

Применение анализа размера и формы частиц для исследований и разработок и контроля качества в процессах аддитивного производства деталей из порошковой металлургии

Вступление

Производство металлических порошков и изготовление деталей из порошковой металлургии (PM) получили известность около 70 лет назад. С тех пор было разработано множество различных процессов для обеих отраслей промышленности, со все большей технической сложностью и специализацией. Появление технологии 3D-печати, которая теперь называется аддитивным производством, привело к появлению новейшей технологии производства PM - селективного лазерного спекания.

Селективное лазерное спекание (SLM)

При селективном лазерном спекании используется вращающееся зеркало, которое, следуя шаблону программы автоматизированного проектирования CAD, направляет лазерный луч на верхний слой порошка, расплавляя слой порошка поверх предыдущего слоя детали. Все частицы, не расплавившиеся на детали, соскабливаются при загрузке следующего слоя. Предпринимаются попытки успешно повторно использовать неплавящиеся частицы в течение как можно большего числа циклов, прежде чем они проявят слишком сильный износ, окисление и агломерацию, чтобы соответствовать критериям размера и формы. Для получения 1-фунтовой детали может потребоваться 10 фунтов металлического порошка, если оставшийся порошок не может быть переработан.

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



Рисунок 1. Схема процесса селективного лазерного спекания (SLM).



Рисунок 2. Сложная деталь, изготовленная методом SLM

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

Теперь также очень важно контролировать форму отдельных частиц. Частицы должны иметь высокую сферическую форму и гладкую поверхность для 1) хорошей текучести и уплотнения, поскольку слой лазерной расплава воссоздается после нанесения каждого слоя, и 2) наиболее устойчивой структурной целостности при сплавлении детали.

Формы частиц не могут быть обнаружены с помощью анализа размера, потому что они не зависят от размера. Частица с удлинённой или шероховатой поверхностью может присутствовать в любой из фракций размера в распределении. Поэтому необходимо определить полную морфологию, размеры и формы металлических порошков, чтобы контролировать их качество. Технические характеристики могут быть заданы для параметров формы, чтобы обеспечить не только правильное распределение по размерам, но и правильное распределение по форме для получения высококачественного порошка.

И, поскольку загрязняющие вещества вредны для любого металлического порошка, они представляют особую проблему при подаче на лазерную спекание, поскольку даже единичное загрязнение может вызвать точечный дефект в очень тонком сечении детали. Загрязняющие вещества могут быть идентифицированы с помощью анализа изображений, если они имеют несферическую форму, шероховатую поверхность или полупрозрачны. Они также могут быть определены количественно как доля образца по объему или количеству.

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

Контроль качества металлических порошков, используемых для технологии SLM

Металлический порошок должен соответствовать требованиям по качеству в отношении размера и формы. Размер измерялся десятилетиями с помощью технологии лазерной дифракции. Морфология, размеры и формы в настоящее время измеряются с помощью технологии динамического анализа изображений.

