



TalentDetector

**TalentDetector2023_Winter
INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC
CONFERENCE**

**Scientific editor:
Mirosław Bonek**

Department of Engineering Materials and Biomaterials,
Faculty of Mechanical Engineering,
Silesian University of Technology
27th January 2023



Katedra Materiałów
Inżynierskich i Biomedycznych

Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych**Wydział Mechaniczny Technologiczny****Politechnika Śląska**

ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice tel. +48 (32) 2371322

Redakcja techniczna i skład komputerowy:

dr hab. inż. Mirosław Bonek, prof. PŚ

Recenzenci:

M. Adamiak, M. Bonek, Z. Brytan, A. Czupryński, A. Drygała, K. Gołombek, R. Honysz, A. Kania, M. Kciuk, M. Kremzer, M. Król, B. Krupińska, L. Kuchariková, S. Lesz, G. Matula, C. Meran, A.J. Nowak, F. Nový, W. Pilarczyk, O. Polishchuk, M. Polok-Rubinić, M. Roszak, W. Sitek, M. Spilka, M. Sroka, M. Staszuk, M. Szindler, A. Śliwa, T. Tański, E. Tillová, J. Mazurkiewicz, A. Włodarczyk-Fligier

Materiały są opublikowane na podstawie oryginałów dostarczonych przez Autorów, zaopiniowanych przez Zespół Recenzentów.

Wydano za zgodą:

Kierownika Katedry Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
Wydziału Mechanicznego Technologicznego
Politechniki Śląskiej

Wydawca:

Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
Wydział Mechaniczny Technologiczny
Politechnika Śląska
Gliwice 2023

Wszystkie opublikowane materiały stanowią utwór podlegający ochronie na mocy prawa autorskiego. Utwór ten w całości ani we fragmentach nie może być powielany ani rozpowszechniany za pomocą urządzeń elektronicznych, mechanicznych, kopiujących, nagrywających i innych. Ponadto utwór ten nie może być umieszczany ani rozpowszechniany w postaci cyfrowej zarówno w Internecie, jak i w sieciach lokalnych, bez pisemnej zgody posiadacza praw autorskich.

Seria wydawnicza:

Prace Katedry Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
Wydział Mechaniczny technologiczny
Politechnika Śląska
Publikacja: styczeń 2023

ISBN 978-83-65138-35-4

**INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE
TALENTDETECTOR2023_WINTER
SILESIAAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY, GLIWICE
27TH JANUARY 2023**

The International Student Scientific Conference TalentDetector2023_Winter aims to integrate the student and scientific community dealing with topics related to material technologies. It is a place that gives the opportunity to exchange experiences, knowledge, skills and present current scientific achievements, developing and expanding students' interests in the field of materials engineering, surface engineering, biomaterials and biomedical engineering, nanotechnology, pro-ecological technologies and computer materials science. The conference allows for the presentation of projects conducted with the industry as part of the activities of Student Scientific Circles, doctorates, projects implemented in the form of PBL - Project Based Learning as part of the Excellence Initiative - Research University at the Silesian University of Technology, international bilateral cooperation and projects implemented as part of the Visegrad Scholarship Program 2022/2023.



CONFERENCE ORGANIZER

Department of Engineering Materials and Biomaterials, Faculty of Mechanical Engineering,
Silesian University of Technology, Gliwice, Poland

CONFERENCE CO-ORGANIZER

Materials Science Circle of the Association of Alumni of the Silesian University of Technology,
Gliwice, Poland

SCIENTIFIC COMMITTEE

prof. Mirosław Bonek, Silesian University of Technology, Poland – Chairman

prof. Marcin Adamiak, Silesian University of Technology, Poland

prof. Rafał Babilas, Silesian University of Technology, Poland

prof. Adam Grajcar, Silesian University of Technology, Poland

doc. Lenka Kuchariková, University of Zilina, Slovakia

prof. Martin Kusy, Slovak Technical University in Bratislava, Slovakia

prof. Grzegorz Matula, Silesian University of Technology, Poland

prof. Janusz Mazurkiewicz, Silesian University of Technology, Poland

prof. Serhii Matiukh, Khmelnytskyi National University, Ukraine

prof. Cemal Meran, Pamukkale University, Turkey

prof. Peter Palcek, University of Zilina, Slovakia

prof. Oleh Polishchuk, Khmelnytskyi National University, Ukraine

prof. Mykola Skyba, Khmelnytskyi National University, Ukraine

prof. Eva Tillova, University of Zilina, Slovakia

prof. Tomasz Tański, Silesian University of Technology, Poland

ORGANIZING COMMITTEE

Chairman

prof. Mirosław Bonek

prof. Marcin Adamiak

prof. Zbigniew Brytan

prof. Klaudiusz Gołombek

prof. Sabina Lesz

prof. Grzegorz Matula

prof. Janusz Mazurkiewicz

prof. Wojciech Sitek

prof. Marek Sroka

prof. Agata Śliwa

prof. Tomasz Tański

dr. Aleksandra Drygała

dr. Aneta Kania

dr. Monika Kciuk

dr. Mariusz Król

dr. Agnieszka J. Nowak

dr. Magdalena Polok-Rubiniec

dr. Łukasz Reimann

dr. Weronika Smok

dr. Marcin Staszuk

dr. Magdalena Szindler

dr. Anna Włodarczyk-Fligier

dr. Anna Woźniak

dr. Bogusław Ziębowicz

Marta Zaborowska MSc

SCOPE OF THE CONFERENCE

Materials, properties of materials, research methodology, modeling of properties, manufacturing processes, cleaner production, cooperation with industry, student internships, internationalization of scientific research.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Contents

Wizualizacja krystalicznej struktury metali K. Adamczyk, A. Adamus, M. Bujara, R Honysz.....	1
Symulacja transportu pneumatycznego E. Andruszkiewicz, M. Ciok, A Czopek, A. Dudek, R. Honysz.....	9
Particle Size Effects of Adsorbents from Organic Waste Powders: A Sustainable Method for Arsenic Remediation from Aqueous Solutions A. Nana Sekyi Appiah, K. Wangechi	14
Metódy odlievania hliníkových zliatin A. Barčák, E. Tillová, L. Kuchariková, M. Bonek	22
Zastosowanie tworzyw sztucznych w medycynie i w druku 3D D. Biela, D. Szalaty, K. Sośniak, M. Ścieszka, A. Kania, A. Włodarczyk-Fligier, M. Polok-Rubiniec	30
Obróbka laserowa jako nowoczesna technologia w inżynierii powierzchni A. Bodnar, D. Gajczowska, T. Głowinkowski, P. Jerominek, K. Jędrzejczyk, P. Świerczek, M. Bonek, O. Polischuk	36
Wpływ doboru parametrów nowoczesnej technologii cięcia laserowego stali na charakterystykę procesu A. Bodnar, D. Gajczowska, T. Głowinkowski, P. Jerominek, K. Jędrzejczyk, P. Świerczek, M. Bonek, O. Polischuk	44
Materiały gradientowe wytwarzane technologią przyrostową - druk 3D E. Bohn, K. Cuber, N. Kapek, I. Fryga, D. Kmiecik, A. Czub, A.J. Nowak	52
Polymérne kompozity na báze polyesterovej matrice a uhlíkového vlákno A. Bôžek, E. Tillová, M. Bonek	66
Analiza termiczno-derywacyjna stopów Al-Si M. Brachmańska, B. Krupińska, M. Krupiński	73

Recyklat w postaci filamentu do druku 3D J. Bugla, M. Brączek, P. Radek, M. Ziółkowska, S. Nowak, J. Popis, M. Szindler, M. Szindler, J. Orwat	80
Zastosowanie zregenerowanego węgla aktywnego ze zużytych filtrów dzbankowych do adsorpcji fenolu z zanieczyszczonej rzeki P. Cichy, K. Dudzisz, R. Kupny, J. Rurańska, P. Nowoświat, M. Holewa, E. Puszczało, B. Pieczykolan, A. Marszałek, M. Sroka.....	89
Ocena odporności korozyjnej elementów współpracujących w napędzie zwrotnicowym typu EBI Switch 700 N. Ciemała, S. Gralla, M. Hyla, N. Sikora, Ł. Wantuch, M. Woźniak, M. Adamiak, A. Czupryński, J. Konieczny, M. Kciuk, Ł. Reimann.....	97
Charakterizacja adhezji specjalnej gumiarnej zmesi a poliuretanowej peny A. Ciesarová, M. Matis, L. Markovičová	105
Strukturalne aspekty obróbki laserowej P. Cisowski, D. Gajczowska, M. Paluch, M. Bonek	111
Stopowanie warstwy wierzchniej stali narzędziowych przy użyciu lasera diodowego P. Cisowski, A. Wójtowicz, K. Królikowska, M. Konieczny, M. Laskowski, N. Peters, M. Bonek, C. Meran	119
3D Printing of Duplex Stainless Steels - Possibilities and Challenges M. Jemberu Dagnaw, Z. Brytan.....	127
Wpływ ilości i grubości warstw na odporność korozyjną wielowarstwowych układów Cu/Ni wytworzonych metodą osadzania elektrolitycznego B. Dziergas, D. Gatner, D. Kowalcze, A. Nowak, K. Pietrucha, W. Łoński, M. Spilka, M. Kciuk.....	140
Wpływ warunków osadzania elektrolitycznego na grubość i jakość uzyskanych układów wielowarstwowych miedź/nikiel B. Dziergas, D. Gatner, D. Kowalcze, A. Nowak, K. Pietrucha, M. Spilka, M. Kciuk	146
Własności wytrzymałościowe filamentu domieszkowanego recyklatem P. Falkowska, M. Olszowska, A. Krawczyk, D. Tatar, M. Król, J. Mazurkiewicz.....	152
Druk 3D z materiałów poddanych recyklingowi P. Falkowska, M. Olszowska, A. Krawczyk, D. Tatar, M. Król, J. Mazurkiewicz.....	158

Odporność korozyjna stali austenitycznej 0H18N9 K. Gajewski, M. Magaczewski, D. Maliszak, M. Mężyński, M. Sas, R. Jaguś, M. Kciuk, M. Spilka	167
Odporność korozyjna stali ferrytycznej X3CrTi17 K. Gajewski, M. Magaczewski, D. Maliszak, M. Mężyński, M. Sas, R. Jaguś, M. Kciuk, M. Spilka	173
Wpływ laserowej modyfikacji warstwy wierzchniej stali narzędziowych na ich strukturę i własności K. Gawęda, K. Samek, P. Janiak, J. Kierepka, M. Paluch, P. Cincio, M. Bonek, E. Tillova	181
Wpływ sposobu degradacji lepiszcza na strukturę spieku Co-Cr-Mo wytworzonego metodą MFDM M. Gocki, G. Matula	188
Struktura i własności napoin wytworzonych techniką LMD A. Gonsior, K. Okrajni, A. Rajca, B. Rudzki, D. Ryczko, D. Jankowska, A. Czupryński, W. Kwaśny	194
Rodzaje nanonapełniaczy w kompozytach o osnowie polimerowej M. Gorlicka, M. Polok-Rubiniec.....	202
Struktura i własności materiałów ceramicznych wytwarzanych metodą druku 3D K. Gurdziołek, M. Kremzer	207
Zvyšovanie koróznej odolnosti horčikovej zliatiny AZ31 pomocou procesu plazmovej elektrolytickej oxidácie J. Hrbek, M. Štrbák, E. Tillová, M. Bonek	215
Najčastejšie druhy korózneho napadnutia kovov M. Hrubý, V. Zatkáliková, E. Tillová, M. Bonek.....	223
Innowacyjne technologie laserowe w aspekcie technologicznym zaawansowanych metod obróbki materiałów metalowych P. Janiak, J. Kierepka, P. Cincio, K. Gawęda, K. Samek, M. Bonek, E. Tillova	231
Austenitické nehrdzavejúce ocele F. Janiš, D. Medvecká, F. Nový, M. Bonek	239
Modyfikacja fotoanody barwnikowego ogniwa fotowoltaicznego A. Januła, A. Drygała, W. Pakieła, E. Tillová, P. Palček	247

Struktura i odporność korozyjna stali Lean Duplex zgrzewanej oporowo na symulatorze Gleeble 3800 K. Kalaga, W. Borek, Z. Brytan	255
Analiza numeryczna naprężeń i przemieszczeń powstałych w misie olejowej pod wpływem działania siły K. Kojm, Ł. Lomania, C. Zach, D. Lazaj, G. Piekarski, M. Szojda, W. Mikołajko, A. Dziwis, A. Śliwa, M. Sroka	274
Charakterystyka diamentopodobnych powłok DLC o niskim współczynniku tarcia do zastosowań w węzłach trybologicznych konstrukcji silnie obciążonych A. Kołkowska, M. Sucharowska, M. Orłowski, J. Polis, P. Mazur, M. Mikulski, A. Wieczorek, M. Staszuk, K. Lukaszewicz	282
Wpływ warunków druku 3D, degradacji lepszca i spiekania na strukturę i własności ceramicznych biomateriałów J. Kozioł, K. Cholewa, M. Brzoska, K. Krutyło, G. Matula	290
Zastosowanie zaawansowanych metod spiekania do wytwarzania elementów narzędzi skrawających I. Kredowska, W. Pilarczyk	296
Spôsoby stanovenia dynamického modulu pružnosti ultrazvukom M. Kucbel, M. Uhríček, L. Kuchariková, M. Bonek	304
Charakterystyka ortez AFO stosowanych w postaci spastycznej mózgowego porażenia dziecięcego P. Lacheta, A.J. Nowak	312
Symulacja komputerowa rozkładu naprężeń występujących w stepie rehabilitacyjnym D. Lazaj, G. Piekarski, A. Sasiela, Ł. Lomania, W. Mikołajko, A. Dziwis, A. Śliwa, M. Sroka	322
Study of the process of piercing materials with the use of specialized software LabVIEW P. Maidan, V. Grudin, O. Polishchuk, D. Kravchuk, S. Matiukh, M. Bonek	329
Polyether ether ketone (PEEK) applications in medical field G. Koro Megersa, W. Sitek	338
Zastosowanie techniki FFF na osłonę baterii wysokiego napięcia M. Mularczyk, M. Król	350

System do automatyzacji treningu sztucznych sieci neuronowych do segmentacji semantycznej obrazów D. Myszor, M. Paszkuta, P. Bartosz, J. Sarno, M. Wieczorek	357
Metodologia pozyskiwania danych na potrzeby treningu systemu opartego o głębokie sieci neuronowe do segmentacji semantycznej obiektów na ortofotomapach D. Myszor, M. Sujkowski	365
Experimental investigations of automatic driver for pressure equipment of light industry machines on the basis of hydrostructures V. Neimak, O. Polishchuk, T. Romanets, A. Yerii, A. Pervak.....	372
Wpływ temperatury odpuszczania na własności mechaniczne (twardość) stali jakościowej do ulepszania cieplnego 1.0503 (C45) D. Niemczyk, M. Bodio, A. Kędziora, D. Jaromin, S. Lesz, A. Drygała, S. Topolska, A. Zarychta, Ł. Reimann.....	377
Własności i zastosowanie polimerowych materiałów kompozytowych A. Nowak, A. Włodarczyk-Fligier	385
Badanie struktury i własności powłok diamentopodobnych (DLC) na stali narzędziowej do pracy na gorąco M. Olszowska, M. Staszuk.....	391
Nové trendy v konštrukcii autonómnych lietajúcich prostriedkov pre priemyselné využitie M. Orolin, E. Tillová, P. Palček, M. Bonek	399
Materiały kompozytowe wzmacniane porowatymi szkieletami ceramicznymi wytworzonymi z odpadów M. Pełka, M. Kremzer.....	407
Development of technologies and equipment for recycling polyethylene terephthalate waste into consumables and finished product A. Polishchuk, O. Polishchuk, M. Skyba, S. Matiukh, T. Tański, M. Bonek.....	415
Manufacturing of products and parts by 3D printing from composite threads containing metals O. Polishchuk, M. Bonek, A. Polishchuk, S. Lisevich, V. Grudinin, S. Matiukh	431
Model procesu wytwarzania barwnikowych ogniwo fotowoltaicznych w skali laboratoryjnej L. Poniewiera, A. Drygała	447

Zastosowanie ogniw słonecznych do zasilania Bezzałogowych Statków Powietrznych M. Śladek, P. Madeja, J. Tłołka, B. Głodek, M. Szindler, M. Szindler, P. Zenowicz, K. Mateja	455
Polilaktyd w zastosowaniach medycznych K. Sośniak, M. Ścieszka, D. Biela, D. Szalaty, A. Włodarczyk-Fligier, M. Polok-Rubiniec, A. Kania	462
Mikrostruktura rurowego złącza spawanego stali P91 po wyżarzaniu przez 3000 h K. Sówka, M. Sroka.....	468
Vplyv tryskania povrchu konštrukčných ocelí na ich tribologické vlastnosti P. Špuro, M. Vicen, F. Nový, M. Bonek.....	475
Zastosowanie analizy MES do wydruków modeli 3D D. Szalaty, D. Biela, K. Sośniak, M. Ścieszka, M. Polok-Rubiniec, A. Kania, A. Włodarczyk-Fligier	483
Kompozyty polimerowe oparte na polilaktydzie modyfikowane haloizytem A. Świerzko, K. Gołombek, M. Lis, G. Matula.....	491
Ocena obciążenia człowieka podczas pracy fizycznej na wybranym stanowisku M. Tomala, M. Spilka	499
Projektowanie i wytwarzanie kompozytów polimerowych o zwiększonej wytrzymałości K. Trojacka, J. Chudy, A. Poniewierski, O. Kurzacz, M. Kowalik, W. Maciejewski, M. Król, B. Chadzima, D. Kajánek.....	506
Influence of nanofiller on the stiffness of open-cell macroporous polymers Y.M. Tsekpo.....	514
Struktura i własności stali H13 wytwarzanej metodą Metal FDM E. Waćławik-Macura, K. Matula, K. Gołombek, G. Matula	520
Obróbka plastyczna na gorąco stali wielofazowej z Ti i V A. Wojtacha.....	528
Metody modyfikacji warstwy wierzchniej materiałów metalowych oraz charakterystyka połączeń nierozłącznych A. Wójtowicz, M. Konieczny, K. Królikowska, M. Laskowski, N. Peters, M. Bonek, C. Meran	540

Wstępna ocena potencjału metody Total Productive Maintenance w działalności laboratorium badawczego M. Wolska, A. Folek, T. Gorewoda, L. Gajda, M. Roszak.....	547
Próba oceny poziomu kultury bezpieczeństwa w wybranym przedsiębiorstwie K. Zajązkowska, M. Spilka	554
Proces produkcji i aplikacji reklam na pojazdy na podstawie wybranej firmy graficznej D. Zemełka, A. Kania.....	560
Analiza numeryczna własności wytrzymałościowych drążka do podciągania w zależności od zastosowanego obciążenia Z. Zielińska, P. Deja, R. Szymik, B. Papis, D. Śliwa, A. Dziwis, W. Mikołajko, A. Śliwa, M. Sroka	565
Analiza skanowanego trójwymiarowego obrazu elementu przestrzennego i możliwości jego powielania w technologii addytywno-subtraktywnej M. Ziółkowska, P. Kołodziejczyk, M. Sładek, P. Madeja, J. Tłołka, M. Szindler, M. Szindler	572
Electrically conductive light-curing resins used in 3D printing M. Ziółkowska, P. Radek, B. Głodek, P. Kołodziejczyk, J. Bugła, M. Brączek, E. Addae, M. Szindler, M. Szindler	582
Wpływ metodyki przygotowania powierzchni na grubość i adhezję polimerowych powłok nakładanych proszkowo na blachy stalowe ocynkowane ogniowo oraz blachy aluminiowe B. Czechowski, P. Drejka, M. Rejek, K. Smolaga, M. Tlon, P. Zdybel, K. Jaszcz, J. Mazurkiewicz, A. Ryfa	588
Struktura i odporność korozyjna powłok ZnNi stosowanych na wkrętach w przemyśle motoryzacyjnym J. Bicz, P. Ferdyn, A. Kupień, J. Plaszczyk, M. Rejek, D. Towarnicki, M. Król, J. Mazurkiewicz	606
Struktury i własności wybranych powłok galwanicznych i chemicznych na podłożu stalowym W. Cieślak, K. Gudowski, J. Jabłoński, E. Lewandowska, S. Sacha, A. Suliga, M. Kciuk, J. Mazurkiewicz	617
Industrial partner of the TalentDetector2023_Winter	628

Wizualizacja krystalicznej struktury metali

K. Adamczyk, A. Adamus, M. Bujara, R. Honysz^a

^a Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,
email: rafal.honysz@polsl.pl

Streszczenie: Artykuł opisuje program komputerowy napisany w celu graficznego zobrazowania elementów sieci przestrzennej kryształu, jakimi są płaszczyzny sieciowe, proste sieciowe i węzły sieci. Wszystkie te elementy są opisane i przedstawione trójwymiarowo na modelu komórki.

Abstract: The article describes a computer program written in order to graphically display the elements of a crystal lattice, such as crystal planes, crystal directions lines and crystal nodes. All these elements are described and presented three-dimensionally on the cell model.

Słowa kluczowe: elementów sieci przestrzennej kryształu, płaszczyzny sieciowe, proste sieciowe, węzły sieci, wizualizacja.

