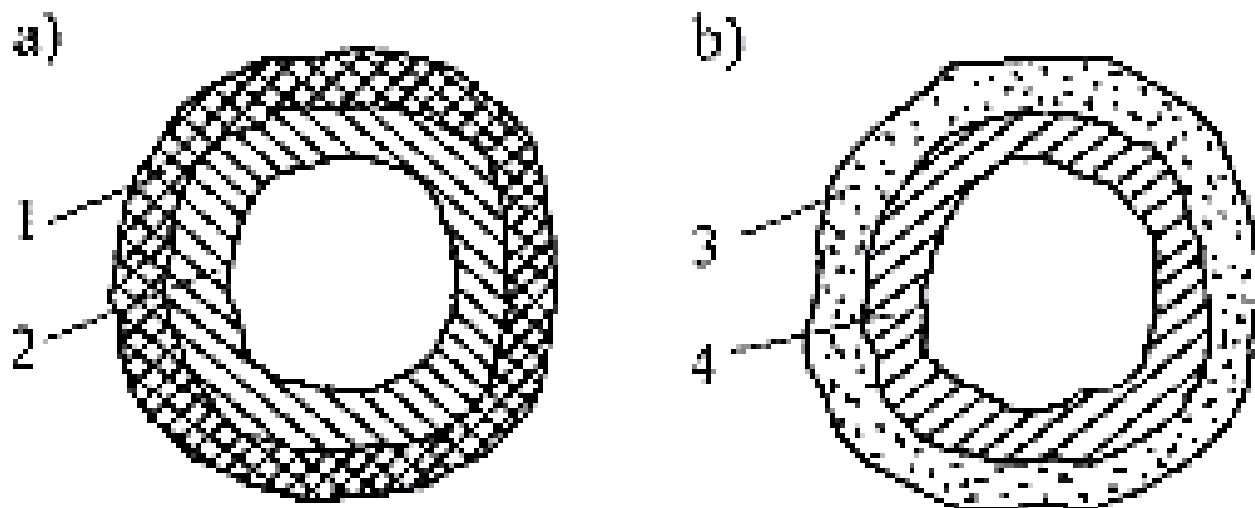


Schemat urządzenia do otrzymywania proszków metali przez rozpylanie metodą DPG (połączenie rozpylania wodnego z mechanicznym rozdrabnianiem);  
1 – ciekły metal,  
2 – lejek z dyszą,  
3 – woda,  
4 – wirująca tarcza z łopatkami-klinami



Tabela 2.2. Dobór medium rozpylającego do rozdrabniania ciekłych metali i stopów

| Medium rozpylające | Rozpylany materiał   |
|--------------------|--|
| powietrze          | surówka, żeliwo, stal węglowa, stal niskostopowa, aluminium, cynk, cyna, ołów, miedź i jej stopy |
| azot               | aluminium, nikiel, miedź, brązy, stal nierdzewna, stal szybko tnąca, żelazostopy                 |
| argon              | stal szybko tnąca, superstopy na bazie niklu lub kobaltu   |
| para wodna         | aluminium, miedź, stopy miedzi   |
| woda               | żeliwo, stal, żelazostopy (Fe-Si, Fe-Mn, Fe-Cr), brązy   |



Rys. 2.22. Struktura proszku RZ:  
a) po rozpyleniu, b) po wyzarzeniu;  
1 - zgorzelina, 2 - surówka, 3 - żelazo  
gąbczaste, 4 - odwęglona surówka



# **METODY FIZYKOCHEMICZNE**

# KONDENSACJA PAR METALI

- W drodze procesów fizykochemicznych otrzymuje się proszki o wyższej czystości. Procesy te polegają na zestalaniu par metali (kondensacji) co prowadzi do uzyskania proszków jeszcze drobniejszych niż w procesie rozpylania.
- Metoda ta ma duże zastosowanie w wyrobie proszków cynku. Tlenek cynku jest redukowany węglem, a odparowujący cynk ulega następnie zestalaniu w postaci drobnego proszku, który pokrywa się cienką błonką tlenku, zabezpieczającą go przed spieczeniem.



# REDUKCJA ZWIĄZKÓW CHEMICZNYCH W PODWYŻSZONEJ TEMPERATURZE.

- Odbywa się w ***piecach z atmosferą*** redukującą w podwyższonej temperaturze. W urządzeniach tych redukowany tlenek jest umieszczony w łożeczkach metalowych, przesuwanych ruchem ciągłym przez długą komorę pieca w przeciwnym kierunku do ruchu gazu redukującego jakim najczęściej jest wodór.
- Ponieważ zbyt wysoka temperatura spowodowałaby rozrost ziarn i spiekanie proszków w jednolitą masę, proces ten przebiega w znacznie niższej temperaturze od topnienia tlenku metalu. Metoda ta ma zastosowanie do wytwarzania proszków wolframu, molibdenu, niklu, kobaltu i miedzi.



# REDUKCJA STOPIONYCH SOLI.

- Tą metodą można otrzymać proszki berylu, tytanu, cyrkonu, niobu, tantalu i uranu poprzez stopienie pod znacznym ciśnieniem pewnych soli tych metali z metalami alkalicznymi (sód, potas) lub metalami ziem alkalicznych (magnez, wapń). Najczęściej stosowanymi solami są: chlorki, fluorki lub sole podwójne. Uzyskany w wyniku redukcji produkt łąguje się w wodzie (filtruje), a następnie oczyszcza.

# WYTWARZANIE WĘGLIKÓW

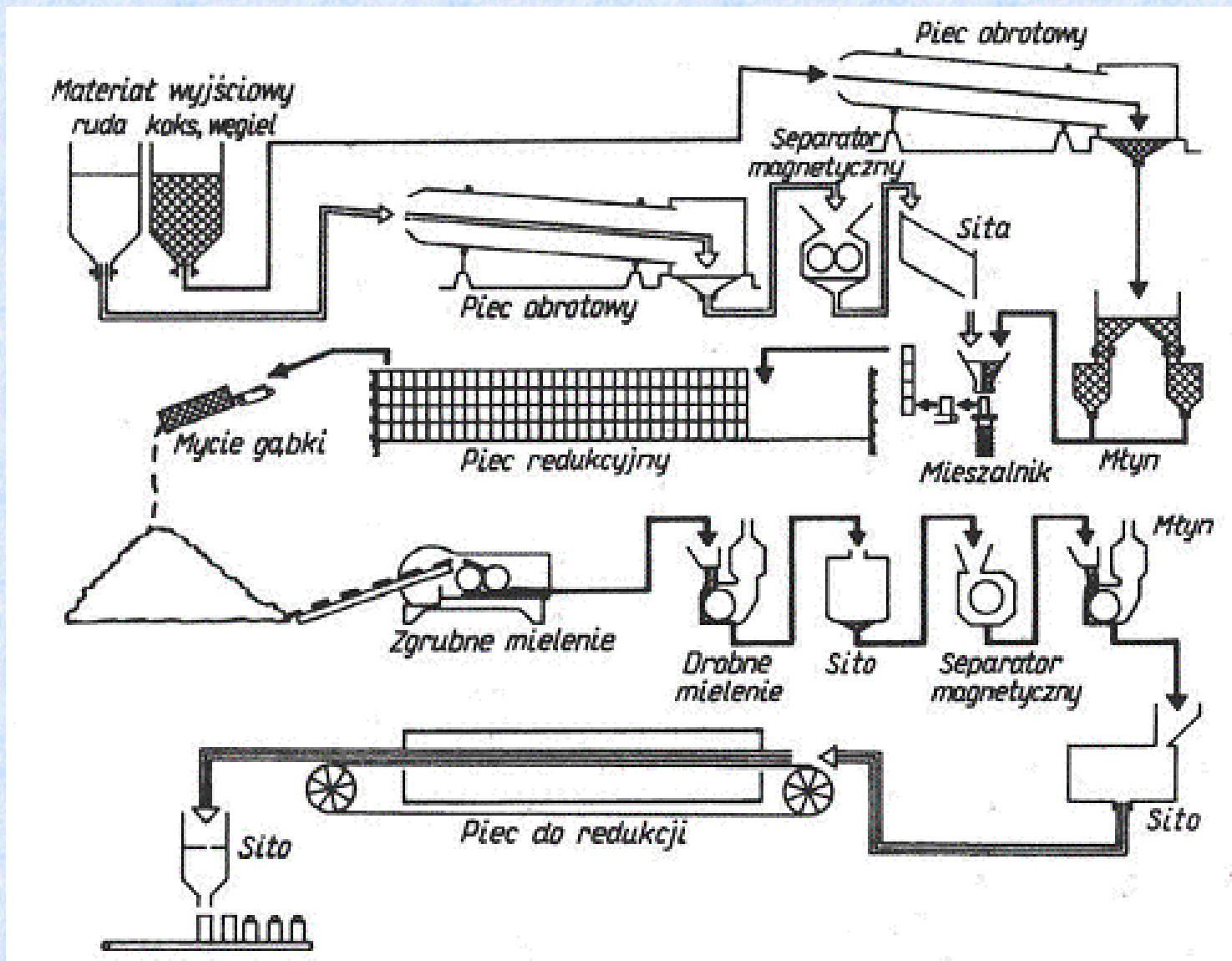
- Polega na ogrzewaniu proszków metali zmieszanych z drobną sadzą w temperaturze 1300-2200 C°. W ten sposób wytwarza się proszki węglików molibdenu, wolframu, tytany i inne. Często wytwarza się węgliki przez nawęglanie tlenków metali, które następnie zostają mechanicznie rozdrobnione. Wytworzone tą metodą proszki stosowane są do wyrobów materiałów twardych.



## **Wytwarzanie proszków metali metodą redukcji tlenków**

- Wytwarzanie proszków metali wysokotopliwych
- Wytwarzanie proszków miedzi, niklu i kobaltu.
- Wytwarzanie proszku tytanu.
- Wytwarzanie proszku tantalu
- Wytwarzanie proszku uranu
- Wytwarzanie proszku chromu
- Wytwarzanie proszku żelaza

# Schemat wytwarzania proszku żelaza metodą Hoganas





**Tlenki żelaza** redukuje się najczęściej węglem, a powstały gąbczasty produkt reakcji rozdrabnia się na proszek. Głównymi czynnikami sterującymi procesem redukcji są:

- przebieg zmian temperatury,
- nadmiar reduktora,
- wielkość cząstek redukowanego tlenku
- przepuszczalność i grubość jego warstwy tlenku

### **Składniki**

- surowiec: *koncentrat magnetytowy* otrzymany z rudy po jej zmieleniu na cząstki wielkości mniejszej od 0,5mm (70-75% Fe) i wysuszony w piecu
- reduktor : *antracyt* lub *miął koksowy*.
- dla związania siarki zawartej we wsadzie do procesu wprowadza się również *kamień wapienny*

Temperatura w strefie grzewczej pieca wynosi 1260°C. Przejazd przez piec trwa prawie 3 doby.

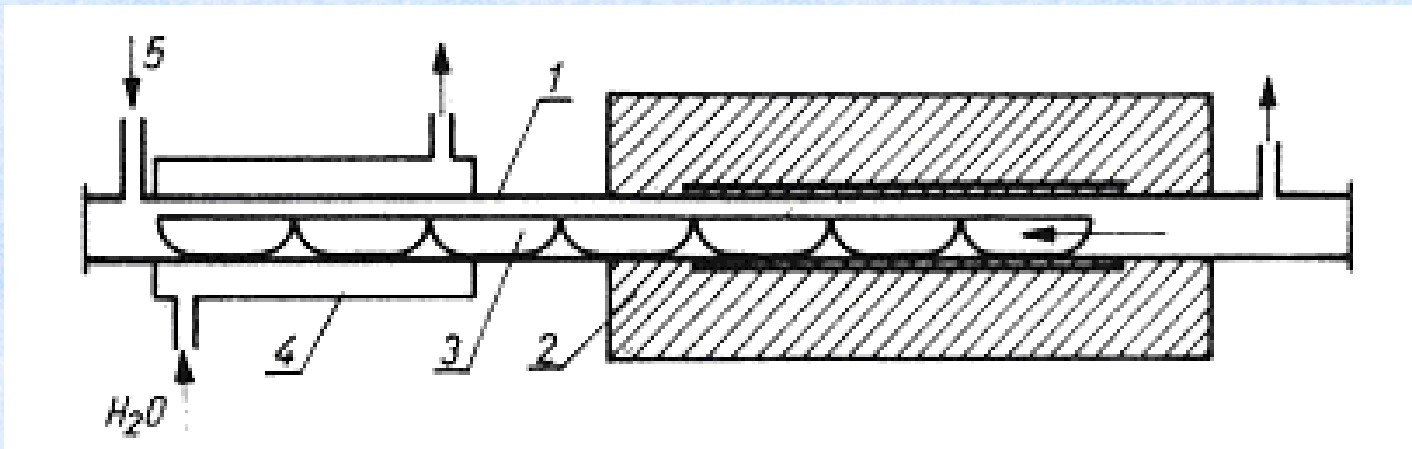
# Wytwarzanie proszków metali wysokotopliwych

Wolfram, molibden i ren otrzymuje się niemal wyłącznie na drodze redukcji tlenków tych metali wodorem.

