

# РЕШЕНИЯ ДЛЯ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА И ЛИТЬЯ ПОРОШКОВ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Гранулометрический анализ | Элементный анализ | Термообработка | Ситовой анализ | Микроскопия | Измерение твердости

**CARBOLITE**  
**IGERO** 30-3000°C

**ELTRA**

**Retsch**

**QATA**

**MICROTRAC**  
MFB

# РЕШЕНИЯ ДЛЯ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА И ЛИТЬЯ ПОРОШКОВ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

За последние годы аддитивное производство завоевало лидирующие позиции в сфере технологий быстрого изготовления опытных образцов. Сегодня опытные образцы продукции можно изготовить действительно быстро, сразу же переходя к функциональным испытаниям, позволяющим оценить весь потенциал будущего изделия. Технологии аддитивного производства значительно обогнали традиционные методы изготовления опытных

образцов, позволяя получать легкие и компактные изделия исключительно сложной формы, которой невозможно было достигнуть традиционным способом, - например, компоненты гидравлического контура для авиационных двигателей. Поскольку из-за высокой стоимости аддитивные технологии еще не могут применяться в серийном производстве, сегодня они всё еще уступают более традиционным методам, таким как литье порошков под давлением.

## Verder Scientific: Ведущий поставщик оборудования для сферы аддитивных технологий и литья порошков под давлением

Определение размеров и формы частиц, элементный анализ, термообработка, микроскопия и измерение твердости: компании в составе подразделения Verder Scientific предлагают не только инновационное и высокотехнологичное оборудование для сферы аддитивных технологий или литья порошков под давлением, но и консультации экспертов и техническую поддержку по всему миру.

### Оглавление

VERDER SCIENTIFIC .....	Решения для аддитивных технологий и литья порошков под давлением .....	02
MICROTRAC MRB .....	Определение размера и формы частиц металлических порошков методом динамического анализа цифровых изображений .....	04
ELTRA .....	Элементный анализ металлических порошков и металлических изделий, изготовленных с использованием аддитивных технологий .....	10
CARBOLITE GERO .....	Термообработка изделий, изготовленных с использованием литья порошков под давлением и аддитивных технологий .....	16
RETSCH .....	Ситовой анализ металлических порошков и измельчение металлических изделий .....	22
QATM .....	Подготовка к материалаграфическому анализу образцов, изготовленных методом 3D-печати .....	24
QATM .....	Измерение твердости изделий, изготовленных методом литья под давлением .....	30

ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВАЯ  
ПЛАВКА

СЕЛЕКТИВНОЕ ЛАЗЕРНОЕ  
СПЕКАНИЕ

# ПРЯМОЕ ОСАЖДЕНИЕ МЕТАЛЛА

СЕЛЕКТИВНАЯ ЛАЗЕРНАЯ  
ПЛАВКА

БЫСТРОЕ СОЗДАНИЕ  
ОПЫТНЫХ ОБРАЗЦОВ

ЛАЗЕРНО-ЛУЧЕВАЯ  
ПЛАВКА

ПЛАВКА В ЗАРАНЕЕ  
СФОРМИРОВАННОМ СЛОЕ

**QATM**

**MICROTRAC**  
**MEB**  
PARTICLE CHARACTERIZATION

Анализ размера и  
формы частиц методом  
динамической обработки  
изображения

Оборудование для резки,  
запрессовки, полировки и  
травления образцов в рамках  
подготовки поверхности к  
микроскопическому анализу

**CARBOLITE**  
**IGERO** 30-3000°C

Печи и термошкафы для  
термообработки, удаления  
связующих и спекания  
в среде воздуха,  
инертных и  
реакционных газов,  
а также вакуума

**VERDER**  
scientific

Просеивающие  
машины для  
отделения  
металлических  
порошков, остающихся  
после 3D-печати,  
для повторного  
использования

Элементные  
анализаторы для  
определения, например,  
содержания кислорода  
в металлических  
порошках, применяемых  
в сфере аддитивных  
технологий

**Retsch**  
MILLING SIEVING ASSISTING

Измерение твердости  
металлических изделий,  
изготовленных с  
использованием  
аддитивных технологий

**ELTRA**  
ELEMENTAL ANALYZERS

ИЗДЕЛИЯ СЛОЖНОЙ  
ГЕОМЕТРИИ

СЛОЖНАЯ ГЕОМЕТРИЯ

**QATM**

ПРЯМОЕ ЛАЗЕРНОЕ СПЕКАНИЕ  
МЕТАЛЛОВ

БЫСТРОЕ СОЗДАНИЕ  
ПРОТОТИПОВ

# ЛАЗЕРНОЕ ОСАЖДЕНИЕ МЕТАЛЛА

ПОСЛОЙНАЯ  
ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВАЯ ПЛАВКА

ЛАЗЕРНАЯ  
НАПЛАВКА

# ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ

В этой статье мы приводим несколько примеров того, как размер и форма типичных металлических порошков и металлических сплавов могут быть охарактеризованы с помощью технологий динамического анализа изображений (ДАИ) и лазерной дифракции (ЛД) с использованием анализаторов компании Microtrac MRB модели CAMSIZER X2 и SYNC. Преимуществами этих приборов являются короткое время анализа, отличная повторяемость

и "сверхчувствительное" разрешение, поскольку при анализе отдельные частицы измеряются и регистрируются.

Для каждой отдельной частицы измеряется и определяется множество различных параметров размера и формы, и все данные доступны сразу после окончания измерения. Параметры формы рассчитываются как соотношения различных измеренных размеров и отображаются в масштабе от 0 до 1.

Данные для каждого параметра могут быть представлены как в частотном, так и в кумулятивном распределении, в формате объема и числа, а полный набор данных параметров может быть представлен для каждой отдельной частицы.

## АНАЛИЗ ИЗОБРАЖЕНИЙ: ЧТО ВЫ ВИДИТЕ- ЭТО ТО ЧТО ВЫ ПОЛУЧАЕТЕ.

Основная идея проста: "Что вы видите - это то что вы получаете". Автоматические алгоритмы программного обеспечения позволяют определить размер и морфологию на основе цифровых фотографий отдельных частиц.

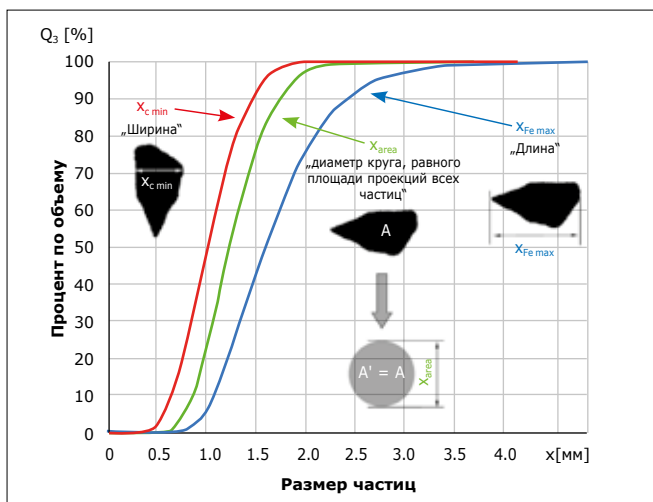


Рис. 1: Параметры размера определяемые прибором CAMSIZER X2, работающем на динамическом анализе изображений. Вычисляется распределение частиц на основе ширины (красная), длины (синяя) или эквивалентный диаметр площади (зеленый).



Рис. 2: Некоторые параметры формы частиц, определяемые методом динамического анализа изображений.



## CAMSIZER X2: ДАИ Анализатор

CAMSIZER X2 - прибор с самым широким динамическим диапазоном измерения из имеющихся приборов, диапазон измерений от 0,8 мкм до 8 мм, может измерять как суспензии, так и сухие образцы, используя один из трех различных аксессуаров для диспергирования образцов. Ниже на рис. 1. Приведены данные о длине, ширине и диаметре эквивалентной площади частиц, полученные на приборе CAMSIZER X2. Выбор параметров формы описан на рис. 2.

В анализаторе размера частиц, модели CAMSIZER X2 (ДАИ), частицы перемещаются перед системой камер либо за счет потока воздуха, либо за счет циркуляции в жидкости. Таким образом, можно получить данные до нескольких миллионов частиц в течение нескольких минут, особенно при сухом измерении. Результаты основаны на репрезентативном количестве материала для обоих методов измерения и поэтому являются статистически достоверными.

На рис. 3 показана принципиальная оптическая схема Динамического Анализатора Изображений CAMSIZER X2. Когда частицы проходят через поле зрения источника света частицы освещаются с одной стороны, в то время как система камер делает снимки с противоположной стороны. Программное обеспечение оценивает теневые проекции частиц, чтобы определить размер и распределение образца с высокой скоростью съемки. Уникальной особенностью CAMSIZER X2 является технология двойной камеры: две камеры с различным увеличением охватывают широкий диапазон измерений. Одна камера с высоким увеличением оптимизирована для анализа мелких частиц, вторая камера с меньшим увеличением, но с широким полем обзора позволяет одновременно анализировать более крупные частицы с высокой эффективностью обнаружения. CAMSIZER X2 записывает более 300 кадров в

секунду, причем один кадр легко содержит несколько сотен частиц, в зависимости от диапазона размеров образца.

ДАИ измеряет распределение частиц по размерам и количественно форму частиц (процент частиц круглой и неправильной формы, агломератов и т.д.). Можно обнаружить очень небольшое количество крупногабаритных, малагабаритных или неправильной формы частиц в процентах до 0,002%. ДАИ позволяет пользователю получить полное представление о свойствах образцов, связанных с размером и морфологией. ДАИ является идеальным методом как для исследований и разработок, так и для контроля качества, поскольку он является точным, надежным, чувствительным и простым в использовании.



Рис. 3: Уникальный принцип измерения CAMSIZER X2 для анализа сухих порошков.

## Широкий спектр материалов, размеров и форм частиц

Ниже приводится подборка примеров применения, демонстрирующая пригодность метода ДАИ для комплексной характеристики металлических порошков. На рис. 4 показаны результаты анализа размеров десяти различных металлических порошков, характерных для порошковой металлургии. Независимо от различий в химическом составе, плотности, размере и форме, все образцы могут быть проанализированы с помощью CAMSIZER X2, используя одну настройку прибора. Автоматическая подача образца по загрузочному лотку позволяет доставить его в зону измерения анализатора, где частицы захватываются потоком воздуха. В данном случае было обнаружено, что давление 50 кПа достаточно для достижения тщательного диспергирования, т. е. разделения на индивидуальные частицы.

Образцы показывают различные средние размеры частиц между 10 и 50 мкм, с различной шириной распределения (рис. 4). На этом примере железный порошок (Fe) является самым крупным, в то время как стальной порошок (316) является самым мелким. Титановый порошок характеризуется очень узким распределением по размерам.

Диаграмма формы (рис. 5) показывает, что железный порошок имеет наименьшее соотношение сторон (ширина/длина), в то время как титановый порошок имеет наибольшую долю сферических частиц.