1. WSTĘP

Oprogramowanie edukacyjne zawsze pełniło ważną rolę w inżynierii materiałowej. Jego przydatność w edukacji pozytywnie zweryfikowała pandemia koronawirusa. Nauczanie na odległość z wykorzystaniem platform zdalnej edukacji nie byłoby możliwe bez użycia programów edukacyjnych. Niniejsza praca ma na celu zobrazowanie elementów sieci przestrzennej kryształu, jakimi są płaszczyzny sieciowe, proste sieciowe i węzły sieci. Program ma być prosty i intuicyjny w obsłudze aby nie mieli z nim kłopotów uczniowie niezaznajomieni z tematem zdalnego nauczania.

2. KRystaliczna STRUKTURA METALI

2.1. Elementy sieci przestrzennej kryształu

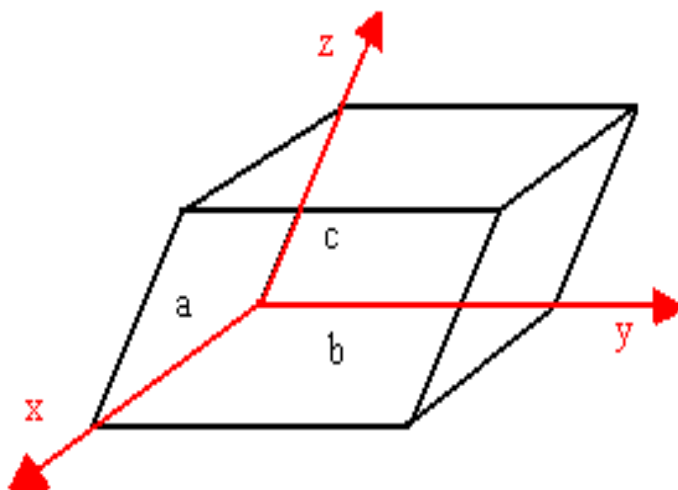
W kryształach atomy są ułożone w odstępach okresowo powtarzających się w co najmniej trzech nierównoległych kierunkach. Każda prosta łącząca środki dwóch atomów w kryształach jest nazwana prostą sieciową. Najbliższa odległość atomów na prostej sieciowej w sieci prymitywnej nosi nazwę podstawowego periodu identyczności lub parametru sieci. Przesunięcie, tzw. translacja prostej sieciowej, o period identyczności w kierunku różnym od kierunku prostej powoduje znalezienie płaszczyzny sieciowej. Płaszczyzna sieciowa poddana

translacjom w kierunku do niej nierównoległym tworzy sieć przestrzenną. Elementami sieci przestrzennej są zatem:

- płaszczyzny sieciowe,
- proste sieciowe, będące śladami przecięcia płaszczyzn sieciowych,
- węzły sieci, stanowiące punkty przecięcia prostych sieciowych; węzły sieci prymitywnej odpowiadają położeniu środków atomów kryształu.

2.2. Elementarna komórka sieciowa

Trzy rodziny równoległych płaszczyzn sieciowych dzielą sieć przestrzenną na identyczne równoległościany o parametrach a , b i c , stanowiących podstawowe periody identyczności (parametry) sieci. Równoległościany te są nazwane elementarnymi komórkami sieciowymi i w pełni charakteryzują dany kryształ o sieci prymitywnej.



Rysunek 1. Elementarna komórka sieciowa

Figure 1. Elementary crystal cell

2.3. Wskaźniki elementów sieci przestrzennych

W wielu zagadnieniach metaloznawczych istnieje konieczność jednoznacznego określenia węzłów, kierunków, płaszczyzn w sieci krystalograficznej. Dla każdego elementu sieci dokonuje się tego przez dodanie trzech liczb:

- wskaźników węzła,
- wskaźników kierunku,
- wskaźników płaszczyzny.

Współrzędne węzła sieciowego określają liczby periodów identyczności a, b, c , o które jest oddalony węzeł od początku układu współrzędnych odpowiednio wzdłuż jego osi x, y oraz z . Osie x, y i z układu współrzędnych są równoległe do krawędzi elementarnej komórki sieciowej. Na każdej osi układu odcięte są odcinki jednostkowe (którymi są periody identyczności a, b, c), odpowiednio wzdłuż krawędzi komórki równoległej od danej osi. Pozycje atomów centrujących podstawy, ściany lub przestrzeń komórki złożonej opisuje się współrzędnymi ułamkowymi.

Kierunki sieciowe oznacza się wskaźnikami kierunków. Kierunek krystalograficzny opisują współrzędne węzła najbliższego od początku układu, przez który przechodzi prosta równoległa do analizowanego kierunku, przesunięta do początku układu.

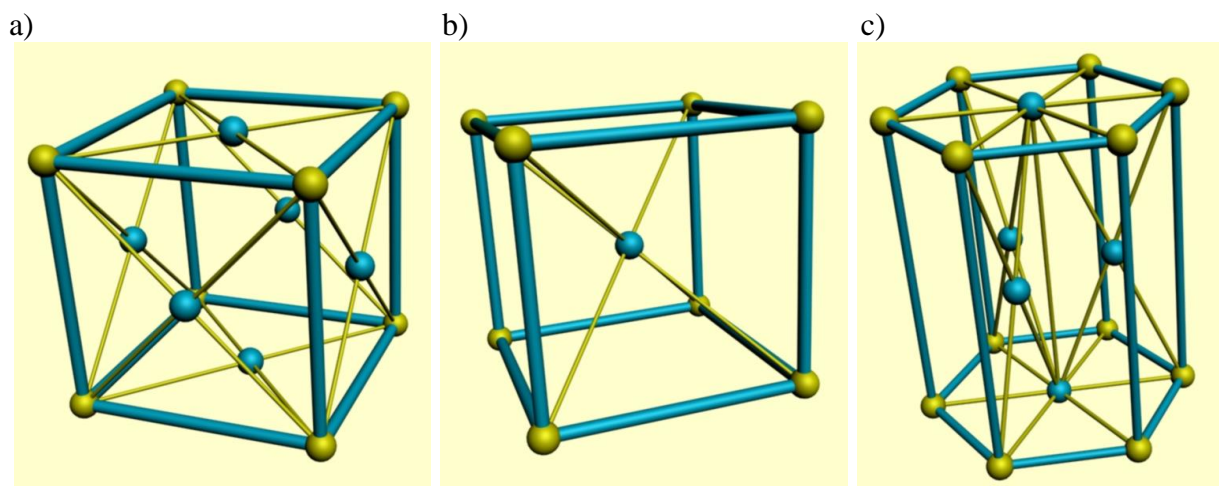
Wskaźniki kierunku krystalograficznego podaje się w nawiasach kwadratowych $[uvw]$, np. $[111]$. Jeżeli któraś ze współrzędnych węzła, przez który przechodzi prosta równoległa do analizowanego kierunku ma wartość ujemną, to wskaźnik przyjmuje znak minus zapisywany nad wskaźnikiem, np. $[\bar{1}11]$. Zespół kierunków krystalograficznych oznaczonych tymi samymi bezwzględными wartościami wskaźników należy do rodziny kierunków oznaczanych jako $\langle uvw \rangle$. Przykładowo, rodzina kierunków $\langle 111 \rangle$ obejmuje kierunki $[111], [\bar{1}11], [1\bar{1}1], [11\bar{1}], [\bar{1}\bar{1}1], [1\bar{1}\bar{1}]$ i $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$.

W celu oznaczenia płaszczyzny sieciowej należy określić liczby periodów identyczności, odciętych przez daną płaszczyznę na poszczególnych osiach układu współrzędnych x, y, z , wyznaczyć ich odwrotności i następnie otrzymane ułamki sprowadzić do wspólnego mianownika. Liczniki ułamków o wspólnym mianowniku oznaczone odpowiednio h, k, l stanowią wskaźniki sieciowe płaszczyzny. Wskaźniki Millera płaszczyzny podaje się w nawiasach okrągłych (hkl) , np. (110) , a wskaźniki rodziny płaszczyzn w klamrach, np. $\{111\}$. Płaszczyzna równoległa do jednej z osi układu współrzędnych przecina ją w nieskończoności. Ponieważ period identyczności sieci w kierunku tej osi, np. a , podzielony jest przez odciętą na tej osi $a' = 0$, wskaźnik h jest równy 0. Gdy płaszczyzna przecina daną oś przy wartościach ujemnych, to wskaźnik przyjmuje znak minus zapisywany nad wskaźnikiem, podobnie jak w przypadku kierunków krystalograficznych.

2.4. Układy i sieci krystalograficzne metali

Własności metali, w tym głównie podatność na odkształcenie plastyczne, w dużej mierze zależą od typu sieci przestrzennej. Metale krystalizują wyłącznie w pięciu układach krystalograficznych: regularnym, heksagonalnym, tetragonalnym, romboidalnym i romboedrycznym. Większość metali krystalizuje w układach krystalograficznych charakteryzujących się wysoką symetrią i dużą gęstością zapełnienia sieci przestrzennej atomami, w szczególności w sieciach:

- A1- ściennie (płasko) centrowanej układu regularnego (RSC), (rys. 2a),
- A2- przestrzennie centrowanej układu regularnego (RPC), (rys. 2b),
- A3- heksagonalnej o gęstym ułożeniu atomów (HGU), niekiedy zwanej heksagonalną zwartą (HZ), (rys. 2c).



Rysunek 2. Wizualizacje 3D komórek A1, A2 i A3
 Figure 2. 3D visualizations of cells A1, A2 and A3

Elementarna komórkę sieci regularnej ściennie centrowanej A1 (rys. 2a) w kształcie sześcianu tworzy 14 rdzeni atomowych. Spośród nich 8 jest usytuowanych na narożach, natomiast 6 w środku geometrycznym ścian bocznych sześcianu. Sieć ta należy do najgęściej wypełnionych rdzeniami atomowymi. Liczba koordynacyjna dla sieci A1 wynosi 12, a liczba rdzeni atomowych przypadających na jedną komórkę sieciową – 4. Najgęstsze ułożenie rdzeni atomowych w tej sieci występuje w 4 płaszczyznach rodziny $\{111\}$ oraz w 3 kierunkach rodziny $\langle 110 \rangle$, leżących w tych płaszczyznach. Metale, które krystalizują w A1, to:

- żelazo γ ,
- złoto Au,
- srebro Ag,
- miedź Cu,
- ołów Pb,
- platyna Pt,
- aluminium Al.

W elementarnej komórce sieci regularnej przestrzennie centrowanej A2 (rys. 2b) znajduje się 9 rdzeni atomowych, w tym 8 w narożach sześcianu, jeden zaś w jego środku geometrycznym. Liczba koordynacyjna wynosi 8. Sieć A2 charakteryzuje się więc mniejszą gęstością wypełnienia rdzeniami atomowymi. Płaszczyzny są w niej rzadziej wypełnione rdzeniami atomowymi niż płaszczyzny $\{111\}$ w sieci A1. Najgęstsze ułożenie rdzeni atomowych w sieci A2 mają płaszczyzny $\{110\}$, w których jest 12, a w nich kierunki $\langle 111 \rangle$, po dwa w każdej płaszczyźnie. Metale, które krystalizują w A2, to:

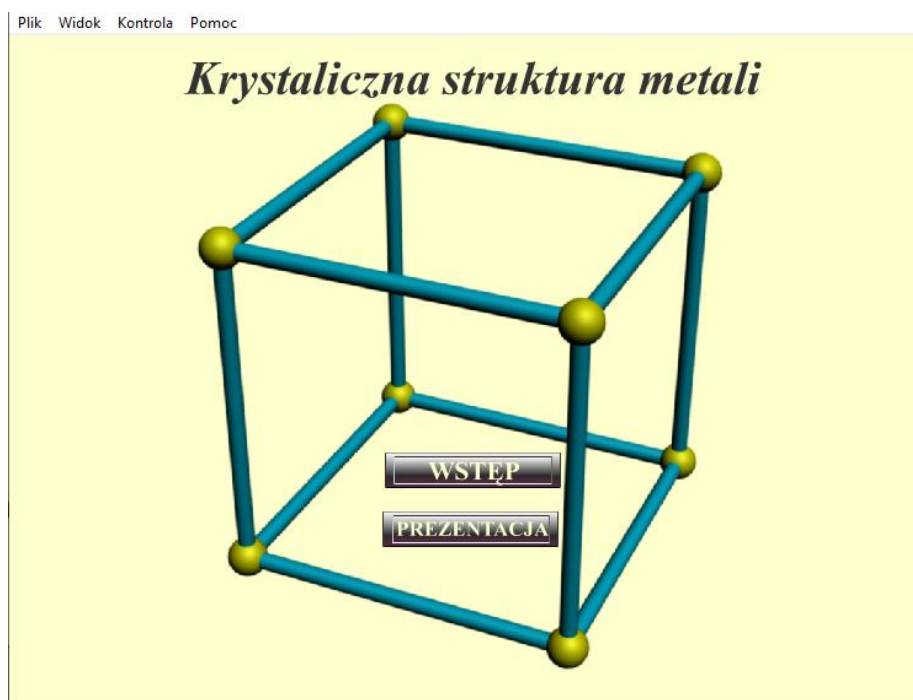
- żelazo α ,
- chrom Cr,
- niob Nb,
- tantal Ta,
- wanad V,
- molibden Mo,
- wolfram W.

W sieci heksagonalnej A3 (rys. 2a), o gęstym ułożeniu rdzeni atomowych, 3 elementarne komórki sieciowe są złożone z 17 rdzeni atomowych, z których 12 znajduje się w narożach prostopadłościanu o podstawie sześciokąta foremnego, 2 w środku geometrycznym podstaw, a 3 pozostałe są usytuowane symetrycznie we wnętrzu elementarnej komórki sieciowej. W sieci tej występują gęsto obsadzone atomami płaszczyzny (0001), podobnie jak płaszczyzny {111} w sieci A1 oraz 3 kierunki o gęstym ułożeniu atomów $\langle 110 \rangle$. Metale, które krystalizują w A3, to:

- cynk Zn,
- kadm Cd,
- magnez Mg,
- tytan Ti,
- beryl Be,
- cyrkon Zr,
- rtęć Hg,
- kobalt α .

3. PROGRAM

Napisany przez nas program ma na celu graficzne przedstawienie elementów sieci przestrzennej kryształu, jakimi są płaszczyzny sieciowe, proste sieciowe i węzły sieci. Interfejs użytkownika jest bardzo prosty i intuicyjny i nie powinien sprawić nikomu kłopotu w użytkowaniu. Obsługuje się go całkowicie za pomocą myszy. Po uruchomieniu pokazuje się ekran powitalny (Rys. 3).



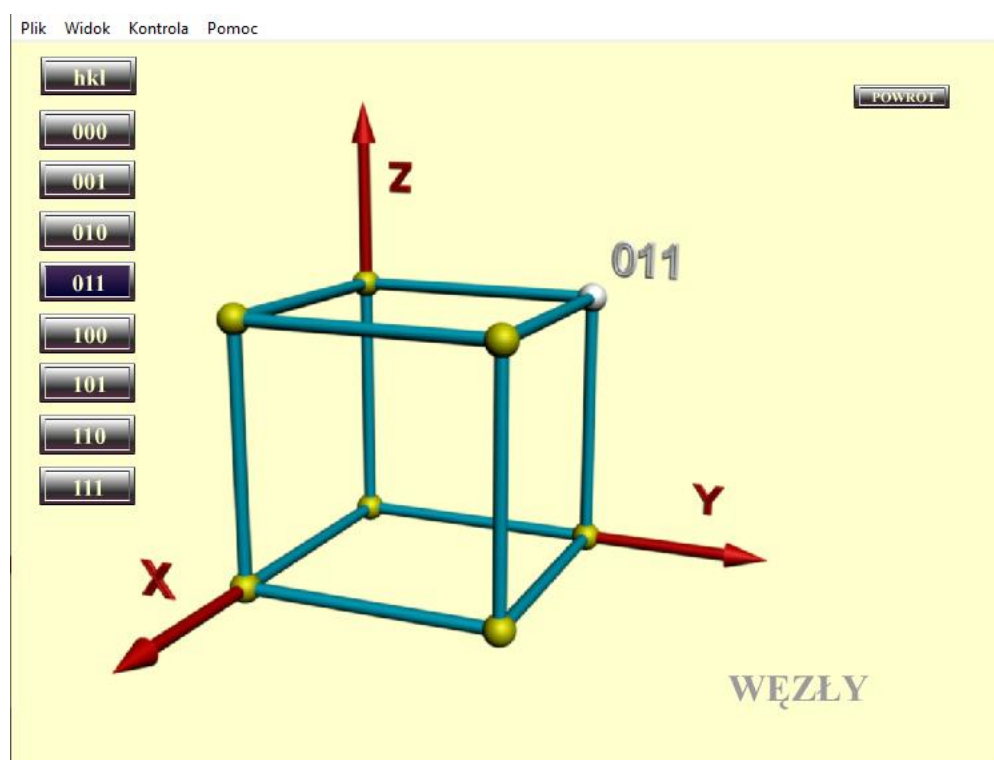
Rysunek 3. Ekran główny programu
Figure 3. Main screen of the program

Dostępne do wyboru są dwie opcje. Pierwsza z nich, nazwana „wstęp” udostępnia użytkownikowi krótki wstęp teoretyczny dotyczący sieci krystalograficznych. Na podstawie zawartych w nim materiałów powstał niniejszy artykuł. Druga z opcji, nazwana „prezentacja” umożliwia graficzną wizualizację wskaźników. Po jej wybraniu użytkownik jest przenoszony do menu wyboru. Dostępne opcje to „węzły”, „kierunki” i „płaszczyzny” (rys. 4.). Po wybraniu odpowiedniej opcji użytkownik zostaje przeniesiony do odpowiedniego ekranu.

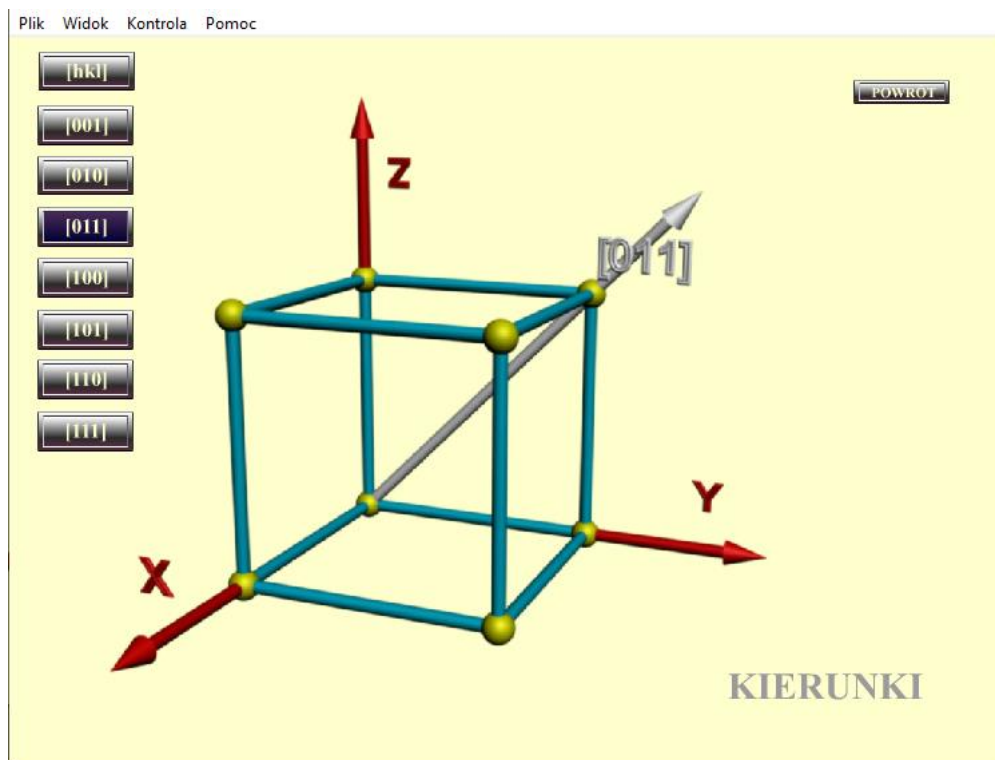


Rysunek 4. Ekran menu wyboru wskaźników programu
Figure 4. The program screen showing the selection menu

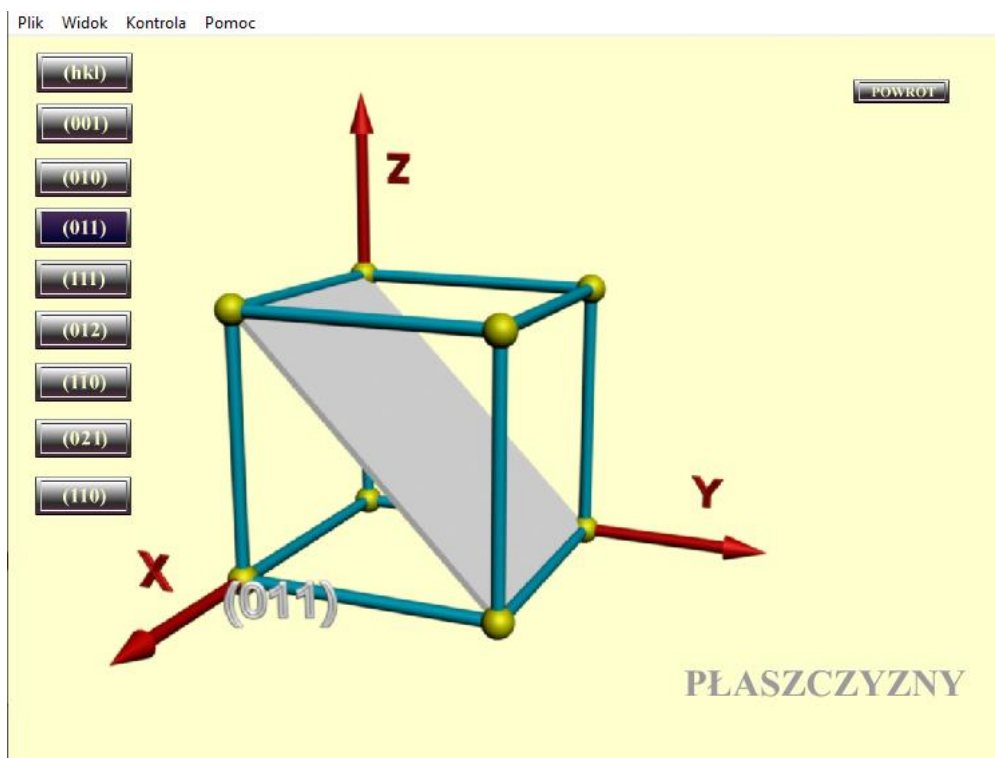
W zależności od wyboru użytkownika mamy do dyspozycji ekrany wizualizacji węzłów sieciowych (rys. 5.), kierunków sieciowych (rys. 6.) lub płaszczyzn sieciowych (rys. 7.).