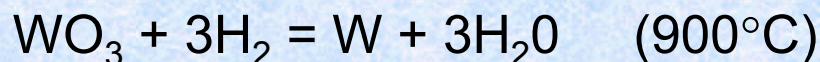
Surowiec: wzbogacone rudy wolframowe

Proces: Wyżarzanie w wysokiej temperaturze z sodą lub z wrzącym kwasem solnym

Skutek: Produktem dysocjacji termicznej kwasu wolframowego  $H_2WO_4$  lub parawolframianu amonowego  $5(NH_4)_2O \cdot 12WO_3 \cdot 11H_2O$  jest tlenek wolframu  $WO_3$  (ilość domieszek nie powinna przekraczać 0,1 % - i wielkości cząstek ok.  $1 \mu m$ )



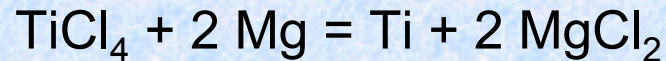
Schemat pieca przepychowego do redukcji tlenków metali wodorem. 1 - stalowa rura, 2 - piec, 3 - łożki z wsadem, 4 - chłodnica, 5 - doprowadzenie wodoru





# Wytwarzanie proszku tytanu

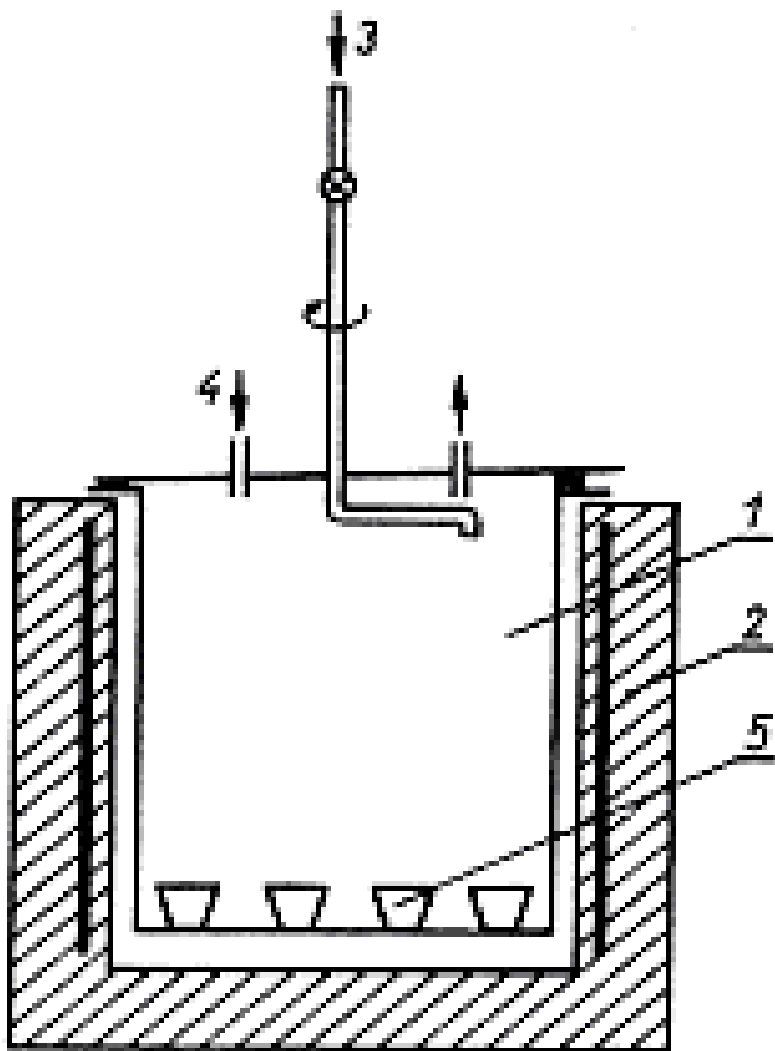
Spośród wielu wariantów wytwarzania proszku tytanu metodą redukcji metalotermicznej, największe znaczenie techniczne ma proces redukcji gazowego czterochlorku tytanowego  $\text{TiCl}_4$  metalicznym magnezem w atmosferze ochronnej argonu (metoda Krojła). Reakcja redukcji



jest egzotermiczna i szybkością doprowadzania  $\text{TiCl}_4$  reguluje się, temperaturę procesu utrzymując ją na poziomie **800-900°C**. Proces redukcji przebiega okresowo w hermetycznym reaktorze do chwili wyczerpania się magnezu.

**Gąbkę tytanową**, która jest produktem redukcji, poddaje się ługowaniu lub destylacji próżniowej w celu usunięcia z niej magnezu i chlorku magnezowego. Jeśli stosuje się zabieg ługowania otrzymuje się bezpośrednio tytan w postaci proszku, który jest jednak zanieczyszczony. Tytan wyższej czystości uzyskuje się w wyniku destylacji próżniowej, lecz w tym przypadku trzeba wykonać mechaniczne rozdrabnianie gąbki.





Schemat urządzenia do metalotermicznej redukcji czterochlorku tytanowego magnezem.

1 - korpus reaktora z pokrywą,

2 - piec,

3 - doprowadzenie gazowego  $\text{TiCl}_4$ ,

4 - doprowadzenie argonu,

5 - gąski magnezu

## Wytwarzanie proszku tantalu

Tantal zaliczany jest do metali wysokotopliwych. Jedną z głównych metod wytwarzania proszku tego metalu jest redukcja sodotermiczna fluorotantalanu potasowego  $K_2TaF_7$



Fluorotantalan potasowy oraz kawałki sodu ładuje się warstwami do tygla żelaznego lub niklowego. Początek procesu inicjuje się przez nagrzanie tygla. W temperaturze redukcji - 800-850°C - sód znajduje się w stanie pary, co zapewnia rozległy kontakt reagentów ze sobą. Proszek będący produktem redukcji prawie nie zawiera wolnego sodu. Po oczyszczeniu kwasami siarkowym i fluorowodorowym uzyskuje się proszek czystego tantalu (99,5%).



# METODA KARBONYLKOWA

Polega na działaniu pod znacznym ciśnieniem tlenku węgla na rudy żelaza lub niklu. Efektem reakcji są ciekłe związki, tzw. karbonylki. Do wytwarzania proszków stosowane są głównie czterokarbonylek niklu lub pięciokarbonylek żelaza. Związki te w podwyższonej temperaturze nie są trwałe i ulegają łatwo rozkładowi na metal i tlenek węgla. Metal wydziela się w postaci proszku w specjalnych zbiornikach, a uwolniony gazowy tlenek węgla powraca znowu do procesu.

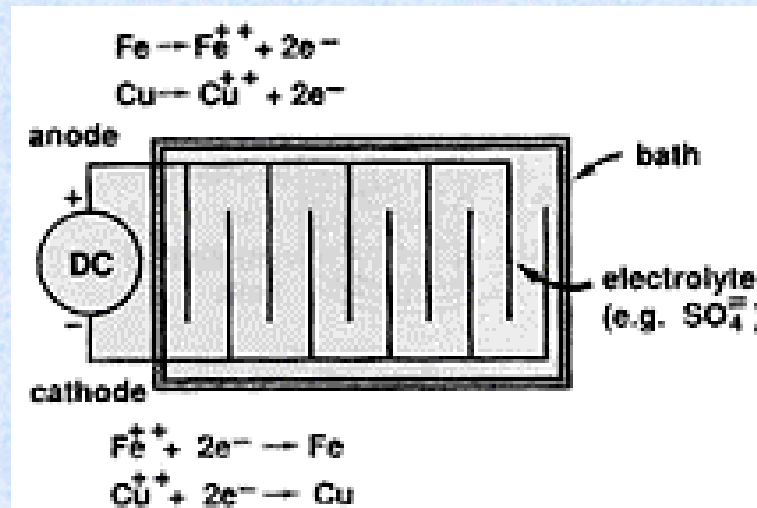
Metoda ta stosowana jest głównie do **żelaza i niklu**, jakkolwiek inne metale tworzą także karbonylki. Uzyskane tą metodą proszki odznaczają się znaczną czystością, dlatego stosuje się je do wyrobu ważniejszych materiałów, jak np. materiały magnetyczne, próżniowe, elektryczne itp. Ze względu na ich dobrą prasowalność stosowane są również do wytwarzania produktów o złożonych kształtach.

# METODA ELEKTROLITYCZNA

W zależności od stanu i rodzaju elektrolitu rozróżnia się dwie odmiany:  
**-metoda wydzielania proszków z roztworów wodnych soli** - stosuje się do wytwarzania proszków niklu, kobaltu, żelaza, srebra, miedzi.

**-metoda wydzielania proszków ze stopionych w podwyższonej temperaturze soli metali-** stosuje się do uzyskiwania **tantalu, niobu, wanadu, cyrkonu, toru, tytanu i uranu**

W zależności od warunków elektrolizy uzyskuje się albo kruchy osad na katodzie, rozdrabniany później mechanicznie, albo proszek opadający na dno wanny. Metoda ta jest jedną z częściej stosowanych w przemyśle.





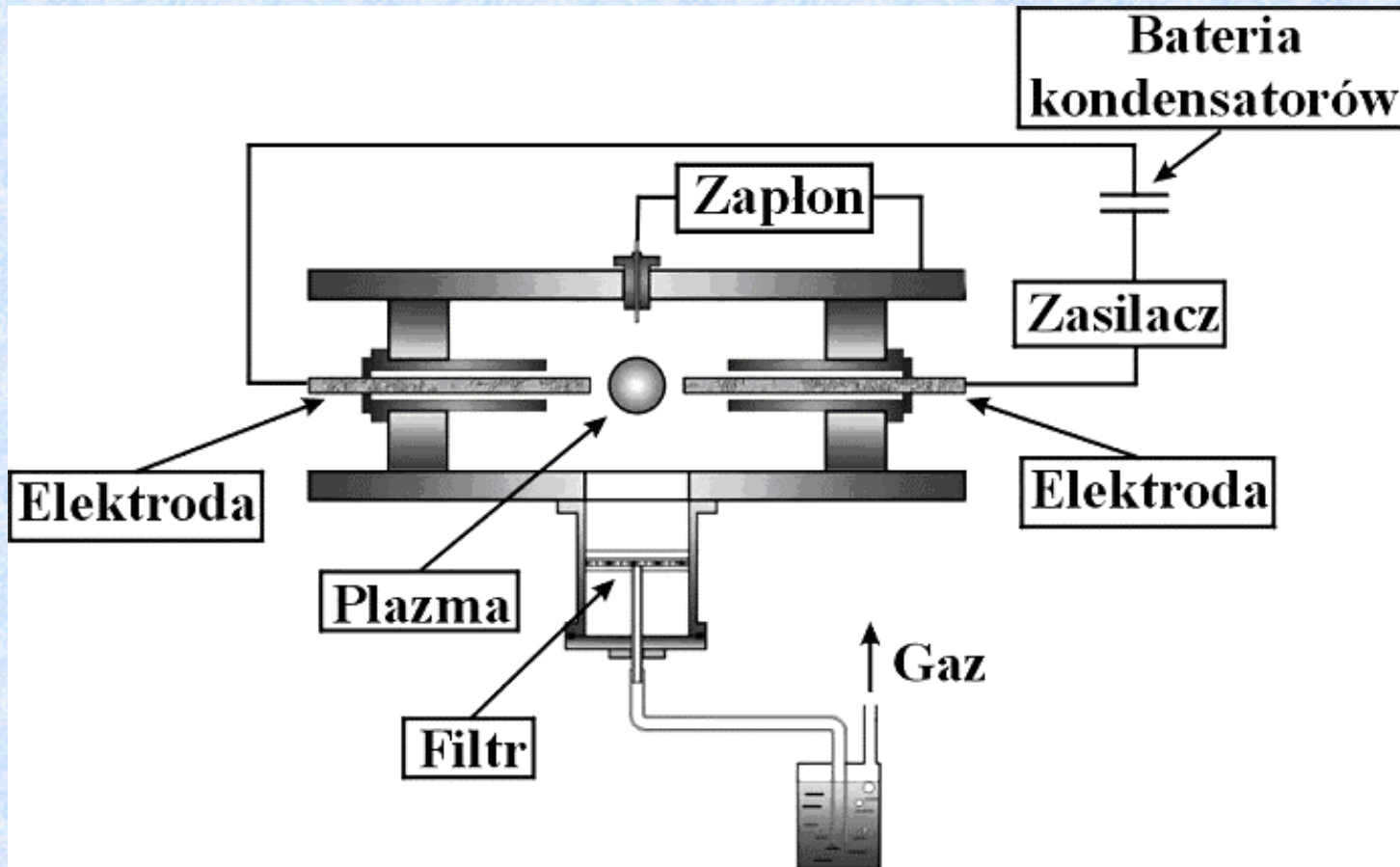
# WYTRĄCANIE ELEKTROCHEMICZNE

Proszek metalu jest wydzielany z roztworu soli przez wytrącanie go innym metalem, np. za pomocą miedzi wytrąca się srebro z roztworu wodnego azotanu srebra. Uzyskane w ten sposób proszki podlegają zwykle dalszemu rozdrabnianiu w młynach. Jest to metoda od dawna stosowana do wyrobów **proszków srebra, złota, platyny i cyny**. W przypadku **uranu, toru, cyrkonu i berylu** stosuje się wytrącanie proszków w podwyższonej temperaturze ze stopionych soli tych metali.

## METODY SPECJALNE

Mają zastosowanie w specjalnych przypadkach , takich jak np. rozdzielanie (destylacja) stopów składających się z metali różniących się temperaturą topnienia i ciśnieniem pary.