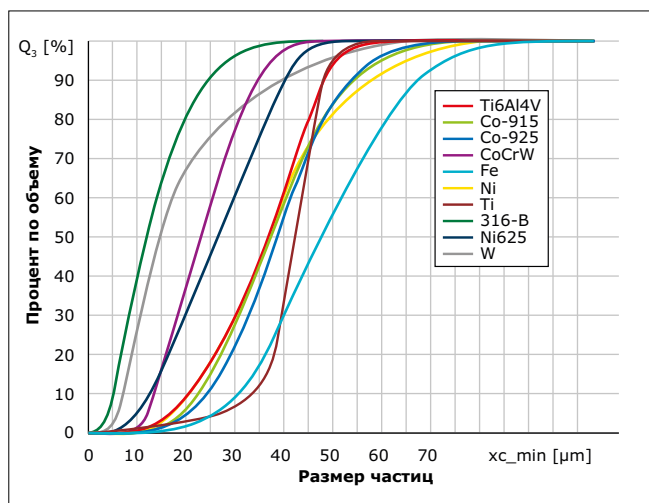
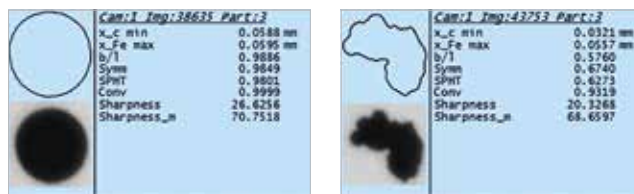
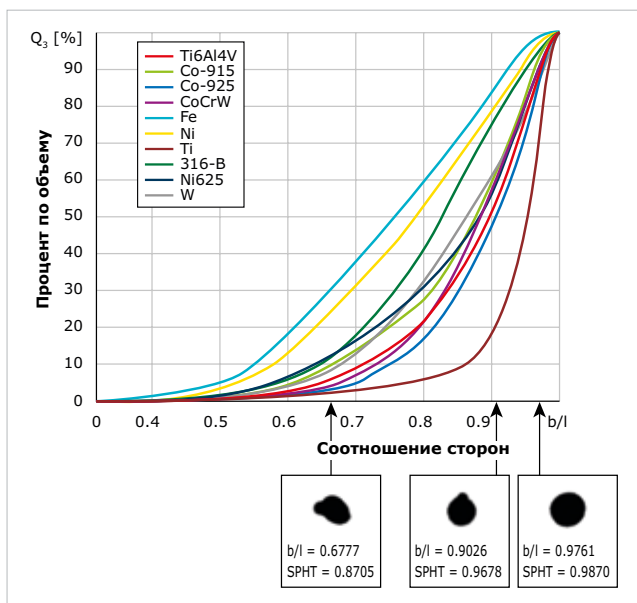


Рис. 4: Гранулометрический анализ частиц десяти типов металлических порошков при помощи оптического анализатора CAMSIZER X2. Прямое измерение обеспечивает высокую точность результатов.



Изображение частицы сферической формы металлического порошка

Надежное обнаружение частиц несимметричной формы

Fig. 5: Анализ формы частиц 10 различных металлических порошков с Динамическим Анализом Изображений (CAMSIZER X2). Помимо количественных результатов, записанные изображения позволяют интуитивно понять морфологию и различия в размерах. Частицы сферической формы с более высоким соотношением сторон отображаются в правой части диаграммы. Обнаружение небольшого количества несимметричных частиц в большом количестве преимущественно сферических частиц является существенным преимуществом метода ДАИ.

Процессы порошковой металлургии обычно требуют широкого распределения частиц по размерам, чтобы облегчить упаковку порошка в матрицу, заполняя пустоты между крупными частицами более мелкими. Несимметричная форма часто полезна для процесса спекания, поскольку она увеличивает контакт между частицами. Однако частицы не должны быть слишком несимметричными, так как это затруднит уплотнение. Для аддитивного производства сферическая форма порошка с широким распределением по размерам обеспечивает более гладкий слой порошка, что обеспечивает надежное спекание и производство хороших металлических деталей.

Средний размер частиц варьируется от 10 до 50 мкм, поэтому порошок титана в приведенном выше примере подходит для аддитивных технологий. Крупногабаритные частицы или частицы с высоким содержанием несимметричной формы должно определяться с высокой точностью, поскольку наличие таких частиц может стать причиной наличия дефектов в производимой продукции. Рис. 5 позволяет понять насколько легко ДАИ обнаруживает дефектные частицы.

## SYNC: Гибрид Анализатора ДАИ и Лазерной Дифракции (ЛД)

Новый анализатор SYNC - это революционный гибридный прибор, который сочетает в себе технологии ЛД и ДАИ в одном устройстве, одновременно измеряя один и тот же образец в одной и той же ячейке образца. Технология ЛД (светорассеяние) используется промышленными предприятиями в течение нескольких десятилетий для анализа металлических порошков в качестве фактического стандарта для измерения распределения размеров при входном контроле качества поставщиков металлических порошков и выходном контроле качества произведенных деталей методом порошковой металлургии.

Оптическая конструкция прибора SYNC показана на рис. 6. Три лазера, доступные в синем или красном цвете, в сочетании с двумя линейными диодными детекторными решетками позволяют собирать рассеянный свет от

проходящих частиц в диапазоне 163 градусов. Более мелкие частицы рассеивают свет под более высокими углами и с меньшей интенсивностью, чем более крупные частицы.

Алгоритм прибора SYNC для ЛД вычисляет обратное распределение частиц по размерам, которое создало измеренное распределение светового потока. Используя модифицированную теорию Ми, алгоритм компенсирует несферические и полупрозрачные частицы. Одновременно источник света освещает частицы, а набор оптических элементов фокусирует проходящий свет в поле зрения цифровой камеры, тем самым получается видеофайл изображений частиц, также как это делает прибор CAMSIZER X2, за исключением того, что прибор SYNC использует лишь одну камеру.

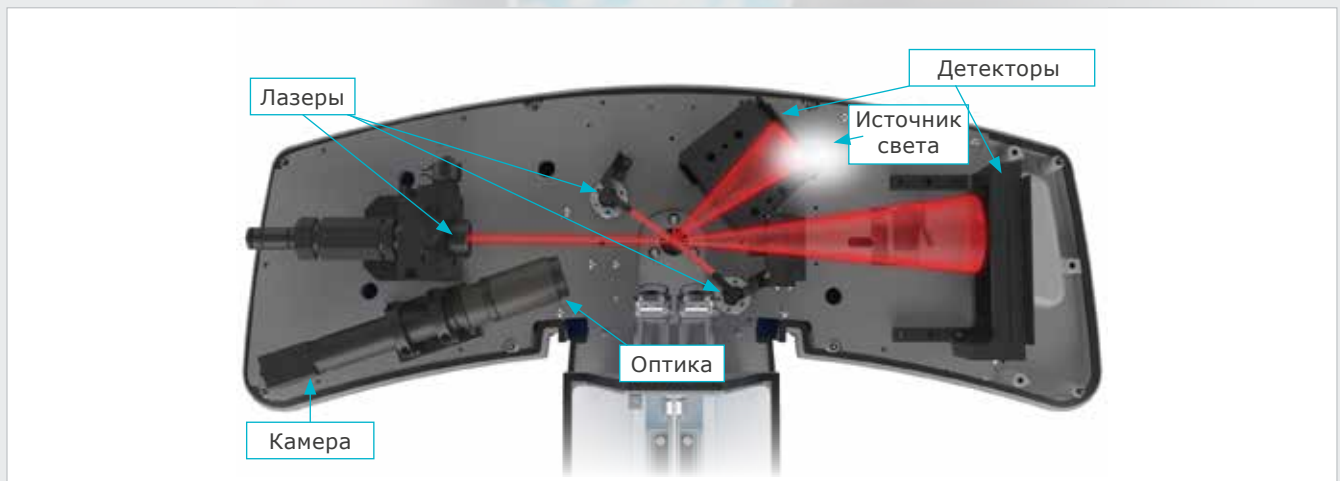


Рис. 6: Компоненты оптической системы прибора SYNC, комбинация ЛД и ДАИ

На рис. 7 представлен отчет о распределении размеров ЛД, используемый в промышленности при анализе металлических порошков. Программное обеспечение ДАИ содержит графический пользовательский интерфейс (GUI) и отображение диаграммы светорассеяния. Они могут быть использованы для идентификации и количественной оценки процентного содержания агломератов в пробе металлического порошка. Это позволяет поставщикам металлического порошка перерабатывать плохую партию (слишком много агломератов) перед отправкой заказчику, и это позволяет производителям деталей отклонить плохую поступающую партию и избежать потери времени и денег на ее обработку. Оба прибора CAMSIZER X2 и SYNC могут быть использованы для количественной оценки агломератов в образце металлического порошка с использованием двух параметров формы. Размер не может быть использован, потому что эти агломераты существуют по всему распределению по размерам. Параметры формы состоят из параметра, измеряющего соотношение сторон, и параметра, измеряющего выпуклость внешней границы частицы. Пример использования SYNC будет рассмотрен здесь. Используемыми параметрами будут соотношение сторон ширины к длине (Соотношение сторон

W/L) и компактность. Частица с компактностью равной 1-это частица с полностью выпуклой внешней границей без вогнутых углублений. Частица с соотношением сторон W/L равной 1 была бы идеальной сферой. В приборе CAMSIZER X2 параметрами являются выпуклость (Conv) и ширина, разделенная на длину (b/l) соответственно.

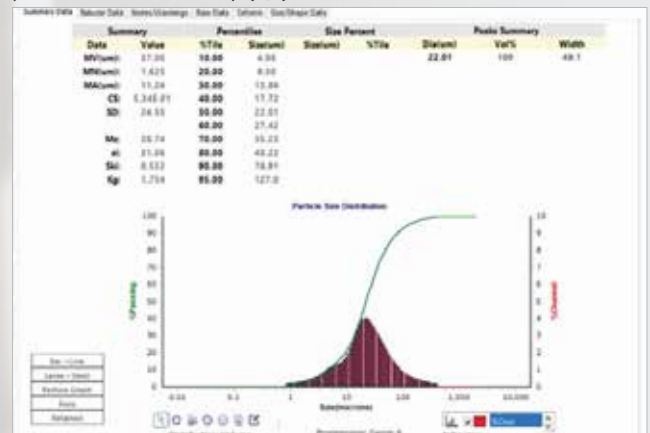


Рис. 7: Отчет о размере частиц ЛД на приборе SYNC, включая проценти, сводные статистические данные и графики частотного/кумулятивного распределения

Функция поиска программного обеспечения прибора SYNC была использована для выделения и количественной оценки агломератов, которые включают все частицы, не входящие в красный прямоугольник на рис. 9. Было установлено, что агломераты в пробе составляют 23 % по объему и 12 % по количеству. Это ключевая информация по контролю качества для промышленности по выпуску металлических порошков и заготовок.

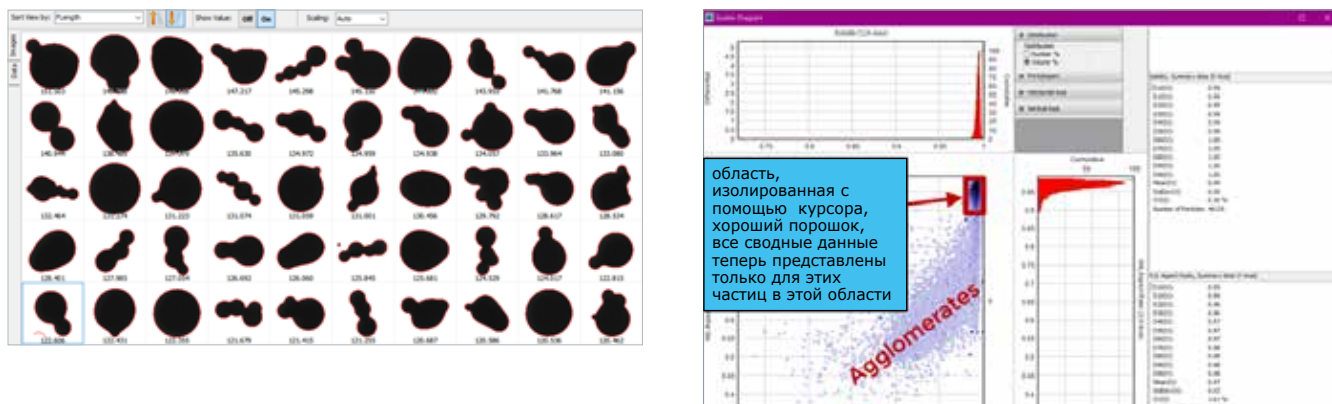


Рис. 8: Анализ формы частиц 10 различных металлических порошков с динамическим анализом изображений (CAMSIZER X2). Помимо количественных результатов, записанные изображения позволяют интуитивно понять морфологию и различия в размерах. Частицы сферической формы с более высоким соотношением сторон отображаются в правой части диаграммы. Обнаружение небольшого количества несимметричных частиц в большом количестве преимущественно сферических частиц является большим преимуществом метода ДАИ.