Rysunek 5. Ekran programu prezentujący węzły sieciowe
Figure 5. The program screen showing the nodes of the crystal lattice



Rysunek 6. Ekran programu prezentujący kierunki sieciowe
Figure 6. Program screen showing the directions of the crystal lattice



Rysunek 7. Ekran programu prezentujący płaszczyzny sieciowe
Figure 7. Program screen showing the planes of the crystal lattice

Interfejs wszystkich trzech części programu jest do siebie bardzo podobny. W centralnej części ekranu znajduje się trójwymiarowy model komórki przestrzennej. To na tym modelu, w zależności od wybranej przez użytkownika opcji, prezentowane są węzły, kierunki lub płaszczyzny sieciowe. Po lewej stronie ekranu znajduje się menu wyboru. Wybrane z tego menu odpowiednie wskaźniki są prezentowane na trójwymiarowym modelu komórki. Na pokazanych powyżej przykładowych ekranach mamy pokazane:

- na rysunku numer 5 węzeł sieciowy 011
- na rysunku numer 6 kierunek sieciowy [011]
- na rysunku numer 7 płaszczyznę sieciową (011)

Po prawej stronie ekranu znajduje się przycisk powrotu do ekranu głównego.

PODSUMOWANIE

Opracowany program komputerowy przedstawia na trójwymiarowym modelu komórki elementy sieci przestrzennej kryształu, jakimi są płaszczyzny sieciowe, proste sieciowe i węzły sieci. Obsługa programu jest bardzo prosta i ogranicza się do wyboru odpowiedniej opcji z dostępnego menu. Program może być wykorzystany do wspomagania dydaktyki z krystalografii prowadzonej stacjonarnie lub na odległość

LITERATURA

1. L. A. Dobrzański, Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo: materiały inżynierskie z podstawami projektowania materiałowego, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne WNT 2006.
2. R. Honysz, L. A. Dobrzański, Virtual laboratory methodology in scientific researches and education, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 84/2, (2017), 76-84
3. Z. Bojarski, M. Gigla, K. Stróż i M. Surowiec, Krystalografia. Podręcznik wspomagany komputerowo, PWN, Warszawa 2001.
4. Z. Bojarski, M. Gigla, K. Stróż i M. Surowiec, Krystalografia, PWN, Warszawa 2007.
5. Z. Kosturkiewicz, Metody krystalografii, Wydawnictwo Naukowe UAM, Poznań, 2004.
6. Z. Trzaska-Durski i H. Trzaska-Durska, Podstawy krystalografii, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2003.
7. J. Chojnacki: Podstawy krystalografii fizycznej i chemicznej, PWN, Warszawa, 1973
8. W.B. Pearson: A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals And Alloys, Pergamon Press London, New York, Issued as N.R.C. No. 4303
9. Platforma Zdalnej Edukacji Wydziału Mechanicznego Technologicznego, <https://platforma.polsl.pl/rmt/>
10. MatWeb, Your Source for Materials Information, <https://www.matweb.com/>

Symulacja transportu pneumatycznego

E. Andruszkiewicz, M. Ciok, A. Czopek, A. Dudek, R. Honysz^a

^a Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,
email: rafal.honysz@polsl.pl

Streszczenie: Niniejsza symulacja ma na celu pokazanie w jaki sposób w transporcie pneumatycznym transportuje się proszek i za pomocą jakiego medium. Dzięki opcjom, które prezentujemy, użytkownik może przeprowadzić własne symulacje i zapoznać się z podstawowymi parametrami procesu.

Abstract: This simulation aims to show how powder is transported in pneumatic transport and with what medium. Thanks to the options we present, the user can run his own simulations and get to know the basic parameters of the process.

Słowa kluczowe: Komputerowa nauka o materiałach, Transport pneumatyczny, Symulacja, Wirtualna rzeczywistość,

1. WSTĘP

Transport pneumatyczny to przenoszenie ciał stałych, szczególnie materiałów sypkich (proszków, drobnych ziaren), poprzez unoszenie ich w strumieniu powietrza płynącego zamkniętym rurociągiem w wyniku różnicy ciśnień na jego końcach.

Przez transport pneumatyczny surowców sypkich rozumie się ruch cząsteczek surowca spowodowany ruchem cząsteczek gazu (z reguły powietrza) w rurociągu. Ruch powietrza powstaje w wyniku różnicy ciśnień pomiędzy początkiem transportu, a końcem transportu. W zależności od sposobu podania (wymieszania) produktu z powietrzem, mamy do czynienia z transportem fluidyzacyjnym lub z transportem z unoszeniem fazy stałej. Podczas transportu fluidyzacyjnego cząsteczki materiału sypkiego najpierw zostają „upłynnione” strugą przepływającego gazu, a następnie transportowane. Napowietrzony surowiec zachowuje się podobnie jak ciecz (wyływa nawet przez mały otwór, a powierzchnia swobodna przyjmuje położenie poziome). Podczas transportu z unoszeniem fazy stałej, cząsteczki surowca są porywane przez ruch cząsteczek powietrza.

Transport pneumatyczny próżniowy (do – 400 mbar) stosowany jest dla różnych wydajności i na ograniczone odległości. System umożliwia transport proszków i granulatów z jednego lub wielu miejsc zasilania do jednego punktu zbiorczego. W zależności od rodzaju surowca i typu transportu stosuje się różne kombinacje urządzeń. Poprawny dobór

wszystkich składników daje w efekcie hermetyczną instalację transportową pracującą niezawodnie i prawie bezobsługowo. Kolejne etapy transportu pneumatycznego obejmują wymieszanie produktu z gazem transportującym (powietrzem) w urządzeniu podającym, transport rurociągami oraz oddzielenie frakcji stałej od gazowej na końcu rurociągów. Instalacja transportu pneumatycznego składa się z :

- źródła powietrza (gazu), np. dmuchaw, kompresorów, pomp próżniowych
- urządzeń podających, którymi mogą być ssawy, inżektory, zasilacze śluzowe, zasilacze (podajniki) komorowe
- rurociągów transportowych, które stanowią rury, złączki rurowe (kołnierze), łuki, rozdzielacze dwu- i wielodrogowe, dosilacze
- urządzeń odbierających, czyli cyklonów, filtrów, filtrocyklonów, pojemników.

Transport pneumatyczny stosuje się do:

- rozładunku autocystern i cystern kolejowych,
- transportu międzyoperacyjnego pomiędzy silosami magazynowymi a produkcją,
- transportu pomiędzy poszczególnymi węzłami produkcyjnymi,
- transportu gotowego produktu do urządzeń pakujących,
- transport próbek i pieniędzy,
- transport materiałów w przemyśle spożywczym i farmaceutycznym,
- przydatny jest szczególnie do transportu substancji trujących,
- wdmuchiwanie proszków do ciekłego metalu.

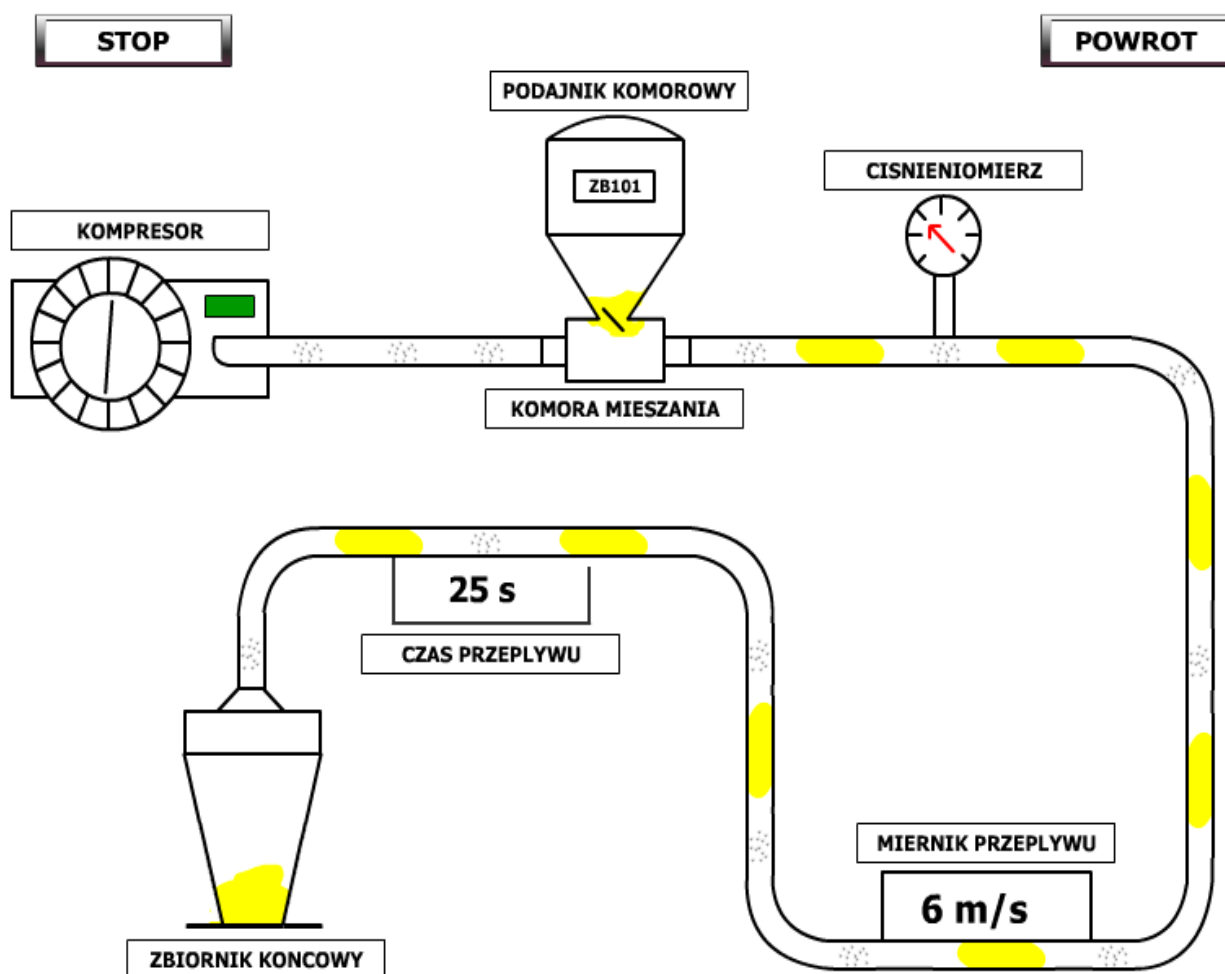
Specjalnym rodzajem transportu pneumatycznego jest poczta pneumatyczna. Zasada transportu pneumatycznego jest również wykorzystywana w odkurzacach.

2. SYMULACJA

Po uruchomieniu symulacji ukazują się okno tytułowe. Po kliknięciu opcji „prezentacja” mamy możliwość zapoznać się z teorią na temat transportu pneumatycznego. Zawiera ona wszystkie niezbędne informacje potrzebne do rozpoczęcia pracy z symulacją. Opcja „prezentacja” prezentuje testowy układ. Jest to przykładowy układ, jaki może być wykorzystany w przemyśle.

Elementy wirtualnego układu (rys.1) to:

- kompresor - ma na celu sprężenie oraz dostarczenie powietrza do układu pod odpowiednim ciśnieniem. Jest zasilany elektrycznie.
- podajnik komorowy – służy do składowania materiału przygotowanego do transportu.
- komora mieszania – następuje w niej wymieszanie materiału z powietrzem (po otwarciu podajnika komorowego materiał przesypuje się do komory mieszania, następnie zbiornik zamyka się i następuje otwarcie zaworów 1 i 2, co powoduje dostanie się materiału do układu).
- ciśnieniomierz – pokazuje chwilowe ciśnienie występujące w układzie
- miernik przepływu – pokazuje prędkość z jaką porusza się proszek w układzie.
- czas przepływu – całkowity czas transportu materiału w układzie (dl. układu wynosi 150 [m])
- zbiornik końcowy – element docelowy, do którego transportowany jest materiał



Rysunek 1. Główne okno prezentacji
Figure 1. The main presentation window

Po kliknięciu przycisku „prezentacja” mamy do wyboru dwie możliwości uruchomienia układu. Pierwszą z nich jest możliwość wprowadzenia i przetestowania własnych ustawień. W celu pokazania działania układu „od razu” użytkownik ma dostęp do dwóch predefiniowanych ustawień parametrów umożliwiających zbadanie działania układu przy niskim ciśnieniu, wynoszącym 0,02 [MPa] i wysokim ciśnieniu, wynoszącym 0,04 [MPa]. Wystarczy wybrać odpowiednią opcję z menu w głównym oknie programu. Parametry obydwu symulacji są podane poniżej. Po wczytaniu parametrów do symulacji należy nacisnąć przycisk „start” i obserwować działanie układu i wskazania mierników. Działanie układu można przerwać używając przycisku „stop” dostępnego po uruchomieniu układu. Za pomocą przycisku „powrót” wracamy do menu wyboru parametrów.

2.1. Opcja 1: Symulacja z niskim ciśnieniem

Parametry symulacji:

- **Ciśnienie:** $P = 0,02$ [MPa]
- **Masa proszku** $m_1 = 0,05$ [kg]
- **Długość przebytej drogi** $L = 150$ [m]
- **Czas** $t = 25$ [s]
- **Prędkość powietrza** (ciśnienia) $v_1 = 8$ [m/s]
- **Prędkość proszku** $v = 6$ [m/s]
- **Objętościowe natężenie przepływu** $v_o = 0,173$ m³/s
- **Gęstość suchego powietrza** $\delta = 1,2829$ kg/m³
- Charakterystyczne parametry transportu to:
 - **Natężenie przepływu powietrza:** $mg = v_o * \delta \Rightarrow mg = 0,222$ [kg/s]
 - **Wydatek masowy :** $M = m_1 / t \Rightarrow M = 0,002$ [kg/s]

2.2. Opcja 2: Symulacja z wysokim ciśnieniem

Parametry symulacji:

- **Ciśnienie:** $P = 0,04$ [MPa]
- **Masa proszku** $m_1 = 0,05$ [kg]
- **Długość przebytej drogi** $L = 150$ [m]
- **Czas** $t = 12$ [s]
- **Prędkość powietrza** (ciśnienia) $v_1 = 16$ [m/s]
- **Prędkość proszku** $v = 12$ [m/s]
- **Objętościowe natężenie przepływu** $v_o = 0,2$ m³/s
- **Gęstość suchego powietrza** $\delta = 1,2829$ kg/m³
- Charakterystyczne parametry transportu to:
 - **Natężenie przepływu powietrza:** $mg = v_o * \delta \Rightarrow mg = 0,256$ [kg/s]
 - **Wydatek masowy:** $M = m_1 / t \Rightarrow M = 0,004$ [kg/s]

3. WNIOSKI

- masa proszku po transporcie nie ulega zmianie, zatem sprawność wynosi 100%;
- na łukach zmniejsza się prędkość, co spowodowane jest nagromadzeniem większej ilości materiału na mniejszym odcinku oraz większą siłą tarcia;
- po doprowadzeniu proszku ciśnienie rzeczywiste w układzie jest mniejsze niż ciśnienie zadane na kompresorze;
- przy zwiększeniu ciśnienia zadanego zwiększa się prędkość transportowanego materiału, co powoduje zmniejszenie czasu przepływu.

LITERATURA

1. L. A. Dobrzański, Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo: materiały inżynierskie z podstawami projektowania materiałowego, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne WNT 2006,

2. R. Honysz, L. A. Dobrzański, Virtual laboratory methodology in scientific researches and education, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 84/2, (2017), 76-84,
3. Z. Piątkiewicz: *Transport pneumatyczny*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 1999,
4. I.M. Razumow, *Fluidyzacja i transport pneumatyczny materiałów sypkich*. WNT, Warszawa 1975,
5. W. Szuman: *Urządzenia pomocnicze elektrowni parowych*, WNT, Warszawa, 1962,
6. E. Jósko, S. Witczak, *Analiza systemów transportu pneumatycznego materiałów sypkich*, *Inż. Ap. Chem.* 2010, 49, 4, 30-31,
7. E. Bień, J. Bień, *Urządzenia pneumatyczne w rolnictwie*, PWRiL, Warszawa , 1979.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Particle Size Effects of Adsorbents from Organic Waste Powders: A Sustainable Method for Arsenic Remediation from Aqueous Solutions

Augustine Nana Sekyi Appiah^a, Keren Wangechi^b

^a Materials Research Laboratory, Faculty of Mechanical Engineering, Silesian University of Technology, Gliwice, Poland

email: augustine.appiah@polsl.pl

^b IAESTE Student, Faculty of Chemical Engineering, University of Chemistry and Technology, Prague, Czech Republic

email: wangechikeren@gmail.com

Abstract: Sustainable use of organic wastes in powder forms - rice husks (RH) and orange peel powders (OPP), was explored in this work for the adsorption of arsenic from aqueous solution, aimed at water purification. The adsorbents were processed and sieved through two different particle sizes: 841 μm and 425 μm . These adsorbents were characterized using scanning electron microscopy (SEM) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) for morphological and functional group studies, respectively. The maximum removal efficiencies recorded for RH, and OPP are 95.98% and 100%, respectively. The isotherm modeling of the adsorption data was found to be described using the Freundlich isotherm model for RH adsorbents. The adsorption data for orange peels powder (OPP) were, however, best described by the Langmuir isotherm model. The experimental output of this study indicates that the adsorbents RH and OPP (with smaller particles sizes less than 500 μm) are better for arsenic removal.

Keywords: Adsorption, Arsenic, Orange Peel, Rice Husk

1. INTRODUCTION

Arsenic contamination of surface and groundwater sources has been reported in countries including Turkey, Tanzania, Botswana, Kenya, Burkina Faso, Ghana, Ethiopia, Morocco, and Zimbabwe (1–5). Consumption of arsenic polluted water causes a medical condition termed Arsenicosis, characterized by disorders associated with the heart, kidney, liver, intestines and stomach, notwithstanding carcinogenic, reproductive, neurological, and dermal hematopoietic diseases (6). The world health organization (WHO) has stipulated the acceptable level of arsenic in drinking water must not exceed 10 $\mu\text{g/L}$, in accordance with the implementation of the sustainable development goal 6 – clean water and sanitation for all. Arsenic can be identified in surface and groundwater sources in different oxidation states (-3, 0, +3, +5), depending on the redox oxidation. According to a study by Appiah et al., (7), arsenite (+3) and

arsenate (+5) are the most predominant types of arsenic oxidation states contributing to surface and groundwater pollution in Africa.

Arsenic removal from contaminated water has been researched and results have been reported in literature using various water purification methods such as co-precipitation, ion-exchange, reverse osmosis, etc. (8,9). Adsorption technology is regarded as an effective method of removing heavy metals, such as arsenic, from contaminated water (10). This is due to its ease-of-use and the availability of a wide range of materials that can be used as adsorbents.

In this study, local organic wastes, rice husks and orange peel, were used as low-cost adsorbents for removing arsenate (As^{+5}) from aqueous solution. This approach presents a sustainable insight into recycling organic wastes for the purpose of water purification. The success of this research will provide an inexpensive and easy means of removing arsenic from contaminated water. The results presented in this paper focuses on the effects of adsorbent powder particle sizes on the adsorption of arsenic from an aqueous solution.

2. MATERIALS AND METHODS

All chemicals used in this study were analytical grade purchased from Sigma-Aldrich. The experiments were carried out using distilled water and the pH adjusted with either sodium hydroxide (NaOH) or hydrochloric acid (HCl) where necessary. A 1000 $\mu\text{g/L}$ stock solution (Sodium Arsenate) was prepared and diluted when required for experiments.

The obtained rice husks were thoroughly washed to remove all dirt and other physically adhered foreign materials until the decanted deionized water was observed to be colorless, and then air-dried for 1 week at room temperature (35 °C). The air-dried RH was further dried in an oven at 80 °C for 24 h. The dried RH was then milled and sieved through 425 μm and 841 μm particle sizes using the RETSCH sieve shaker AS 200 (RETSCH Mill, Germany).

The obtained orange peels were washed thoroughly with de-ionized water to remove all physically attached particles and surface impurities. The peels were then air-dried for 1 week at room temperature 24 °C and later kept in an oven at 60 °C for 6 h to ensure effective removal of moisture. The dry peels were then milled into powder with a CB15 blender (Waring Commercial, USA) and sieved to particle sizes of 425 μm and 841 μm using the RETSCH sieve shaker AS 200.

The adsorbents (RH and OPP) were characterized using FTIR and SEM. The Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR, Bruker Tensor 2027 FTIR spectrometer) was used to identify the functional groups present on the surface of the adsorbent samples whereas Supra 35 (Zeiss, Oberkochen, Germany) was used for the morphology studies.