# Otrzymywanie proszków metodą impulsowo-plazmową



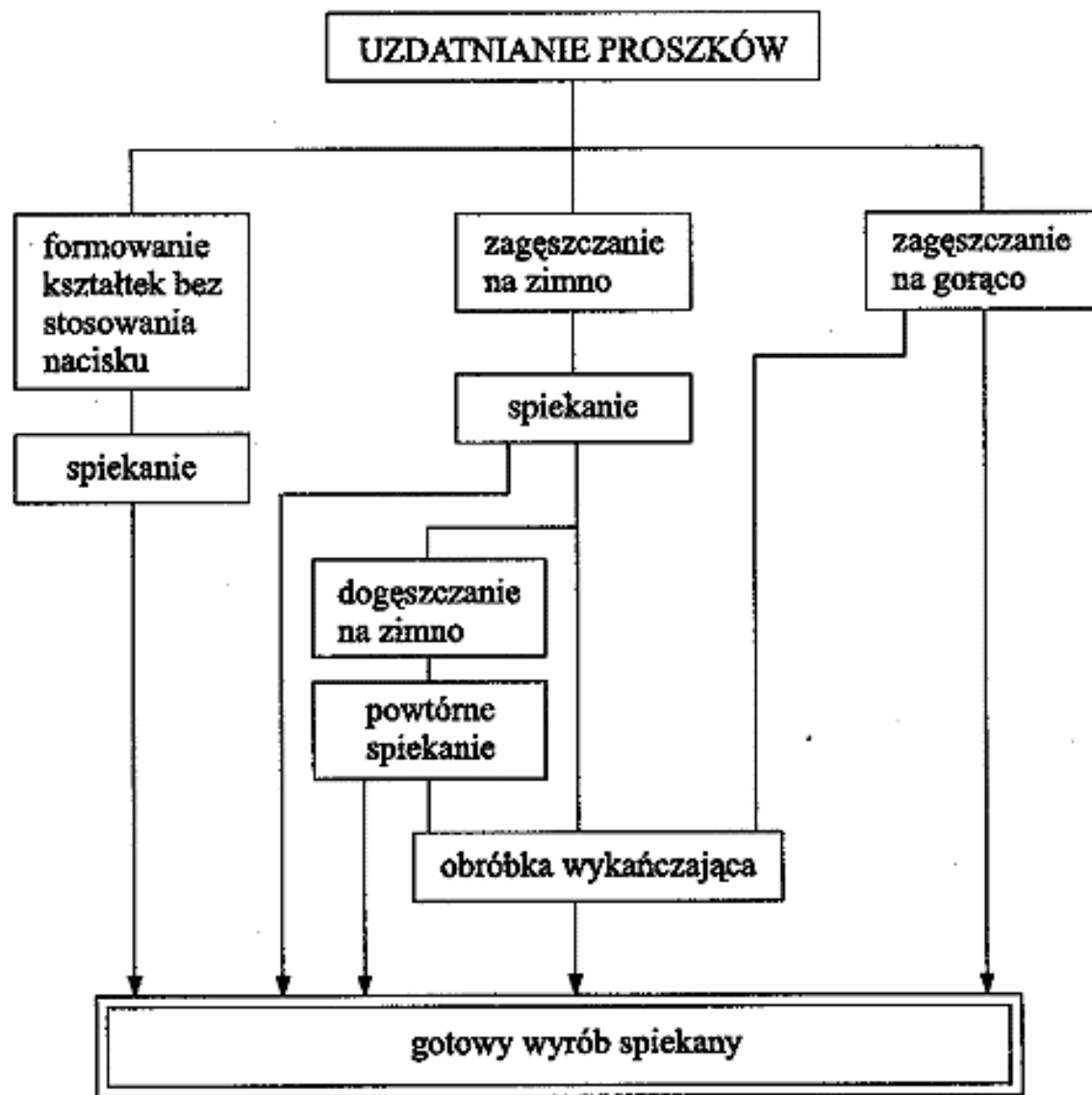
Schemat urządzenia



- W procesie tym część materiału elektrod oraz otaczający je gaz w wyniku silnoprądowych wyładowań impulsowych wytwarzanych pomiędzy elektrodami przechodzi w stan plazmy.
- Powstała plazma w czasie wyładowania elektrycznego ulega, po nagłym zaniku wyładowania, gwałtownemu rozprężaniu i chłodzeniu.
- W efekcie powstaje aerozol zawierający, jako fazę rozproszoną, nanokrystaliczne cząstki będące wynikiem krystalizacji materiału powstałego w reakcji plazmowej.

# Technologia wytwarzania wyrobów z proszków





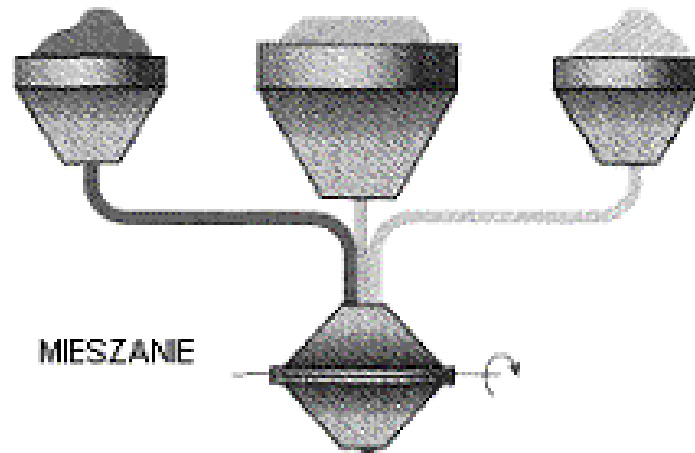
Rys. 4.1. Warianty technologii wytwarzania spieków o różnym stopniu zagęszczenia

# PROCES PM

DODATKI  
STOPOWE

PROSZEK  
PODSTAWOWY

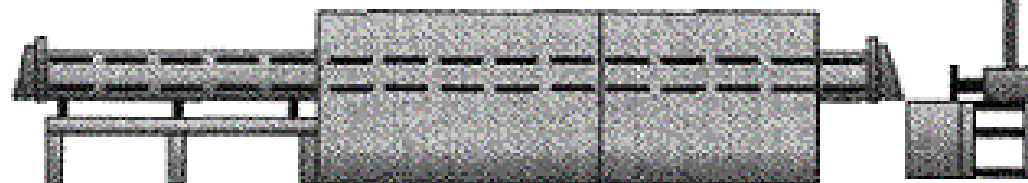
SUBSTANCJE  
POŚLIZGOWE



NAPEŁNIANIE

ZAGĘSZCZANIE

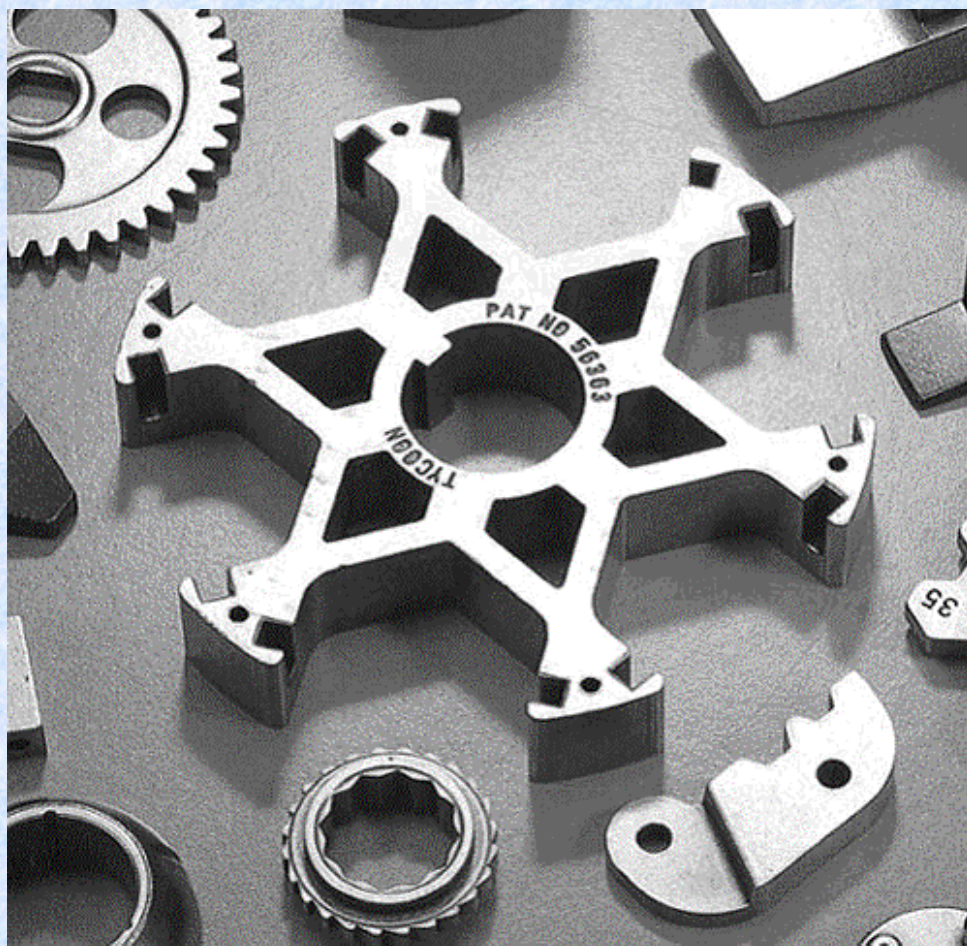
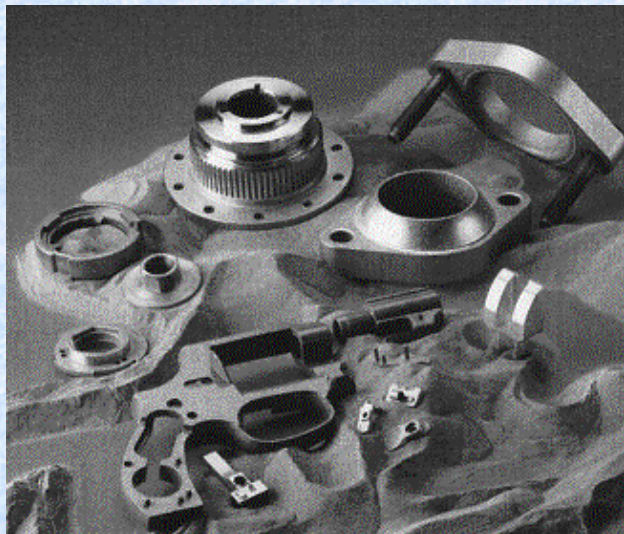
WYJĘCIE  
KSZTAŁTKI



SPIEKANIE



# GOTOWE WYROBY





# **Obróbka proszków**

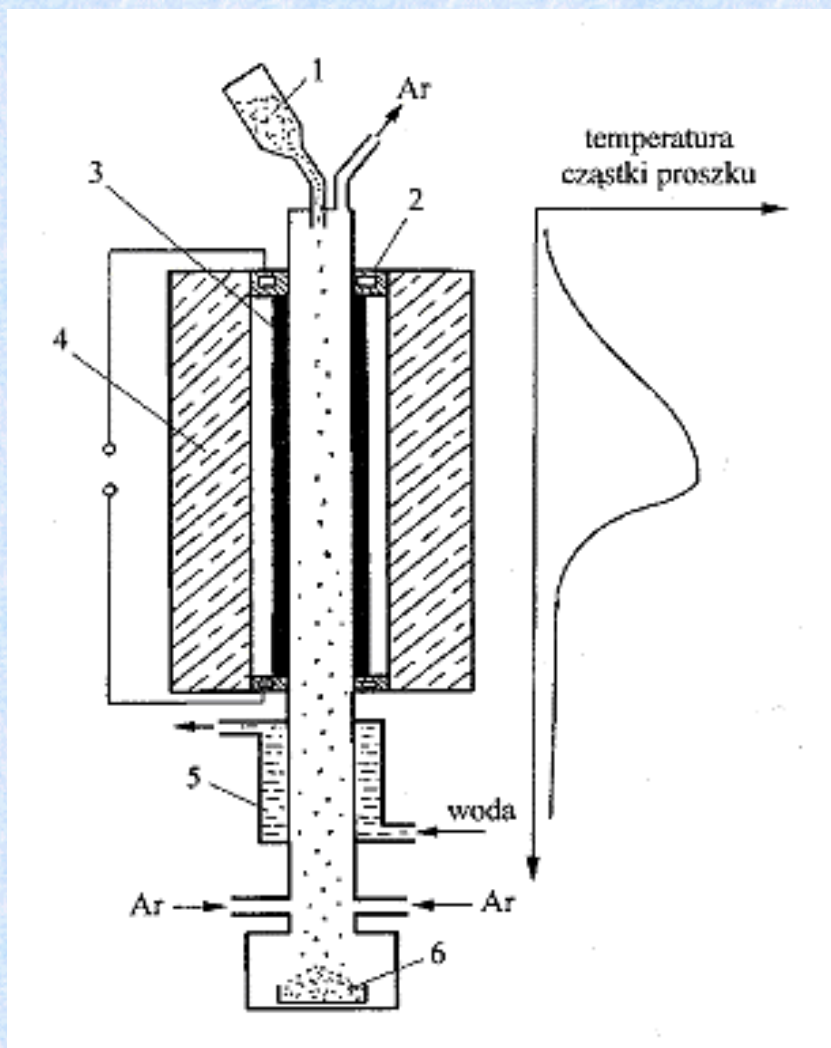
**1.Sferoidyzacja** - jeżeli pożądanym jest kształt kulisty proszku a metoda jego wytwarzania tego nie gwarantuje można przeprowadzić dodatkową **obróbkę cieplną lub cieplno-mechaniczną**, która zapewnia zmianę kształtu nieregularnego w kulisty lub kropelkowy.