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

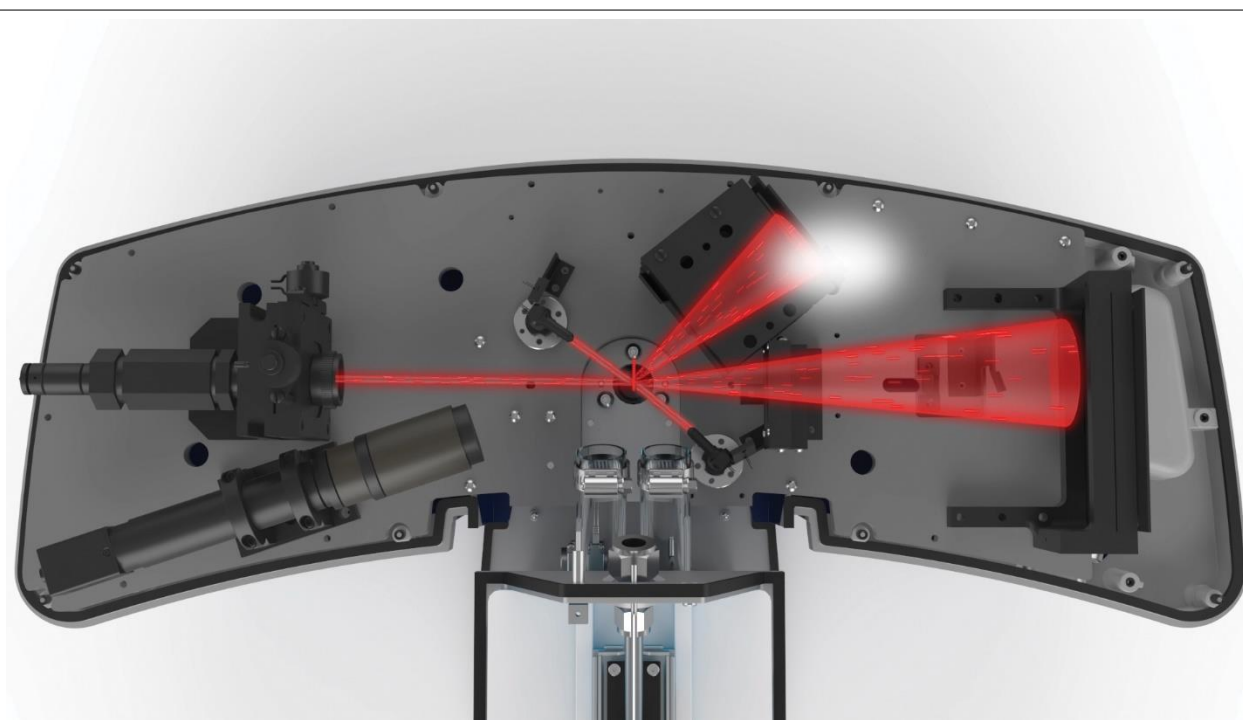
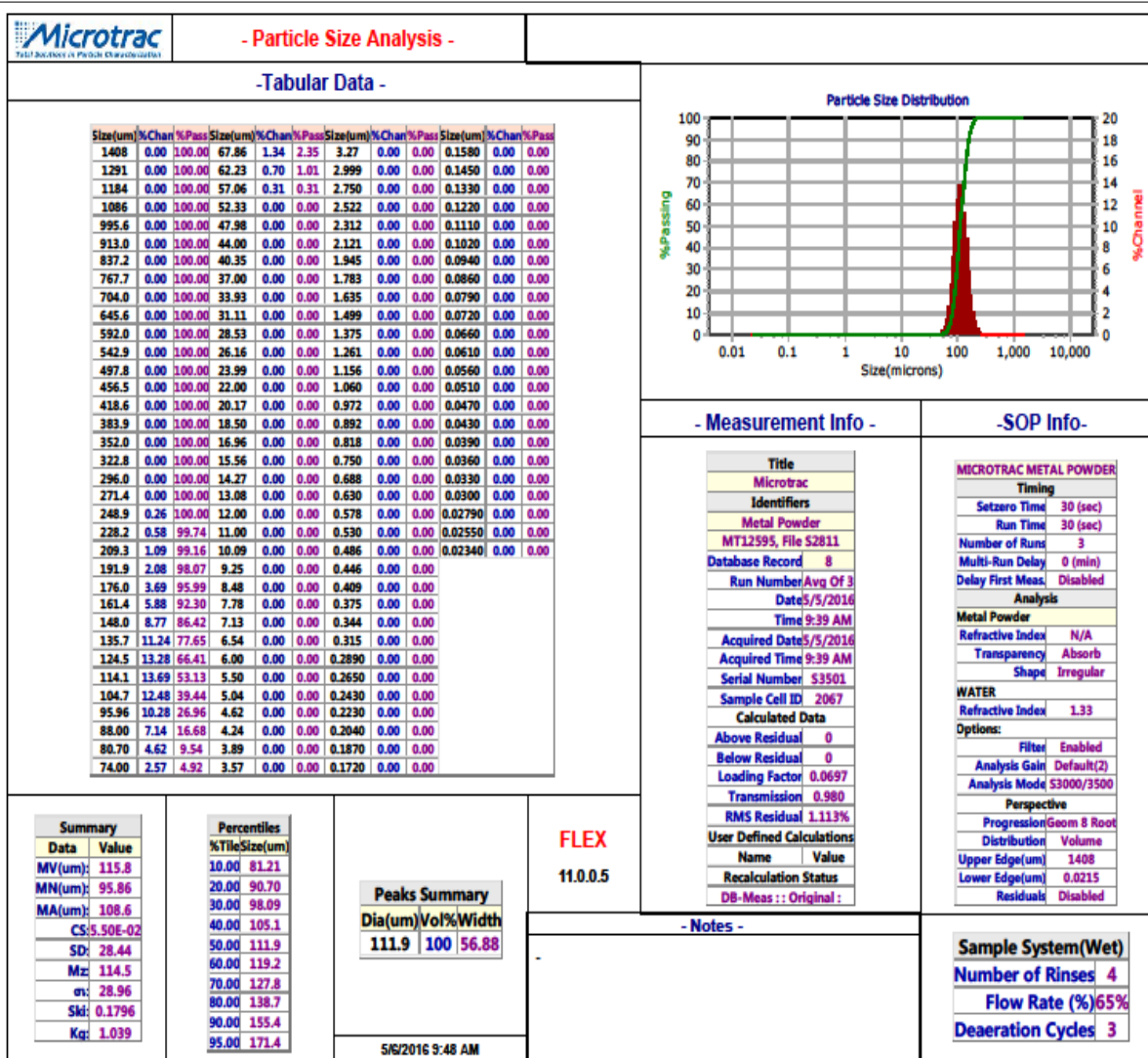


Рисунок 3. Схема технологии лазерной дифракции (ЛД): Три лазерных диода под разными углами обеспечивают рассеянный свет на детекторы под углами от 0 до более 165 градусов..