## Преимущества ДАИ и ЛД по сравнению с другими методами определения размера частиц

Для металлических порошков рутинный ситовый анализ все еще используется некоторыми компаниями для анализа размера частиц. Абсолютный нижний предел размера частиц для ситового анализа определяется наименьшим практически применимым размером ячейки сита с размером 20 мкм (воздухоструйный рассев), который значительно превышает средний размер частиц многих образцов для АМ или МИМ. Как следствие, воздухоструйный рассев не подходит для точного и надежного анализа всего распределения мелкодисперсных порошков по размерам. Он часто используется для определения количества крупногабаритных частиц только с помощью одного сита, например, с размером ячейки сита 45 мкм или 63 мкм. Еще одним недостатком является то, что ситовый анализ не дает никакой информации о морфологии частиц. В производстве металлических порошков начали заменять

сита на приборы, работающие на принципе лазерной дифракции еще в 1970-х годах. С тех пор лазерная дифракция стала и до сих пор широко используется во многих отраслях промышленности и, как ожидается, останется стандартным методом контроля качества для проверки распределения частиц по размерам. Лазерные дифракционные анализаторы просты в эксплуатации и обеспечивают быстрые и надежные результаты, а их технология и характеристики хорошо изучены. Динамический анализ изображений быстро находит все более широкое применение для морфологического анализа и контроля качества форм и свойств, которые не могут быть идентифицированы только с помощью анализа по размеру.

# MICROTRAC MRB - ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

## CAMSIZERS

Анализаторы Динамического  
Анализа Изображений

- CAMSIZER P4
- CAMSIZER X2

## SYNC

- Лазерная Дифракция / Динамический Анализ Изображений

## Диапазон Измерения

- CAMSIZER P4: 20 мкм – 30 мм
- CAMSIZER X2: 0.8 мкм – 8 мм

- 0.01 мкм – 4,000 мкм

Подробнее: [www.microtrac.com/ru/](http://www.microtrac.com/ru/)

## Сравнение и Выводы

Сопоставляемый Параметр	ДАИ (CAMSIZER X2 и SYNC)	Лазерная Дифракция	Ситовой Анализ
Широкий диапазон измерения	++	+++	++
Воспроизводимость	+++	+++	++
Высокое разрешение при анализе узких распределений	+++	++	-
Анализ формы частиц	+++	-	-
Сопоставление результатов с другими методами	+++	++	-
Надежное определение крупногабаритных частиц	+++	++	+++
Надежность, легкость в эксплуатации	+++	+++	-
Скорость измерения, пропускная способность образцов	++	+++	-
Анализ индивидуальных частиц	+++	-	++

В связи с тем, что методы литья металлов под давлением и аддитивное производство становятся все более распространенными, растет спрос на специально разработанные металлические порошки с определенными характеристиками. Не только химический состав, но также размер и форма частиц имеют жизненно важное значение для процесса производства порошков. В зависимости от области применения порошок должен соответствовать различным техническим требованиям. Лазерная Дифракция для анализа размеров металлических порошков внедрена в эти отрасли промышленности и, как ожидается, останется еще на долгие годы. Лазерная Дифракция (ЛД) плюс Динамический Анализ Изображений (ДАИ) в приборах SYNC и CAMSIZER X2 позволяет получать все необходимые данные о размере и форме частиц металлических порошков. ДАИ, по сравнению с (электронной / оптической) микроскопией, измеряет гораздо большее количество частиц и, следовательно, статистически более релевантен и обеспечивает лучшую воспроизводимость. Одно измерение занимает всего от 1 до 3 минут, что обеспечивает высокую пропускную способность по измерению образцов и непрерывный контроль качества. Как для производителей порошков, так и для производителей металлических деталей приборы SYNC и CAMSIZER X2 являются точными и эффективными инструментами, которые значительно улучшают процесс контроля качества.



# MICROTRAC MRB РЕШЕНИЯ ДЛЯ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ



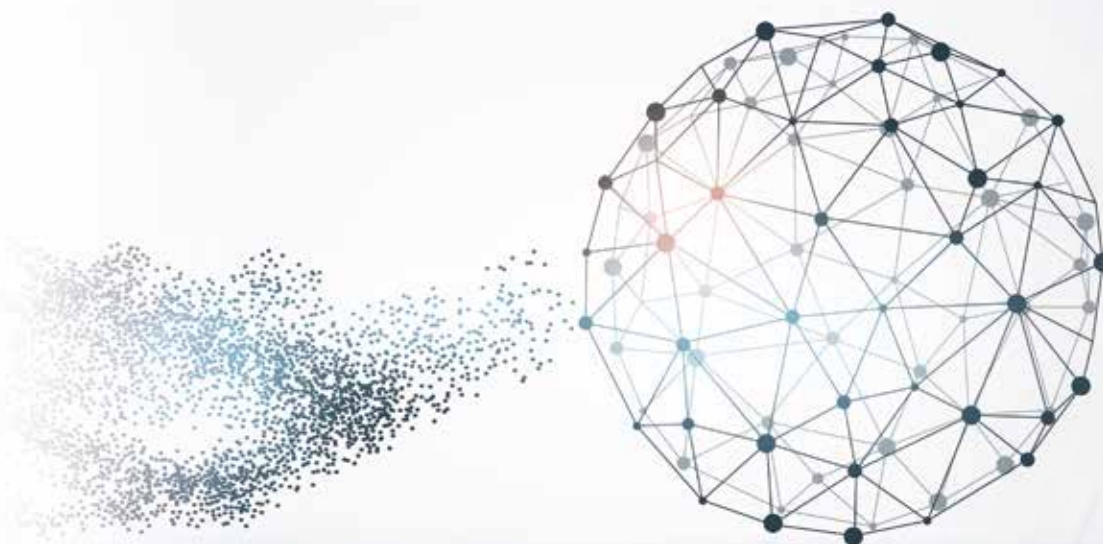
## CAMSIZER X2

- Определение размера и формы частиц от 0,8 мкм до 8 мм с Динамическим Анализом Изображений (ISO 13322-2)
- Точный анализ широких распределений
- Превосходное разрешение при анализе узких, многомодальных распределений
- Надежное определение небольших количеств негабаритных частиц
- Результаты измерений 100 % совместимы с ситовым анализом

# ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ И МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

Аддитивные технологии приобретают всю большую популярность в различных отраслях промышленности. Однако из-за новизны эти технологии еще недостаточно стандартизированы. Так, на сегодняшний день еще не существует отраслевых стандартов контроля технологического процесса. Такой параметр, как форма частиц порошков, должен строго контролироваться, поскольку контроля только размера частиц для обеспечения качества очевидно недостаточно.

Металлические порошки, используемые в сфере аддитивных технологий, изготавливаются из стали, титана, алюминия, никеля, хрома, вольфрама, а также их сплавов. Для контроля качества и чистоты этих материалов должны применяться соответствующие методы. В том числе, должно строго контролироваться содержание инородных химических элементов.<sup>1</sup>



<sup>1</sup> Berumen, S.; Bechmann, F.; et al, Quality Control of laser and powder bed-based Аддитивные технологии (AM) technologies, Physics procedia, 5, 617-622, LANE 2010



## Химические элементы, влияющие на свойства материалов

Определение содержания элементов, приведенных ниже, проводится как до, так и после аддитивного производства, для обеспечения качества сырьевых материалов и готовой продукции.

### Титан

На качество титана и его сплавов, например Ti-6Al-4V (сорт 5), оказывают влияние следующие химические элементы:

#### Водород [H]

Оказывает на титан такое же действие, как и на сталь, то есть может повлиять на образование смешанных фаз в сплаве.

#### Азот [N]

Повышает хрупкость титана.

#### Кислород [O]

Даже следовые количества кислорода могут сказаться на жесткости или твердости титана.

В стандартах указывается, что даже незначительное изменение содержания кислорода может стать причиной перевода титана из разряда высокосортного (сорт 1: 0,18% O) в низкосортный (сорт 3: 0,35% O). Кислород влияет на механические и физические свойства титана. Так, титан с содержанием кислорода 0,1% примерно в три раза стабильнее, чем титан с содержанием кислорода 0,3%.

#### Сера [S] / Углерод [C]

Данные элементы влияют на свойства титана в меньшей степени.

### Сталь

На свойства стали влияют многие химические элементы, в первую очередь углерод. Сталь подразделяется на несколько сортов и областей применения в зависимости от вида и содержания этих элементов (C, Si, Mn, P, S, Cr и др.). Ниже приведены наиболее важные химические элементы с неметаллическими свойствами, а также влияние, которое они оказывают.

**Углерод [C]:** Содержание углерода определяет различные физические свойства стали. Рассматриваемый сплав содержит от 0,0002 до 2,06% углерода. Чем выше содержание углерода, тем ниже температура плавления и выше хрупкость и твердость стали.

**Сера [S]:** Справ с содержанием серы обладает свойствами, оптимальными для машинной обработки, например сверления или фрезерования. Чем выше содержание серы, тем ниже вязкость стали.

**Азот [N]:** Содержание азота можно условно разделить на желательное и нежелательное. В некоторых специальных областях применения допускается высокое содержание азота. В таких случаях необходимо учитывать, в какой химической форме представлен азот: так, элементный азот, который сосредотачивается на границах зерен, значительно влияет на вязкость стали. Азот, связанный с другими элементами, как правило, не принимается во внимание.

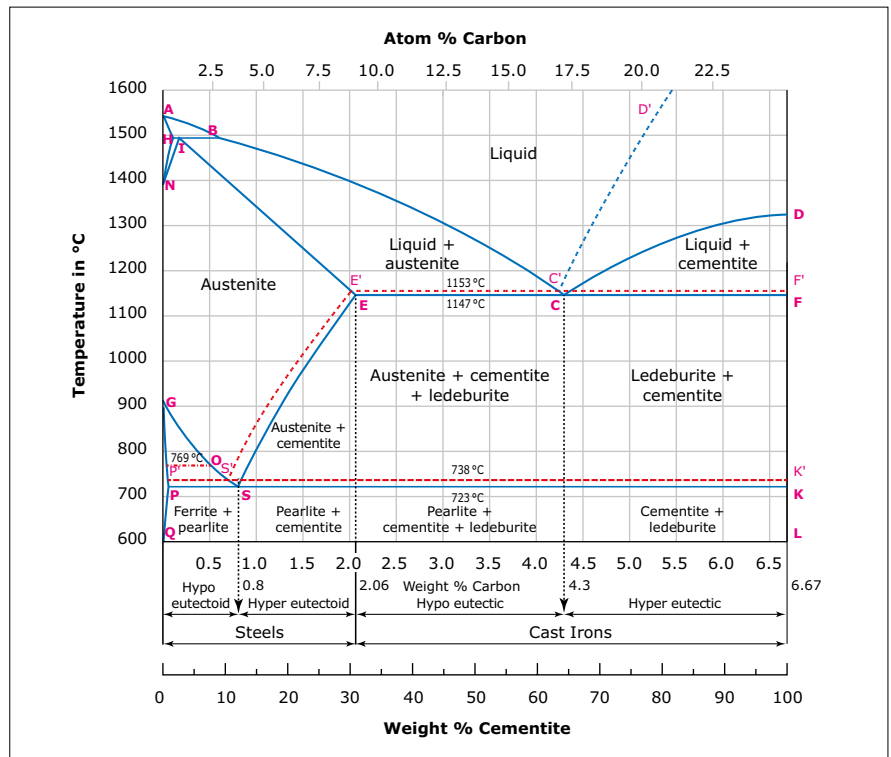


Рис. 1: Диаграмма состояния железо-углерод

**Кислород [O]:** Кислород иногда называют "паразитным" элементом, так как он приводит к охрупчиванию и старению стали.

**Водород [H]:** Водород, содержащийся в стали, снижает ее механическую ста-

бильность, а также может стать причиной охрупчивания и вызвать значительные механические повреждения: протоны водорода интегрируются в металлическую матрицу, что может вызывать растрескивание стали.

## Элементный анализ методом сжигания

Существует множество способов определения содержания химических элементов и примесей, и в большинстве случаев это разрушающие испытания: все элементы, входящие в состав исследуемого материала, высвобождаются в процессе сгорания.

Анализ методом сжигания имеет следующие преимущества: образцы берутся в твердой форме и не требуют какой-либо предварительной подготовки. Требуемый средний размер частиц металлических порошков, используемых в сфере аддитивных технологий, составляет от 5 до 150 мкм.

Гранулометрический анализ частиц порошков выполняется, например, методом динамической обработки изображений. Если диапазон распределения частиц по размерам правильный, такой порошок подходит для элементного анализа методом сжигания.