#### Metody:

- Swobodne opadanie cząstek w piecu wysokotemperaturowym
- Sferoidyzacja w płomieniu gazowym lub plazmowym
- Mielenie w młynach kulowych z wypełniaczem ( twardy proszek ceramiczny) w podwyższonych temperaturach



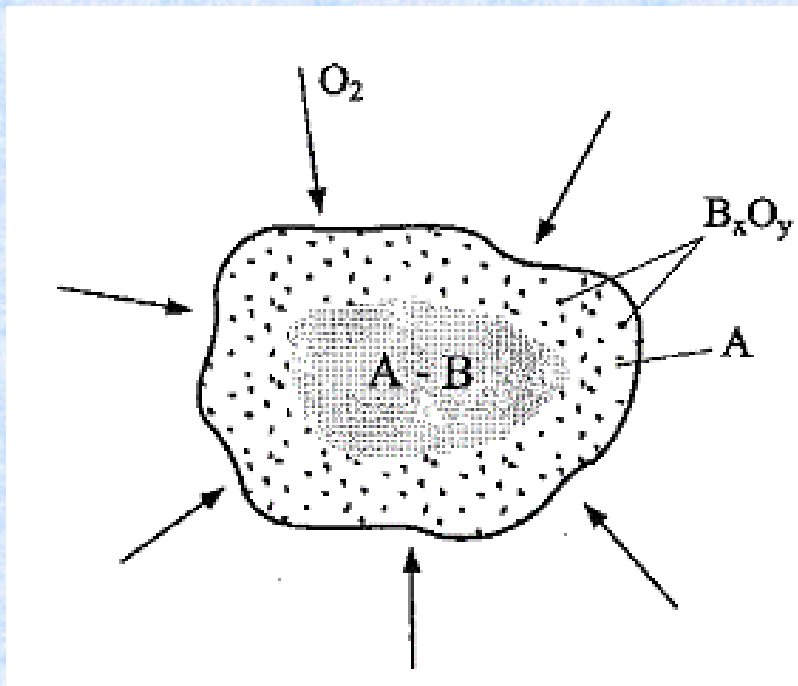
## Swobodne opadanie cząstek w piecu wysokotemperaturowym



- 1- dozownik proszku,
- 2- elektrody chłodzone wodą,
- 3- rura węglowa,
- 4- izolacja cieplna,
- 5 – chłodnica,
- 6 –zbiornik na proszek po sferoidyzacji

## 2. Utlenianie wewnętrzne

do wytwarzania proszków kompozytowych. Utlenianiu poddaje się stopy dwuskładnikowe, w których metal osnowy wykazuje mniejsze powinowactwo do tlenu niż dodatek stopowy ( dotyczy stopów: Cu-Al., Cu-Si, Cu-Zr, Ag-Al., Ag-Cd, Ag-In, Ni-Al., Ni-Cr, Fe-Si)



Schemat struktury proszku po częściowym utlenianiu wewnętrznym

## 3. Mechaniczna synteza - Attritor



# **Mieszanie**

Do prasowanych mas dodaje się składniki zmniejszające tarcie (grafit, stearyny, gliceryny, alkohol, eter, aceton, benzol, benzynę, kamforę w ilościach nieprzekraczających 1% mas) w celu zmniejszenia tarcia i ułatwienia poślizgu między cząstkami proszku i powierzchniami narzędzi. Dodatkowo ułatwienie poślizgu między cząstkami proszku ułatwiające zagęszczenie wypraski.

Mieszanie przebiega w młynach kulowych zapewniających odpowiednią agregację cząstek.

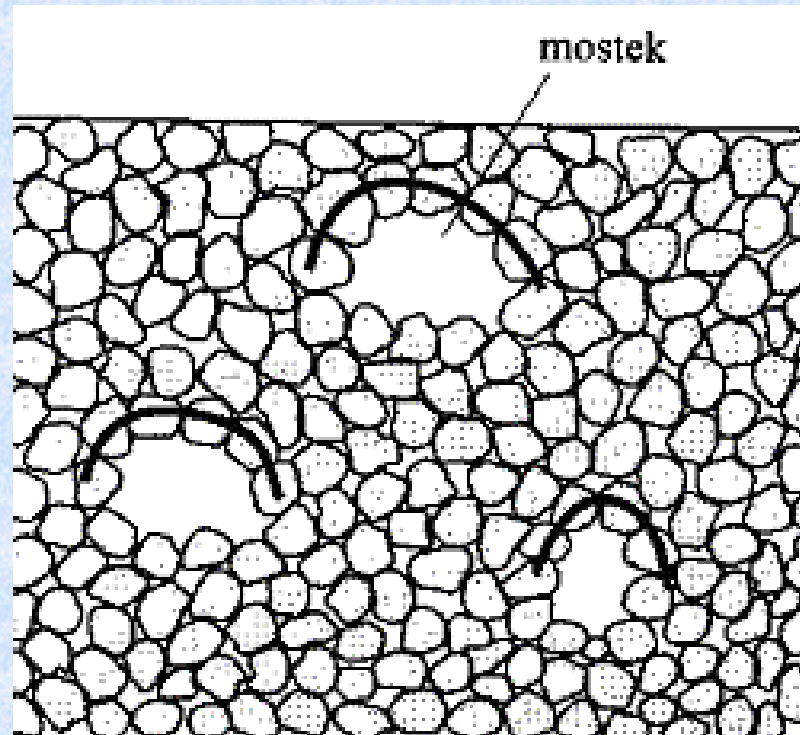


Zjawiska podczas zagęszczania proszków:

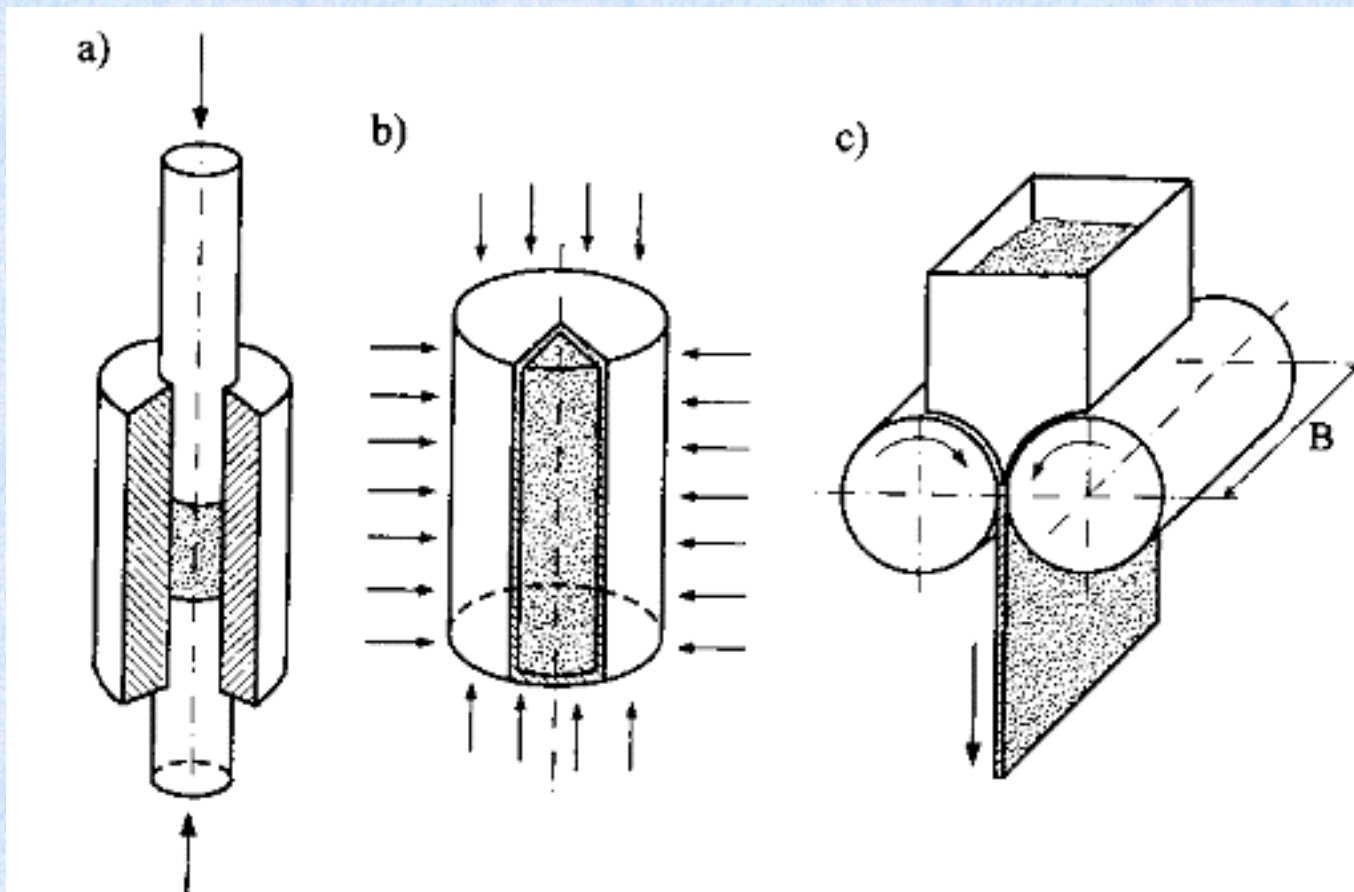
- Możliwie najściślejsze układanie się cząstek proszku w wyniku załamywania się i likwidacji mostków, względnych obrotów i przemieszczeń cząstek, prowadzących do częściowego zapełnienia mniejszymi cząstkami luk pomiędzy cząstkami większymi
- Mechaniczne zazębianie się cząstek, szczególnie o rozbudowanej powierzchni i nieregularnym kształcie
- Trwałe, powierzchniowe odkształcenie cząstek, któremu towarzyszy usuwanie powłok tlenkowych, co prowadzi do utworzenia „czystych” metalicznych kontaktów między cząstkami
- Zgniot materiału przejawiający się zwiększeniem jego twardości

# Zagęszczanie proszków





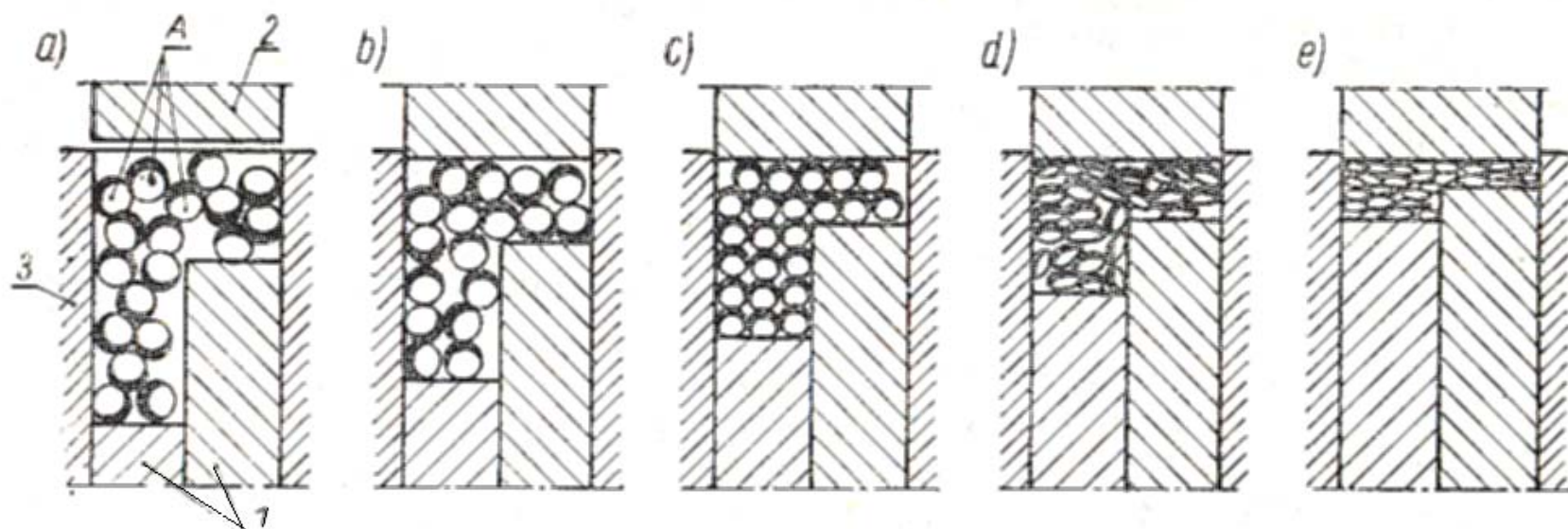
Struktura luźno zasypanego proszku



Podstawowe sposoby zagęszczania proszku

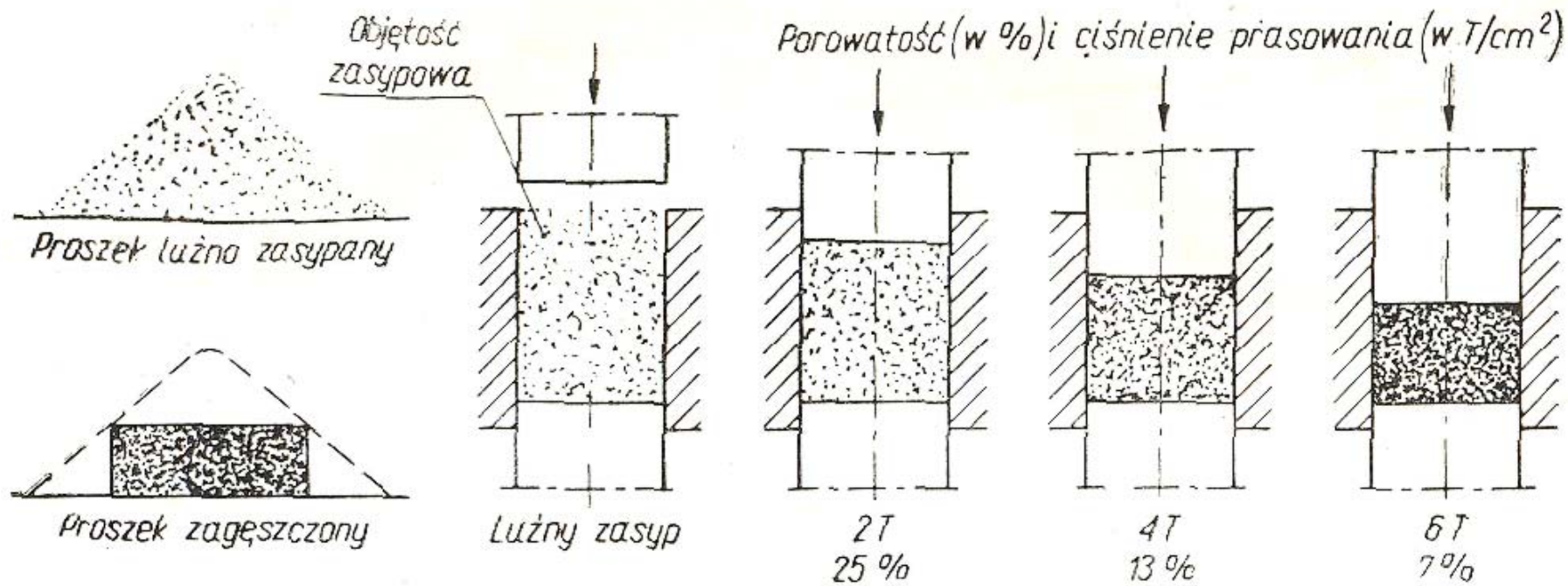
- a) prasowanie w matrycy;
- b) prasowanie w formie elastycznej lub plastycznej (wielostronny nacisk);
- c) walcowanie