The bulk density of the adsorbent powders was measured using a gas pycnometer, AccuPyc II 1340 (Micromeritics, Georgia, USA). Laser assisted particle size analysis was carried out using ANALYSETTE 22 (Fritsch, New Jersey, USA).

The removal efficiency and adsorptive capacity of the adsorbents were computed using equations 1 and 2 respectively. The adsorption isotherms according to the Freundlich and Langmuir models were computed using equations 3 and 4 respectively.

$$R\% = \left(\frac{C_o - C_e}{C_o} \right) \times 100 \quad 1$$

$$q = (C_o - C_e)V/m \quad 2$$

$$\log q_e = \log k_f + \frac{1}{n} \log C_e \quad 3$$

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{C_e}{q_m} + \frac{1}{q_m b_L} \quad 4$$

Where R% is the percentage of As^{+5} ions adsorbed; C_0 is the initial concentration of As_{+5} in solution (mg/L); C_e is the concentration of As^{+5} in solution at equilibrium (mg/L); V is the solution volume (L); m is the adsorbent dosage (g); q_e is the amount of adsorbate adsorbed at equilibrium; k_f is the Freundlich constant; $1/n$ is the heterogeneity factor relating to the capacity and intensity of the adsorption; q_m and b_L are Langmuir constants related to maximum adsorption capacity (mg/g) and energy of adsorption (L/mg).

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. SEM Images of Adsorbent Powders

Figure 1 shows the images of the adsorbent powder particles under the scanning electron microscope.

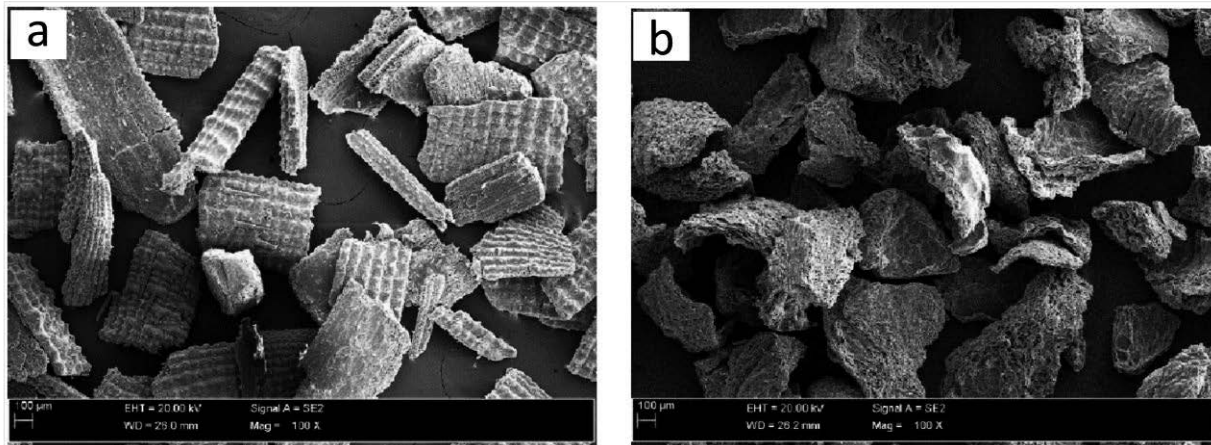


Figure 1. SEM images of prepared powder adsorbents (a) RH powder adsorbent (b) OPP adsorbent

3.2. Powder Particle Size Analyses

Different adsorbent particle sizes were prepared by passing the powders through sieve sizes of 425 μm and 841 μm . Further analysis was conducted on the powders passing size 425 μm for both adsorbents. The results are presented in Figure 2. For each powder, the quantity of particles analyzed is denoted by n . Statistically, d_{10} is the particle size for which 10% of n are less than; d_{50} is the particle size for which 50% of n are less than, and d_{90} is the particle size for which 90% of n are less than. The degree of particle uniformity (span), as a dimensionless value, is computed as follows

$$\text{span} = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}}$$

5

Powder particle sizes are said to have complete uniformity when the value of span is 0. The degree of non-uniformity is determined by the non-zero value of span; the higher the value, the more non-uniform the particles sizes are (11). The sieving operation conducted for both powder particles resulted in similar outputs for both powders, evidenced by the distribution plots in Figure X (a and b). With a span of 1.5 and 1.6 for RH powder and OPP powder respectively, both powders can be said to have high degrees of particle uniformity, and owing to the small nature of the particles, better adsorption performances were observed.

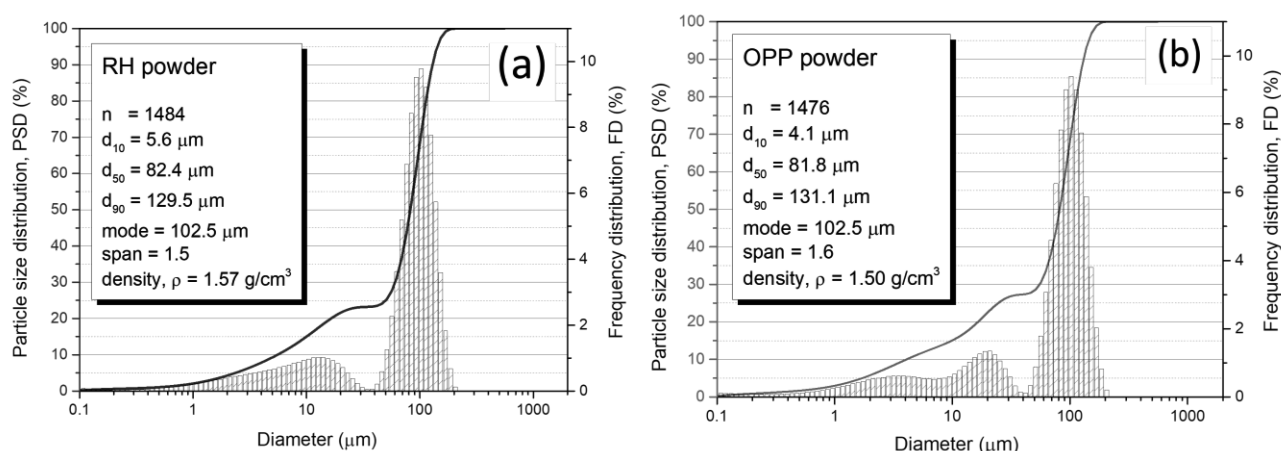


Figure 2. Particle size distribution plots for adsorbent powders (a) RH powder PSD plot with particle statistics and powder density (b) OPP powder PSD plot with particle statistics and powder density

3.3. Effects of Particle Size on Removal Efficiency

The average removal efficiencies of the RH and OPP adsorbents for both the 841 μm and 425 μm particle sizes are shown in Figure 3. For RH adsorbent, the comparison plots show that the average removal efficiencies of the 425 μm particle size adsorbent (ranging from 78.88 to 94.13%) were greater than that of the 841 μm particle size adsorbent (ranging from 47.57 to 72.74%). A similar trend was observed when comparing the average removal efficiencies of the individual doses of the OPP adsorbent used for both particle sizes. The plots show that the range of values of the average removal efficiencies of the masses of the 425 μm particle size adsorbent (ranging from 82 to 100%) was greater than that of the 841 μm particle size adsorbent (ranging from 71 to 100%). The optimum size of the powder particles of the prepared adsorbents was 425 μm. The smaller particle size 425 μm was found to demonstrate greater removal ability than 841 μm particle size for both adsorbent. This was mainly because of the increase in the adsorption sites for the smaller sizes. Again, the adsorbent with the smaller particle sizes has larger surface area enabling it to have a significant influence on the transport of particles during the adsorption process (12).

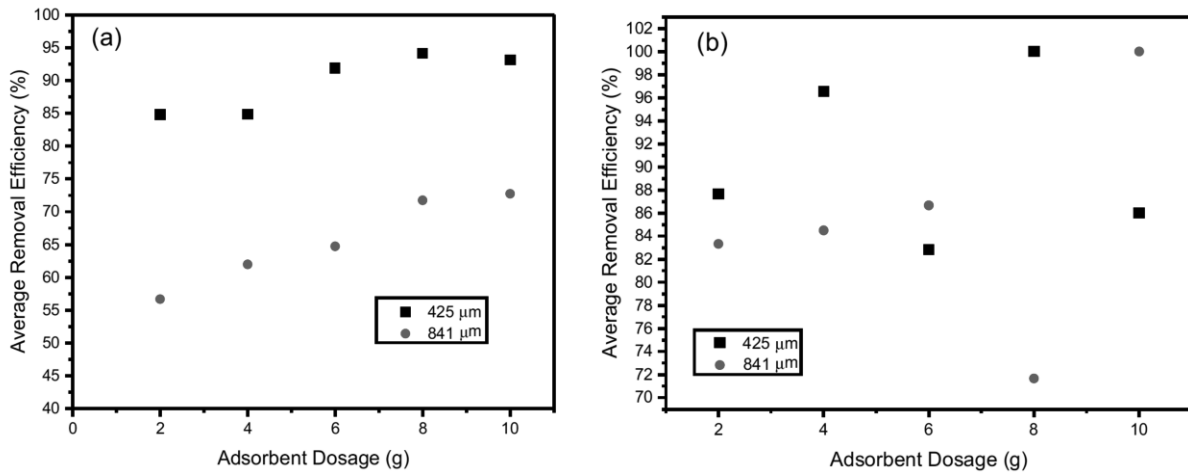


Figure 3. (a) RH Average removal efficiencies for powder particles passing 425 μm and 841 μm (b) OPP Average removal efficiencies for powder particles passing 425 μm and 841 μm

3.4. Effects of Adsorbent Dosage

The effect of dosage on adsorption removal efficiency and adsorption capacity of the adsorbents are shown in Figure 4. For RH adsorbent, the adsorption capacity, q_e (mg/g), of the adsorbent was found to reduce from 9.98 to 0.99 mg/g as the dosage of the adsorbent was increased for a fixed concentration and volume of the arsenic solution. Similarly, the effect of the OPP adsorbent dosage was studied for its removal efficiency and adsorption capacity and the results are shown in Figure 4b. The mass of the adsorbent was increased from 2 to 10 g, keeping the concentration of the solution constant at 100 ug/L and the volume of the solution constant at 100 mL. It was observed that the removal efficiency of arsenic by the OPP adsorbent increased with increase in the mass of the adsorbent. The optimal removal efficiency was 100% at dosage of 4 g. It was also observed that the adsorption capacity reduced slightly (from 4.945 to 4.905) as dosage increases.

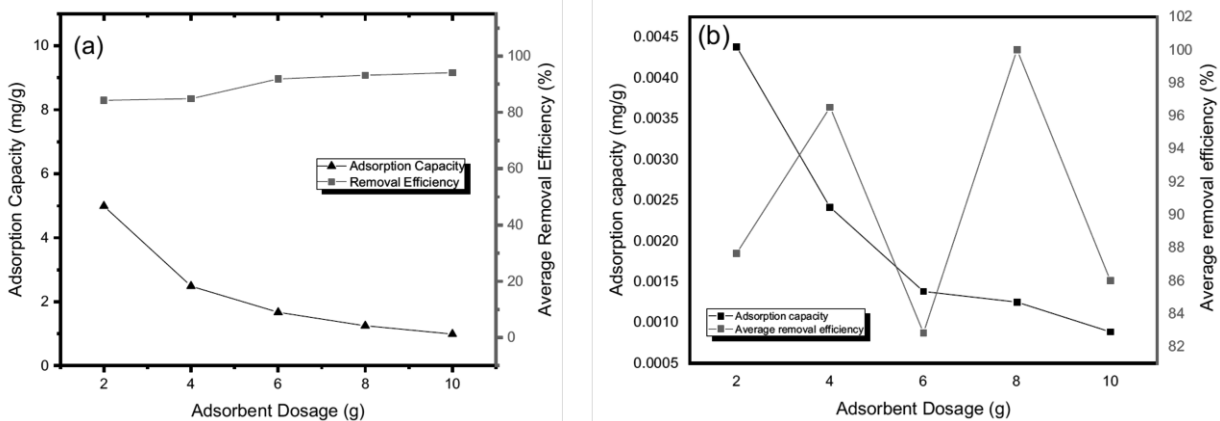


Figure 4. Effects of adsorbent dosage on removal efficiency and adsorption capacity (a) RH adsorbent (b) OPP adsorbent

3.5. FTIR Characterization

Figure 5 shows the FTIR spectra for rice husk and orange peels adsorbents before and after adsorption. In the case of RH, the peak at 3400 cm^{-1} represents OH stretching. The band within $1000\text{--}1200\text{ cm}^{-1}$ from this region indicate the presence of C–O–C bonds from organic compounds. The high intensity of the peak at 1040 cm^{-1} was attributed to the superimposition of the vibrations from these two bonds. Vibrations within the range of wave numbers $469\text{--}800\text{ cm}^{-1}$ were attributed to Si–H bonds within the husk. Although the magnitudes of shifts are different, this finding is supported by previous work in the literature (13) where the authors recorded a shift of (29 cm^{-1}) and (42 cm^{-1}) in the absorption wave number of peaks at 3295 cm^{-1} and 1605 cm^{-1} , respectively. They attributed a small post As^{+5} adsorption peak of 877 cm^{-1} to the metal to oxygen bond.

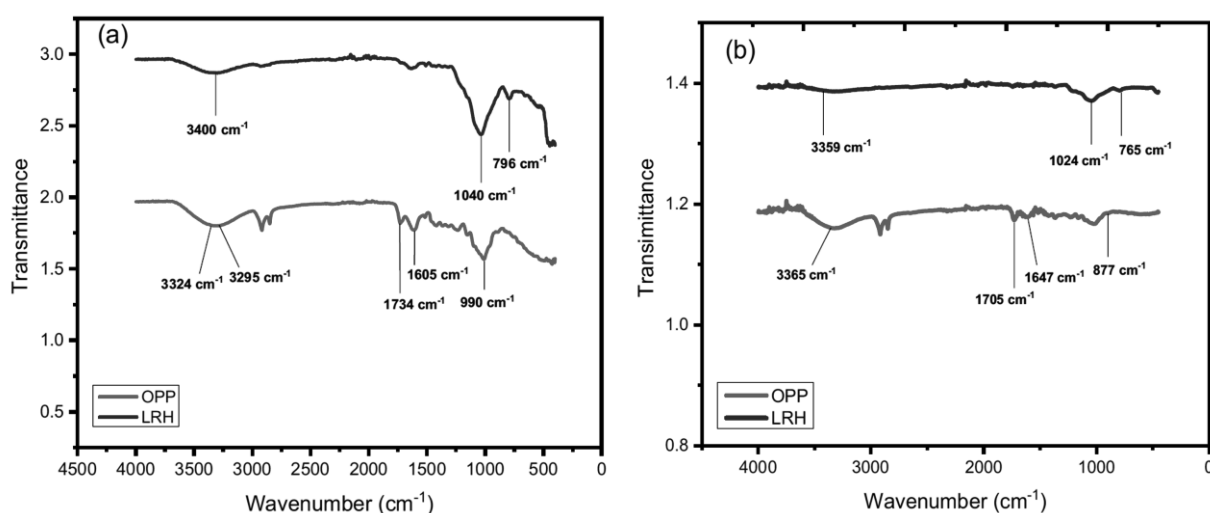


Figure 5. FTIR spectra of OPP and RH adsorbents (a) before adsorption of arsenic (b) after adsorption of arsenic

3.2. Adsorption Isotherm Modelling

The R-square value for the Freundlich isotherm model fit was 1.00 compared with the near zero R-square value of the Langmuir isotherm model fit. The isothermal adsorption parameter $R^2 = 1.00$ for Langmuir isotherm fit compared with $R^2 = 0.99$ of the Freundlich isotherm model. The computed adsorption capacity, q_m , was 4.84 mg/g for the Langmuir model, which is closer to the experimental value of 4.93 mg/g (Table 4). This is complemented by the value of R_L is 0.0026 , which accurately describes a favorable adsorption according to Langmuir isotherm model since it lies between 0 and 1. The Langmuir model showed enhanced binding due to a partial increase in quantity of availability of adsorption monolayer sites for arsenic (14).

Table 1. Adsorption isotherm models

Adsorbent	Langmuir Isotherm				Freundlich Isotherm		
	R ²	q _m (mg/g)	b (L/g)	R _L	R ²	K _f (mg/g)	n (L/g)
RH	7.8 x 10 ⁻¹⁶	2757	-0.0064	1.0	1.0	1.04	1.00
OPP	1.0	4.84	3785.6	0.0026	0.99	4.63	-68.68

4. CONCLUSION

The study investigated the potential of organic wastes RH and OPP as adsorbents of arsenic from aqueous solution. The maximum removal efficiencies recorded for RH, and OPP are 95.98% and 100%, respectively. These arsenic adsorption efficiencies are indicative of a high level of potential for any of these local materials to be used for the removal of arsenic from aqueous solutions. The experimental output of this study indicates that the adsorbents RH and OPP (with smaller particles sizes less than 500 µm) are better for arsenic removal.

BIBLIOGRAPHY

1. Baboo H, Patel T, Faldu R, Shah M, Shah H. A comprehensive and systematic study of fluoride and arsenic contamination and its impacts in India. *Sustain Water Resour Manag.* 2022;8(4):1–19.
2. Huntsman-Mapila P, Mapila T, Letshwenyo M, Wolski P, Hemond C. Characterization of arsenic occurrence in the water and sediments of the Okavango Delta, NW Botswana. *Appl Geochem.* 2006;21(8):1376–91.
3. Huntsman-Mapila P, Nsengimana H, Torto N, Diskin S. Arsenic distribution and geochemistry in island groundwater of the Okavango Delta in Botswana. In: *Sustaining Groundwater Resources.* Springer; 2011. p. 55–67.
4. Bowell R, Warren A, Minjera H, Kimaro N. Environmental impact of former gold mining on the Orangi River, Serengeti NP, Tanzania. *Biogeochemistry.* 1995;28(3):131–60.
5. Serfor-Armah Y, Nyarko B, Dampare S, Adomako D. Levels of arsenic and antimony in water and sediment from Prestea, a gold mining town in Ghana and its environs. *Water Air Soil Pollut.* 2006;175(1):181–92.
6. Rahaman MS, Mise N, Ichihara S. Arsenic contamination in food chain in Bangladesh: A review on health hazards, socioeconomic impacts and implications. *Hyg Environ Health Adv.* 2022;2:100004.
7. Appiah ANS, Damoah LNW, Bensah YD, Amoatey PK, Nukpezah D, Aholouvi A, et al. Evaluation of adsorption properties of organic wastes in aqueous media for arsenic removal. *Int J Energy Environ Eng* [Internet]. 2022 Nov 21; Available from: <https://doi.org/10.1007/s40095-022-00551-z>
8. Zhao Y, Li F, Zhang R, Evans DG, Duan X. Preparation of layered double-hydroxide nanomaterials with a uniform crystallite size using a new method involving separate nucleation and aging steps. *Chem Mater.* 2002;14(10):4286–91.
9. Sushil S, Batra VS. Catalytic applications of red mud, an aluminium industry waste: A review. *Appl Catal B Environ.* 2008;81(1–2):64–77.

10. Yang Y, Li X, Gu Y, Lin H, Jie B, Zhang Q, et al. Adsorption property of fluoride in water by metal organic framework: optimization of the process by response surface methodology technique. *Surf Interfaces*. 2022;28:101649.
11. Appiah ANS, Bialas O, Czupryński A, Adamiak M. Powder Plasma Transferred Arc Welding of Ni-Si-B+ 60 wt% WC and Ni-Cr-Si-B+ 45 wt% WC for Surface Cladding of Structural Steel. *Materials*. 2022;15(14):4956.
12. Maity S, Patil PB, SenSharma S, Sarkar A. Bioremediation of heavy metals from the aqueous environment using *Artocarpus heterophyllus* (jackfruit) seed as a novel biosorbent. *Chemosphere*. 2022;307:136115.
13. Khaskheli MI, Memon SQ, Siyal AN, Khuhawar MY. Use of Orange Peel Waste for Arsenic Remediation of Drinking Water. *Waste Biomass Valorization*. 2011 Jul 12;2(4):423.
14. Ahmad I, Farwa U, Khan ZUH, Imran M, Khalid MS, Zhu B, et al. Biosorption and health risk assessment of arsenic contaminated water through cotton stalk biochar. *Surf Interfaces*. 2022;29:101806.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Metódy odlievania hliníkových zliatin

Andrej Barčák^a, E. Tillová^a, Lenka Kuchariková^a, Mirosław Bonek^b

^a Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra materiálového inžinierstva, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina, Slovak Republic

*email: barcak4@stud.uniza.sk

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18A, 44-100 Gliwice, Poland

Abstrakt: Príspevok približuje rôzne v súčasnosti používané metódy odlievania hliníkových zliatin. Popísaný je ich princíp, vrátane stručnej schémy, použitie a aplikácie.

Abstract: This paper presents various currently used methods of casting aluminium alloys. The principle, including a brief schematic, uses and applications are described.

Kľúčové slová: odlievanie hliníkových zliatin, pieskové formy, kovové formy

1. ÚVOD

V súčasnosti sa kladú vysoké požiadavky na náklady spojené s vyhotovovaním výrobkov, preto je vhodné poznať jednotlivé charakteristiky materiálov, ktoré sú využívané v priemysle. Znalosťou charakteristík jednotlivých materiálov je možné efektívne navrhovať a vyrábať zariadenia, ktoré budú bezpečné a vhodné pre danú aplikáciu. V množstve prípadov sa ako riešenie ponúkajú hliníkové zliatiny, ktoré sú považované za inovatívne konštrukčné materiály, najmä z dôvodu perfektnej kombinácie ich vlastností. Sú to materiály, bez ktorých by sa priemysel nezaobišiel, predovšetkým v dopravnom sektore. Pridávaním vhodných legúr, tepelným spracovaním možno dosiahnuť skvelú kombináciu vlastností, čím sa zväčší interval použitia v mnohých sektoroch.