Определение содержания таких элементов, как H/C/N/O/S, выполняется в несколько этапов. На первом этапе определяется содержание кислорода, азота и водорода, а на втором - углерода и серы. Это необходимо для изучения физико-химических свойств образца, на которые оказывают влияние эти элементы.

## Определения содержания O/N/H

Элементные анализаторы ELEMENTRAC ONH-p производства компании ELTRA предназначены для определения содержания кислорода, азота и водорода. Образец, помещенный в графитовый тигель, расплавляется при нагреве до заданной температуры, при которой высвобождаются кислород, азот и водород соответственно. Кислород высвобождается в форме монооксида углерода (CO), сосредотачиваясь на горячих поверхностях тигля, и для его отведения в рабочую камеру подается инертный газ.

Затем CO окисляется в  $\text{CO}_2$  с использованием катализатора (оксид меди) и в такой форме обнаруживается инфракрасными датчиками (рис. 2): молекулы диоксида углерода возбуждаются инфракрасным лучом определенной длины волны, которая преобразуется в кинетическую, которую можно преобразовать в кинетическую, можно определить точное содержание кислорода в образце. Содержание азота и водорода определяется в термокондуктометрической ячейке (рис. 3).

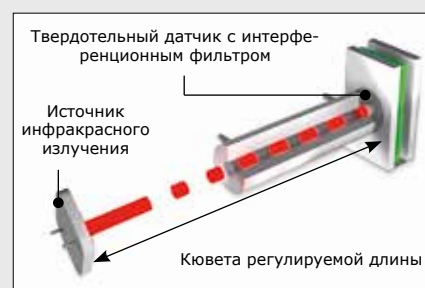


Рис. 2: Инфракрасный датчик

Рабочая камера,  
60 °C

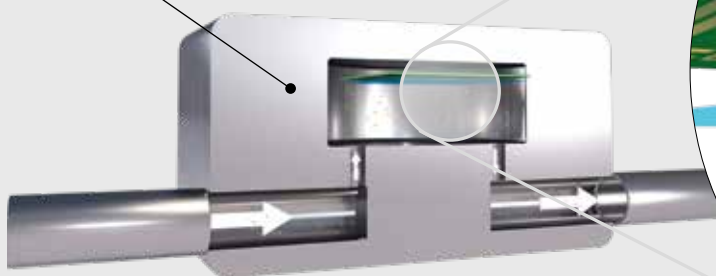
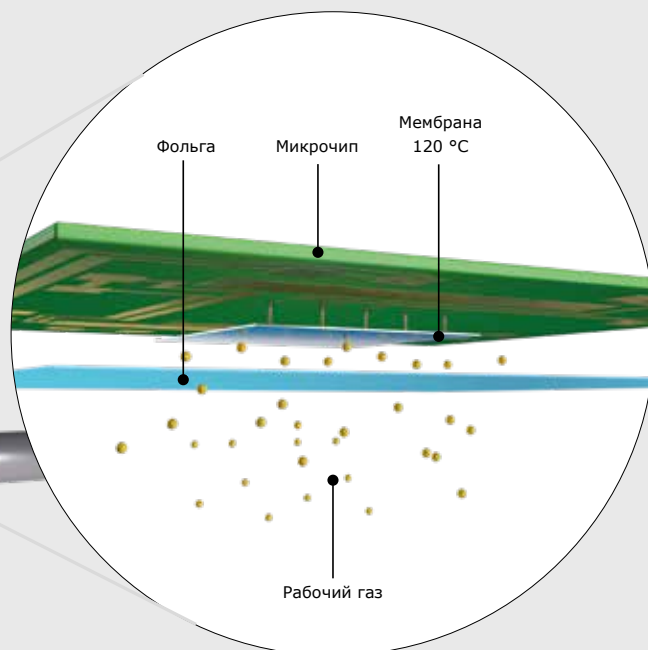


Рис. 3: Термокондуктометрическая ячейка



Термокондуктометрическая ячейка анализатора ELEMENTRAC включает в себя кремниевый микрочип, отделенный мембраной от потока газа. Если термоэлектропроводность газа изменится, например при высвобождении азота, также изменится теплоотдача, необходимая для нагрева мем-

браны, что будет определено по величине измеряемого сигнала.

Данный метод отличается высокой надежностью и чувствительностью и дает неизменно достоверные результаты в широком диапазоне измерения.

ELTRA 91205-1003#1116B <sup>1</sup>		
Вес [мг]	Кислород [ppm]	Азот [ppm]
102,7	893,2	100,8
103,4	917,2	101,8
102,7	892,0	105,1
101,9	878,9	98,4
103,5	886,7	93,9
103,2	904,5	97,8
102,3	908,8	96,5
103,8	882,9	103,3
103,4	860,7	99,7
103,4	877,8	94,0
Среднее значение	890,3	99,1
Отклонение / относительное отклонение	16,7 / 1,9 %	3,7 / 3,8 %

<sup>1</sup> Паспортные значения: O: 890±50 ppm; N: 99±10 ppm

В Таблице 1 приведены типичные результаты одновременного определения содержания кислорода и азота в образце титана.



## Определение содержания C/S

Образец, помещаемый в индукционную печь в составе элементного анализатора ELEMENTRAC CS-i, расплавляется в среде чистого кислорода, при этом сера окисляется до диоксида серы (SO<sub>2</sub>), а углерод - до монооксида углерода (CO) и диоксида углерода (CO<sub>2</sub>).

Сжигаемые газы проходят через пылевой фильтр и поглотитель влаги для обеспечения требуемой чистоты. Следующий этап - обнаружение диоксида серы с помощью инфракрасного датчика. Инфракрасные датчики, которыми оснащаются

анализаторы ELTRA CS-i, имеют различную чувствительность (высокая/низкая), которую можно отрегулировать в зависимости от требований заказчика. Содержание серы определяется в процессе окисления монооксида углерода до диоксида углерода и диоксида серы до триоксида серы. Для удаления SO<sub>3</sub> используется целлюлозная вата; содержание углерода определяется с помощью инфракрасных датчиков с регулируемой чувствительностью. Элементные анализаторы ELTRA могут оснащаться максимум четырьмя отдельными инфракрасными датчиками.

## Заключение

Такие химические элементы с неметаллическими свойствами, как углерод, сера, водород, кислород и азот, влияют на физические свойства металлов. Эти элементы могут изначально входить в состав порошков, используемых в сфере аддитивных технологий, или указываться в их составе в процессе производства. Именно поэтому должен выполняться строгий контроль качества как сырьевых материалов, так и готовой продукции. Элементный анализ методом сжигания позволяет с большой легкостью и достоверностью определить содержание химических элементов в диапазоне от нескольких ppm до нескольких процентов.

# ELTRA - ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ

Компания ELTRA - ведущий поставщик оборудования для элементного анализа методом сжигания, позволяющего с высокой точностью, скоростью и универсальностью определять содержание C/H/N/O/S в твердых образцах. Наши элементные анализаторы отличаются неизменной достоверностью при работе с самыми разными материалами и диапазонами измерения.

Элементные анализаторы

- Анализаторы содержания C|H|S
- Анализаторы содержания O|N|H

• Термогравиметрические анализаторы

- Оборудование для определения плавкости золы и биомассы
- Стандарты и расходные материалы

Подробнее: [www.eltra.com](http://www.eltra.com)



## ELTRA ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ СФЕРЫ ТЕХНОЛОГИЙ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА



### ЭЛЕМЕНТНЫЕ АНАЛИЗАТОРЫ ELEMENTRAC ONH-p

- Одновременное определение содержания кислорода/азота или кислорода/водорода в среде инертного газа
- Циркуляция инертного газа в замкнутом контуре для более точного определения содержания O/N/H
- Использование аргона в качестве рабочего газа для снижения стоимости процесса



### ELEMENTRAC CS-i

- Одновременное определение содержания углерода и серы с минимальными затратами на пробоподготовку
- Индукционная печь для термообработки при температурах выше 2000 °C
- Регулирование чувствительности ИК-датчиков

[www.eltra.com](http://www.eltra.com)

AR 875 (LOT 1216F) <sup>1</sup>		
Вес [мг]	Углерод [%]	Серя [%]
1003,4	0,8005	0,0128
1001,9	0,8003	0,0125
1002,6	0,8012	0,0126
1003,2	0,8007	0,0126
1001,8	0,7971	0,0125
1004,2	0,7952	0,0125
1003,6	0,7962	0,0124
1003,1	0,7976	0,0123
1003,2	0,8020	0,0124
1002,9	0,8024	0,0123
Средние значения	0,7993	0,0125
Отклонение / относительное отклонение	0,0026 / 0,32 %	0,0002 / 1,20 %

<sup>1</sup> Паспортные значения: C: 0,799 % ±0,017, S: 0,0125%±0,0034

В таблице 2 приведены типичные результаты анализа образца стали.



# ТЕРМООБРАБОТКА ИЗДЕЛИЙ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ЛИТЬЯ ПОРОШКОВ ПОД ДАВЛЕНИЕМ И АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

Компания CARBOLITE GERO предлагает печи, специально разработанные для различных этапов термообработки металлических и керамических изделий, изготавливаемых с применением литья порошков под давлением и аддитивных технологий. Области применения наших печей, помимо прочего - высокотемпературное и каталитическое удаление связующих, сушка изделий после удаления связующих на основе растворителей, снятие внутренних напряжений, а также спекание в среде продувочного газа, водорода или вакуума.

Аддитивные технологии производства металлических изделий можно разделить на два подтипа - прямые и непрямые. Всё оборудование, разрабатываемое компанией CARBOLITE GERO, отвечает требованиям самых строгих стандартов. Печи GPCMA предназначены для прямого, а печи НТК - для непрямого аддитивного производства (3D-печати) и литья порошков под давлением. Эти две печи - лишь небольшая часть ассортимента продукции компании CARBOLITE GERO.

## Прямое аддитивное производство: снятие внутренних напряжений

При прямом аддитивном производстве порошок выборочно расплавляется и отверждается, таким образом, послойно создается трехмерное изделие.

При лазерной плавке порошков, также известной как селективная лазерная плавка (SLM) или, более точно, лазерная плавка в заранее сформированном слое (L-PBF), проводится последующая термообработка готового изделия.

Селективная лазерная плавка выполняется под управлением системы автоматизированного трехмерного проектирования (3D CAD). Программное обеспечение управляет нанесением тонких слоев металлического порошка (титановый сплав Ti6Al4V, кобальт-хромовый сплав, нержавеющая сталь, никелевые сплавы инконель 625 и инконель 718, алюминиевый сплав AlSi10Mg) на подложку, а затем материал выборочно расплавляется лазерным лучом с высокой точностью. Таким образом, слой за слоем, создается готовое изделие.

Селективная лазерная плавка подходит для производства изделий очень малых размеров, позволяя создавать геометрические формы, которые невозможно получить на станке. Толщина одного слоя может достигать 20 мкм, а допуск на геометрические неровности составляет  $\pm 50$  мкм.

Сегодня скорость изготовления изделия методом селективной лазерной плавки относительно невелика, а стоимость процесса, наоборот, высока, так как для получения порошка используется шаровая мельница, а затем, для контроля качества, проводится ситовый анализ. Существующие технологии селективной лазерной плавки требуют значительных капиталовложений.

Однако если размеры изделия не превышают 250 x 250 x 350 мм, данная технология может успешно использоваться для быстрого создания опытных образцов, а также деталей сложной геометрии, которые затем будут дорабатываться на станке (сверление, нарезание пазов, фрезерование, нанесение покрытий, полирование или анодирование).



Рис. 1: Печи GPCMA для термообработки в регулируемой газовой среде с максимальной рабочей температурой до 1200°C и содержанием кислорода <30 ppm, предназначенные для снятия внутренних напряжений изделий, изготовленных методом селективной лазерной плавки



Изделия, изготовленные с использованием прямого аддитивного производства (селективная лазерная плавка), отличаются высоким уровнем внутренних напряжений, связанных с локальным нагревом/охлаждением в значительном температурном диапазоне.

Для снятия напряжений выполняется термообработка готового изделия, обязательным требованием к которой является однородное распределение температуры: изделие удерживается при строго определенной температуре в течение строго определенного времени. Условия термообработки должны контролироваться, так чтобы механические свойства изделия находились в требуемом диапазоне.

Кроме этого, термообработка должна выполняться в среде инертного газа для предотвращения окисления изделия и, соответственно, ухудшения его физико-химических свойств.