Stadia prasowania proszku: a) luźno zasypyany proszek, b, c) załamaniem mostków, d) początek odkształcenia ziarn, e) proszek po prasowaniu, A — tworzenie mostków między ziarnami:

1 — stempel dolne, 2 — stempel górny, 3 — matryca



Rys. 5. Przebieg procesu prasowania proszków

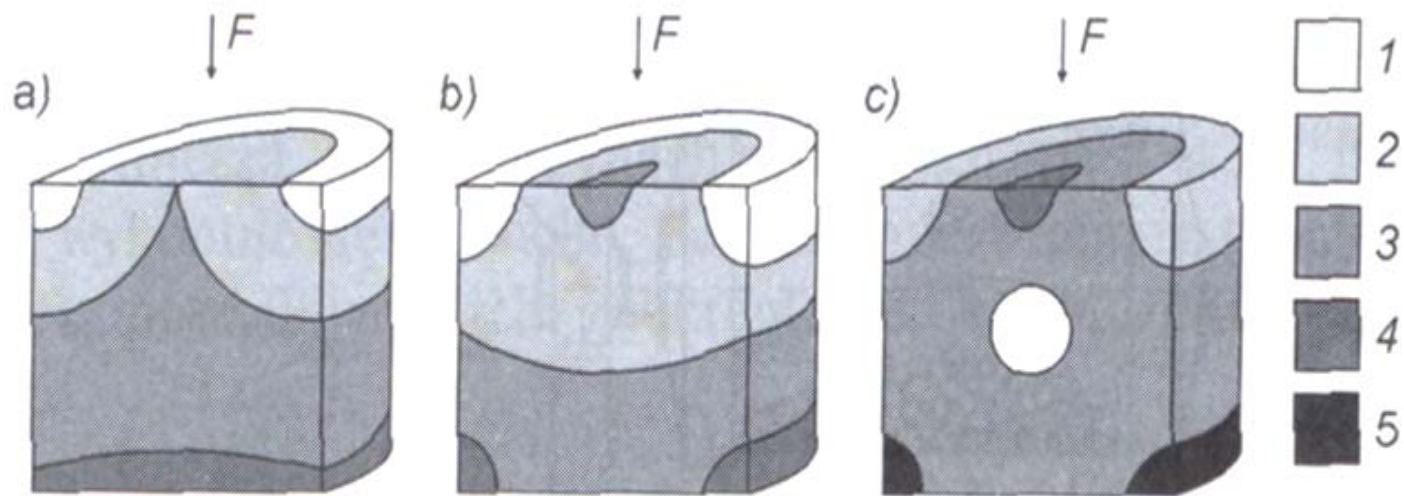


## **Formowanie i prasowanie proszków**

Formowanie proszków polega na jego zagęszczeniu na drodze wywierania ściskania go w zamkniętej przestrzeni. W zależności od wymaganego kształtu elementu, własności proszku dobiera się odpowiednią metodę formowania. Uformowane kształtki posiadają spoistość, wynikającą z połączenia poszczególnych cząstek proszku siłami adhezji, lecz ich wytrzymałość jest niska.

Poniżej podano najczęściej używane metody formowania:

- prasowanie w matrycach zamkniętych,
- prasowanie izostatyczne,
- prasowanie kroczące (z przesuwaną się matrycą),
- walcowanie,
- wyciskanie,
- odlewanie i natryskiwanie,
- specjalne metody formowania (formowanie i prasowanie dynamiczne i pulsacyjne, prasowanie w polu magnetycznym).

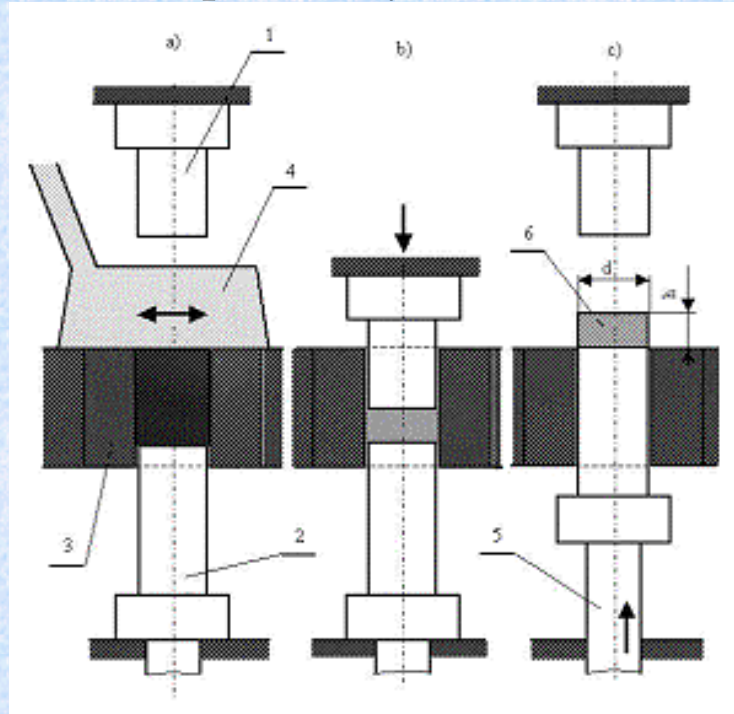


Rozkład gęstości  $\rho$  wypraski w kierunku prasowania i poprzecznym do kierunku prasowania w wyprasce z proszku o małej plastyczności, prasowanej matrycowo jednostronnie. Ciśnienie prasowania: a) małe; b) średnie; c) duże;  $\rho_1 < \rho_2 < \rho_3 < \rho_4 < \rho_5$  [29, 36]



# 1. Prasowanie na zimno

- jednostronne,
- z pływającą (swobodną) matrycą,
- dwustronne z przeciwbieżnym ruchem stempli,
- dwustronne ze współbieżnym ruchem matrycy.



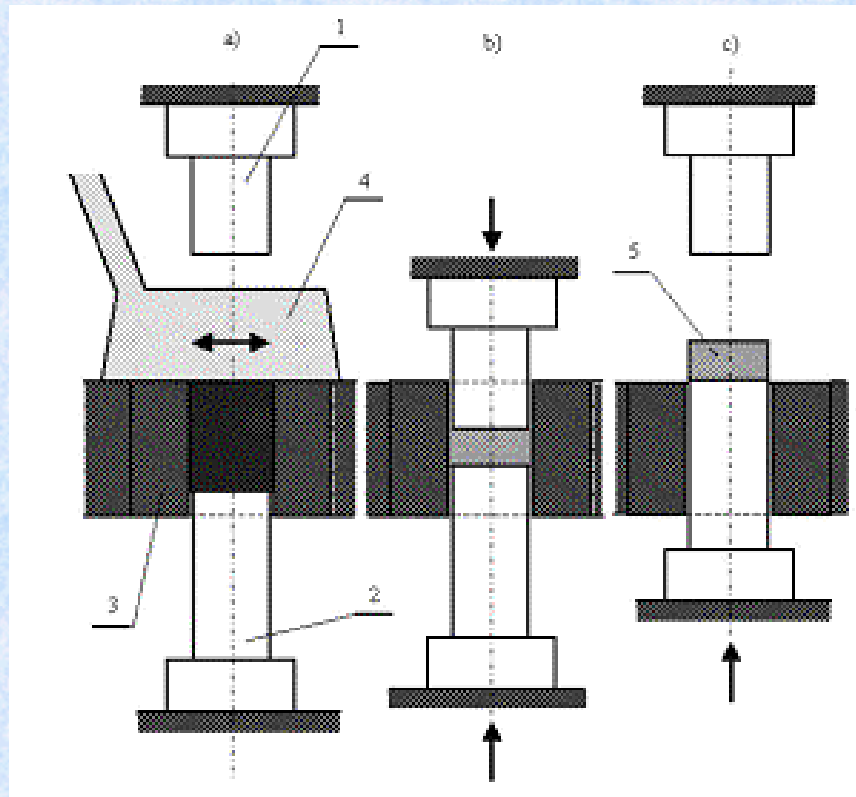
Schemat prasowania jednostronnego:

a) zasypywanie proszku do matrycy,

b) prasowanie,

c) usunięcie wypraski;

1 - stempel prasujący (ruchomy), 2 - stempel dolny (stały), 3 - matryca, 4 - kasetka zasypowa, 5 - wyrzutnik, 6 – wypraska o wymiarach  $d$  i  $h$



Schemat prasowania dwustronnego z przeciwbieżnym ruchem stempli:

a) zasypywanie proszku do matrycy,

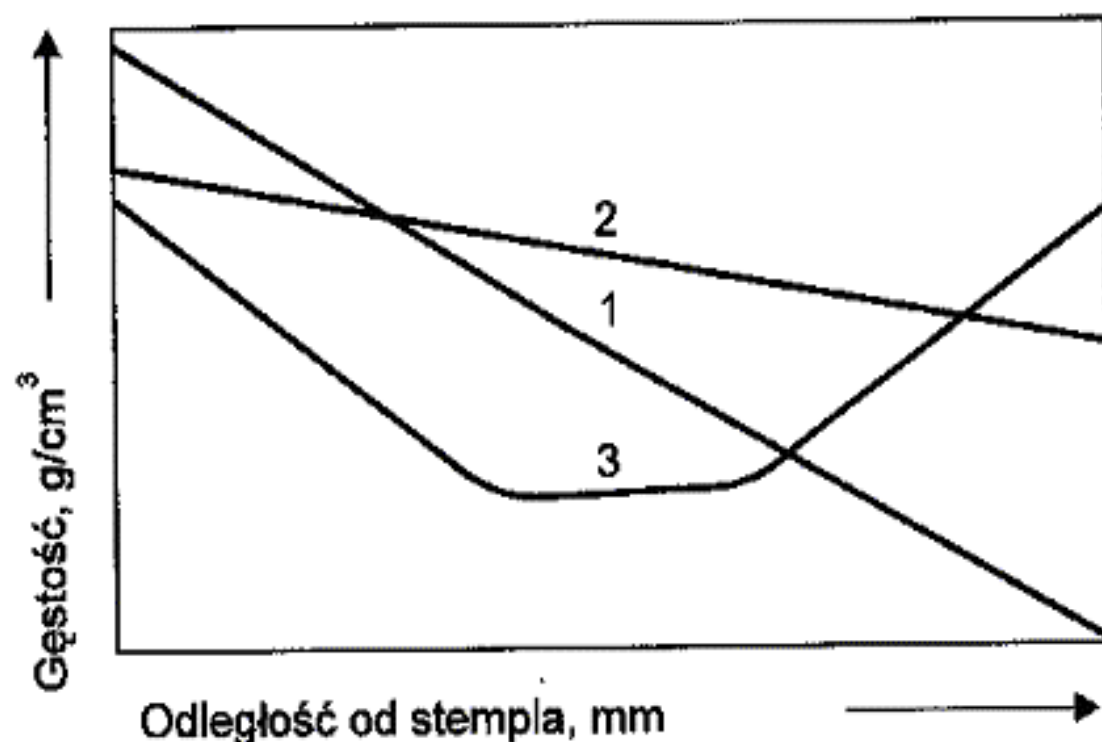
b) prasowanie,

c) usuwanie wypraski;

1 - stempel górny, 2 - stempel dolny, 3 - matryca, 4 - kasetka zasypowa,

5 – wypraska

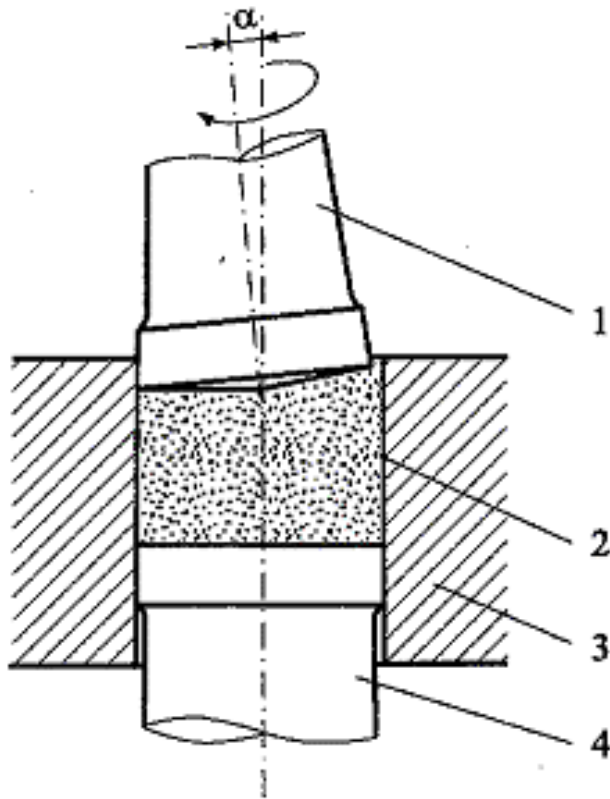




**Rysunek 2.3.** Zależność gęstości wypraski od odległości cząstek materiału od stempla prasującego [7]; 1 — prasowanie jednostronne, 2 — prasowanie jednostronne ze środkiem poślizgowym, 3 — prasowanie dwustronne

## 2. Prasowanie obwiedniowe

Kształtki o przekroju okrągłym, symetryczne do pionowej osi prasowania, można prasować obwiedniowo. Zasada polega na tym, że górny stempel jest odchylony od pionu o kąt  $\alpha$  i wykonuje ruch krążący lub wahający. Powierzchnia styku stempla z zagęszczanym materiałem jest mała, co pozwala na zwiększenie ciśnienia wywieranego na materiał i uzyskanie większej gęstości wyrobu.