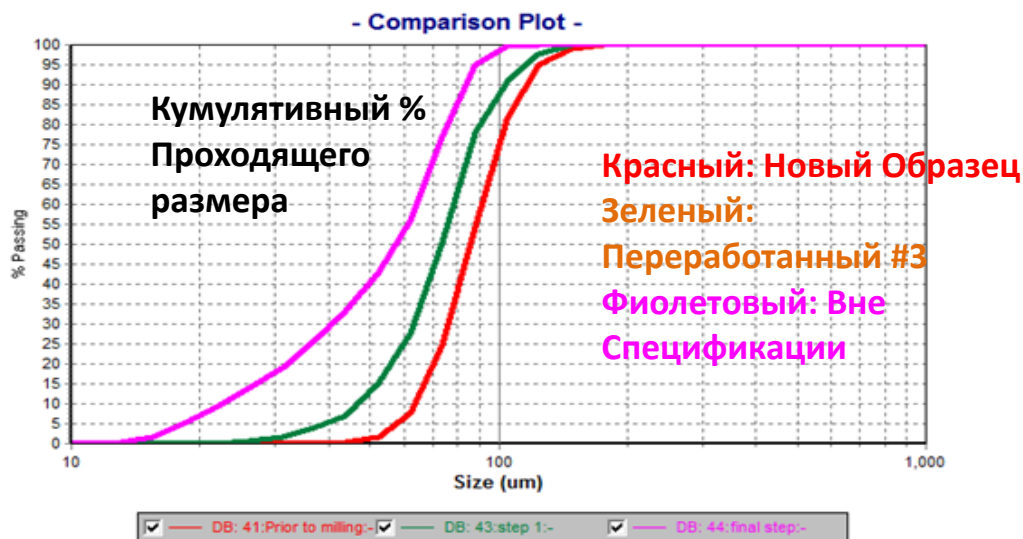


Рисунок 5. Сравнение графиков распределения по размерам серий переработанного порошка из отчета программного обеспечения лазерной дифракции. Отдельные табличные данные, процентиля и сводные данные доступны в отдельных отчетах образца.

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

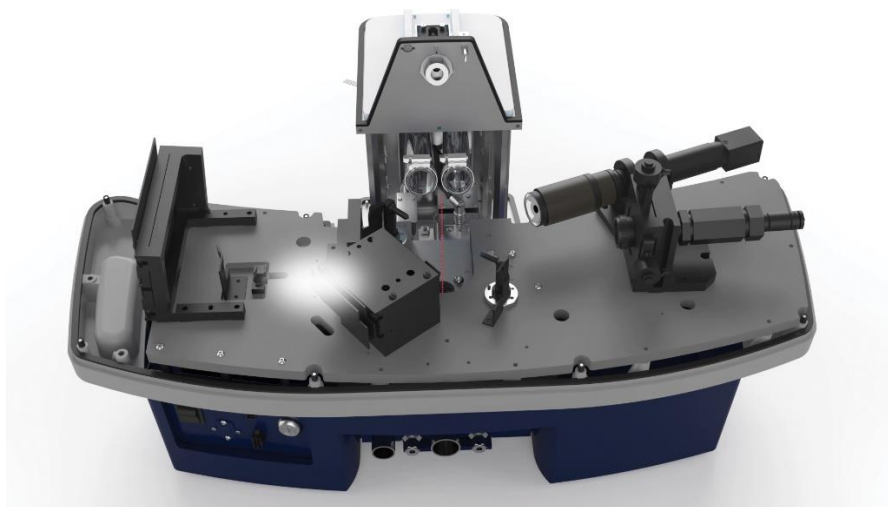


Рисунок 6. Схема технологии динамического анализа изображений (ДАИ): Быстрый стробоскоп слева освещает ячейку образца. Частицы, проходящие через ячейку, фотографируются цифровой камерой справа. Вывод видеоизображения записывается в файл изображения на компьютере.

Microtrac Sync
Комбинация ЛД и ДАИ
Анализатор металлических порошков



Рисунок 7. Анализатор одновременно размеров и формы: Каждый измерительный блок измеряет и сообщает все результаты одновременно на одном и том же образце. Прибор, изображенный на рисунке, измеряет один образец с использованием технологий лазерной дифракции и динамического анализа изображений. Они сообщают все параметры размера и формы металлического порошка. Это единственная на сегодняшний день коммерчески доступная комбинированная система ЛД/ДАИ

Metal Powder QC Size/Shape Parameters

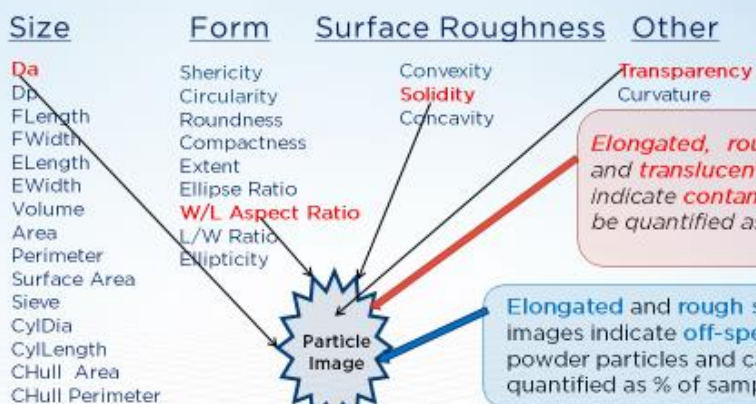


Рисунок 8. Морфологические параметры, измеряемые с помощью ДАИ: Определяется размер, форма, Шероховатость поверхности и параметры интенсивности. Параметры формы количественно определяют общую форму частиц, параметры шероховатости количественно определяют шероховатость поверхности, а другие параметры количественно определяют интенсивность и распределение света, проходящего через частицы от стробоскопа.