2. ODLIEVANIE ZLIATIN Al-Si

Odliatok vzniká tuhnutím tekutého kovu v pripravenej zlievarenskej forme. Existuje široká škála spôsobov odlievania odliatkov. Výber toho najvhodnejšieho spôsobu pre konkrétny prípad závisí od druhu zliatiny, požadovaného stupňa presnosti, požadovaných mechanických vlastností, minimálnej hrúbky steny, veľkosti a hmotnosti odliatku, sériovosti výroby, aj dostupnosti príslušného procesu. Stupeň presnosti určuje nielen presnosť jednotlivých rozmerov, ale aj kvalitu povrchu a celkový vzhľad. Kľúčovým kritériom pre výber

najvhodnejšej metódy odlievania je prirodzene finálna cena odliatkov pri dodržaní zákazníkovo stanovených požiadaviek.

Po vyplnení zlievarenskej formy odliatok musí vychladnúť, uvoľniť sa a vybrať z formy. Poslednými operáciami sú dokončovacie operácie, kde je potrebné odliatky očistiť od formovacej a jadrovej zmesi, odstrániť vtoky a náliatky, ako i prebytočný kov z ich povrchu. Chybné odliatky môžu byť opravované zvaráním, tmelením atď. [1].

Hliníkové zliatiny na báze Al-Si sú charakteristické tým, že na výrobu odliatkov môžeme použiť ktorúkoľvek zlievarenskú metódu. Voľba metódy odlievania je ovplyvnená počtom odlievajúcich kusov, rozmermi, hmotnosťou a technickými požiadavkami kladených na odliatky.

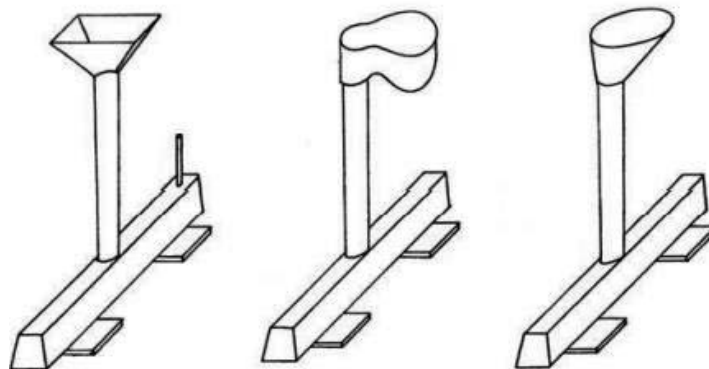
Na výrobu odliatkov môžeme aplikovať:

1. odlievanie do pieskových foriem,
2. odlievanie do kovových foriem:
 - gravitačné liatie,
 - pri pôsobení zvýšených síl: nízkotlakové a vysokotlakové liatie,
3. odstredivé liatie,
4. presné liatie:
 - na vytaviteľný model,
 - na spáľiteľný model,
 - do sadrových foriem,
5. technológiu liatia polostuhnutých kovov.

2.1 Odlievanie do pieskových foriem

Odlievanie do pieskových foriem je jedným z najuniverzálnejších procesov. Táto technológia poskytuje množstvo možností dizajnu odliatkov z hľadiska veľkosti, tvaru a kvality. Používajú sa rôzne druhy pieskov, najviac aplikované pri hliníku sú kremičitý a zirkónový. Kremičitý piesok sa používa častejšie, pretože je lacný a ľahko dostupný, aj keď môže spôsobiť defekty odliatkov. Podľa Foundrymen's Society, približne 90 % všetkých odliatkov vyrobených v USA sa vyrába formovaním do piesku [2].

Odlievanie sa uskutočňuje do jednorazovej formy, pri ktorej sa formovacia zmes skladá z ostriva, spojiva, vody, vo výnimočných prípadoch sa pridávajú prísadové látky. Tieto formy sa vyrábajú tzv. pechovaním (ručne, strojovo).



Obr. 1. Najčastejšie používané vtokové sústavy pre odlievanie Al-zliatin [3]

Figure 1. Geometric shape of the most commonly used sprue systems for Al-alloys [3]

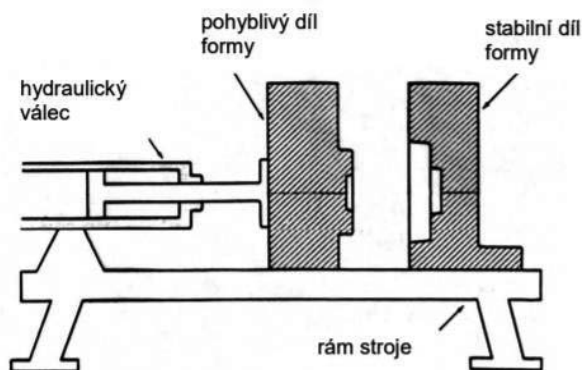
Dôležitými súčasťami sú jadrá, pri ktorých je kľúčová ich kvalita. Veľmi často sa stretávame s jadrami z jednotnej bentonitovej zmesi, CT jadrá vyrobené vytvrdzovaním CO_2 , škrupinové jadrá vyrobené C-metódou, jadrá spájané klasickými olejmi a ďalšie. Ochrana povrchu jadra je zabezpečená postrekom (na báze grafitu, kriedy, latexu ...), alebo ponorením do ochrannej suspenzie, následne sa forma nechá vysušiť.

Hliníkové zliatiny majú vysokú náchylnosť k oxidácií. Z toho vyplýva, že vtoková sústava (obr. 1) má za úlohu, okrem dopravenia taveniny do dutiny formy, taktiež zadržať nečistoty. Pri vtokovej sústave sa kladie dôraz najmä na zabezpečenie pokojného plnenia formy, minimálnu výšku dopadu prúdu roztaveného kovu, spodné zaústenie zárezov. Veľkým problémom hliníkových zliatin je zmena objemu pri ohreve a tuhnutí, čo sa rieši prostredníctvom náliatkov, chladítok, izolačných a exotermických zásypov a obkladov.

2.2 Gravitačné liatie do kovových foriem

Ide o metódu odlievania hliníkových zliatin pôsobením gravitačnej sily do formy (kokily). Najvhodnejšie hliníkové zliatiny pre túto technológiu sú zliatiny s nízkou teplotou tavenia, dobrou zabiehavosťou, s úzkym intervalom tuhnutia. To znamená, že optimálnymi materiálmi sú zliatiny Al-Si podeutektického a eutektického zloženia. Použitím tejto progresívnej metódy dosahujeme:

- zvýšenie mechanických vlastností,
- kvalitný povrch odliatkov,
- nižšiu rozmerovú toleranciu odlievaných súčiastok,
- zvýšenie produktivity práce,
- použitím kovového jadra nie je nutná výroba jadra atď. [4].



Obr. 2. Odlievanie do kovovej formy [3]

Figure 2. Kokil machine with two-part mould [3]

Formy sú obvykle vyrobené z dvoch oceľových blokov (obr. 2), z ktorých každý obsahuje časť dutiny odliatku. Obe časti formy sú počas procesu odlievania pritlačené k sebe a navzájom uzamknuté. Jedna časť formy je pevne pripevnená k stroju a druhá je namontovaná na pohyblivej doske spojenjej s uzatváracím mechanizmom. Po stuhnutí odliatku sa časti formy roztvoria a odliatok sa uvoľní z dutiny formy pomocou systému vyhadzovača, ktorý je súčasťou zostavy pohyblivej časti formy. Tlakové formy môžu byť jednoduchej konštrukcie, ale môžu byť aj veľmi zložité, s rôznymi posuvnými časťami a jadrmi v závislosti od zložitosti odliatku. Pred samotným odlievaním musí byť kovová forma predhriata na teplotu

pohybujúcu sa v rozmedzí 200 až 250 °C. Aby nedochádzalo poškodeniu povrchu formy, na povrch sa pravidelne nanášajú ochranné nátery [3, 5].

2.3 Nízkotlakové liatie

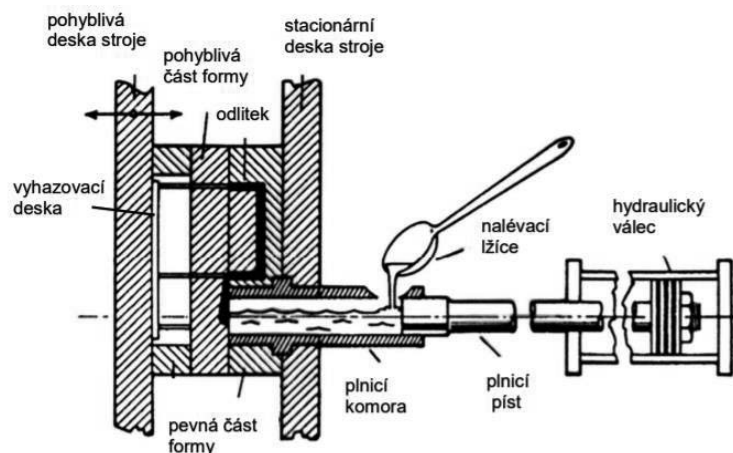
Princíp nízkotlakového liatia je založený na vytlačaní tekutého kovu do dutiny formy. Vytlačanie kovu je spôsobené nízkym pretlakom na hladine tekutého kovu v peci. Vtoková sústava je nahradená plniacou trubicou, od ktorej sa vyžaduje dlhá životnosť. Za prednosti nízkotlakového liatia považujeme:

- využitie zliatiny okolo 90 až 95 %,
- ovládanie rýchlosti liatia,
- spôsob plnenia formy, ktorým zabezpečíme vysokú „hustotu,, odliatku,
- vysoká kvalita odliatkov,
- automatizácia procesu liatia [4].

Odlievacia forma sa zreteľne odlišuje od bežných foriem využívaných pri gravitačnom liatí. Je pre ňu charakteristický spodný vtok, vyúsťujúci do dutiny formy. Konštrukčný materiál týchto foriem je predovšetkým liatina s lupienkovým grafitom s malým obsahom fosforu a síry. Pred samotným procesom odlievania sa forma obvykle nahrieva na teplotu pohybujúcu sa v rozmedzí 250 až 350 °C.

2.4 Vysokotlakové liatie

Vysokotlakové odlievanie je technológia presného odlievania, ktorá využíva trvalú kovovú formu, do ktorej sa roztavený kov vstrekuje pod tlakom vynúteným piestom (obr. 3). Kov sa vstrekuje do špeciálnej kovovej formy vysokou rýchlosťou a následne tuhne pod účinkom tlaku. Vysoká rýchlosť prúdenia roztaveného kovu má za následok rýchle plnenie kovovej formy, plnenie prebieha v čase rádovo od 0,05 s do 0,15 s. Kovová forma má vysokú tepelnú vodivosť, a preto odliatky tuhnú v porovnaní s odliatkami odlievanými do jednorazových foriem veľmi rýchlo. Touto metódou môžeme odlievať odliatky komplikovaných tvarov s hrúbkou steny od 1 mm, za určitých podmienok môže byť hrúbka menšia [3, 5].



Obr. 3. Princíp vysokotlakového odlievania [3]

Figure 3. Horizontal cold chamber pressure machine [3]

Vysokotlakým odlievaním dosahujeme presnosť zložitejších tvarov a rozmerov, výbornú kvalitu povrchu odliatkov, zvýšenie produktivity práce a možnosť mechanizácie odlievania.

Poznáme dve kategórie zariadení pre tlakové liatie:

- odlievacie stroje s teplou komorou, kde je pec súčasťou odlievacieho zariadenia,
- odlievacie stroje so studenou komorou, kde sa pec nachádza mimo odlievacieho zariadenia.

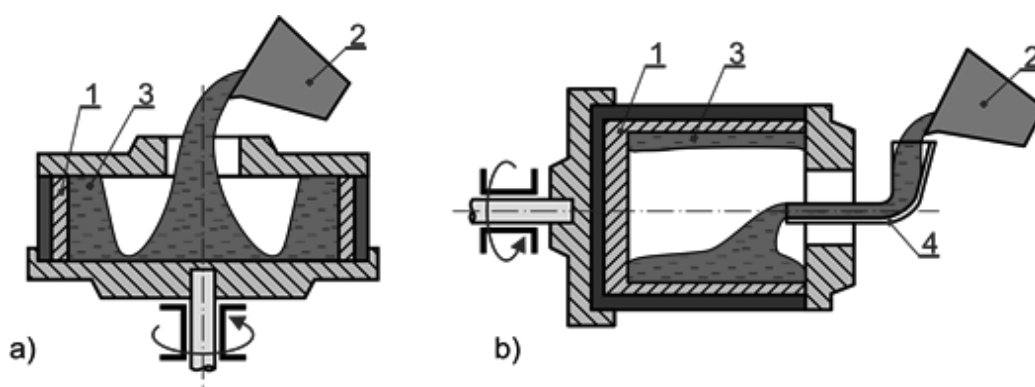
Odlievacia forma sa vyhotovuje najmä z ocelí, ktoré sú legované chrómom, molybdénom, vofrámom atď. Počas prevádzky je forma výrazne namáhaná, preto býva pred odlievaním ošetrovaná ochrannými prostriedkami za účelom zníženia opotrebenia [2]. Vybrané parametre vysokotlakového a nízkotlakového odlievania sú dokumentované v tab. 1.

Tab. 1. Porovnanie vybraných parametrov vysokotlakového a nízkotlakového odlievania [2]
Tabela 1. Comparison of selected parameters in low-pressure and high-pressure casting [2]

parameter	nízkotlakové odlievanie	vysokotlakové odlievanie
čas vyplnenia dutiny	3-30 s	50-200 ms
tlak kovu	30-100 kPa	10-60 MPa
rýchlosť tečúceho kovu	0,1-0,6 m/s	20-60 m/s
čas tuhnutia	30-300 s	1-10 s
doba trvania cyklu	5-10 min.	20-120

2.5 Odstredivé liatie

Je to postup výroby odliatkov, pri ktorom sa tekutý kov leje do otáčajúcej sa predhriatej formy (obr. 4). Pôsobením odstredivej sily dochádza ku kontaktu s vonkajšou stenou formy, odkiaľ začína tuhnutie kovu smerom dovnútra. Táto metóda sa aplikuje prednostne na rotačné súčiastky. Použitím odstredivej liatia zabezpečíme efektívnejšie využitie kovu, úsporu nákladov súvisiacich s mechanickým opracovaním, lepšie mechanické vlastnosti a vyššiu presnosť v porovnaní s gravitačným odlievaním odliatkov.



Obr. 4. Odstredivé odlievanie s vertikálnou (a) alebo horizontálnou (b) osou rotácie [5]
Figure 4. Centrifugal casting with vertical (a) or horizontal (b) axis of rotation [5]

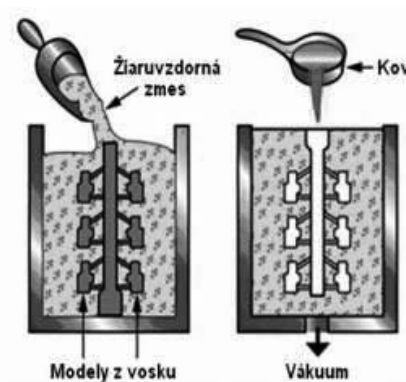
Poznáme dva základné spôsoby odstredivej liatie: 1. horizontálne: pre valcové odliatky, kde dĺžka odliatkov výrazne prevyšuje priemer, 2. vertikálne: pre odlievanie menších a stredne veľkých odliatkov.

Odlievacie formy musia dobre odolávať striedavým zmenám teplôt, pôsobeniu tlaku spôsobeného odstredivou silou a vnútornému pnutiu, ktoré vyvoláva táto sila. Materiál formy je závislý od materiálu tekutého kovu a počtu odlievaných súčiastok. Najčastejšie sa stretávame s formami z legovaných ocelí a z liatiny s lupienkovým grafitom. Nutnosťou týchto foriem je ochrana povrchu nástrekom, resp. náterom.

2.6 Presné liatie

Pod technológiou presného liatia sú zahrnuté všetky technológie, ktorými vyrobíme tvarovo a rozmerovo presnejšie odliatky ako bežnými zlievarenskými technológiami bez následného obrábania, alebo s minimálnym obrábaním odliatku. Jedná sa o:

- metódu vytaviteľného modelu,
- metódu odlievania na spáliteľný model.



Obr. 5. Presné odlievanie [5]

Figure 5. Plaster mould casting [5]

Podstata metódy vytaviteľného modelu spočíva vo vytvorení modelu z vosku, ktorý sa zostaví do odlievacej sústavy (tzv. stromček - obr. 5). Na stromček sa nanáša suspenzia kašovitej zmesi, na ktorú sa aplikuje niekoľko vrstiev zásypu kremenným pieskom. Takýto obalený stromček sa uloží do rámu. Po vytavení voskového modelu prostredníctvom ohrevu, vznikne dutina a po vyžihnutí formy (900 až 1200 °C) nasleduje samotné odlievanie daného odliatku.

Princíp metódy odlievania na spáliteľný model je podobný metóde vytaviteľného modelu s rozdielom, že materiálom na výrobu formy je polystyrén, ktorý sa premení na plyn. Odlievanie do sadrových foriem sa uplatňuje pri umeleckých a pri odliatkoch, pri ktorých je požadovaná výborná hladkosť povrchu a rozmerová presnosť [5].

2.7 Odlievanie polostuhnutých kovov

Odlievanie kovov v polotuhom stave, nazývané aj suspenzné odlievanie, je inovatívny spôsob vysokotlakového odlievania a obvykle sa používa pre odliatky najvyššej kvality. Metóda využíva polotuhú suspenziu, tzv. kovovú kašu, pri ktorej sú v tekutej matrici rozptýlené nedentritické tuhé častice. Proces využíva jav, keď intenzívne miešanie tuhého kovu, pri teplote v rozmedzí solidu a likvidu daného materiálu vytvára kašu, ktorá si zachováva schopnosť tiecť, aj keď je značná časť hmoty v tuhom stave. V tomto prechodnom stave

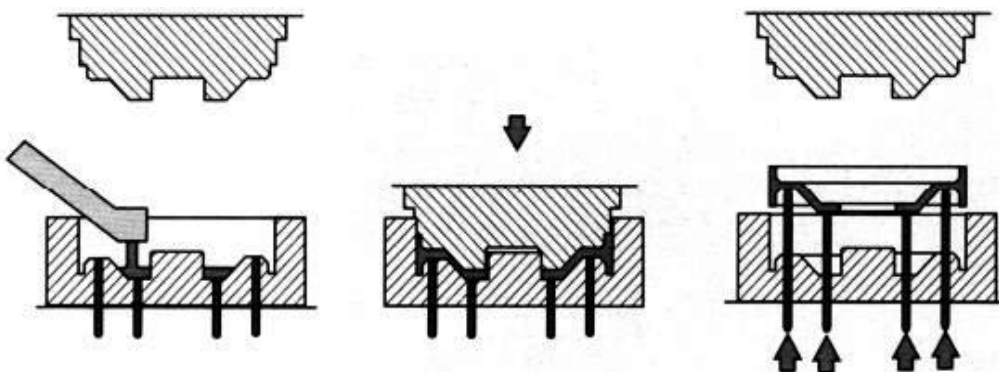
materiál vykazuje tixotropické správanie, keď sa so zvyšujúcou intenzitou miešania stáva menej viskóznym. Tuhnúca zliatina prechádzajúca zo zásobníka taveniny cez prstencovú medzeru medzi valcovitým rotorom a vodou chladenou rúrkou. To vedie k nepretržitému strihu rastúcich kryštálov, čo zabraňuje ich dendritickému rastu, takže vznikajúca suspenzia obsahuje malé stuhnuté častice guľovitého tvaru, ktoré zostávajú v relatívnom pohybe aj počas plnenia formy. Môžu sa použiť aj iné formy miešania taveniny, vrátane elektromagnetického [5].

Prednosťami týchto metód sú:

- výsledné mechanické vlastnosti,
- výrobná rýchlosť,
- vysoká presnosť,
- vysoké využitie materiálu atď.

V súčasnosti sa využívajú dve progresívne technológie, tzv. liatie s kryštalizáciou pod tlakom a liatie v polotuhom stave.

Liatie s kryštalizáciou pod tlakom, známe ako squeeze casting (obr. 6), je technológia zlievania, pozostávajúca z gravitačného liatia a následného vyvedenia tlaku na kryštalizujúci odliaty kov. Technológia je podobná tlakovému liatiu s tým rozdielom, že pri tlakovom liatí tekutý kov pôsobením tlaku len dopravovaný do dutiny formy [2].



Obr. 6. Princíp odlievania s kryštalizáciou pod tlakom [3]

Figure 6. Principle of direct casting with crystallization under pressure [3]

Liatie v polotuhom stave, známe ako thixocasting, je metóda, ktorá je svojim charakterom na rozhraní odlievania a lisovania. Pri tejto technológii je dôležitou vlastnosťou taveniny thixotropia. Vďaka thixotropii sa tavenina v nezaťaženom stave chová vysoko viskózne, pôsobením sily sa taveninu viskozita znižuje, čím sa tavenina dostane do stavu s dobrou tekutosťou. Princíp tejto technológie je založený na vyhotovení telies vsádzky s hmotnosťou finálneho odliatku, ohrevu telesa vsádzky a následného lisovania vsádzky v dutiny formy [3].