Компания CARBOLITE GERO предлагает **камерные печи GPCMA общего назначения для термообработки в регулируемой газовой среде**, предназначенные для снятия внутренних напряжений изделий, изготавливаемых с применением аддитивных технологий. Использование этих печей снижает эксплуатационные затраты, предотвращает окисление изделий и обеспечивает превосходную однородность температуры.

Предлагаются печи различных типоразмеров (**GPCMA/37, GPCMA/56, GPCMA/117, GPCMA/174, GPCMA/208 и GPCMA/245**), подходящие для размещения от 1 до 4 изделий, так чтобы оптимально использовать объем рабочей камеры. Под заказ печи могут быть доработаны для соответствия требованиям стандарта AMS2750E Nadcap, класс 1, что позволяет использовать их в авиакосмической промышленности (для этого используется реторта из сплава инконель или Haynes 230).

Термообработка выполняется в среде инертного газа (как правило, азота или аргона [при работе с изделиями из титана]). В зависимости от области применения, уровень кислорода можно снизить до 30 ppm.

Печи GPCMA оснащаются нагревательными элементами, размещенными под полом, в своде и стенках рабочей камеры для обеспечения однородности температуры; для измерения температуры рабочая камера оснащается термопарами. Для управления нагревом используются контроллеры с каскадным регулированием, что значительно сокращает время выполнения цикла, особенно в сочетании с вентиляторами принудительного охлаждения.

Чтобы еще больше сократить время выполнения цикла, печи GPCMA/174 оснащаются охлаждаемыми дверцами на двух петлях с предохранительным замком, чтобы загрузка и выгрузка выполнялась быстро и безопасно, а силиконовое уплотнение дверцы делает возможной термообработку в регулируемой газовой среде.



Рис. 2: Металлическая реторта печи GPCMA/174 с изделием, изготовленным с применением аддитивных технологий, используемая для снятия внутренних напряжений

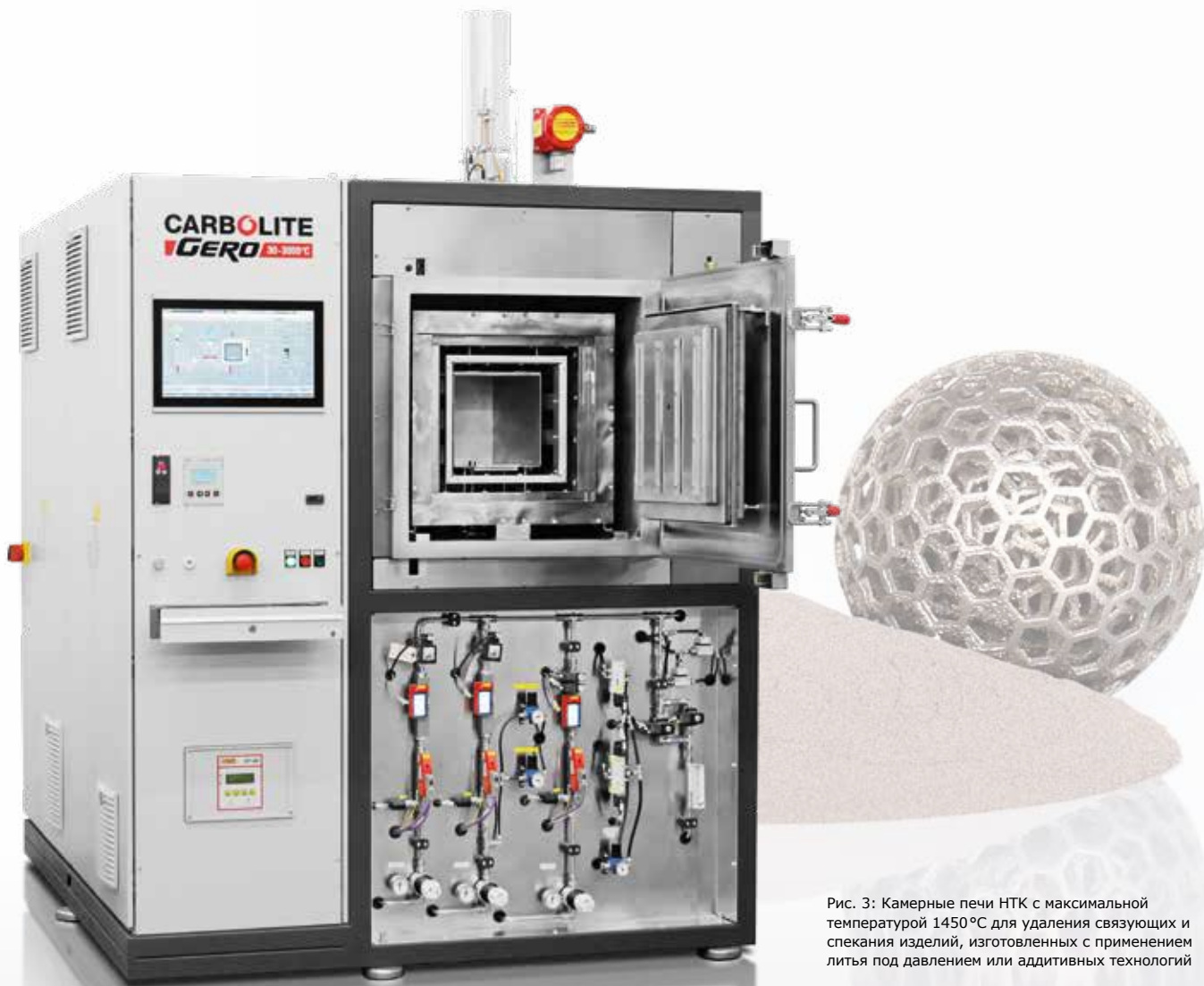


Рис. 3: Камерные печи НТК с максимальной температурой 1450°C для удаления связующих и спекания изделий, изготовленных с применением литья под давлением или аддитивных технологий

## Удаление связующих и спекание изделий, изготовленных с использованием литья порошков под давлением и не прямых аддитивных технологий

Такие методы производства, как литье порошков под давлением и не прямые аддитивные технологии, используются для создания изделий из металла и керамики. В начале цикла порошок смешивается со связующими веществами, которые, после получения первичной промежуточной отливки, удаляются под действием высокой температуры, катализатора или растворителя, в процессе чего отливка несколько уменьшается в размерах. Вторичная промежуточная отливка подвергается спеканию, приобретая размеры и свойства готового изделия.

В первую очередь выполняется высокотемпературное удаление связующих, после чего в изделии остается лишь остаточное количество связующих и изделие становится очень хрупким. Следующий этап - удаление остатков связующих и спекание в одной и той же печи. В процессе удаления связующих необходимо отводить газы, образующиеся при термообработке, и следить за однородностью температуры, так чтобы свойства изделия строго соответствовали заявленным. Удаление связующих выполняется в среде вакуума, воздуха или инертного газа. Воздух или инертный газ могут использоваться в качестве рабочей среды для увеличения

скорости потока и сокращения времени выполнения цикла. Спекание также должно выполняться в определенной среде, и компания CARBOLITE GERO готова предложить оборудование, предназначенное для решения такой задачи. Для предотвращения окисления металлов и неоксидной керамики спекание рекомендуется выполнять в среде инертного (Ar или N<sub>2</sub>) или восстанавливающего газа (H<sub>2</sub> для изделий из нержавеющей стали). Для обеспечения высокой степени чистоты, например при спекании изделий из титана, можно выполнять термообработку в вакууме. Изделия из оксидной или нитридной керамики (оксиды алюминия и циркония, нитриды алюминия) могут спекаться в воздушной среде.

Печи НТК производства CARBOLITE GERO идеально подходят для удаления остатков связующих и спекания изделий, изготовленных с применением аддитивных технологий или литья порошков под давлением. Высокая однородность распределения температуры по всему объему рабочей камеры обеспечивает высокую точность процесса, а возможность работать в среде инертного или реакционного газа, высокого или даже сверхвысокого вакуума позволяет безопасно выполнять спекание самых чувствительных материалов.

Прямоугольная форма передней дверцы значительно упрощает загрузку и выгрузку хрупких изделий, содержащих только остаточные количества связующих веществ. Печи НТК предлагаются в четырех типоразмерах: 8 л, 25 л, 80 л и 200 л.

Печи с теплоизоляцией и нагревательными элементами из вольфрама (НТК W) или молибдена (НТК MO) обеспечивают максимальную чистоту инертного газа, а также позволяют поддерживать уровень вакуума 5 x 10<sup>-6</sup> мбар. При необходимости можно дооснастить печи для работы в сверхвысоком вакууме. Стандартные используемые газы: азот, аргон (для изделий из титана), водород (для изделий из нержавеющей стали), а также смеси этих газов.

Нагревательные элементы изготавливаются из тех же металлов, что и теплоизоляция. Теплоизоляция представляет собой несколько экранов защиты от излучений, изготовленных из вольфрама или молибдена, в зависимости от модели печи. Использование реторты позволяет работать в регулируемой газовой среде с высокой однородностью температуры. Максимальная рабочая температура печей НТК W составляет 2200 °C, а печей НТК MO - 1600 °C.

Газы, образующиеся в процессе термообработки, направляются через газовыпускное отверстие в камеру дожига. Компания CARBOLITE GERO предлагает оборудование, позволяющее выполнять спекание высокочувствительных материалов в регулируемой газовой среде (см. рис. 4).

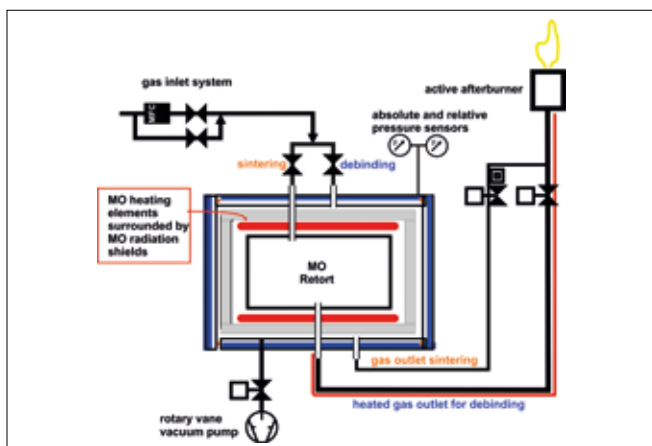


Рис. 4: Схема подачи газа в реторту в процессе удаления связующих и спекания.

При спекании газ подается в печь через отверстие в задней части рабочей камеры. Поскольку реторта не является полностью герметичной и давление снаружи немного выше, чем внутри, окружающий воздух будет попадать внутрь реторты. Рабочий газ, проходящий через реторту, вытесняет пары связующего, которые отводятся через газовыпускное отверстие в нижней части реторты. Отработанные газы затем направляются в камеру дожига.

Регулирование подачи газа после удаления связующих позволяет поддерживать высокую чистоту рабочей среды: газ подается через газовыпускное отверстие в левом верхнем углу реторты и выводится через газовыпускное отверстие в правом нижнем углу реторты, направляясь в камеру дожига. Поскольку количество паров связующего невелико, подогрев газовыпускного отверстия не требуется.

Это позволяет предотвратить возврат паров связующих в реторту во время спекания.

Нагревательные элементы располагаются в нижней и верхней части рабочей камеры, а также крепятся к ее стенкам, обеспечивая высокую однородность температуры. Печи с рабочими камерами большего объема оснащаются нагревательными элементами, которые крепятся к задней и передней стенкам рабочей камеры. Печи НТК имеют кожух с водяным охлаждением. Охлаждающая вода подается между двойными стенками кожуха.

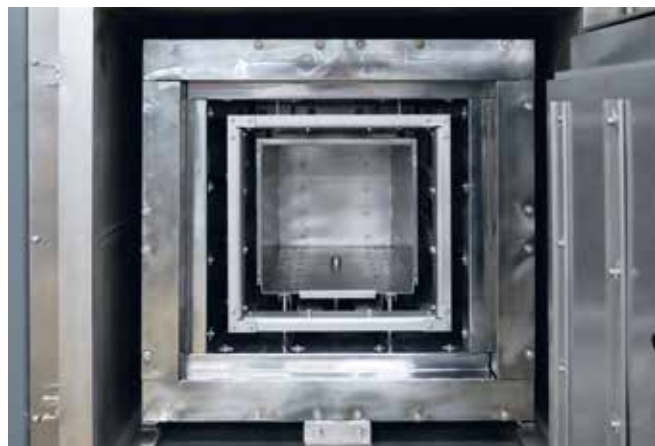


Рис. 5: Печь НТК с ретортой из молибдена обеспечивает максимальную степень чистоты рабочей среды или высочайший уровень вакуума.