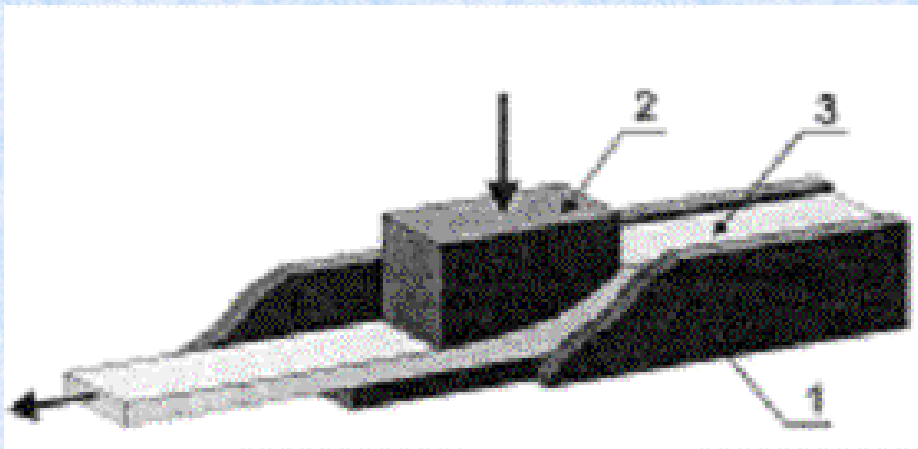


Schemat prasowania obwiedniowego proszków;  
1 - stempel obrotowy, 2- proszek ,  
3 – matryca, 4 - wypychacz



### 3. Formowanie kroczące

Podczas prasowania kroczącego proszek zasypyany swobodnie do matrycy w kształcie rynny jest prasowany za pomocą stempla o specjalnym kształcie. Po każdym cyklu obciążenia matryca jest przesuwana. Przesunięcie przypadające na jeden cykl nazywa się skokiem prasowania. Sposób ten służy do wytwarzania kształtek w postaci długich prętów lub taśm. Uzyskuje się gęstości rzędu  $(0,8 - 0,9)rL$  (podobnie jak przy prasowaniu w matrycach zamkniętych).

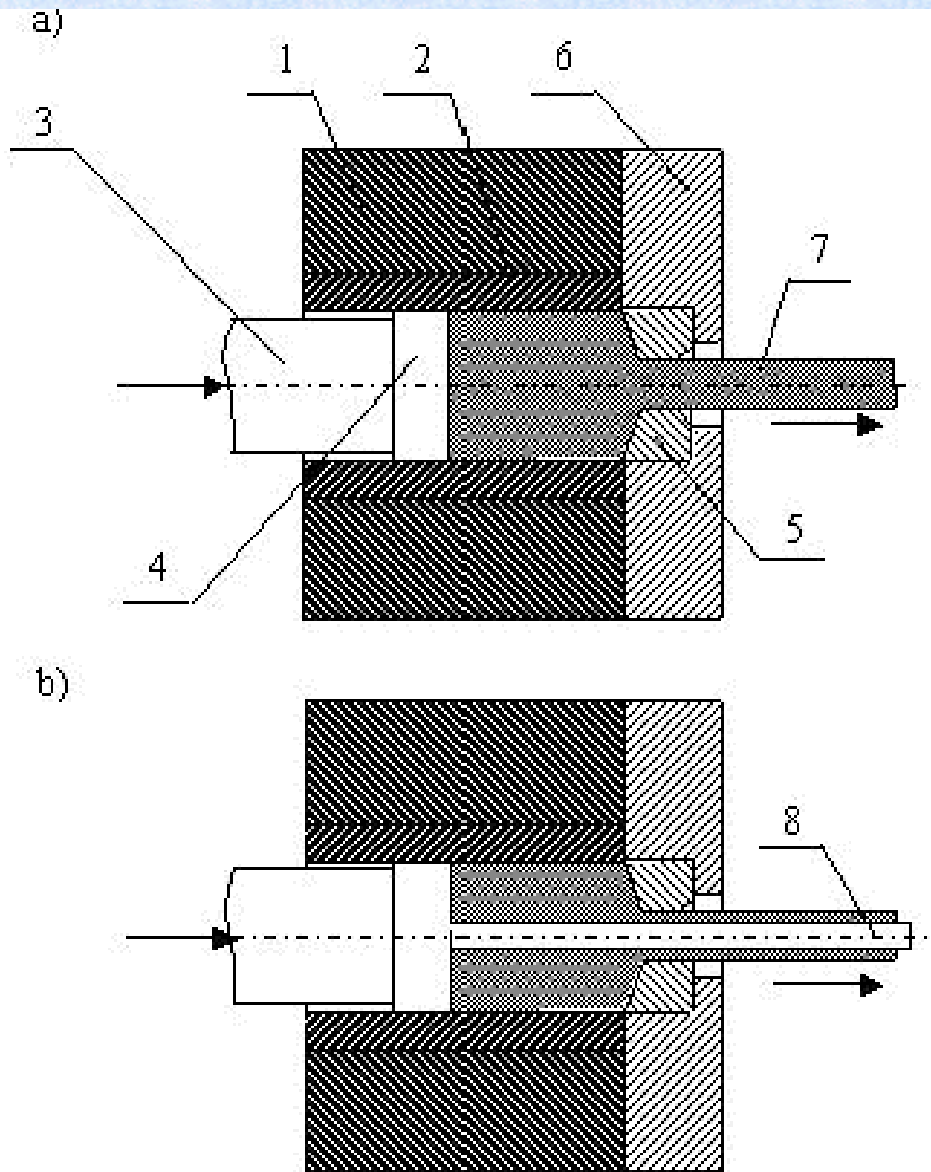


Schemat urządzenia do prasowania kroczącego;  
1 - podłużna matryca,  
2 - przesuwający się tłok,  
3 - proszek

#### **4. Wyciskanie proszków na zimno**

Kształtki w postaci prętów i rur wytwarza się z proszków w procesie wyciskania współbieżnego. Proces może być prowadzony z dodatkiem lub bez dodatku plastyfikatora (substancji zlepiającej: np. stearyny lub skrobi). Wyroby wyciskane poddaje się spiekaniu, podczas którego plastyfikator odparowuje. Sposób znajduje zastosowanie dla proszków o małej formowalności (np. z wolframu, niobu, węgliku wolframu itp.). Proszki metali plastycznych wyciska się bez dodatku plastyfikatora, przy czym konieczne jest stosowanie dużych stopni odkształcenia. Technologia wyciskania bez plastyfikatorów stwarza trudności, gdyż wskutek tarcia na wyjściu z matrycy pojawiają się naprężenia rozciągające, prowadzące do lokalnego spadku gęstości i powstawania pęknięć. Aby tego uniknąć stosuje się m. in. wstępne zagęszczanie proszku w pojemniku poprzez nacisk stempla przy zamkniętym otworze matrycy





Wyciskanie współbieżne z proszku:

a) pręta, b) rury;

1 - pojemnik,

2 - tuleja pojemnika,

3 - stempel,

4 - przekładka,

5 - matryca,

6 - płyta matrycy,

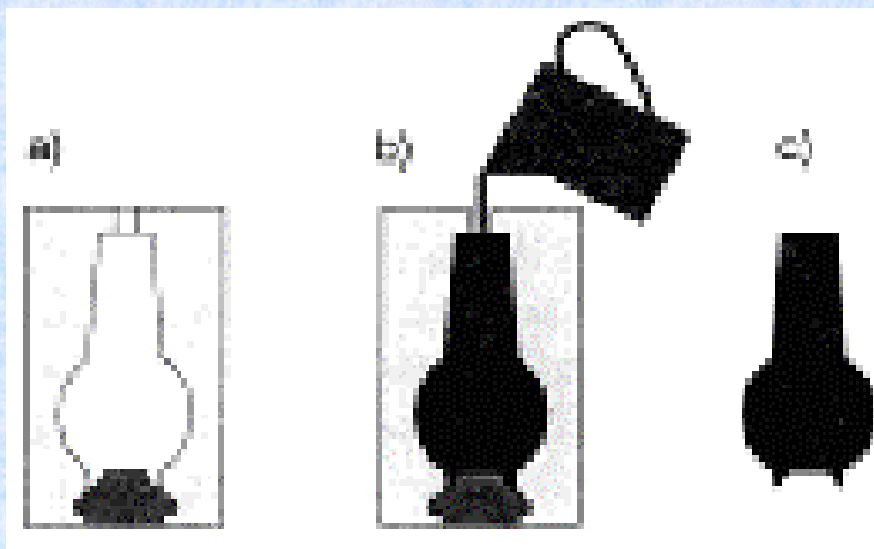
7 - proszek wyciskany

(uformowany),

8 - trzpień

## 5. Odlewanie i napylanie gęstwy

Formowanie kształtek o skomplikowanych kształtach z proszków o niskiej formowalności i zagęszczalności (np. ceramicznych i ceramiczno - metalicznych) realizuje się za pomocą odlewania gęstej zawiesiny proszku w cieczy z dodatkami poprawiającymi lejność i zapobiegającymi zlepianiu się drobin proszku (tzw. gęstwy). Formy odlewnicze wykonuje się z porowatego materiału wchłaniającego ciecz (np. z gipsu). Kształtki po wyjęciu z form odlewniczych są suszone i poddawane spiekaniu. Możliwe jest uzyskanie gęstości do  $0,98 r_L$

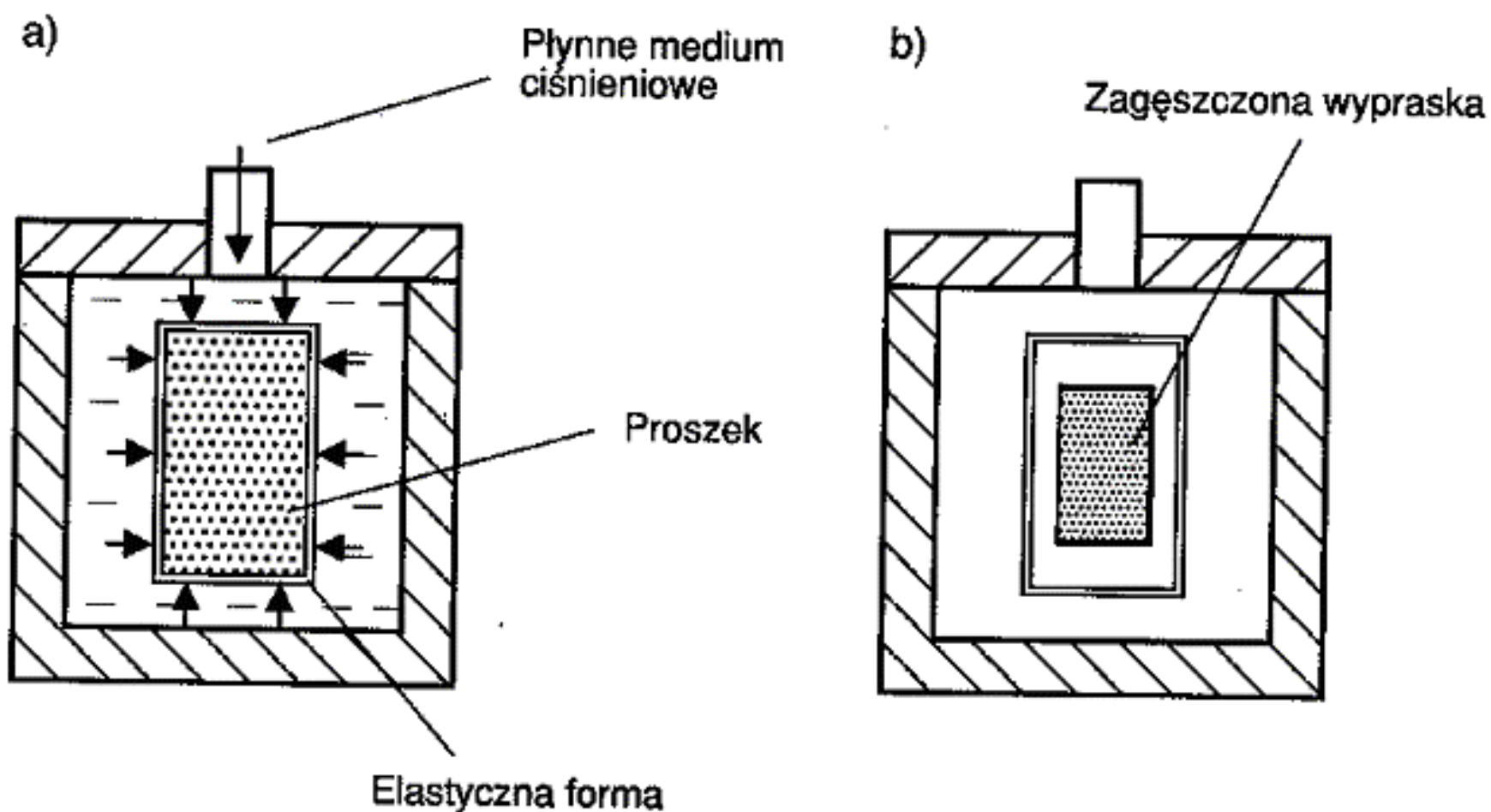


Zasada odlewania gęstwy;  
a) forma,  
b) zalewanie gęstwy,  
c) uzyskana kształtka



## 6. Prasowanie izostatyczne w komorach wysokociśnieniowych

Prasowanie izostatyczne polega na zagęszczaniu proszku umieszczonego w elastycznej formie za pomocą wysokiego ciśnienia hydrostatycznego. Elastyczna forma wraz z zasypaną odpowiednią porcją proszku zostaje umieszczona w komorze ciśnieniowej i poddana działaniu cieczy pod wysokim ciśnieniem. Po zakończeniu prasowania następuje dekompresja, wyjęcie z komory ciśnieniowej formy z wypraską i usunięcie formy. Omawiany sposób prasowania jest możliwy do zastosowania tylko dla materiałów ściśliwych (rozdrobnionych lub spiekanych o porowatej strukturze). Istotną zaletą jest duża jednorodność otrzymywanych wyprasek.