Синий контур изображения частиц выше будет использоваться в качестве примера параметров, которые могут указывать на нестандартные или загрязняющие частицы в образце металлического порошка. Синее изображение, показанное выше, представляет собой частицу, которая имеет удлиненную форму, измеряемую соотношением сторон W/L, шероховатую поверхность, измеряемую Плотностью, и полупрозрачную, измеряемую Прозрачностью. Параметры формы здесь представлены в масштабе от 0 до 1. Соотношение сторон W/L, равное 1, - это форма с равной шириной и длиной. Твердость, равная 1, представляет собой идеально гладкую частицу без вогнутых углублений. Прозрачность, равная 1 - это совершенно прозрачная частица. Для оценки ключевых форм в большинстве случаев требуется не более 2 или 3 параметра. Любой из этих 3 параметров может указывать на наличие загрязняющего вещества. Непрозрачная металлическая порошковая частица, имеющая удлиненную форму или шероховатую поверхность, может не соответствовать техническим требованиям в отношении пределов, установленных для соотношения сторон W/L и плотности. Несоответствующий спецификации порошок или загрязняющие

вещества могут быть идентифицированы и количественно определены в процентах по объему или по количеству образца.

Определение металлического порошка, находящегося вне пределов спецификации

- **W/L Соотношение сторон**, 0 - 1.0, более низкие значения идентифицируют удлинённые изображения
- **Плотность**, 0 - 1.0, более низкие значения идентифицируют изображения с неровной поверхностью
- **Прозрачность**, 0 - 1.0, 1 полностью прозрачен, возможно, загрязнения из стекла или пластика.
- Изображения показывают частицы порошка, расплавленные во время охлаждения после распыления

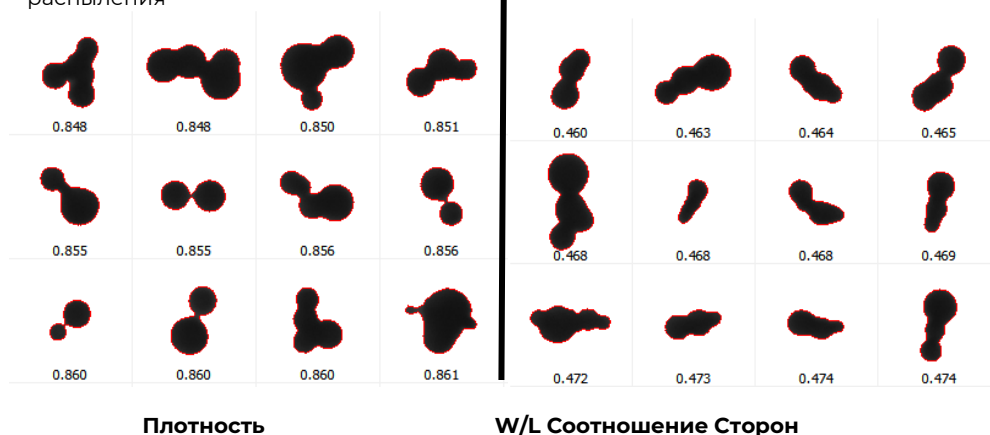


Рисунок 9. Пример того, как анализ формы может быть использован для выявления и сообщения о несоответствующем спецификации порошке или загрязнителе. Сегменты файла изображений металлического порошка показаны выше, отсортированные по двум перечисленным параметрам, указывающим на изображения с низкой плотностью и соотношением сторон W/L.

Соотношение сторон Ширина/Длина, по шкале от 0 до 1, более низкие значения указывают на более вытянутые изображения, представляющие порошок несферической формы. Плотность, от 0 до 1, более низкие значения идентифицируют изображения с шероховатыми поверхностями. Параметр прозрачности по шкале от 0 до 1, 1 указывает на полностью прозрачную частицу. Прозрачность позволяет идентифицировать и количественно определять загрязняющие вещества, такие как стекло или пластик, в результате упаковки или обработки. А загрязняющие вещества в металлическом порошке, как правило, имеют гораздо более низкие значения плотности по сравнению с теми, которые просто не соответствуют спецификации.

Приведенные выше изображения с отображенными значениями плотности и плотности, очевидно, представляют собой сплавленные отдельные частицы порошка, которые образовались во время охлаждения после распыления. Сплавленные группы частиц металлического порошка, подобные этим, наносят ущерб процессу изготовления деталей. Они снижают плотность упаковки, увеличивают пористость и снижают прочность на сжатие и спекание более обычных деталей, а также могут вызывать точечные структурные дефекты в деталях, полученных лазерным спеканием.

Анализ изображений предоставляет менеджеру по контролю качества все инструменты, необходимые для определения пределов спецификации этих параметров формы для конкретного порошка. Технические характеристики размеров и формы металлических порошков будут зависеть от сложности детали, технологического процесса, желаемого предела текучести и других факторов.