## CARBOLITE GERO - ТЕРМООБРАБОТКА

Компания CARBOLITE GERO - ведущий поставщик печей и термошкафов для высокотемпературной обработки с максимальной рабочей температурой 30-3000 °C, позволяющих работать в регулируемой газовой среде или в среде вакуума. За нашими плечами - более 80 лет опыта работы в отрасли, наше оборудование применяется в научно-исследовательских лабораториях, в составе опытных установок, а также на производственных предприятиях мира.

- Термошкафы
- Камерные печи
- Трубчатые печи
- Вакуумные печи
- Печи специального назначения
- Печи, изготавливаемые под заказ

Подробнее: [www.carbolite-gero.ru](http://www.carbolite-gero.ru)

## Заклучение

Компания CARBOLITE GERO предлагает камерные печи GPCMA, предназначенные для снятия внутренних напряжений изделий, изготавливаемых с применением аддитивных технологий. Использование этих печей снижает эксплуатационные затраты, предотвращает окисление изделий и обеспечивает превосходную однородность температуры. Общее время выполнения цикла сокращается благодаря нагреву со всех сторон рабочей камеры, принудительной циркуляции воздуха (опция) и удобству загрузки и выгрузки через дверцу на двух петлях с водяным охлаждением и силиконовым уплотнением.

Печи НТК производства CARBOLITE GERO идеально подходят для удаления остатков связующих и спекания изделий, изготовленных с применением аддитивных технологий или литья порошков под давлением. Высокая однородность распределения температуры по всему объему рабочей камеры обеспечивает высокую точность процесса. Высочайшая степень чистоты инертного газа, а также возможность работы в высоком и даже сверхвысоком вакууме делает возможным спекание таких чувствительных материалов, как титан.

Под заказ компания CARBOLITE GERO готова провести испытания для подтверждения соответствия требованиям стандартов данной отрасли.

Модель	Размеры: Реторта: ВхШхГ [мм]
<b>GPCMA/37</b>	205 x 337 x 538
<b>GPCMA/56</b>	229 x 400x 610
<b>GPCMA/117</b>	279 x 500 x 840
<b>GPCMA/174</b>	428 x 500 x 815
<b>GPCMA/208</b>	428 x 500 x 970
<b>GPCMA/245</b>	650 x 700 x 1050
<b>НТК 8</b>	190 x 170 x 200
<b>НТК 25</b>	250 x 250 x 400
<b>НТК 80</b>	400 x 400 x 500



## CARBOLITE GERO ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ СФЕРЫ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И ЛИТЬЯ ПОРОШКОВ ПОД ДАВЛЕНИЕМ



**Печи GPCMA для термообработки в регулируемой газовой среде, предназначенные для сферы аддитивных технологий**

- Снятие внутренних напряжений в среде N<sub>2</sub>, Ar
- Снижение уровня O<sub>2</sub> до уровня ниже 30 ppm
- Высокая однородность температуры



**Камерные печи НТК с металлической теплоизоляцией и нагревательными элементами, предназначенные для сферы литья порошков под давлением и аддитивных технологий**

- Удаление связующих и спекание в среде N<sub>2</sub>, Ar, N<sub>2</sub>
- Регулирование подачи газа для работы с чувствительными материалами
- Полностью автоматическая работа

[www.carbolite-gero.ru](http://www.carbolite-gero.ru)

# СИТОВОЙ АНАЛИЗ И ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ И ИЗДЕЛИЙ

В металлургии важную роль играет возможность повторного использования сырьевых материалов. Компания RETSCH предлагает широкий спектр оборудования, предназначенного для отсева порошков и измельчения металлических компонентов, что позволяет в дальнейшем повторно использовать переработанный материал в производственном процессе. Ниже приведены примеры использования оборудования RETSCH в данной области.

## Отделение тонких фракций металлических порошков после лазерной 3D-печати для дальнейшего повторного использования

Просеивающие машины RETSCH, например **вибрационная просеивающая машина AS 200 basic**, превосходно подходят для отсева металлических порошков, склонных к агломерации. После отсева порошок можно использовать как для подготовки к 3D-печати, так и после 3D-печати для отделения тонких фракций, пригодных для повторного использования.

**Компания Concept Laser, производитель оборудования для 3D-печати металлических компонентов, использует просеивающие машины AS 200 basic именно с этой целью.** AS 200 - наиболее экономичная модель в серии, отличающаяся традиционным качеством и надежностью оборудо-

вания RETSCH. В самое короткое время она позволяет получить от 1 до 17 фракций материала. Данная просеивающая машина имеет функции цифровой настройки и мониторинга рабочих параметров, позволяя максимально удобно измельчать черные и цветные металлы, такие как карбид вольфрама, золото и другие драгоценные металлы.

Для этого, как правило, используются **контрольные сита** RETSCH диаметром 200 или 203 мм и высотой 25 или 50 мм, согласно стандартам ISO 3310-1 или ASTM E11. Размер отверстий сит 32–150 мкм идеально подходит для отделения тонких фракций металлических порошков, не склонных к агломерации, которые можно повторно использовать

после 3D-печати. Как правило, используются следующие размеры отверстий сит: 32, 40, 50, 63, 100 и 150 мкм.

Сита компании RETSCH, широко известные в отрасли, собраны на прочной обечайке из нержавеющей стали, гарантируя высокую достоверность результатов анализа. Отвечая строгим отраслевым требованиям, полотно сит точно подгоняется к обечайке и имеет оптимальное натяжение. Каждое контрольное сито RETSCH имеет четкую маркировку, нанесенную лазерным гравированием, для обеспечения прослеживаемости каждого изделия.

## RETSCH - ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ И РАССЕВ

Компания RETSCH - мировой лидер в области разработки оборудования для пробоподготовки, не влияющего на результаты анализа, а также оборудование для анализа твердых материалов. Компания RETSCH, имея за плечами почти столетний опыт работы в отрасли, разрабатывает оборудование для измельчения и ситового анализа, отличающееся превосходной эффективностью, удобством работы, безопасностью и долговечностью.

### Дробилки и мельницы

- Щековые дробилки
- Роторные мельницы
- Режущие и ножевые мельницы
- Механические ступки и дисковые мельницы
- Шаровые мельницы

### Просеивающие машины и контрольные сита

- Просеивающие машины аналитического класса
- Контрольные сита (ISO, ASTM)

Подробнее: [www.retsch.ru](http://www.retsch.ru)

## Переработка промежуточных заготовок или компонентов, изготовленных из твердых металлов, для использования в процессе литья металлических порошков под давлением

Технология литья металлических порошков под давлением применяется для производства металлических деталей сложнейшей геометрической формы. Металлический порошок, смешиваемый со связующими веществами, подается в пресс-форму при помощи специальных литейных машин. Сначала создается первичная промежуточная заготовка, затем, после частичного удаления связующих, - вторичная промежуточная заготовка, а затем, после спекания, - готовая металлическая деталь сложной геометрии. На любом этапе технологического процесса могут быть получены бракованные заготовки. **Чтобы восстановить изначальные свойства материала этих заготовок, их измельчают и полученный порошок используют повторно.**

Щёковые дробилки, например RETSCH **BB 500 XL**, эффективно измельчают бракованные промежуточные заготовки (первичные и вторичные) или компоненты из твердых металлов всего за несколько минут.



### Пример применения:

В щёковой дробилке BB 500 XL измельчались первичные промежуточные заготовки массой 10 кг и исходным размером частиц <math><100\text{ мм}</math>, разделенные на две партии, при закрытом зазоре щек (т. е. неподвижная и подвижная щеки дробилки плотно прижаты друг к другу). После 1 мин измельчения достигалась конечная тонкость <math><250\text{ мкм}</math> (85%).



## RETSCH ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ СФЕРЫ ТЕХНОЛОГИЙ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА

### Щёковая дробилка BB 500 XL

- Исходный материал: умеренно-твердый, твердый, хрупкий, жесткий
- Высокая степень измельчения 50:1
- Постоянный контроль зазора щек



### Вибрационная просеивающая машина AS 200 basic

- Диапазон измерения\*: от 20 мкм до -25 мм
- Отображение эффективности и времени работы на цифровом дисплее
- Подходит для отсева сухих и сырых материалов

[www.retsch.ru](http://www.retsch.ru)

# ПОДГОТОВКА К МАТЕРИАЛОГРАФИЧЕСКОМУ АНАЛИЗУ ОБРАЗЦОВ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ МЕТОДОМ 3D-ПЕЧАТИ

Одним из множества используемых сегодня методов 3D-печати (или аддитивного производства) является лазерное плавление порошковой смеси, когда изделия изготавливаются из материала в порошковой форме, расплавляемого и спекаемого послойно при помощи лазера. Программируемые траектории движения лазерного луча позволяют создавать любые геометрические формы изделий. Энергия лазерного луча расплавляет металлический порошок, образуя подобие валика сварного шва. Пересекающиеся сварные швы, создаваемые при движении лазерного луча по заданным траекториям, образуют трехмерные контуры изделия. Метод лазерного плавления порошковой смеси объединяет в себе такие преимущества, как экономичность,

качество и точность. Другое преимущество метода - масштабируемость процесса, позволяющая, с одной стороны, выпускать изделия в серийном масштабе, а с другой - создавать микроструктуры размером менее 100 мкм.<sup>1</sup>

**Основные материалы, используемые в аддитивном производстве:**

- Легкие сплавы
- Никелевые жаропрочные сплавы
- Сталь
- Интерметаллические соединения
- Материалы высокой твердости (карбиды)

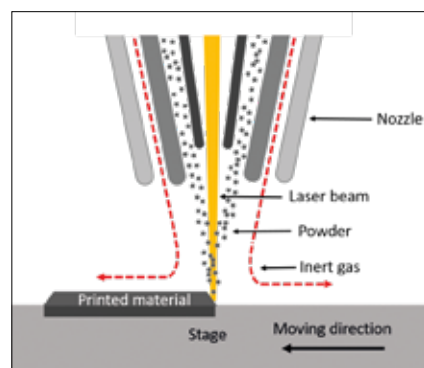


Рис. 1: Схема процесса аддитивного лазерного плавления.