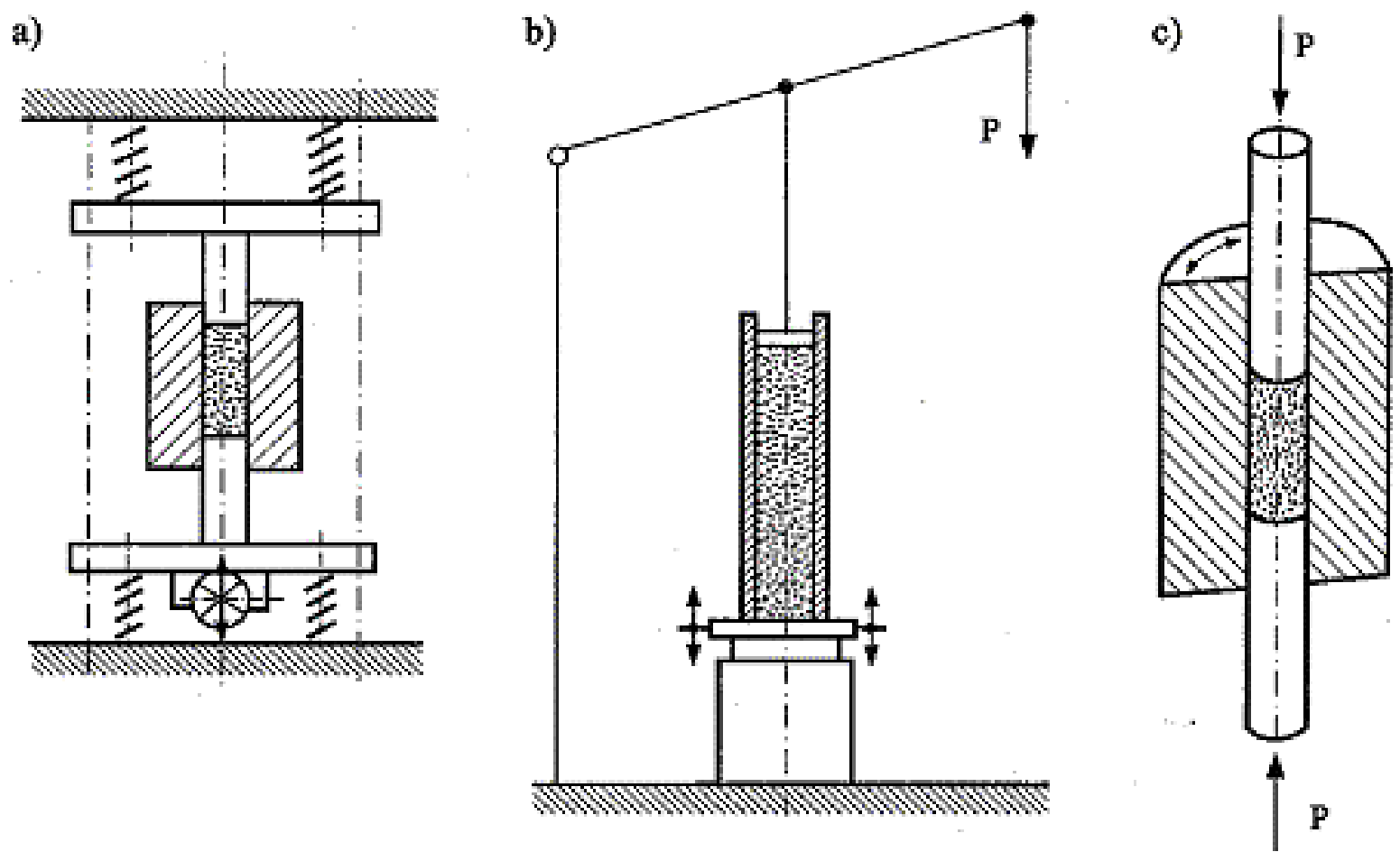
**Rysunek 2.4.** Izostatyczne zagęszczanie proszku na zimno: a) prasowanie, b) zagęszczona wypraska



## 7. Wibracyjne zagęszczanie proszków

Za pomocą wibratorów pneumatycznych, elektromechanicznych lub elektromechanicznych zagęszcza się proszek w matrycy lub odpowiedniej formie. Przenoszenie drgań odbywa się w jeden z następujących sposobów:

- wprawienie w drgania poosiowe matrycy i 2 stempli prasujących
- wprawienie w drgania poosiowe formy z proszkiem, na którego powierzchni wywierany jest nacisk statyczny
- wprawienie matrycy w drgania obrotowo-zwrotne, przy niedrgających stemplach.



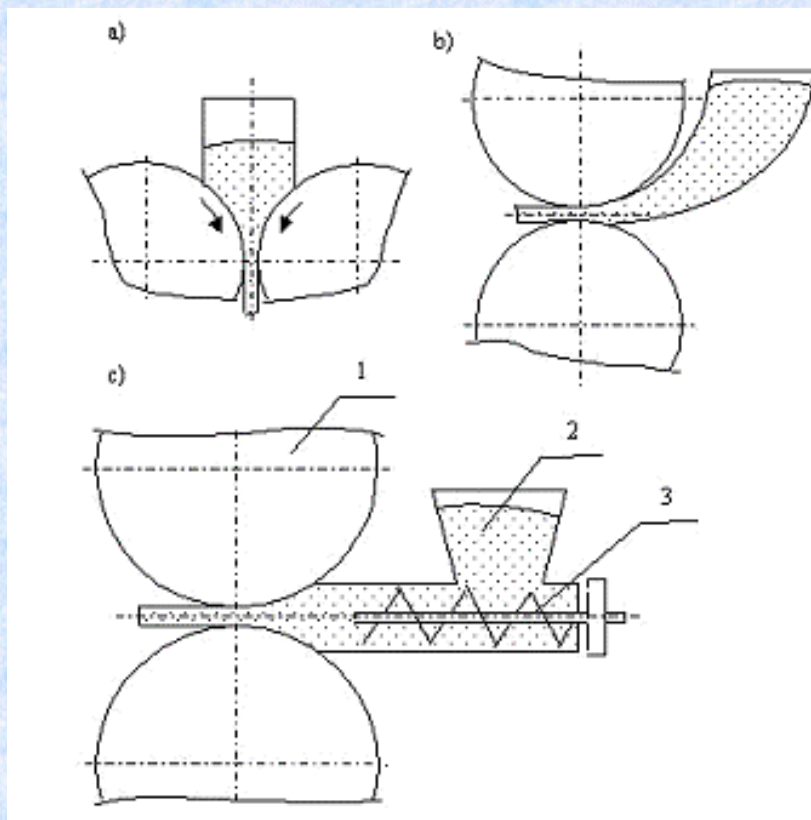
Rys. 4.14. Schematy urządzeń do wibracyjnego zagęszczania proszków: a) dolny stempel wprowadzany w ruch drgający, b) korpus matrycy wprowadzany w drgania, c) korpus matrycy drga ruchem obrotowo-zwrotnym

Rodzaj wibratora parametry procesu (moc, częstotliwość amplituda drgań, przyspieszenie) dobiera się w zależności od **masy, kształtu i wymaganej gęstości formowanej kształtki.**



## 8. Walcowanie proszków

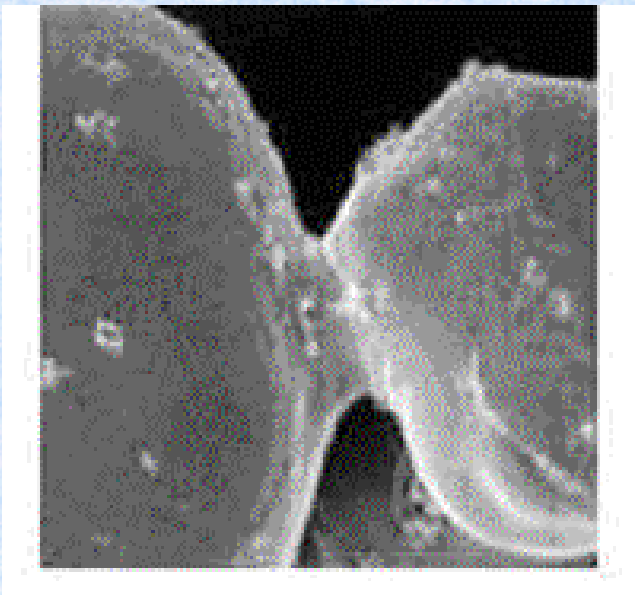
Stosując odpowiednie gnioty można wytwarzać w procesie walcowania wzdłużnego wyroby w postaci taśm bezpośrednio z proszku. Otrzymane taśmy poddaje się następnie spiekaniu. Mają one strukturę porowatą, a uzyskanie odpowiednich własności wytrzymałościowych i plastycznych wymaga zwykle dalszej obróbki plastycznej i ponownego spiekania.



Sposoby walcowania taśmy z proszku: kotlina walcownicza może być usytuowana pionowo (a) lub poziomo (b i c);  
**1** - walec, **2** - zasobnik proszku,  
**3** - podajnik śrubowy

# **Spiekanie**





Spiekanie polega na wygrzewaniu proszku lub uformowanej kształtki przez określony **czas**, w odpowiedniej **temperaturze i atmosferze**. W efekcie otrzymuje się materiał spiekany, który odznacza się pewną **spoistością** (w przypadku spiekania proszku) lub **wyższą wytrzymałością** niż uformowana kształtka.

*Zasadnicze zjawiska to:*

przemieszczanie się atomów (transport masy)

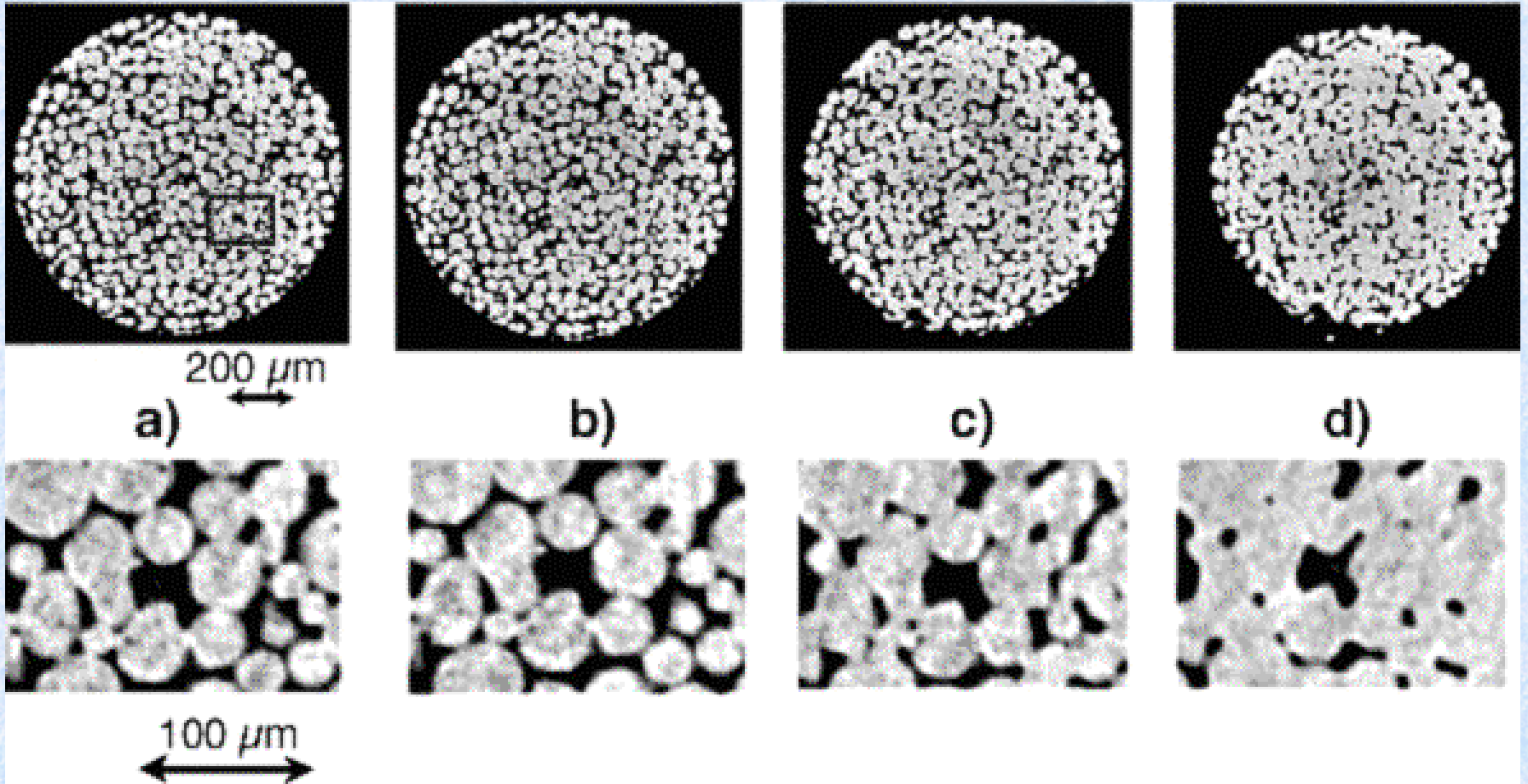
dyfuzja powierzchniowa i objętościowa,

płynięcie wywołane ciśnieniem kapilarnym,

parowanie i kondensacja.