Определение металлического порошка, находящегося вне пределов спецификации

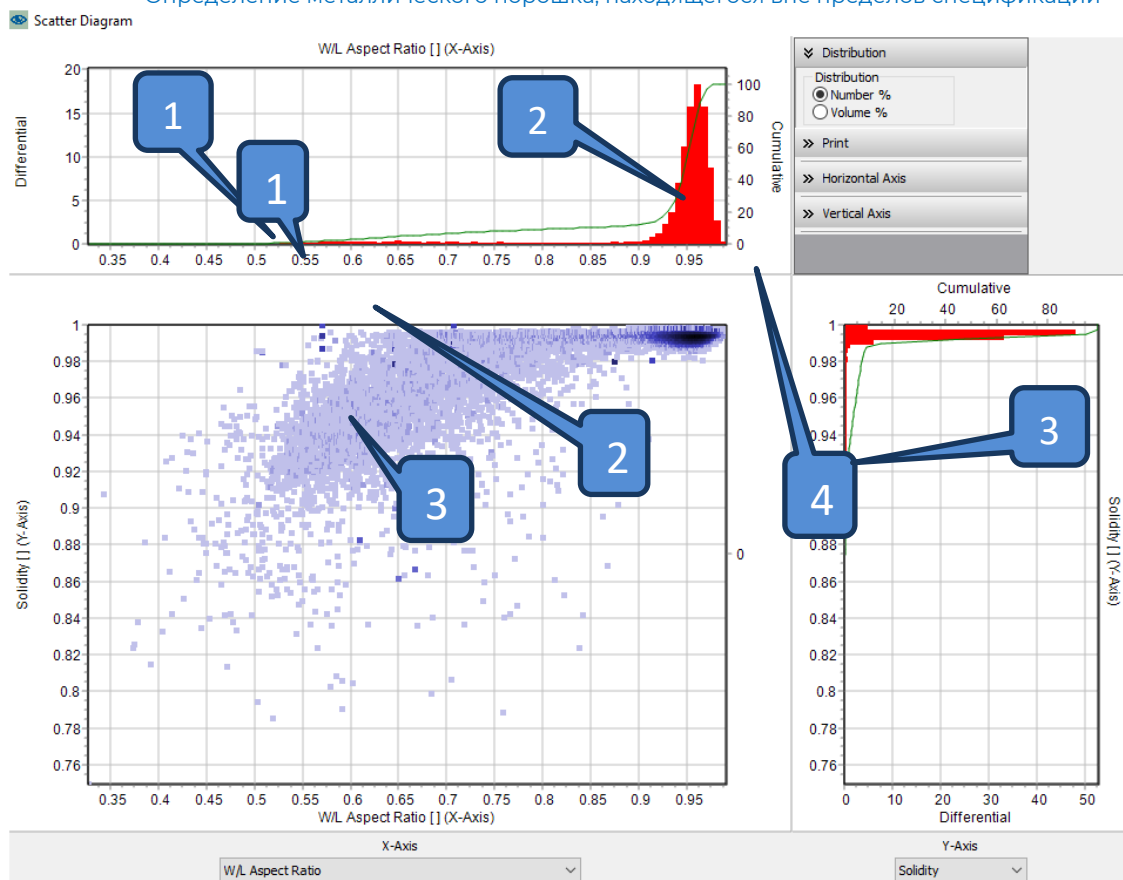


Рисунок 10. W/L против Плотности показывает, что Соотношение Сторон W/L значения падают до 0,5, очень вытянутые частицы (1), но объем частиц выше 0,9, очень сферически, как желательно (2). Плотность всего образца выше примерно 0,9, очень гладкие частицы во всем образце (3).

Продолговатые частицы могут быть легко идентифицированы и определены количественно с помощью функции поиска частиц просмотра или функции фильтрации, которая будет обсуждаться.

Обзор поиска частиц

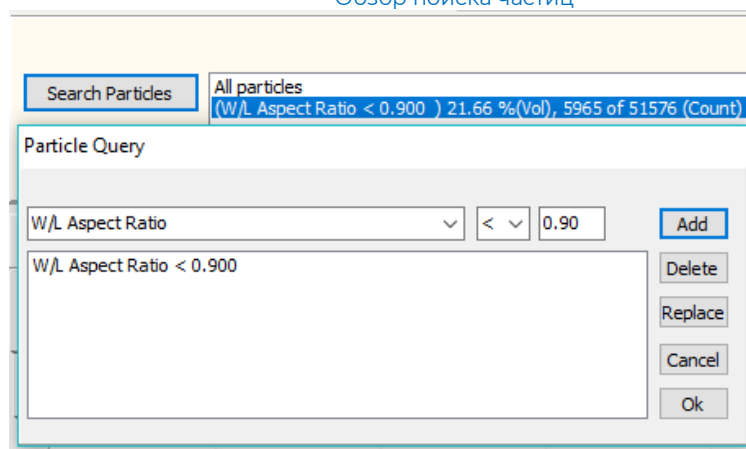


Рисунок 11. Просмотр отображения частиц. Выбранная кнопка поиска частиц (1) открывает окно запроса частиц ниже (2). Окно запроса частиц позволяет установить любое количество ограничений для параметров. Количество частиц в массе менее 0,900 было установлено (3) и определено количественно в результате (4), 21,66 % по Объему., 5965 из 51 576 или 11,6 % по количеству.