3. ZÁVER

Pre kvalitnú výrobu odliatkov je nevyhnutná spolupráca konštruktéra s technológom už v štádiu konštrukčného návrhu. Konštruktér musí pri vypracovávaní konštrukčného návrhu zohľadniť technologické aspekty výroby odliatkov, musí rešpektovať špecifické pravidlá pre

návrh konštrukcie odliatku. Základom výroby odliatku je technická príprava, v rámci ktorej sa stanoví optimálna výrobná metóda a spracuje sa výrobná dokumentácia odliatku.

V príspevku sú popísané a schematicky dokumentované v súčasnosti používané metódy odlievania hliníkových zliatin. Popísaný je ich princíp, vrátane stručnej schémy, použitia a aplikácie.

POĎAKOVANIE

Príspevok vznikol v rámci riešenia spoločného slovensko-poľského projektovo orientovaného vzdelávania - PBL, v súťaži VIII v rámci programu Iniciatíva excelentnosti – Politechnika Śląska, Gliwice ako výsledok spolupráce medzi Politechnikou Slaskou (Poľsko) a Žilinskou univerzitou v Žiline a projektu KEGA č. 004ŽU-4/2023.

LITERATÚRA

1. D. Bolibruchová, Zlievarenská technológia. EDIS, Žilina, 2017.
2. D. Bolibruchová, E. Tillová, Zlievarenské zliatiny Al-Si. EDIS, Žilina, 2005.
3. J. Roučka, Metalurgie neželezných slitin, Akademické nakladatelství CERM, Brno, 2004.
4. G. E. Totten, D. S. MacKenzie. Handbook of aluminium. CRC Press, 2003.
5. https://zlievarenstvo.mtf.stuba.sk/?page_id=150



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Zastosowanie tworzyw sztucznych w medycynie i w druku 3D

D. Biela^a, D. Szalaty^a, K. Sośniak^a, M. Ścieszka^a, A. Kania^b, A. Włodarczyk-Fligier^b,
M. Polok-Rubinić^b

^a Studenci kierunków Mechanika i Budowa Maszyn oraz Inżynieria Produkcji i Zarządzanie na Wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej
email: matesci354@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

Streszczenie: W artykule przedstawiono zastosowanie biodegradowalnych tworzyw sztucznych do druku 3D w medycynie. Skupiono się na najważniejszych własnościach najczęściej wykorzystywanych materiałów takich, jak: PLA, PCL oraz PA.

Abstract: The article discusses applications of biocompatible plastics used for 3D printing in medicine. The paper focuses on most important properties for most used materials, like PLA, PCL and PA.

Słowa kluczowe: druk 3D, medycyna, biodegradowalność, tworzywa sztuczne, PLA, PCL, PA

1. WSTĘP

Druk 3D jest to technologia wytwarzania elementów fizycznych na podstawie komputerowego modelu, która polega na nakładaniu materiału budulcowego, warstwa po warstwie i jego selektywnym spajaniu. Najczęściej stosowanym rodzajem przedstawionego procesu wytwarzania obiektów jest FDM (ang. Fused Deposition Modelling), wykorzystujący w procesie wytwórczym termoplasty, które są topione i wytłaczane z podgrzewanej dyszy [1] oraz rozprowadzane na platformie roboczej. Warstwy materiału łączą się z poprzednimi podczas zastygania [2].

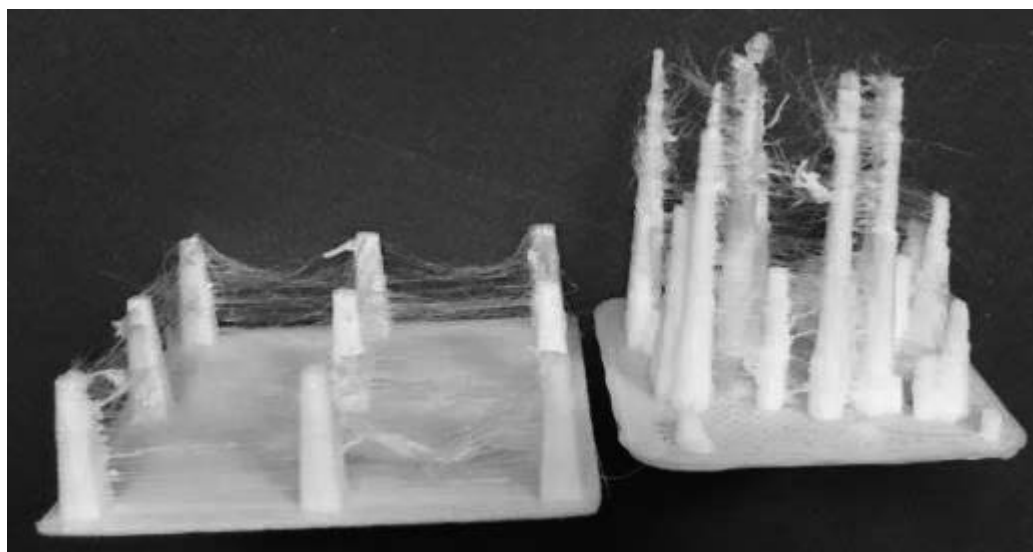
Kolejną popularną technologią druku 3D jest technologia SLS (ang. Selective Laser Sintering). W tej metodzie wykorzystywany laser spieka cząsteczki sproszkowanego polimeru, łącząc go w kolejne warstwy. Charakteryzuje ją wysoka dokładność wykonanych elementów, duża szybkość produkcji niskoseryjnej oraz dobre własności mechaniczne wyprodukowanych części [3].

Druk 3D jest stosowany w medycynie do drukowania: protez, implantów, modeli przedoperacyjnych, modeli anatomicznych do nauki, niektórych leków, sprzętów medycznych, jak i urządzeń wykorzystywanych podczas rehabilitacji [4]. Niewątpliwą zaletą tej technologii jest tworzenie precyzyjnych wydruków, które są specjalnie dostosowane do indywidualnych potrzeb pacjenta.

Artykuł skupia się na wykorzystaniu tworzyw polimerowych wytworzonych technologią druku 3D w medycynie, które powinny charakteryzować się ściśle określonymi własnościami.

2. WPŁYW TEMPERATURY NA WYDRUK DETALU W TECHNOLOGII 3D

Każdy filament charakteryzuje się innymi własnościami. W przypadku drukowania 3D technologią FDM, w celu uzyskania odpowiedniej jakości wydruku należy zwrócić szczególną uwagę na odpowiedni dobór temperatury wytłaczania filamentu. Kluczowe również okazują się temperatura topnienia materiału oraz temperatura zeszklenia. Zbyt niska temperatura druku może spowodować zapchanie się ekstrudera, który ze względu na zbyt dużą gęstość materiału nie będzie w stanie przepchnąć go przez dyszę. Natomiast wyższa temperatura druku może spowodować nitkowanie materiału (Rys. 1), zmniejszenie jakości detali oraz może doprowadzić do uszkodzenia niektórych części drukarki. Temperatura topnienia jest to temperatura, w której substancja przechodzi ze stanu stałego do ciekłego. Temperatura wytłaczania, w przypadku druku 3D, jest to temperatura, do której powinien nagrzać się ekstruder drukarki, aby odpowiednio upłynnić filament. Temperaturą zeszklenia opisuje się natomiast temperaturę, w której następuje przejście ze stanu ciekłego (lub plastycznego) w stan szklisty, co powoduje skokowy wzrost lepkości substancji [5-9].



Rysunek 1. Problem wywołany zbyt wysoką temperaturą wydruku [6]
Figure 1. Problem caused by too high printing temperature [6]

3. BIOKOMPATYBILNOŚĆ MATERIAŁU

Materiały polimerowe wykorzystywane w medycynie powinny, zależnie od zastosowania, spełniać ściśle sprecyzowane własności. Jedną z najważniejszych cech, jaką te materiały powinny się odznaczać jest biotolerancja (zwana również biokompatybilnością), którą według [10] określa się jako: „zgodność biologiczną, czyli zachowanie harmonii w systemie biologicznym”. Optymalne dobranie tej własności nie powinno wywoływać gwałtownych reakcji związanych ze stanami zapalnymi lub chronicznymi [11,12]. Aby materiał był biokompatybilny powinien spełniać następujące cechy [13]:

- Musi być nietoksyczny, a jego interakcja z organizmem człowieka nie może doprowadzić do obumierania komórek, narządów czy też tkanek. Jeżeli materiał jest w stanie zniszczyć dowolny element składowy organizmu ludzkiego, nie spełnia definicji tworzywa biotolerancyjnego.
- Nie może zakłócać działania systemu immunologicznego. Uszkodzenie układu odpornościowego może mieć bardzo poważne konsekwencje.
- Nie powinien doprowadzić do zjawiska hemolizy, którą definiuje się jako: przedwczesny bądź nieprawidłowy proces rozpadu czerwonych krwinek, spowodowany czynnikami fizycznymi, chemicznymi lub też biologicznymi. Niebezpiecznymi następstwami tego zjawiska są: szybsze męczenie się organizmu, żółtaczka, ostra niewydolność nerek oraz częstoskurcz serca.

4. WŁASNOŚCI MATERIAŁÓW POLIMEROWYCH WYKORZYSTYWANYCH W MEDYCYNIE

4.1. Charakterystyka PLA

PLA (polilaktyd) jest materiałem charakteryzującym się niską ceną, długoterminową biokompatybilnością oraz biodegradowalnością, co czyni go jednym z najczęściej wykorzystywanych do technologii druku 3D – FDM, tworzyw sztucznych. Jest to materiał wytwarzany z surowców odnawialnych i można go łatwo wyłaczać, pomimo dużej szybkości chłodzenia i krzepnięcia. Aby poprawić ww. biokompatybilność, łączy się go z fosforanami wapnia. W celu dalszej poprawy wytrzymałości na ściskanie i mineralizacji po implantacji stosuje się dodatki ceramiczne [14]. Najważniejsze własności PLA zostały przedstawione w tablicy 1 [15,16].

Tablica 1. Własności fizyczne PLA [15,16]

Table 1. Physical properties of PLA [15,16]

Temperatura topnienia [°C]	175
Temperatura wyłaczania [°C]	190-230
Temperatura zeszklenia [°C]	60
Gęstość [g/cm ³]	1,3
Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	230
Wytrzymałość na rozciąganie [MPa]	60
Moduł Younga [GPa]	3,5

Dzięki dobrym własnościom mechanicznym i podobnej, do ludzkiej kości, wytrzymałości na ściskanie (230 MPa), PLA stosuje się w inżynierii tkanki mięśniowo-szkieletowej. Oprócz tego znajduje zastosowanie przy produkcji sztywnych ortez oraz podpór ortopedycznych lub w tzw. „terapiach celowanych”, gdzie pełni funkcję nośnika leków. PLA wykorzystuje się do produkcji resorbowalnych nici chirurgicznych oraz opatrunków w formie siatek lub folii, które mają za zadanie zespajanie powłoki ciała we wnętrzu organizmu. Ponadto, znajduje również zastosowanie w medycynie estetycznej, gdzie jest nośnikiem substancji odżywczych. Mikrowłókna PLA coraz częściej wykorzystuje się jako wypełniacze zmarszczek, które w przyszłości mają zastąpić zastrzyki z toksyny botulinowej (Botox). Takie włókna mają również wypełniać ubytki tkanek miękkich u chorych na HIV [17].

4.2. Charakterystyka PCL

PCL (polikaprolakton) jest polimerem, podobnie jak PLA, który charakteryzuje się biodegradowalnością, niską ceną, dobrymi własnościami reologicznymi oraz lekko sprężystymi. Stosuje się go w technologii druku 3D do produkcji biodegradowalnych implantów, które w pełni ulegają degradacji po 3 latach, rozkładając się na nieszkodliwe związki. Pozwala to na odpowiednią długą pomoc w regeneracji leczonej tkanki [14,18]. W tablicy 2, poniżej, przedstawione zostały własności mechaniczne i fizyczne PCL [19,20].

Tablica 2. Własności fizyczne PCL [19,20]

Table 2. Physical properties of PCL [19,20]

Temperatura topnienia [°C]	59-64
Temperatura wytłaczania [°C]	65
Gęstość [g/cm ³]	1,14
Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	24
Wytrzymałość na rozciąganie [MPa]	37
Moduł Younga [MPa]	216

W medycynie, PCL stosuje się do produkcji degradowalnych implantów, powłok w kapsułkach leków ze stopniowym uwalnianiem leku w organizmie, klamr do łączenia złamań kości oraz prętów stosowanych do leczenia schorzeń kręgosłupa. Polimer ten znajduje również zastosowanie jako bioresorbowalne nici chirurgiczne, rusztowanie do inżynierii tkankowej oraz jako składnik żywic do wypełniania kanałów zębowych.

4.3. Charakterystyka PA

Poliamidy (PA) zwykle wytwarzane są technologią SLS, jednakże istnieją warianty (m.in. nylon), które dostępne są dla drukarek FDM. Istotą poliamidów jest biotolerancja, która pozwala na tworzenie części mających kontakt ze skórą. Charakteryzują się one wysoką równowagą pomiędzy własnościami chemicznymi a mechanicznymi, co zapewnia dobrą sztywność, stabilność oraz odporność na wstrząsy elementu [21]. Własności fizyczne według [14,22] zostały przedstawione w tablicy 3.

Tablica 3. Własności fizyczne PA [14,22]

Table 3. Physical properties of PA [14,22]

Temperatura topnienia [°C]	250
Temperatura wytłaczania [°C]	270
Temperatura zeszklenia [°C]	45
Gęstość [g/cm ³]	1,12
Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	98
Wytrzymałość na rozciąganie [MPa]	10
Moduł Younga [MPa]	200

Poliamidy wykorzystuje się do tworzenia porowatych rusztowań, zapewniających dużą nośność podczas regeneracji kości oraz przy produkcji gwoździ stosowanych przy skomplikowanych złamaniach. Dzięki nylonowi materiał ten wykorzystuje się do szycia

więzadeł oraz ścięgien, a także wytrzymałych, lekkich, o bardzo dobrej estetyce protez. PA stosuje się w wyrobach dentystycznych, pojemnikach do sterylizacji oraz jako materiał budulcowy balonów cewników [23].

5. PODSUMOWANIE

Tworzywa sztuczne w medycynie znajdują bardzo wiele zastosowań takich, jak: produkcja resorbowalnych nici chirurgicznych, degradowalnych implantów oraz wszelkiego rodzaju protez. Dzięki zastosowaniu technologii FDM druku 3D oraz SLS istnieje możliwość tworzenia precyzyjnych wydruków, które są specjalnie dostosowane do indywidualnych potrzeb pacjenta. Najczęściej stosowanymi materiałami są: polilaktyd, polikaprolakton oraz poliamid. Każdy z przedstawionych tworzyw sztucznych posiada inne własności fizyczne i mechaniczne, co skutkuje szerokim wachlarzem możliwości stosowania. Podczas druku 3D szczególnym parametrem, na który trzeba zwrócić uwagę jest temperatura wytłaczania materiału z ekstrudera. Nieodpowiednie dobranie tego parametru wpływa na złą jakość wydruku elementu.

LITERATURA

1. Technologia FDM, Centrum Druku 3D, <https://centrumdruku3d.pl/technologia-fdm-rozdzial-1-co-to-jest-i-na-czym-polega/>, 2018.
2. Technologia FDM/FFF, Drukarki 3D, <https://drukarki3d.pl/technologie/technologia-fdm-fff/>, 2019.
3. Technologia SLS, Drukarki 3D, <https://drukarki3d.pl/technologie/technologia-sls/>, 2018.
4. E. Mikołajewska, M. Macko, Ł. Ziarniecki, S. Stańczak, P. Kawalec, D. Mikołajewski, 3D printing technologies in rehabilitation engineering, *Journal of Health Sciences* 4/12 (2014) 78-83.
5. Kalibracja Temperatury Druku, Zen3d, <https://zen3d.pl/kalibracja-temperatury-druku/>, 2021.
6. Najlepsze Temperatury Druku 3D, 3D, <https://3d.edu.pl/najlepsze-temperatury-druku-3d-dla-pla-tpu-abs-i-innych-materialow/>, 2021.
7. P. Atkins, *Chemia fizyczna*, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa, 2001.
8. Temperatures For The Most-Used 3D Printer Filaments, Makenica, <https://makenica.com/temperatures-for-the-most-used-3d-printer-filaments/>, 2021.
9. Temperatury Zeszklania PLA i PETG, 3D, <https://3d.edu.pl/temperatury-zeszklania-pla-i-petg-wyjasnienie/>, 2021.
10. D. Biela, D. Szalaty, A. Kania, A. Włodarczyk-Fligier, M. Polok-Rubieniec, Biomateriały do zastosowań w implantologii, *TalentDetector'2021 Summer* (2021) 14-20.
11. B. Świeczko-Żurek, *Biomateriały*, Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej, Gdańsk, 2009.
12. J. Nowacki, L.A. Dobrzański, F. Gustavo, *Implanty śródszpikowe w osteosyntezie kości długich*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2012.
13. Filamenty Medyczne czyli Technologia FDM W Służbie Medycyny, Zadar, <https://zadar.pl/filamenty-medyczne-czyli-technologia-fdm-w-sluzbie-medycyny>, 2020.
14. R. Pugliese, B. Beltrami, S. Regondi, Ch. Lunetta, Polymeric biomaterials for 3D printing in medicine: An overview, *Annals of 3D Printed Medicine* 2 (2021) 100011.

15. PN-EN ISO 527-1, Tworzywa sztuczne – Oznaczanie właściwości mechanicznych przy statycznym rozciąganiu – Część 1: Zasady ogólne, 2020.
16. PN-EN ISO 527-2, Tworzywa sztuczne – Oznaczanie właściwości mechanicznych przy statycznym rozciąganiu – Część 2: Warunki badań tworzyw sztucznych przeznaczonych do różnych technik formowania, 2013.
17. P. Ruśkowski, A. Gadomska-Gajadhur, Poliaktyd w zastosowaniach medycznych, *Tworzywa Sztuczne w Przemysle 2* (2017) 32-35.
18. A. Konta, M. Garcia-Pina, D. Serrano, Personalised 3D Printed Medicines: Which Techniques and Polymers Are More Successful? *Bioengineering (Basel)* 4/4 (2017) 79.
19. N. Herrera, P. Olsen, L. Berglund, Strongly Improved Mechanical Properties of Thermoplastic Biocomposites by PCL Grafting inside Holocellulose Wood Fibers, *ACS Sustainable Chem. Eng.* 8/32 (2020) 11977-11985.
20. A. Laska, Biomateriały stosowane w inżynierii tkankowej do regeneracji tkanek, *Zeszyty Naukowe Towarzystwa Doktorantów UJ 14* (2017) 187-196.
21. E. Proniewicz, H. Krawiec, M. Starowicz, U. Lelek-Borkowska, D. Święch, *Podstawy chemii polimerów*, Akademia Górniczo-Hutnicza im. St. Staszica w Krakowie, Kraków, 2021.
22. M. Olszówka, K. Maciąg, *Nowoczesne trendy w medycynie*, Fundacja na rzecz promocji nauki i rozwoju TYGIEL, Lublin, 2015.
23. Polimery – nieodzowny element współczesnej medycyny, *Laboratoria*, <http://laboratoria.net/artukul/24476.html&pn=2>, 2019.

Praca powstała w wyniku realizacji projektu Project Based Learning (PBL) pt: „Opracowanie praktycznych i wytrzymałych materiałów przeznaczonych do zastosowania w medycynie wytworzonych technologią druku 3D”.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Obróbka laserowa jako nowoczesna technologia w inżynierii powierzchni

A. Bodnar^a, D. Gajczowska^a, T. Głowinkowski^a, P. Jerominek^a, K. Jędrzejczyk^a, P. Świerczek^a,
M. Bonek^b, O. Polischuk^c

^a Student/ka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,

^c Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine

Streszczenie: Artykuł opisuje powiązania między badaniami wykonanymi oraz opisanymi w artykule realizowanym przez studentów Politechniki Śląskiej, a przedmiotami które zostają realizowane poprzez projekt PBL. Artykuł zawiera opis najważniejszych zagadnień związanych z tematyką zajęć studentów.

Abstract: The article describes the links between the research carried out and described in the article carried out by the students of the Silesian University of Technology and the subjects which are implemented through the PBL project. The article contains a description of the most important issues related to the students' subjects.

Słowa kluczowe: Laser, spawalnictwo, napawanie, obróbka powierzchniowa

1. OBRÓBKA POWIERZCHNIOWA I JEJ CELE

Obróbka powierzchniowa jest pojęciem generalnym, obejmującym procesy przygotowania powierzchni i nakładania powłok ochronnych dla uzyskania następujących efektów:

- Zabezpieczenia przed procesami korodowania
- Wydłużenia ich żywotności i obniżenia kosztów eksploatacji
- Osiągnięcia zamierzonych efektów estetycznych i architektonicznych

Wielokrotnie od materiałów inżynierskich metalowych i otrzymywanych z nich produktów wymaga się określonych własności tylko na powierzchni. W takim przypadku rdzeń staje się niejako nośnikiem kształtu i postaci produktu lub jego elementu, chociaż oczywiście wymagana jest od niego odpowiednia wytrzymałość, ciągliwość i inne własności mechaniczne i fizyczne. Warstwa powierzchniowa może być наносzona wyłącznie w celu zabezpieczenia przed korozją, jak np. w przypadku malowania, może być наносzona ze względów estetycznych, np. dla nadania barwy lub połysku, ale często zapewnia zachowanie

wymaganych tolerancji wymiarowych w warunkach pracy, odporności na zużycie, odporności na ścieranie i innych odpowiednich własności wytrzymałościowych powierzchni [1][2].