*Przyczyna:* nadwyżka energii układu cząstek proszku (duża powierzchnia właściwa).

*Obniżenie energii układu:* poprzez **zmniejszanie się powierzchni swobodnych cząstek** (tworzenie szyjek łączących poszczególne cząstki, wygładzanie nieregularnych powierzchni swobodnych oraz sferoidyzacja i zmniejszania się pustek aż do ich zanikania)



Mikrostruktura spiekanego proszku Cu;

a) przed spiekaniem,

b) po spiekaniu w temperaturze 1000 K,

c) po spiekaniu w temperaturze 1050 K,

d) po spiekaniu w temperaturze 1130 K

Podstawowe warunki spiekania to:

- **temperatura,**
- **czas spiekania,**
- **skład chemiczny atmosfery pieca.**

W zależności od zastosowanej temperatury rozróżnia się spiekanie:

- ❖ **w fazie stałej**, 0,7 - 0,8 temperatury topnienia metalu spiekanego
- ❖ **z udziałem fazy ciekłej**, temperatura jest tak dobrana, że niektóre składniki mieszanki proszkowej przechodzą w stan ciekły.
- ❖ **z udziałem zanikającej fazy ciekłej**. ma miejsce, gdy składniki mieszanki proszkowej tworzą roztwory w stanie stałym (np. Fe - Cu, Fe - P, Cu - Sn). Zachodzi wtedy dyfuzja składnika ciekłego w głąb fazy stałej.



## TEMPERATURA SPIEKANIA [°C]

**ŻELAZO/ STAL**

**1100 - 1300**

**STOPY ALUMINIUM**

**590 - 620**

**MIEDŹ**

**750 - 1000**

**MOSIĄDZ**

**850 - 950**

**BRAŹ**

**740 - 780**

**METALE  
WYSOKOTOPLIWE**

**1200 - 1600**

# SKŁAD ATMOSFER DO SPIEKANIA

| ATMOSFERA   | SKŁAD (%)            |                |        |                 |         |                             |             |         | PRZEWODNOŚĆ<br>CIEPLNA |
|---|----------------------|----------------|--------|-----------------|---------|-----------------------------|-------------|---------|------------------------|
|   | N <sub>2</sub>       | H <sub>2</sub> | C<br>O | CO <sub>2</sub> | CH<br>4 | O <sub>2</sub><br>(ppm<br>) | DP<br>(°C)  | inne    | (powietrze=1)          |
| 1. azot   | >99.9                | -              | -      | -               | -       | <10                         | -65         | -       | 1                      |
| 2. wodór (sprężony)                                     | -                    | >99.9          | -      | -               | -       | -                           | -40         | -       | 7                      |
| 3. wodór (elektrolitycznie czysty)                      | -                    | >99.9          | -      | -               | -       | -                           | -65         | -       | 7                      |
| 4. azot + wodór   | reszta               | 2-8            | -      | -               | -       | -                           | -40         | -       | 1.1-1.4                |
| 5. azot + zdysocjowany CH <sub>3</sub> OH               | reszta               | 12             | 6      | *               | <1.5    | -                           | *           | -       | 1.7                    |
| 6. dysocjowany amoniak                                  | 25                   | 75             | -      | -               | -       | -                           | -40         | -       | 5.5                    |
| 7. gaz egzotermiczny                                    | 69                   | 14             | 11     | 5               | <1      | -                           | +20         | -       | 1.6                    |
| 8. gaz egzotermiczny (oczyszczony)                      | 73.3                 | 14.8           | 11.7   | <0.02           | -       | -                           | -40         | -       | 1.7                    |
| 9. gaz endotermiczny (z C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> ) | 44                   | 31             | 23     | -               | -       | -                           | -<br>15/+10 | -       | 3.3                    |
| 10. gaz endotermiczny (z dodatkiem węglowodorów)        | Rem                  | 30             | 22     | *               | <1.5    | -                           | *           | -       | 3.1                    |
| 11. argon   | -                    | -              | -      | -               | -       | <10                         | -65         | Ar>99.9 | 0.7                    |
| 12. hel (sprężony)                                      | -                    | -              | -      | -               | -       | <10                         | -65         | He>99.9 | 6                      |
| 13. próżnia, 10 <sup>-2</sup> torr                      | zależnie od warunków |                |        |                 |         |                             | <-60        | -       | nieznaczną.            |
| 14. próżnia, powyżej 10 <sup>-5</sup> torr              | zależnie od warunków |                |        |                 |         |                             | <-80        | -       | nieznaczną.            |

# ZASTOSOWANIE ATMOSFER DO SPIEKANIA

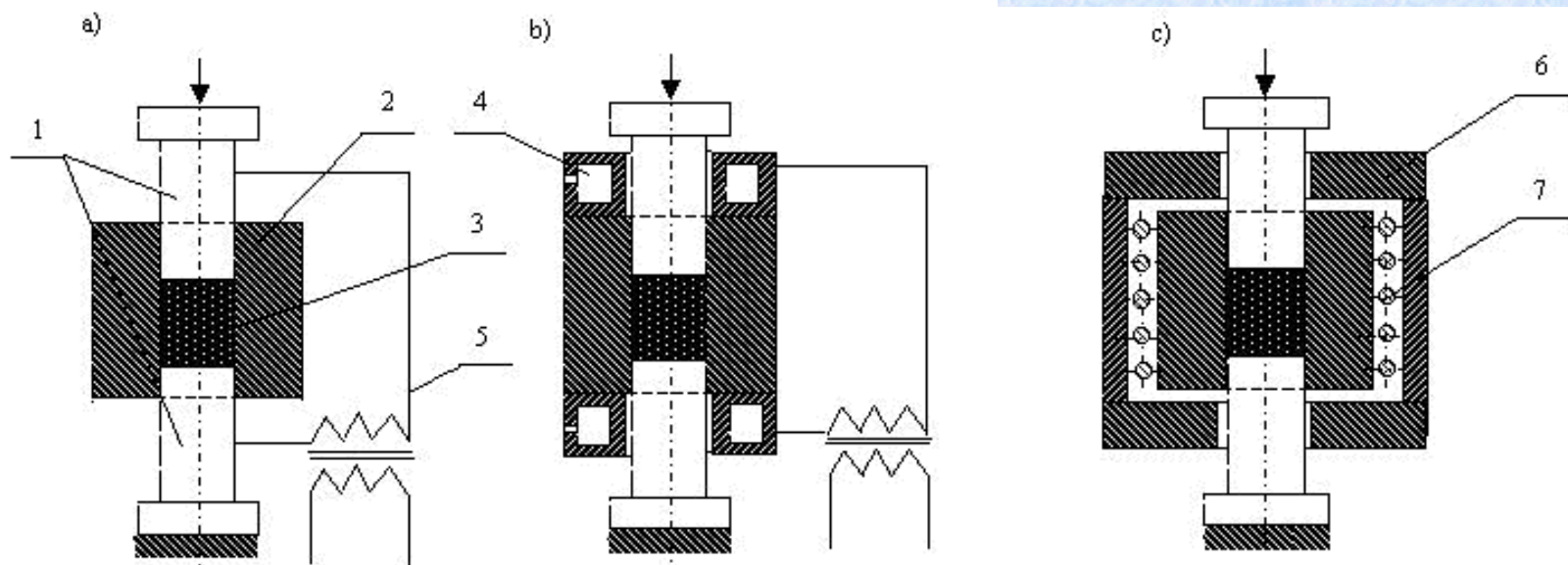
| MATERIAŁ  | ATMOSFERY |    |   |    |   |    |    |   |   |    |    |    |    |    |
|---|-----------|----|---|----|---|----|----|---|---|----|----|----|----|----|
|   | 1         | 2  | 3 | 4  | 5 | 6  | 7  | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 |
| Stopy Al  | •         | a  | • | •  | a | a  | a  | a | a | a  | a  | a  | •  | a  |
| ALNICO  | a         | a  | • | a  | a | a  | a  | a | a | a  | a  | a  | a  | a  |
| MOSIĄDZ   | a         | a  | • | •  | a | •  | a  | • | a | a  | a  | a  | a  | a  |
| BRAZ, MIEDŹ   | a         | a  | • | a  | • | a  | •  | • | • | a  | a  | a  | a  | a  |
| METALE WYSOKOTOPLIWE  | a         | a  | • | a  | a | a  | a  | a | a | a  | •  | •  | •  | a  |
| STALE SS  | a         | a  | • | a  | a | a  | a  | a | a | a  | a  | a  | •  | a  |
| Mo, Co, W   | a         | •  | a | •  | a | •  | a  | a | a | a  | •  | •  | •  | a  |
| METALE REAKTYWE (Ti, Nb, Ta etc) I<br>CERMETALE                     | a         | a  | a | a  | a | a  | a  | a | a | a  | a  | •  | •  | •  |
| STOPY MAGNETYCZNIE MIĘKKIE (Fe, Fe-<br>Ni, Fe-P, Fe-Co, Permalloy ) | •         | a  | • | a  | a | a  | a  | a | a | a  | a  | a  | •  | a  |
| STOPY MAGNETYCZNIE MIĘKKIE Fe-Si                                    | a         | •  | a | a  | a | a  | a  | a | a | a  | a  | a  | •  | a  |
| STALE NIERDZEWNE  | a         | •  | a | •  | a | •• | a  | a | a | a  | a  | a  | •  | a  |
| -STALE NISKOWĘGLOWE I<br>NISKOSTOPOWE (Ni, Cu, Mo, P)               | a         | a  | a | •  | a | •  | •• | • | • | a  | a  | a  | a  | a  |
| STALE CHROMOWE I MANGANOWE  | a         | •• | • | •• | a | •• | a  | a | a | a  | a  | a  | •  | a  |
| ŚREDNIOWĘGLOWE STALE STOPOWE  | a         | a  | a | a  | • | a  | a  | a | a | •  | a  | a  | •  | a  |

• SPECJALNIE ADAPTOWANE; •• NIEBEZPIECZNE!



## Połączenie formowania ze spiekaniem

Połączenie operacji formowania (prasowania w matrycy zamkniętej) ze spiekaniem znajduje zastosowanie do wytwarzania wyrobów o niskiej porowatości i wysokiej wytrzymałości z proszków metali trudno topliwych i ceramicznych. Procesy spiekania przebiegają intensywnie pod ciśnieniem, a ponadto podwyższona temperatura pozwala na obniżenie nacisku prasowania. Ewentualne stosowanie atmosfer ochronnych zapobiega utlenianiu proszków.



Schemat prasowania na gorąco w matrycy zamkniętej: **a)** z podgrzewaniem proszku, **b)** z podgrzewaniem matrycy, **c)** w piecu;

**1** - stemple, **2** - matryca, **3** - proszek, **4** - elektrody miedziane chłodzone wodą, **5** - układ elektryczny, **6** - piec, **7** - elementy grzewcze

# Obróbka wykańczająca



Obróbka wykańczająca spieków składa się z:

- ❖ obróbki cieplnej i cieplno-chemicznej, wykonywanej w celu polepszenia własności wyrobów spiekanych, które można poddać hartowaniu i odpuszczaniu, przesycaniu i starzeniu lub obróbce cieplno-chemicznej nawęglaniu lub azotowaniu;
- ❖ utleniania w parze wodnej w celu poprawienia odporności na korozję i zmiana własności fizycznych i mechanicznych;
- ❖ kalibrowania, przeprowadzanego na gotowych produktach w celu uzyskania wyższej dokładności wymiarowej, poddając je naciskom znacznie niższym niż podczas formowania;



❖ nasycania spieków metalami ( stosowanego w celu zmniejszenia porowatości spieku, poprzez zanurzenie porowatego szkieletu w roztopionym metalu lub wygrzewaniu szkieletu wypełnionego proszkiem nasycającym w piecu) lub niemetalami;

❖ obróbki plastycznej i skrawaniem, wykonywanej w celu uzyskania wymaganych cech geometrycznych i własności, stosowana dla spieków obróbka plastyczna to np. kucie i walcowanie, a stosowana obróbka skrawaniem to np. szlifowanie.