Вот функция на дисплее Обзор частиц, которую можно использовать для выделения групп изображений, соответствующих критерию поиска пользователя. Мы будем использовать его для поиска группы изображений, которые попадают в низкий диапазон W / L, который мы только что определили на диаграмме рассеяния. Выберите кнопку Поиска частиц, сноска 1, верхний левый угол. Это откроет окно запроса частиц, сноска 2. Здесь мы выбрали W/L из списка всех параметров и установили ограничения, меньшие значения 0.900, сноска 3, и инициировали этот поиск.

Сноска 4 указывает на один результат этого поиска, который появляется в окне Поиска частиц – он сообщает, что доля частиц, удовлетворяющих критерию поиска, составляет 21,66 % по объему от всей выборки и имеет количество частиц 5965 из общего числа 51 576 частиц или количества % 11,6. Было обнаружено, что эта группа частиц состоит из сплавленных отдельных частиц металлического порошка, и их количество может указывать на партию порошка, которая не соответствует спецификации в отношении формы.

Автоматический запрос

Filter Set	Operator	Mode	Value
FMain	AND (Class)	Passthrough	
F1	OR (Filter)	Include	0.9
F2	AND (Class)	Include	
F3	AND (Class)	Off	
F4	AND (Class)	Off	
F5	AND (Class)	Off	
F6	AND (Class)	Off	

Рисунок 12. В этом окне функций фильтра можно настроить до шести различных поисковых запросов и задать их в СРП (стандартные рабочие процедуры-SOP). Пример показывает поиск результата W / L от 0 до 0.900 и плотность от 0 до 0.990

Имеется возможность задать до шести различных поисковых запросов, которые могут выделить и количественно определить шесть различных компонентов в образце и назначить их СРП. Компонентами могут быть загрязняющие вещества в целом, различные типы материалов, которые намеренно комбинируются для создания желаемого сочетания свойств в продукте, или любые нестандартные частицы, которые не соответствуют требованиям по размеру или форме. Пока эти компоненты измеряются для этих различных размеров и форм, их можно определить количественно и рассматривать отдельно, как отдельные подраспределения, в одном измерении. Когда поиск автоматизирован и задан в СРП, можно выбрать различные фильтры, чтобы сообщить обо всех количественных подраспределениях.

X-Y График и Таблица

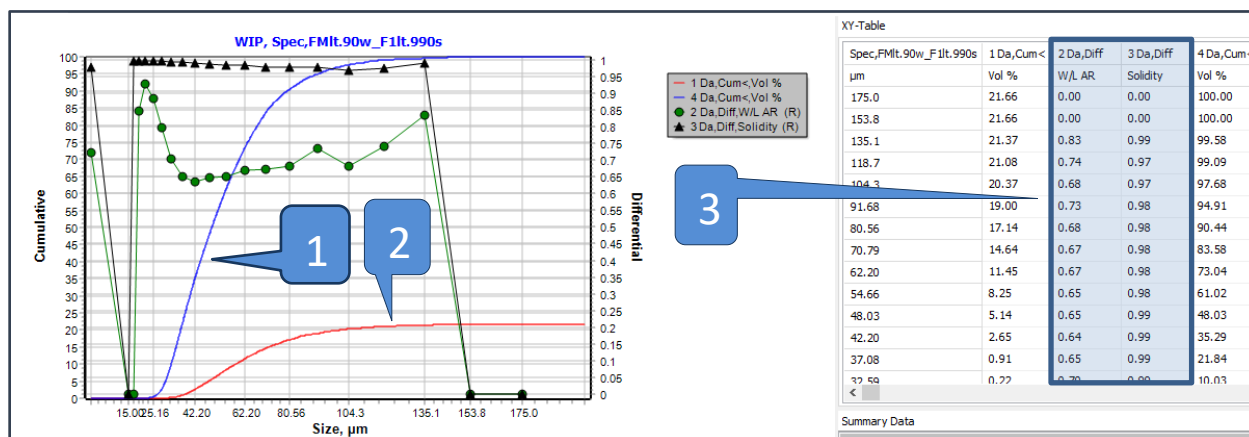
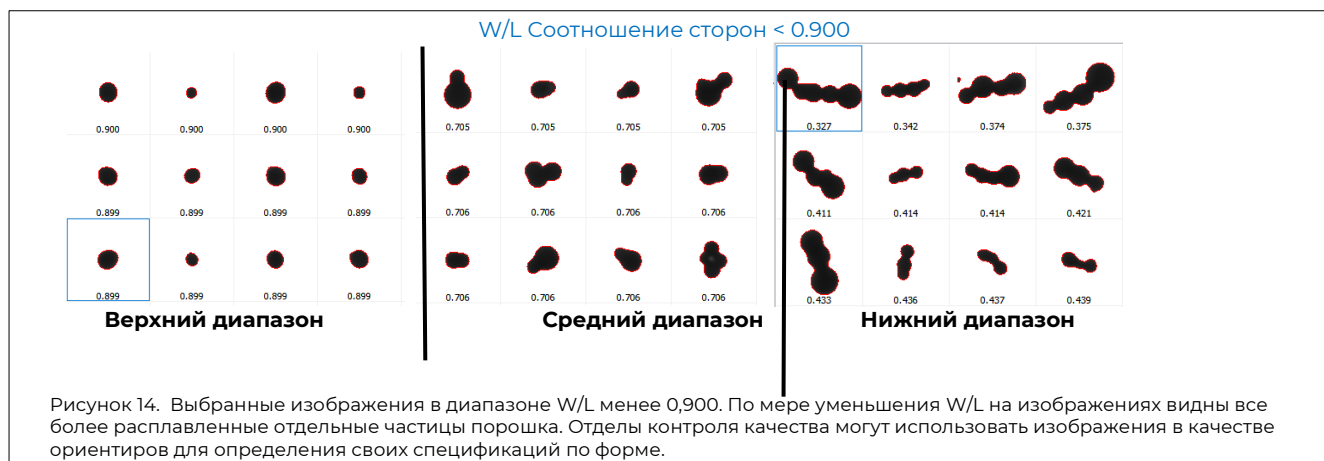