2. LASEROWE HARTOWANIE POWIERZCHNIOWE

Do powierzchniowe hartowanie laserowe używamy wiązki o dużej gęstości mocy. Nagrzewa ona powierzchnię materiału do wskazanej temperatury (przeważnie poniżej linii solidus) pod osłoną gazową (najczęściej używanymi w tym procesie gazami są argon oraz azot) z prędkością mogącą osiągnąć nawet $1061011^{\circ}\text{C/s}$, przy późniejszym samoczynnym schładzaniu, podczas gdy laser porusza się dalej. Głębokość hartowania laserowego mieści się w przedziale 1,5 – 2 mm. Jest zależna od dobranych dla procesu parametrów oraz rodzaju materiału.

Czynniki mające wpływ na procesy i zmiany zachodzące w warstwie hartowanej to:

- długości ogniskowej wiązki lasera,
- położenie ogniska wiązki laserowej względem obrabianej powierzchni materiału,
- kształt oraz wymiary ogniska wiązki laserowej,
- długość odstępu czasowego pomiędzy impulsami lasera oraz czas ich trwania
- rodzaju gazu ochronnego oraz natężenia jego przepływu
- szybkość z jaką porusza się wiązka lasera
- moc wiązki lasera
- parametry ruchu wiązki lasera – ruch wahadłowy (trajektoria, amplituda, częstotliwość, kształt toru ruchu).

Najczęściej używanymi do kontrolowania zmian zachodzących w materiale parametrami są moc wiązki lasera oraz prędkość jej ruchu. To od nich w głównej mierze zależy jakość powierzchni jaką otrzymamy po obróbce. Hartowanie laserowe stosuje się głównie do obróbki żeliw, stali nierdzewnych i stali narzędziowych. Dzięki wysokiej temperaturze uzyskujemy jednorodną, drobnoziarnisty materiał o wysokiej twardości. Stosując niektóre stopy, szczególnie eutektyczne (Fe-C-Si-B, Pd-Cu-Si), nie dochodzi do procesu krystalizacji i jesteśmy w stanie uzyskać strukturę całkowicie lub częściowo amorficzną.

Pośród zalet hartowania laserowego zmniejsza nakład dodatkowych zabiegów obróbkowych koniecznych do wykonania wyrobu dobrej jakości. Używając tradycyjnych metod hartowania narażamy materiał na powstanie wypaczeń ze względu na wysoką temperaturę i późniejsze chłodzenie. Hartowanie laserowe pozwala na zachowanie części w stanie zbliżonym do oryginalnego. Pozwala również na dużo precyzyjniejszą obróbkę, co pozwala na hartowanie drobnych elementów oraz małych powierzchni [3][4].

3. SPAWANIE ORAZ CIĘCIE LASEROWE

Metoda spawania za pomocą wiązki promieniowania laserowego polega łączeniu materiałów przy użyciu wiązki o dużej gęstości energii rzędu nawet 10^8 W/cm^2 umożliwiając stopienie ze sobą krawędzi łączonych elementów. Proces spawania możemy prowadzić z wykorzystaniem osłony gazowej lub bez jej zastosowania. Gazami osłonowymi często stosowanymi w procesie to argon, dwutlenek węgla lub hel. Dużą zaletą wykorzystania wiązki promieniowania laserowego jest minimalizacja negatywnego wpływu temperatury na spawaną konstrukcję oraz występowanie niewielkiej strefy wpływu ciepła. Przyczyną tego

jest powstanie wysokiego gradientu temperatury w trakcie prowadzenia procesu, który powoduje szybkie odprowadzanie ciepła i stygnięcie obszaru spoiny. O wymiarach spoiny, ilości wprowadzonego ciepła i głębokości wtopienia decydują parametry lasera takie jak [6][7]:

- Moc wiązki laserowej
- Energia impulsu wiązki laserowej
- Długość ogniskowa wiązki laserowej
- Wymiary ogniska
- Położenie ogniska względem złącza
- Prędkość spawania

Wiązkę promieniowania laserowego wykorzystuje się również w procesach cięcia. Popularnymi typami laserów wykorzystywanych do cięcia materiałów w przemyśle są:

- Lasery impulsowe, stałe na ciele stałym Nd YAG;
- Lasery impulsowe i ciągłe molekularne CO₂

Proces cięcia laserowego polega na punktowym wprowadzeniu energii o dużej gęstości w postaci skoncentrowanej wiązki promieniowania przy jednoczesnym wykorzystaniu nadmuchu gazu aktywnego lub obojętnego w celu wydmuchania stopionego materiału bądź par materiału z powstałej szczeliny. Najczęściej stosowanymi gazami do cięcia laserowego są [5][7]:

- Powietrze – Chętnie wykorzystywany ze względu na niskie koszty przy cięciu stali niestopowych i niskostopowych.
- Tlen – Pozwala na uzyskanie dobrej jakości powierzchni szczeliny cięcia przy cięciu stali niestopowych i niskostopowych. Możliwe jest również wykorzystanie podczas cięcia stali wysokostopowych lecz jakość powierzchni szczeliny cięcia jest niska.
- Azot – Wykorzystywany podczas cięcia stali wysokostopowych, stopów niklu i aluminium
- Argon – Stosowany do cięcia stali trudno topliwych i reaktywnych takich jak tytan, niob, molibden, wanad.

Aby możliwe było przeprowadzenie cięcia laserowego koniecznym jest aby wiązka promieniowania laserowego wnikała do materiału a energia dostarczona do strefy cięcia musi być na tyle duża by przewyższyć zdolność odbierania ciepła materiału ze strefy cięcia.

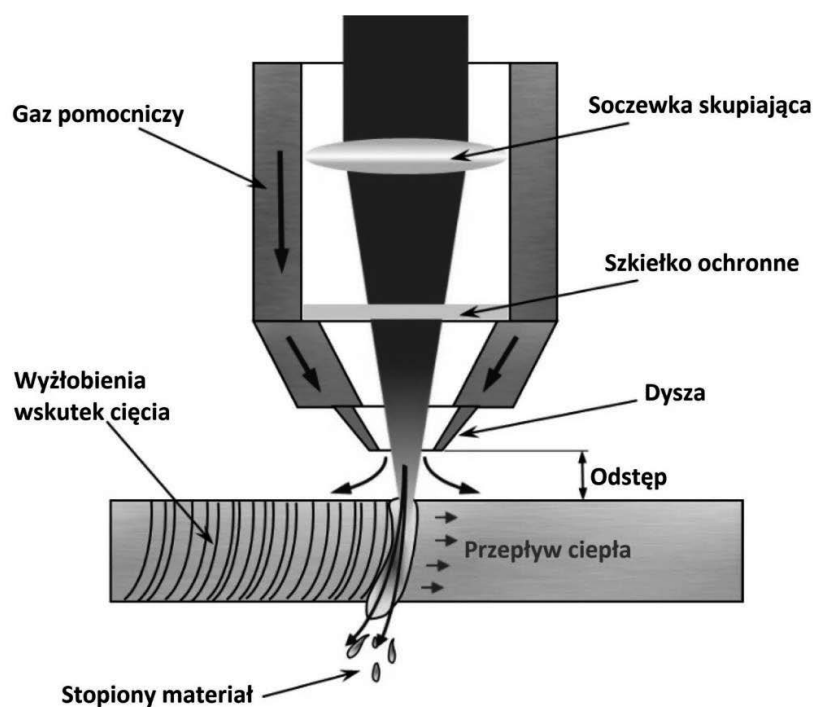
Materiały, które możemy ciąć wiązką promieniowania laserowego to [5][7]:

- Stale niskostopowe i wysokostopowe,
- Tytan, nikiel, molibden, aluminium,
- Tworzywa sztuczne, drewno, szkło, materiały ceramiczne.

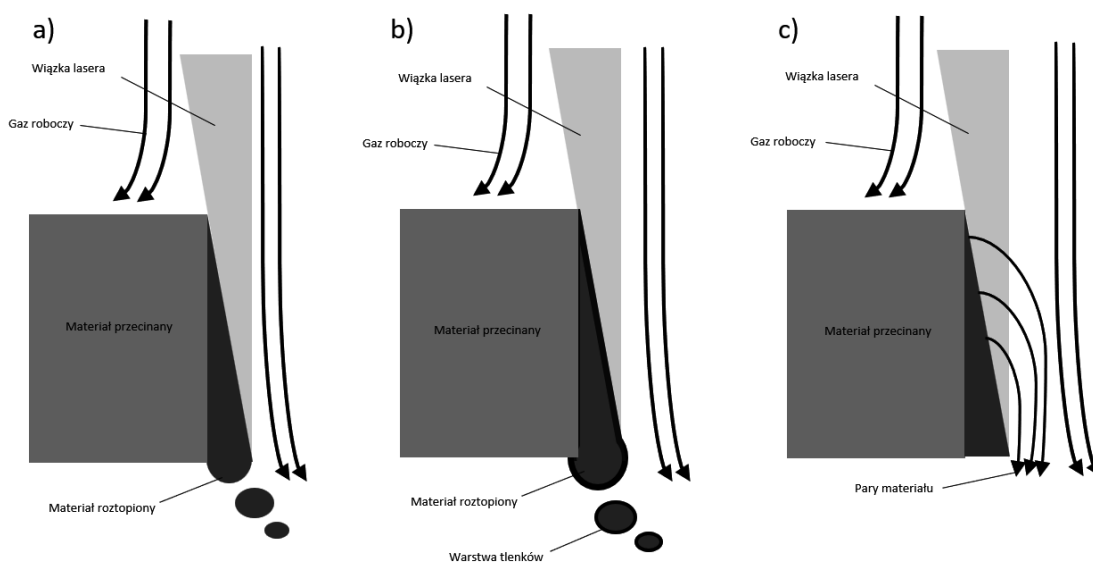
Możliwe jest prowadzenie cięcia laserowego różnymi metodami, z których możemy wymienić [5][7]:

- a) Cięcie przez odparowanie – polegające na odparowaniu materiału poddanego działaniu zogniskowanej wiązki lasera w atmosferze gazu obojętnego. Stosuje się je do cięcia materiałów nie ulegających topnieniu.
- b) Cięcie przez topienie i wydmuchiwanie – polega na stapieniu materiału ciętego przy pomocy wiązki lasera i wydmuchiwaniu ciekłego metalu ze szczeliny cięcia strumieniem gazu obojętnego. Stosuje się je do cięcia metali.
- c) Cięcie przez wypalanie – polega na spalaniu materiału przy pomocy wiązki lasera. Spalanie umożliwia obecność strumienia tlenu lub mieszaniny gazów z tlenem. Najbardziej powszechnie stosowana metoda cięcia laserowego wykorzystywana do cięcia metali.

- d) Generowanie pęknięć termicznych – polega na wywołaniu naprężeń cieplnych wewnątrz materiału powodujących pęknięcie materiału. Stosuje się je do cięcia materiałów kruchych takich jak szkło.
- e) Cięcie zimne – Stosowane do cięcia tworzyw sztucznych.



Rys. 1. Schemat cięcia laserowego



Rys. 2. Schematy typów cięcia wiązką promieniowania laserowego. a) cięcie ze spalaniem i wydmuchiwanym materiałem, b) cięcie ze spalaniem materiału, c) cięcie z odparowaniem materiału

Głównymi parametrami decydującymi o możliwości przeprowadzenia cięcia są:

- Gęstość mocy wiązki promieniowania laserowego
- Średnica ogniska wiązki promieniowania laserowego
- Długość ogniska wiązki promieniowania laserowego
- Prędkość cięcia
- Rodzaj gazu stosowanego w procesie cięcia
- Ciśnienie gazu stosowanego podczas cięcia

Zalety cięcia laserowego [5][7]:

- niewielka strefa wpływu ciepła ,
- wysoka wydajność ,
- wysoka jakość powierzchni ciętych,
- gładka i czysta powierzchnia cięcia,
- wąska szczelina cięcia,
- możliwość automatyzacji,
- szeroki zakres materiałów wykorzystywanych do cięcia,
- niski jednostkowy koszt procesu,
- możliwość wykonania ukosowania na V i Y,
- elastyczność procesu,

Wady cięcia laserowego [5][7]:

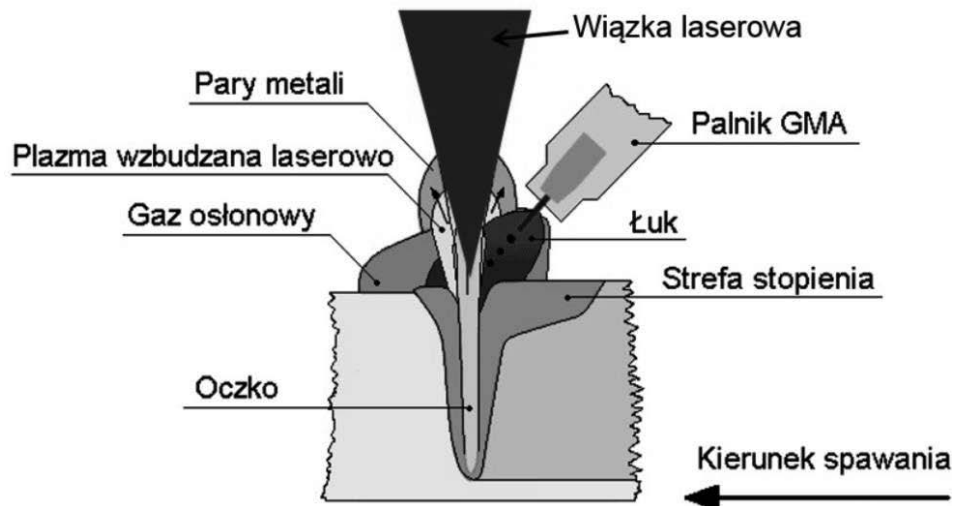
- wysoki koszt inwestycyjny,
- ograniczony zakres grubości ciętych blach,
- konieczne jest dokładne przygotowanie powierzchni materiałów przeznaczonych do cięcia.

4. NAPAWANIE LASEROWE

Napawanie laserowe jest procesem, w którym laserowego promienia wiązka o dużej mocy jest źródłem energii. Po padnięciu na warstwę bazowego materiału wiązka lasera o dużej mocy powoduje nadtopienie wyłącznie w strefie padającej plamki lasera i tworzy potocznie zwane jeziorko, do którego dostarczany jest materiał tworzący napoinę będący proszkiem lub drutem. Sposób ten pozwala na stworzenie napoiny będącej dobrze połączonej z materiałem rodzimym, bez defektów w postaci porów oraz odpornej na udar.

Wykorzystanie tej metody pozwala na uniknięcie nadmiernego przegrzania materiału, co za tym idzie ogranicza niechciane naprężenia spawalnicze oraz pozwala na zachowanie geometrii wejściowej elementu poddanemu napawaniu.

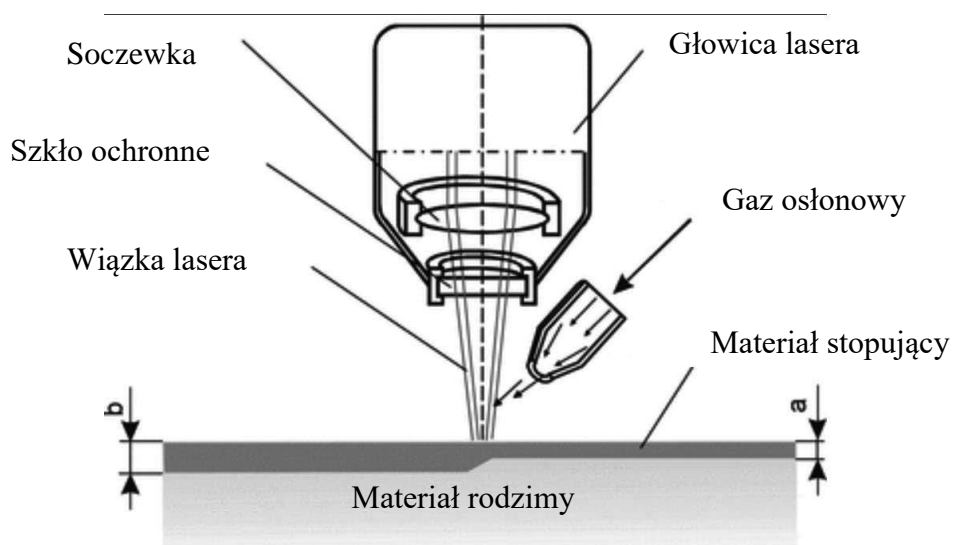
Korzystną cechą opisywanego procesu jest możliwość tworzenia warstw napawanych o bardzo dobrych właściwościach eksploatacyjnych, tj. wysoce twarde, odporne na abrazję oraz korozję, wysoko żarowytrzymałe[4],[8].



Rys. 3. Napawanie laserowe

5. STOPOWANIE LASEROWE

Stopowanie laserowe przeprowadza się w następujący sposób, w trakcie topienia warstwy wierzchniej laserową wiązką wprowadza się do powierzchni przedmiotu obrabianego pierwiastki stopowe. Po wystudzeniu oraz docelowym zakrzepnięciu powstaje wierzchnia warstwa o chemicznym składzie, własnościach oraz strukturze różniących się względem początkowego materiału. Znaczne różnice uzyskać można w stanie końcowym materiału w zależności od tego jakie parametry obróbki są zadane. Obróbka laserowa jest bardzo świeżym na rynku sposobem wpływu na warstwę wierzchnią materiałów. Przetapianie generuje silne rozgrzanie lokalne materiału oraz zmiany w budowie krystalicznej. Bezpośredni wpływ na zmiany mają właściwości lasera: energia, czas błysku oraz czas przerw między kolejnymi błysnięciami [4],[10].



Rys. 4. Stopowanie laserowe

6. PRZETAPIANIE LASEROWE

Przetapianie laserowe - warstwa powierzchniowa zostaje przetapiana, a zabiegowi temu towarzyszy powstawanie plazmy oraz odparowywanie materiału. Plazma stwarza osłonę przed kontynuacją nagrzewania laserem, będąc aktywnym odczynnikiem na tzw. Jeziorko ciekłego metalu, a także wzrost ciśnienia oraz ruchy mieszające roztopiony materiał. Przetapianiu laserowemu warstwy powierzchniowej towarzyszy powstawanie plazmy i parowanie materiału. Plazma ekranuje powierzchnię przed dalszym nagrzewaniem laserowym, aktywnie oddziałując równocześnie na powierzchnię jeziorka ciekłego metalu. Miejsce wniknięcia laserowej wiązki cechuje lejkowate zagłębienie, które obciążone jest działaniem hydrostatycznego ciśnienia cieczy od strony materiału roztopionego oraz od strony par ciśnienie wiązki [10].

7. PODSUMOWANIE

Przytoczone przykłady zastosowania lasera również w działach mechaniki i budowy maszyn otwierają oczy na ogromne spektrum zastosowania tego wynalazku. Ogromne pole do popisu wykazuje dział obróbki powierzchni, który pozwala na wprowadzanie zmian własności materiałów obrabianych. Także możliwe jest szerokie zastosowanie w dziale spawalnictwa, który wykorzystuje laser do cięcia elementów skupioną wiązką lasera, wykorzystanie tejże wiązki również do spawania. Możliwość spawania znajduje zastosowanie w regeneracji oraz szeroko pojętej zmianie gabarytu elementów w procesie napawania. Możliwa także jest obróbka cieplno-chemiczna tj. Stopowanie laserowe mające na celu zmianę własności warstwy wierzchniej obrabianych materiałów. Reasumując, przedstawione przykłady doskonale pokazują jak wielkie możliwości zastosowania znajduje wiązka laserowa w dziedzinie Mechaniki i Budowy Maszyn.

PODZIĘKOWANIE

Praca powstała w wyniku realizacji projektu w ramach kształcenia zorientowanego projektowo - PBL, w konkursie VIII w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza, Politechnika Śląska.

LITERATURA

- [1] <https://delibra.bg.polsl.pl/dlibra/doccontent?id=26760>
- [2] <http://ako.waw.pl/obrobka-powierzchniowa>
- [3] „Technologie laserowej obróbki powierzchniowej: laserowa obróbka cieplna” Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych Politechniki Śląskiej w Gliwicach, W.Waliczek, K.Zwolak, M.Bonek, 2014
- [4] “Laserowa modyfikacja właściwości warstwy wierzchniej wspomaganą nagniataniem” Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk, Joanna Radziejewska, 2011
- [5] Dr. Inż. Paweł Kołodziejczak „Rodzaje cięcia laserowego” *Welding Technology Review*, 2015, 87.7.

-
- [6] Dr inż. Dominik Wszyński „Spawanie laserowe – wybrane metody” *Welding Technology Review*, 2016, 88.12.
- [7] Prof. Dr. Hab. Inż. Jan Pilarczyk „Poradnik Inżyniera Spawalnictwo tom II” wyd. 2005
- [8]<https://technicgroup.pl/napawanie-laserowe/>
- [9]<https://www.plasmasystem.pl/uslugi/napawanie-laserowe-1>
- [10] L. A. Dobrzański- *Podstawy Nauki o Materiałach i Metaloznawstwo* WNT 1996 Gliwice



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Wpływ doboru parametrów nowoczesnej technologii cięcia laserowego stali na charakterystykę procesu

A. Bodnar^a, D. Gajczowska^a, T. Głowinkowski^a, P. Jerominek^a, K. Jędrzejczyk^a, P. Świerczek^a, M. Bonek^b, O. Polischuk^c

^a Student/ka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,

^c Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine

Streszczenie: Praca zawiera informacje o systemach laserowych stosowanych w przemysłowym procesie cięcia. Praca przedstawia rzeczywiste fizyczne podstawy pracy lasera, a także podstawowe funkcje lasera w procesie cięcia. Przedstawiono poszczególne systemy montażu laserów, opisano również podstawowe parametry procesu. Artykuł zawiera również typowe zastosowania precyzyjnego cięcia laserowego. Wszystkie aspekty ekonomiczne opisane i omówione w artykule to porównanie wykorzystania laserów w porównaniu do innych technologii stosowanych w przemyśle.