<sup>1</sup> Институт материалов общества Фраунгофера, Аддитивное производство, 2016, www.isam.network

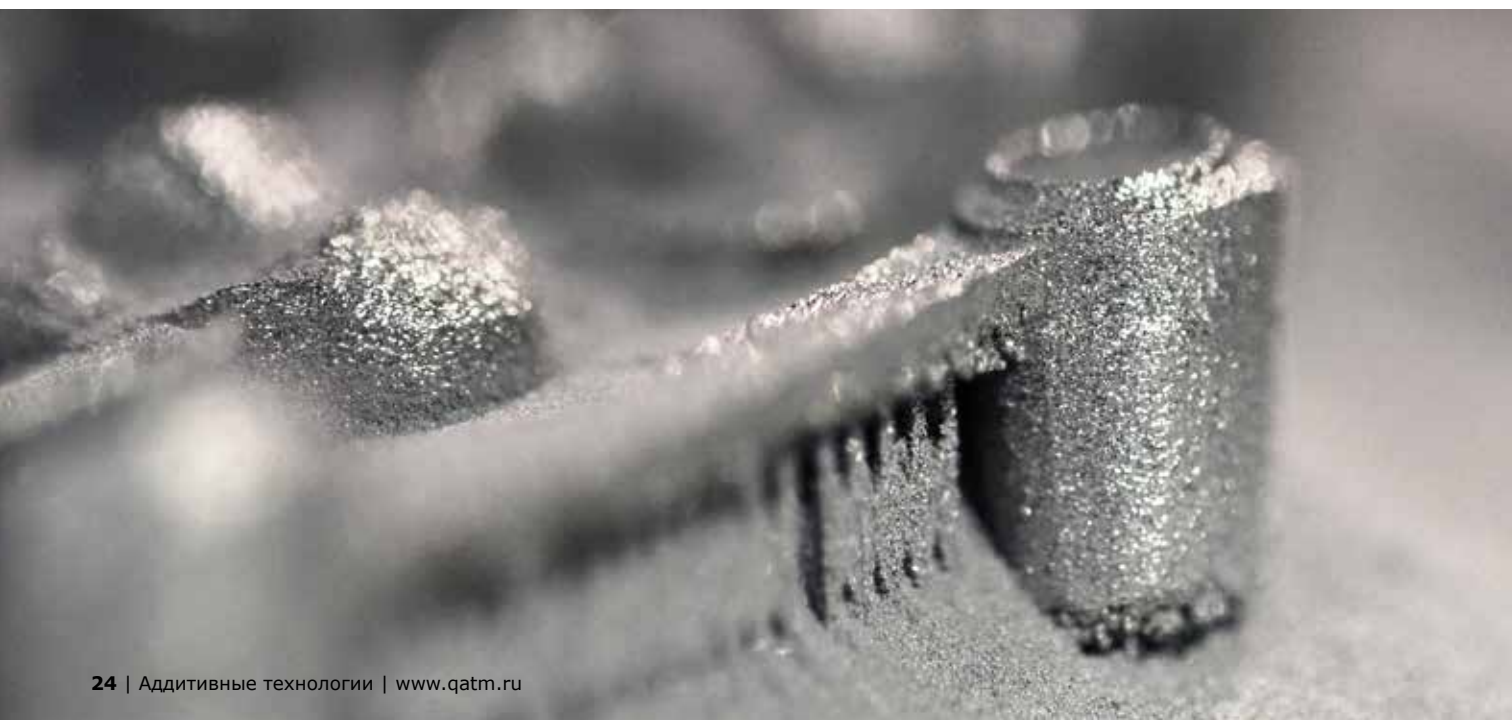




Рис. 2: Отрезной станок Brilliant 220

## Подготовка образцов для материалогрфического анализа

Ниже описан процесс подготовки к материалогрфическому анализу образцов, изготовленных по технологиям аддитивного производства. В материалогрфии образец, репрезентативно отбираемый от изделия или материала, называется пробой.

### Стандартная процедура материалогрфического анализа включает следующие шаги:

- Разрезание изделия на образцы нужного размера, например при помощи абразивного отрезного станка
- Запрессовка образцов, облегчающая дальнейшую работу с образцом
- Шлифование/полирование для лучшей визуализации микроструктуры поверхности
- Собственно анализ
- Изучение изображений
- Измерение твердости

В данной статье в качестве примера приведен образец из стали (X6Cr17, класс 1.4016), изготовленный лазерным плавлением. Первый этап подготовки - отбор образца, репрезентативно отражающего свойства всего материала. Для этого материал разрезался с помощью высокоточного абразивного отрезного станка **Brillant 220 производства компании QATM** с отрезным диском из материала эльбор (толщина отрезного диска: 0,65 мм, диаметр отрезного диска: 153 мм). См. рис. 3.

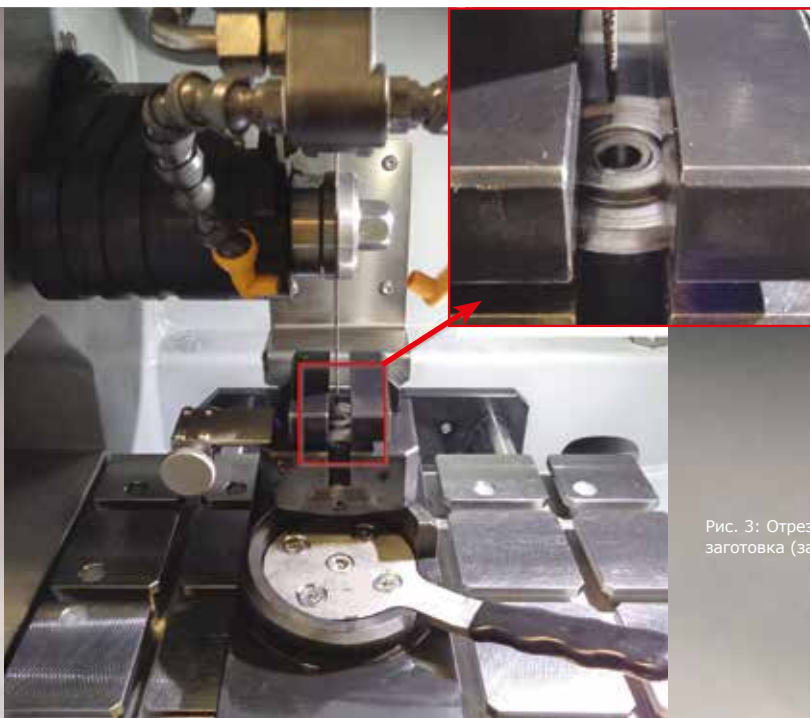


Рис. 3: Отрезной станок Brilliant 220. В увеличенном масштабе: закрепленная заготовка (зажимной инструмент: одинарные вертикальные тиски).

При разрезании образца использовался режим прямой импульсной резки (попеременные повороты отрезного диска на 0,2 мм вперед и на 0,2 мм назад) при скорости подачи 1 мм/с и скорости вращения диска 4500 об/мин.

После разрезания выполнялась горячая запрессовка образца в специальную смолу (Epo black) при помощи **пресса для горячей запрессовки Oral X-Press производства компании QATM**. Обращаться с запрессованным образцом при дальнейшей работе гораздо легче и удобнее. Запрессовка выполнялась при давлении 200 бар и температуре 180 °С в течение 6 мин, цикл охлаждения также составлял 6 мин. Еще одно важное преимущество запрессовки образцов - возможность их плоскопараллельной установки (точность  $51 \pm 1$  мкм). Для измерения допусков измерялась высота образцов при помощи штангенциркуля. Затем выполнялось шлифование и полирование запрессованных образцов (с отдельным прижимом) при помощи **полуавтоматической шлифовально-полировальной машины Saphir 550 производства QATM**. Процесс шлифования состоял из следующих двух этапов. Первый этап - плоское шлифование с использованием карбидкремниевой шлифовальной бумаги с размером зерна P240 для удаления всех неровностей, образовавшихся в процессе резки. Второй этап - шлифование с использованием карбидкремниевой шлифовальной бумаги с размером зерна P600 для подготовки поверхности к полированию, которое также выполнялось в несколько этапов: первый этап - предварительное полирование с использованием **полировального сукна Galaxy BETA** и поликристаллической алмазной суспензии с размером зерна 9 мкм, второй этап - полирование с использованием шелкового сукна средней жесткости (в каталоге QATM: GAMMA) и поликристаллической алмазной суспензии с размером зерна 3 мкм. Наконец, последний этап - финальное полирование - выполнялся с использованием мягкого синтетического сукна (в каталоге QATM: OMEGA) и суспензии Erosil M. Подробное описание см. в таблице 1.



Рис. 4: Oral X-Press – пресс для горячей запрессовки



Рис. 5: Saphir 550 - Автоматическая шлифовально-полировальная машина



Таблица 1: Параметры шлифования и полирования образца

Этап	Шлифовальный носитель	Смазка/суспензия	Скорость вращения [об/мин]	Направление вращения держателя образцов	Усилие прижима [Н]	Время [мин]
Шлифование	Карбид кремния, P240	Вода	150	По часовой стрелке	30	1:00
Шлифование	Карбид кремния, P600	Вода	150	По часовой стрелке	30	1:00
Полирование	Beta	Спирт, поликристаллическая алмазная суспензия с размером зерна 9 мкм	150	Против часовой стрелки	35	4:30
Полирование	Gamma	Спирт, поликристаллическая алмазная суспензия с размером зерна 3 мкм	150	Против часовой стрелки	35	4:00
Полирование	Omega	Вода, Eposil M	100	По часовой стрелке	30	1:30



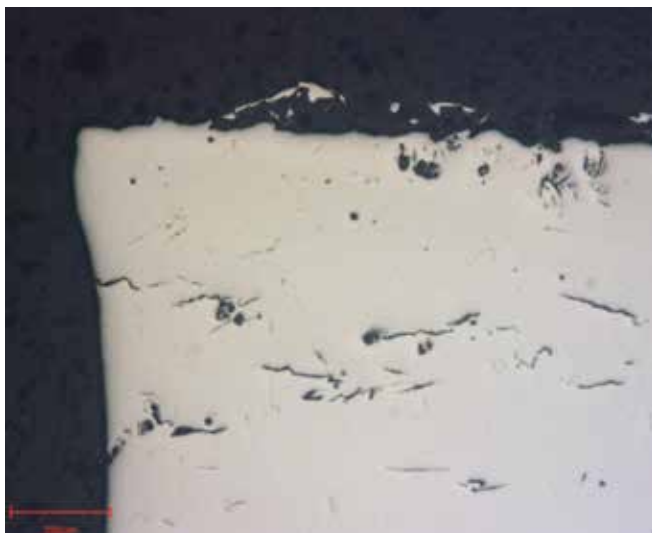


Рис. 6: Поверхность образца, подготовленного к анализу полированием. Тщательно отполированная поверхность отражает свет равномерно, поэтому микроструктура материала почти неразличима.

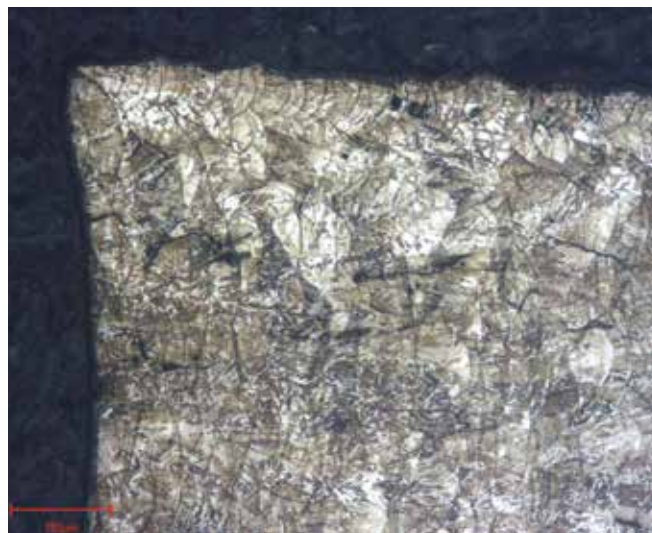


Рис. 7: Поверхность образца, подготовленного к анализу травильным раствором V2A Beize (в течение 45 с). Зона возле края образца. Микроструктура четко различима.

Результатом данной процедуры становится идеально гладкая поверхность образца. На рис. 6 показано изображение поверхности образца, полученное с помощью оптического микроскопа (в падающем свете) с увеличением 100.

Поскольку свет равномерно отражается по всей поверхности образца, микроструктура материала очень плохо различима. Для того чтобы человеческий глаз смог различить подробную текстуру поверхности, контрастность фаз должна составлять минимум 10 %. Для увеличения контрастности применялся метод травления. На примере ниже использовался травильный раствор V2A, позволяющий достигнуть высокой контрастности за счет избирательного воздействия на отдельные фазы стали X6Cr17. После травления, которое выполнялось в течение 45 с, была получена четко различимая микроструктура поверхности, показанная на рис. 7.

Микроструктура поверхности в центральной части образца также отличалась высокой контрастностью, и, таким образом, вся поверхность образца может считаться пригодной для изучения его микроструктуры (см. рис. 8).

Для дальнейшего анализа, например **измерения твердости**, ровная и гладкая поверхность образца также имеет большое значение, так как от этого зависит достоверность и информативность результатов. Как можно видеть по примерам выше, образец, прошедший пробоподготовку, идеально подходит для измерения твердости. Твердомер **Q10A+** производства компании QATM - это совершенный прибор, предназначенный не только для измерения твердости, но и для микроскопического анализа.

На рис. 6 видно, что на отполированной поверхности образца имеется несколько трещин. Прямой край слева - результат шлифования. Контур сварных швов на данном изображении неразличимы, поэтому для увеличения контрастности использовалось травление.