Рисунок 13. Графические и табличные результаты распределения W/L <0,900 по сравнению с распределением Da по размерам и плотностью <0,99. Распределение Da по размерам для всех частиц в виде более мелкого графика кумулятивного распределения в % синим цветом (1) и только <0,9 W/L красным цветом (2). Графики плотности, W/L и таблица (3) показывают значение каждой формы для каждого интервала размеров.

В результате применения этого метода мы можем сообщить об этом графике X-Y и таблице. Синяя кривая (1) представляет собой кумулятивную кривую на % тоньше диаметра, эквивалентного площади, Da, для всего образца. Красная кривая (2) равна 100% только для тех частиц, которые соответствуют критерию поиска, или 21,66%, как было показано в результате поиска Обзор частиц. Фактические значения W/L и плотности показаны в виде дифференциальных распределений для каждой фракции по размеру. И эти значения перечислены в таблице (3).



Когда эти результаты поиска сообщаются, файл изображения в окне просмотра частиц отображает только те изображения частиц, которые соответствуют критерию поиска. Здесь отображаются фрагменты этого файла изображения из этого результата поиска. Слева направо изображения в верхнем диапазоне, затем в среднем диапазоне и, наконец, в нижнем диапазоне удлиненных частиц, где мы видим, что частицы становятся все более и более удлиненными по мере уменьшения отношения W / L. Как только этот анализ будет завершен, менеджер по контролю качества получит всю информацию, необходимую для выбора предела спецификации для параметра W/L для этого материала. Этот предел обычно устанавливается заказчиком, использующим порошок для изготовления деталей в порошковой металлургии.

Графическое представление результатов более ранних измерений

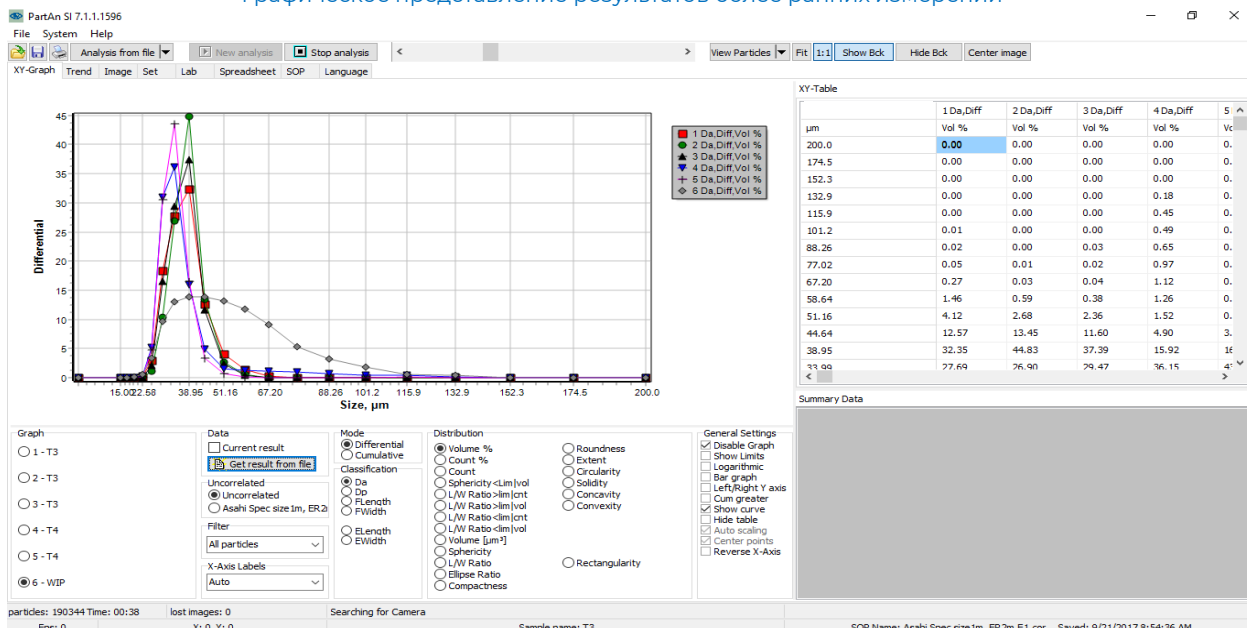


Рисунок 15. Шесть различных результатов предыдущих измерений в виде разницы D_a в % по Объему. Можно выбрать любой параметр, размеры или формы.