## QATM – ПЕРЕДОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ В МАТЕРИАЛОГРАФИИ

Компания QATM - лидер в области разработки и производства оборудования для металлографии (металлографии). Оборудование QATM с успехом применяется в таких сферах, как контроль качества, анализ дефектов и повреждений, производственный контроль, а также исследования и разработка.

- Абразивные отрезные станки для влажной резки
- Прессы для горячей запрессовки
- Оборудование для шлифования, полирования, травления
- Микроскопы
- Модульная лабораторная мебель
- Расходные материалы

Подробнее: [www.qatm.ru](http://www.qatm.ru)



Рис. 8: Изображение образца высокой контрастности. Микроструктура сварного шва четко различима.

Поверхность образца после травления показана на рис. 7. Видно, что на поверхности гораздо больше трещин, а цветные участки, прилегающие к трещинам, означают перетравленные области, образовавшиеся под действием остатков травильного раствора. На данном рисунке хорошо видна объемная структура сварных швов. При создании каждого следующего слоя высокая температура неизбежно воздействует на нижерасположенный слой. Такие области, называемые зонами термического воздействия, могут изменить микроструктуру и свойства образца. Так, твердость материала и, соответственно, стойкость к механическим напряжениям могут снизиться. Поскольку слои, каждый из которых обладает собственной твердостью, последовательно создают один на другом, механические напряжения постепенно растут и могут вызвать так называемое вторичное растрескивание. Причина первичного растрескивания - высокая скорость охлаждения материала. На рис. 8 показана микроструктура сварного шва с зоной термического воздействия. Вот почему для обеспечения качества необходим анализ твердости отдельных слоев материала.



## АQТМ ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ СФЕРЫ ТЕХНОЛОГИЙ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА



### Отрезной станок Brillant 220

- Прецизионный отрезной станок
- Просторная рабочая зона и большой рабочий стол
- Люки с левой и правой стороны корпуса для непрерывной подачи длинных заготовок



### Oral X-Press – пресс для горячей запрессовки

- Удобная крышка
- Полностью автоматическая работа, электронное управление
- Управление с большого сенсорного дисплея, интуитивно понятный интерфейс



### Saphir 520 - Автоматическая шлифовально-полировальная машина

- Шлифовально-полировальная машина с одной рабочей станцией и шлифовальной головкой Rubin 520
- Раздельный и центральный прижим образцов
- Регулируемая скорость вращения шлифовального диска и шлифовальной головы

[www.qatm.ru](http://www.qatm.ru)

# ИЗМЕРЕНИЕ ТВЕРДОСТИ В СФЕРЕ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Измерение твердости изделий, изготавливаемых с применением литья порошков под давлением и аддитивных технологий, значительно отличается от стандартных процедур измерения твердости: образцы проходят тщательную подготовку, а порошок запрессовывается в смолу при помощи пресса для горячей запрессовки, после чего его рабочая поверхность тщательно полируется.

## Методы и процедуры измерения твердости

Измерение твердости изделий из цветных металлов выполняется по Бринеллю или Виккерсу с давлением индентора от 2,5 до 1000 кг в зависимости от типа и назначения изделия. Требования к испытаниям значительно варьируют. Так, для тонких порошков (размер частиц <0,1 мм) используется небольшое давление и угол наклона индентора, что соответствует испытаниям по Виккерсу. Для алюминиевых порошков, рассматриваемых в нашем

случае, заявленная твердость должна составлять от 25 до 35 по Виккерсу, то есть давление индентора должно быть выше 15 г (размер индентора 0,015), что отвечает требованиям стандартов DIN EN ISO и ASTM (данные стандарты также определяют угол наклона индентора >20 мкм). Если твердомер способен создавать меньшее давление, можно проводить испытание порошков с меньшим размером частиц (но без соответствия стандартам).

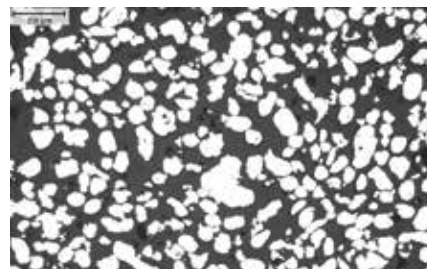


Рис. 1: Запрессованный алюминиевый порошок / отполированная поверхность / кратность увеличения 4x Частицы порошка заполированы на половину диаметра частиц, крупные частицы дают более достоверные результаты измерения.

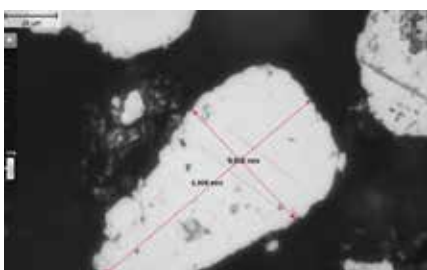


Рис. 2: Частицы алюминиевого порошка, размер которых измерялся в ходе измерения твердости (кратность увеличения 40x)

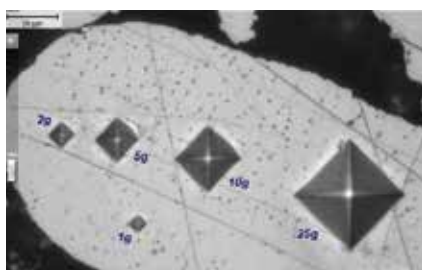


Рис. 3: Размеры инденторов (испытание по Виккерсу): 0,001; 0,002; 0,005; 0,01 и 0,025 – давление 1-25 г

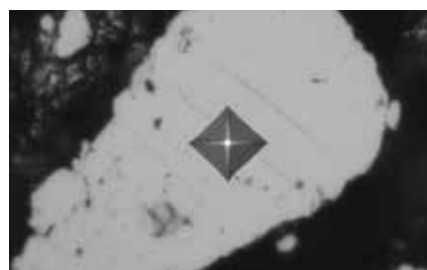


Рис. 4: Результаты измерения твердости: 30,3 (размер индентора 0,005) в центре поперечного сечения частицы порошка

## QATM - ИЗМЕРЕНИЕ ТВЕРДОСТИ

Компания QATM разрабатывает и производит самое инновационное и высокотехнологичное оборудование для измерения твердости. Кроме широкого спектра стандартного оборудования универсального назначения, компания QATM также разрабатывает и изготавливает специализированное оборудование, отвечающее требованиям заказчика.

- Микротвердомеры
- Твердомеры для измерения твердости по Роквеллу
- Универсальные твердомеры
- Зажимной инструмент
- Специализированные твердомеры
- Полностью автоматизированное оборудование для измерения твердости

Подробнее: [www.qatm.ru](http://www.qatm.ru)



### Требования к твердомерам, используемым в сфере порошковой металлургии

- Низкое давление индентора (испытание по Виккерсу)
- Высокая точность перемещения компонентов твердомера
- Оптическое оборудование, отличающееся высокой контрастностью и большой кратностью увеличения
- Удобство работы
- Четкое представление результатов измерения, составление отчетов

### Заключение

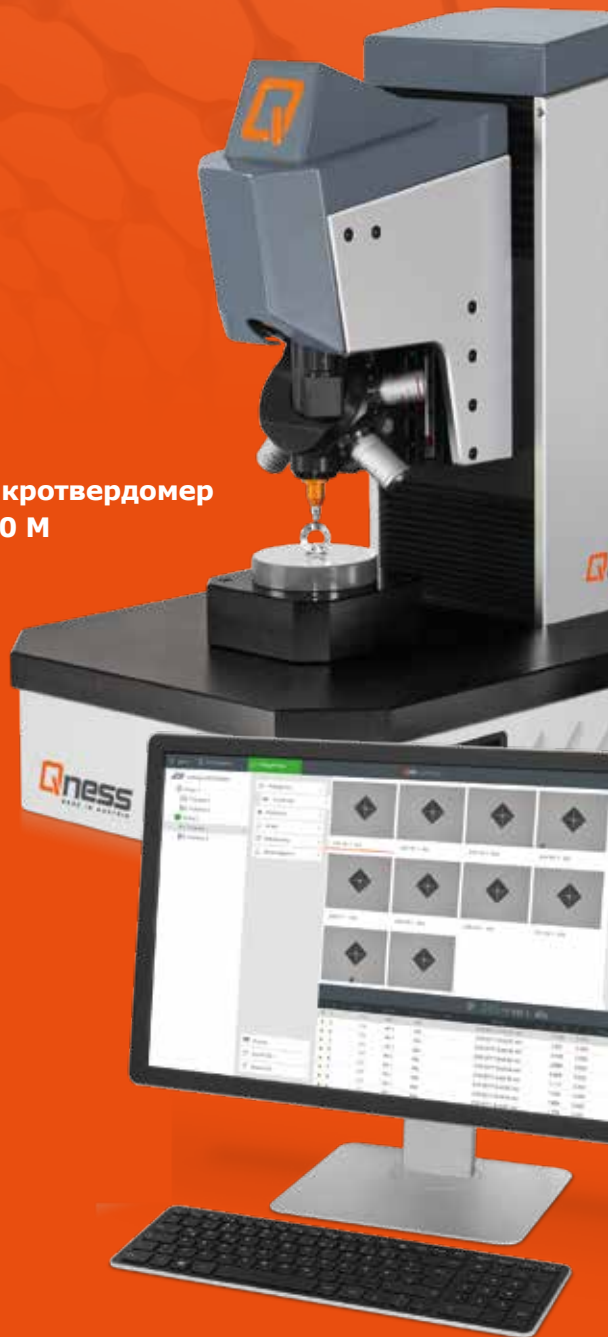
Микротвердомеры QATM Q10/30/60 идеально подходят для измерения твердости по Виккерсу материалов в форме порошков.

В зависимости от объема образца, можно выбрать полуавтоматическую модель М или полностью автоматическую модель А или А+ профессионального класса, специально предназначенную для использования в сфере порошковой металлургии. В зависимости от выбранного давления индентора и качества подготовки поверхности образца, данные твердомеры поддерживают даже обработку изображений с автоматической регулировкой яркости и фокусировки. Функции составления отчетов и экспорта данных позволяют вести протоколы испытаний или подключаться к системам управления данными.



## QATM ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ СФЕРЫ ТЕХНОЛОГИЙ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА

### Микротвердомер Q10 М



Полуавтоматический твердомер Q10 М для измерения твердости порошковых материалов по Виккерсу. Давление индентора от 0,25 г до 10 кг

- Точное позиционирование, большая рабочая зона
- 6-позиционная револьверная головка
- Автоматическая регулировка высоты

[www.qatm.ru](http://www.qatm.ru)

# Подпишитесь на нашу новостную рассылку!

Вы сможете получать эксклюзивную информацию о семинарах/вебинарах, выпуске новой продукции и ее практическом применении.

Оформить подписку:



[www.verder-scientific.ru/newsletter](http://www.verder-scientific.ru/newsletter)

Также можно выбрать компанию в составе подразделения Verder Scientific, о которой вы хотите получать новости.

От подписки можно отказаться в любой момент.



Возможны технические изменения, внесение в текст, а также ошибки • 98.002.0013/RU •  
Источники иллюстраций, использованных в данной публикации: [www.istockphoto.com](http://www.istockphoto.com), [www.fotolia.com](http://www.fotolia.com), [www.shutterstock.com](http://www.shutterstock.com)

**VERDER**  
scientific

ООО "Вердер Сайнтифик"  
190020, Санкт-Петербург  
ул. Бумажная, д. 17  
Тел.: +7 (812) 777-11-07  
Факс: +7 (812) 325-60-73  
E-mail: [info@verder-scientific.ru](mailto:info@verder-scientific.ru)



## ПЕЧИ И ТЕРМОШКАФЫ

Carbolite Gero GmbH & Co. KG  
[www.carbolite-gero.ru](http://www.carbolite-gero.ru)



## ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ

Eltra GmbH  
[www.eltra.com](http://www.eltra.com)



## ИЗМЕРЕНИЕ ТВЕРДОСТИ И МАТЕРИАЛОГРАФИЯ

ATM Qness GmbH  
[www.qatm.ru](http://www.qatm.ru)



## ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ И РАССЕВ

Retsch GmbH  
[www.retsch.ru](http://www.retsch.ru)



## ХАРАКТЕРИСТИКА ЧАСТИЦ

Microtrac Retsch GmbH  
[www.microtrac.com/ru](http://www.microtrac.com/ru)

[www.verder-scientific.ru](http://www.verder-scientific.ru)