Результаты более ранних измерений и записей для одного параметра также могут быть представлены в виде графика и таблицы в программном обеспечении ДАИ. Приведены результаты шести измерений, сообщающих о разнице D_a в % по объему для образцов металлического порошка. Можно выбрать любой параметр, размеры или формы.

Таблица тренда Параметры ДАИ

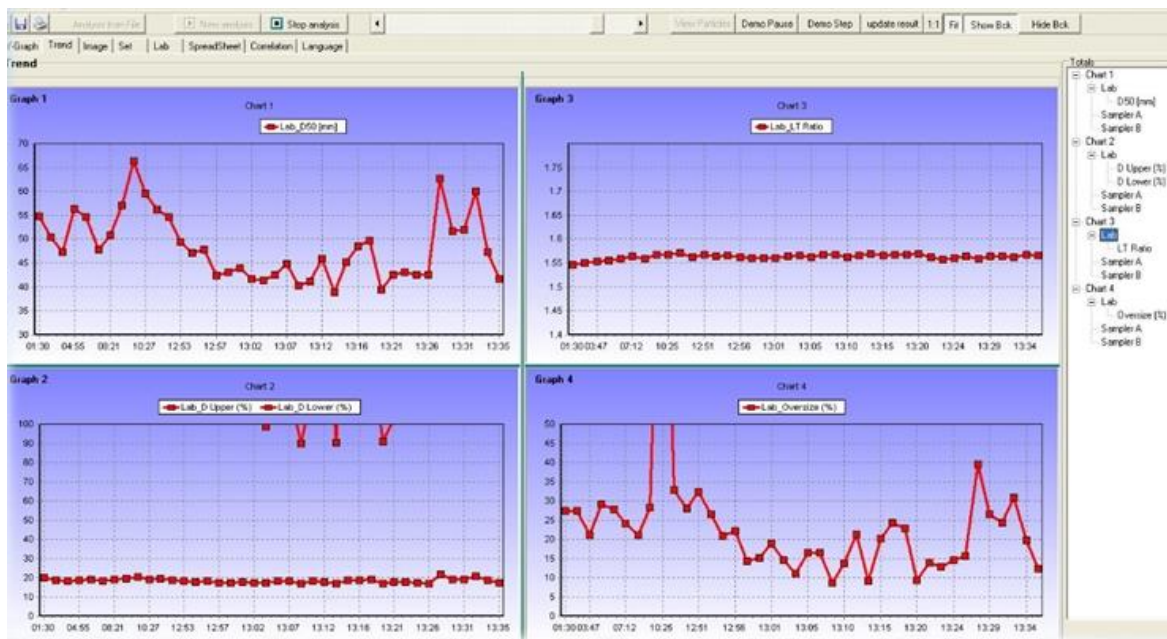


Рисунок 16. Четыре отдельных графика тренда отслеживают любые параметры. Множество параметров на любых диаграммах, размерах или формы.

Графики трендов - это функция программного обеспечения ДАИ, которая позволяет легко и удобно отслеживать любые параметры из последовательно выполняемых измерений образцов. Это идеальный способ отслеживания ключевых изменений размеров и форм в потоке рециркуляции при лазерном спекании. Здесь можно отслеживать как параметры размера, так и формы, чтобы указать, когда какой-либо ключевой параметр выходит за пределы спецификации, и поток больше нельзя повторно использовать. Контрольные пределы для спецификаций могут быть установлены на графиках для удобства принятия решений.

Онлайн Анализатор динамических изображений

Рисунок 17. Измерьте в поток рециркуляции порошок в режиме реального времени на его обратном пути в установку лазерного спекания. Избегайте вторичной переработки порошка, который вышел за рамки спецификации. Специально разработанная система отбора проб.



На рисунке выше представлен единственный доступный в продаже онлайн-анализатор динамических изображений для измерения технологических потоков металлического порошка в режиме реального времени. Этот анализатор можно использовать в потоке рециркуляции для лазерного спекания, чтобы сообщить, когда он вышел за границы спецификации или загрязнен другими частицами.

Выводы

- Необходимо измерить размеры и форму (морфологию) металлических порошков:
 - Для удовлетворения требований поставщиков и пользователей по контролю качества
 - Для выявления/количественного определения загрязняющих веществ и нестандартного порошка всего процессов
 - Для мониторинга потоков рециркуляции при селективном лазерном спекании (SLM)
- Лазерная дифракция (ЛД) — это технология, используемая для определения размера частиц и контроле качества
- Динамический анализ изображений (ДАИ) – это технология, используемая для анализа морфологии материалов
- Новый прибор от Microtrac теперь можно использовать для одновременного проведения обоих измерений на одном и том же образце за считанные минуты.
- Информация о 30 различных параметрах размера и формы доступна, а также могут быть идентифицированы и количественно определены ключевые параметры порошка.
- Онлайн-мониторинг потока рециркуляции в технологии селективного лазерного спекания SLM в режиме реального времени позволяет немедленно обнаружить подачу материала, не соответствующую спецификации.