Abstract: The paper includes information on laser systems used in industry for cutting processes. The physical basis of lasers and their basic types used in cutting operations are presented. The individual systems that make up laser equipment are presented and the basic process parameters are described. Typical applications of lasers in precision cutting are also described. The economic aspects of purchasing and operating laser systems are also presented and a comparison of laser beam cutting technology to other techniques used in industry is made.

Słowa kluczowe: Laser, systemy laserowe, cięcie laserem, koszty

WSTĘP

Pomimo istnienia wielu rodzajów laserów o różnych właściwościach, w przemyśle stosowane są głównie lasery CO₂ i Nd:YAG. Dobór typu lasera zależy przede wszystkim od materiału i jego zdolności do absorbowania określonej długości fali. Przy wyborze odpowiedniego typu rezonatora powinno się również wziąć pod uwagę:

- Grubość materiału,
- Geometria materiału,

- Jakość krawędzi cięcia które chcemy otrzymać w procesie,
- Prędkość cięcia którą staramy się uzyskać.

Lasery Nd:YAG posiadają długości fali łatwiej absorbowaną przez większość metali, w porównaniu z tymi wytwarzanymi przez lasery CO₂, jednak rezonatory CO₂ pozwalają na uzyskanie większej mocy wiązki.

- Zalety obu laserów:
- Laser na dwutlenku węgla:
- Większe moce
- Lepsze możliwości skupienia wiązki - jej lepsza jakość pozwala na zmniejszenie szerokości szczeliny cięcia i wyższą jakość krawędzi;
- Wyższe prędkości cięcia materiałów nie odbijających jego długości fali;
- Możliwość cięcia materiałów większej grubości, które nie odbijają jego długości fali;
- Niższe koszty eksploatacyjne.

Lasery neodymowe:

- Możliwość użycia światłowodów do transportu wiązki;
- Możliwość cięcia materiałów odbijających długość fali laserów CO₂;
- Łatwiejsze rozdzielanie wiązki na kilka stanowisk;
- Prostsze systemy dostarczające i skupiające wiązkę;
- Długość systemów dostarczania wiązki nie wpływa na proces;
- Możliwość osiągnięcia dużych mocy impulsów (przy pracy impulsowej).

Wiązka dostarczana ciągle i impulsowo

Szybkość cięcia jest bezpośrednią funkcją mocy lasera, ale na jakość cięcia wpływa sposób dostarczania energii. Moc lasera może być dostarczana w postaci następujących po sobie impulsów lub w sposób ciągły. Wysoka moc dostarczana w sposób ciągły skutkuje znacznym zwiększeniem temperatury w obszarze cięcia, co może utrudniać uzyskanie wysokiej jakości krawędzi, zwłaszcza przy cięciu grubszych materiałów. Ponadto cięcie metalu przy użyciu aktywnego tlenu może powodować wypalanie materiału poza szczeliną cięcia, skutkujące niepożądanymi wypaleniami na krawędzi materiału [8, 11].

Impulsowe dostarczanie energii może wyeliminować takie problemy i znacznie poprawić jakość cięcia. Krótkie i długie impulsy są generowane naprzemiennie w sposób cykliczny, z przerwami w cyklu. W trakcie generowania impulsów materiał jest topiony i odparowywany oraz usuwany ze szczeliny, a podczas gdy trwa przerwa pomiędzy seriami impulsów materiał ma czas na schłodzenie. Częstotliwość impulsów jest głównym parametrem wpływającym na szybkość procesu. Przy zastosowaniu zbyt długich przerw między impulsami, materiał może nie zostać przecięty. Jednak jeśli częstotliwość impulsów okaże się zbyt wysoka, proces zachowuje się jak podczas użycia wiązki ciągłej i pojawiają się wszystkie powyżej wymienione problemy.

Systemy laserowe

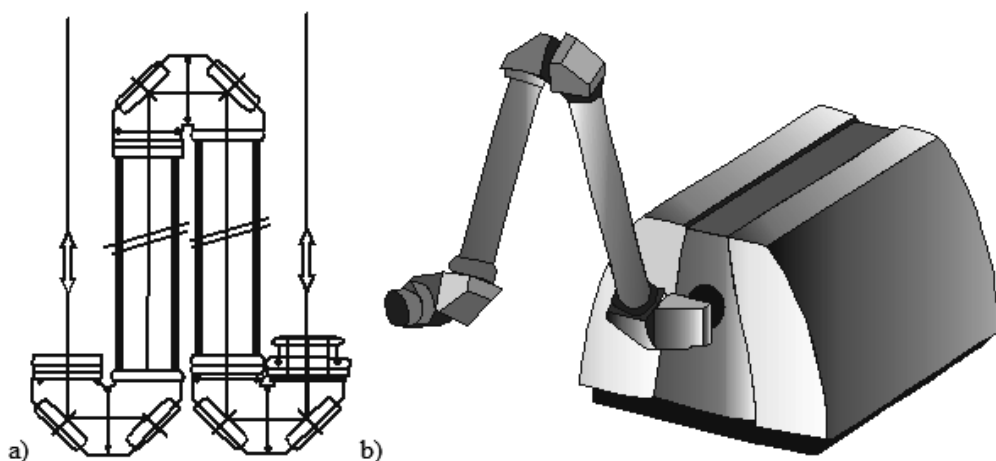
Wiązka laserowa używana w przemyśle w technologiach laserowych jest jednym z elementów całego systemu narzędzi, które uczestniczą w procesie. Ponadto potrzebne są jeszcze systemy, które będą sterować procesem, systemy zapewniające prawidłowe kierowanie wiązki jak i jej transportowanie w miejsce obróbki, oraz inne, w zależności od rodzaju procesu. Systemy laserowe stosowane w przemyśle składają się z czterech głównych elementów:

- generatora wiązki (źródło lasera) i systemu kontroli

- elementów skupiających wiązkę (lustra, soczewki, specjalne elementy optyczne)
- układu dostarczającego wiązkę (elementy optyczne, soczewki, lustra)
- części roboczych (dysze, czujniki systemu)

Systemy zwierciadeł

Systemy dostarczające wiązkę stosowane są do kierowania wiązki od źródła lasera do miejsca docelowego tak, aby zachować jej właściwości i jakość (rys. 1). W laserach CO₂ tę funkcję pełnią odpowiednie systemy zwierciadeł. Lasery, których źródła do wzmacniania wiązki wykorzystują ciała stałe, jak i lasery diodowe z uwagi na długość fali wykorzystują do tego celu światłowody. Wydajne systemy chłodzące, które zapobiegają przegrzaniu i uszkodzeniu elementów znajdują zastosowanie przy systemach dostarczających wiązkę laserowe o dużej gęstości mocy. Lasery CO₂ wraz z lustrami odbijającymi stosowane są jako elementarny system dostarczania wiązki do miejsca obrabianego. Dostarczanie do miejsca obróbki wiązki o niezmiennych parametrach zapewniają zwierciadła o wysokiej skuteczności odbicia oraz powierzchnie wysokiej jakości wraz z precyzyjnymi systemami mechanicznymi. Coraz częściej używane są zwierciadła z czystej miedzi ze względu na swoje własności rozpraszania ciepła, posiadające 99% skuteczności odbijania promieni, jednak coraz częściej można spotkać się ze zwierciadłami, które pokrywane są warstwami tego metalu. W związku z poszerzeniem zastosowań w przemyśle stworzono systemy dostarczające wiązkę, które mogą pracować w trzech wymiarach. Metoda ta pozwoli na obróbkę przedmiotów o skomplikowanych, przestrzennych kształtach, przy zastosowaniu lasera, który posiada wiele zalet.



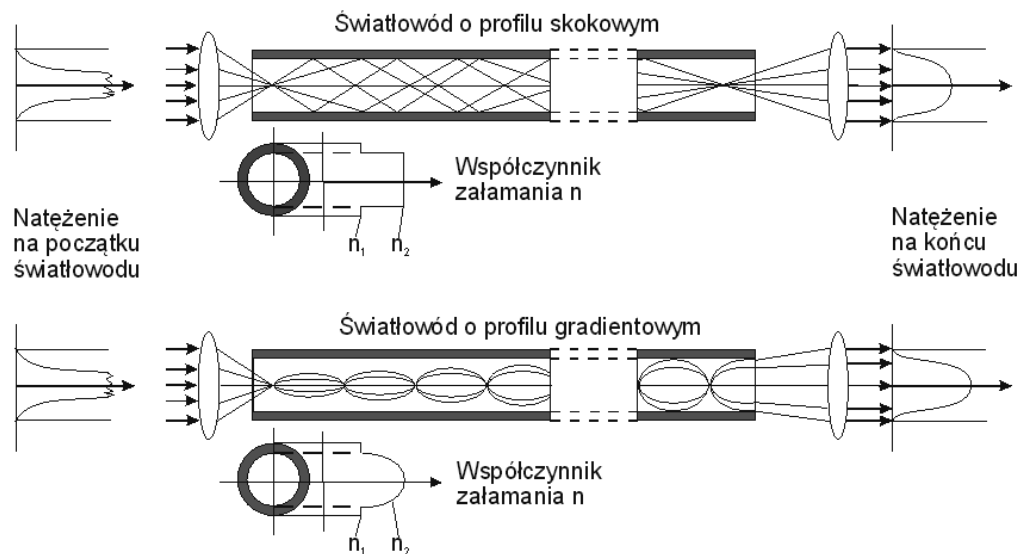
Rys. 1. Schemat a) i rysunek b) przegubowego ramienia dostarczającego wiązkę laserową.

Systemy światłowodowe

Długość fali promieniowania laserowego wytwarzanego przez lasery oparte na ciele stałym i lasery diodowe umożliwia transmisję za pomocą światłowodów. Dzięki niezwykle elastycznym włóknom optycznym światłowód umożliwia wysłanie wiązki do miejsc przetwarzania, do których nie mogą dotrzeć inne systemy dostarczające promieniowanie laserowe.

Światłowody poprowadzone są podobnie jak przewody elektryczne od źródła lasera do miejsca pracy (Rysunek 2). Urządzenia do korekcji zniekształceń wiązki powinny być instalowane w regularnych odstępach wzdłuż długości rury, aby zapobiec degradacji wiązki.

Nadmierne naprężenie włókna lub dynamiczny ruch ramienia robota może spowodować deformację. Podczas układania światłowodu ważne jest, aby promień skrzywienia pozostał jak najłagodniejszy.



Rys. 2. Transport wiązki przez światłowód z profilami skokowymi i gradientowymi.

W najnowszej generacji światłowodów stosowanych w przemyśle laserowym znajdują się aż do sześciu rdzeni – o średnicy od 0,15 mm do 1,5 mm – i jest ona w stanie zasilać kilka stacji roboczych jednocześnie. Mogą obsługiwać pojedyncze sprzęty lub też moc dostarczana do jednego stanowiska może być rozdzielona na kilka światłowodów.

Skupianie wiązki

W przemyśle systemy laserowe są zbudowane w taki sposób, wygnereowana wiązka przez laser, dokonuje przejścia przez przeróżne systemy zanim do miejsca docelowego dotrze, w którym użyta zostanie jej energia. Droga jaką wiązka musi przebyć do miejsca, w którym zostanie wykorzystana jest realizowana za pomocą teleskopów, systemów zwierciadeł lub światłowodów, po drodze jednak występuje najważniejszy system zwany – systemem skupiającym. Ma on za zadanie przeprowadzać korektę wszystkich odchyłów promienia laserowego a także ma on skupić całą energię w punkcie dla niego odpowiednim. Ma to duże znaczenie dla każdego z rodzajów obróbki – bezpośrednio wpływa to na jakość oraz szybkość przeprowadzania procesu, a także na to ile energii zostanie zużytej do prawidłowego przewadzenia procesu. Najczęściej można spotkać połączenie system skupiania wiązki z elementem zwanym głowica robocza, a projektowanie danego procesu jest mając takie dane procesu jak: średnica wiązki na początku, żądana średnica promienia na obrabiany materiale oraz sposób w jaki będzie realizowana obróbka i jej rodzaj. Zadaniem głowicy roboczej jest dostosowywanie przekroju wiązki lasera do średnicy jaka jest wymagana dla danego procesu, względem powierzchni obrabianego materiału. Realizowane jest to za pomocą odpowiedniej modyfikacji odległości pomiędzy optycznymi elementami skupiającymi wiązkę. W miarę możliwości średnica promienia, który trafia na optykę powinna być stała na obrabianym przedmiocie, zapewni to utrzymanie stałej średnicy wiązki. Techniki laserowe to metody

obróbki termicznej materiałów, w których następować mogą zmiany stanu skupienia materiałów obrabianych, co może powodować tworzenie się żrących oparów a także osiadanie par metali na roboczych częściach maszyny. Kwarcowe szkła służą do ochrony optycznych elementów przed bezpośrednim działaniem czynników szkodliwych, umieszczone one są pomiędzy miejscem obróbki a poszczególnymi układami optycznymi służącymi do skupiania promieni diodowych lasów i znajdujących się na ciele stałym laserów.

Dysze

Obróbka materiałów za pomocą prawidłowo uformowanej i skupionej wiązki laserowej polega na obróbce materiałów z wykorzystaniem gazów. W zależności od procesu gaz służy do ochrony przed czynnikami atmosferycznymi lub stanowi integralną część mechanizmu procesu. W większości procesów gazy te dostarczane są przez odpowiednio wyprofilowane dysze, dzięki czemu gaz jest dostarczany bezpośrednio do miejsca kontaktu wiązki laserowej z obrabianym materiałem. Podczas cięcia metali i niemetalu dysze dostarczają gazy, które wspomagają usuwanie produktów spalania ze szczeliny cięcia, lub same działają jako czynniki tnące, jak w przypadku cięcia przez wypalanie, podczas którego materiał poddajemy działaniu zogniskowanej wiązki jest wypalany przez strumień tlenu lub mieszaniny gazów zawierającej tlen. Podczas procesu cięcia sublimacyjnego gaz służy do rozpraszania powstających w procesie substancji lotnych oraz do ochrony mechanizmów optycznych głowicy.

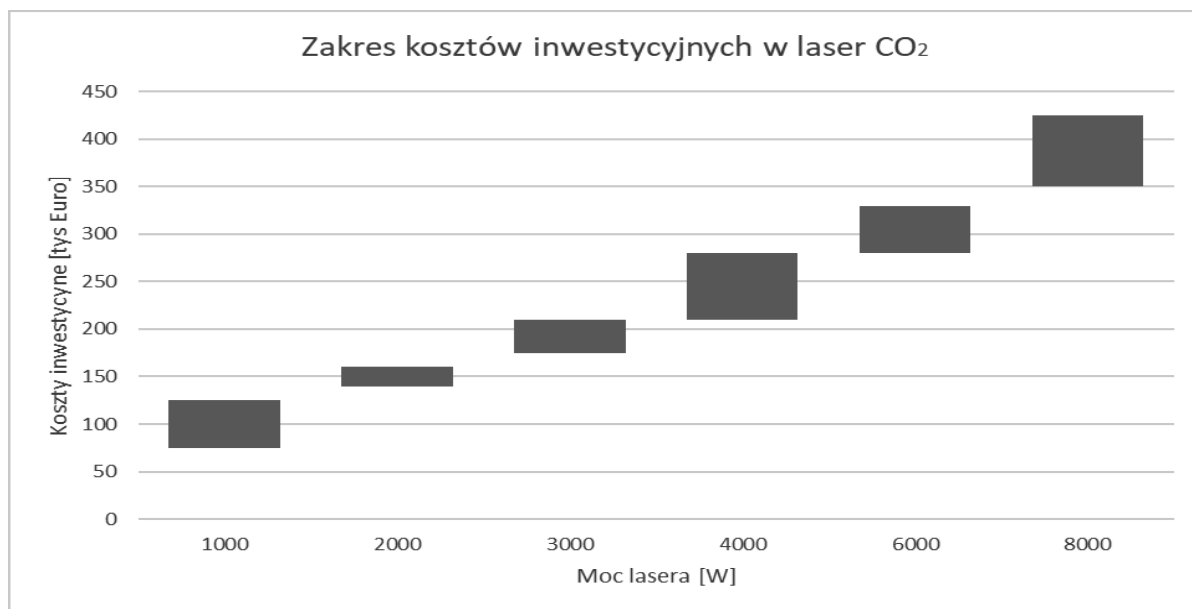
Głowice robocze

Na głowicę roboczą składa się kilka optycznych systemów, które za zadanie mają skupić wiązkę, w których skład wchodzi dyszę służącą do podawania gazu w miejsce, w którym odbywa się obróbka, a docelowo wszystkie te systemy są skumulowane w pojedynczy system czyli głowicę roboczą. W skład jej wchodzi także system chłodzenia optyki, czujniki do kontrolowania odległości od materiału oraz mechanizmy centrujące względem wiązki wszystkie jej elementy. Budowa głowicy bezpośrednio związana jest z przeznaczeniem, systemem ruchu, rodzajem źródła wiązki oraz stopnia precyzji pracy.

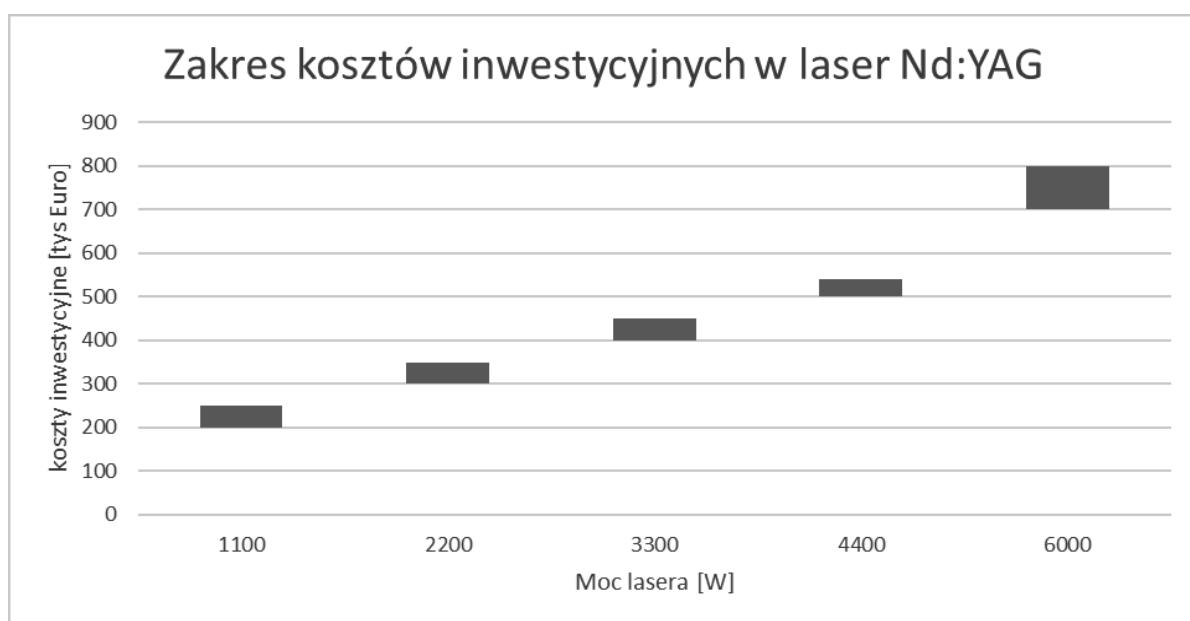
Aspekty ekonomiczne cięcia laserowego

W wyniku wysokich kosztów inwestycyjnych i ryzyka wiążącego się z inwestowaniem w nowe rozwiązania technologiczne, na początku technologia cięcia za pomocą wiązki promieniowania laserowego była wykorzystywana jedynie do wykonywania elementów, które wymagały doskonałej precyzji lub nie były możliwe do wykonania innymi metodami. W dzisiejszych czasach ze względu na rozwój technologii i przemysłu cięcie laserowe jest chętnie wykorzystywane w wielu przedsiębiorstwach. Dzięki zaznajomieniu się z możliwościami i aspektami technicznymi metod cięcia laserowego w dzisiejszych czasach procesy prowadzone tymi metodami cieszą się bardzo dużą precyzją i wydajnością, co przekłada się na liczne korzyści finansowe dla firm, które z nich korzystają. Najbardziej powszechnie wykorzystywanymi w przemyśle laserami są lasery CO₂ oraz Nd:YAG, których zaimplementowanie często wymaga analizy kosztów i aspektów inwestycji ze względu na wysoki koszt urządzeń. Firmy muszą brać pod uwagę aspekty związane z wykorzystaniem technologii na linii produkcyjnej, aspekty eksploatacyjne oraz po jakim czasie inwestycja się zwróci przy założonych warunkach produkcji. Analiza ta często budzi pytanie czy lepszym ekonomicznie rozwiązaniem będzie zastosowanie technik tradycyjnych, które są o wiele tańsze w implementacji. Do przeliczenia kosztów zaimplementowania technologii cięcia laserowego trzeba zwracać uwagę na konieczność rozbudowy systemów, zapotrzebowanie na rynku, koszt

maszyn i urządzeń, oraz koszt ich eksploatacji. Na Rysunkach 3,4,5 przedstawiono zakres kosztów inwestycyjnych oraz eksploatacyjnych [1][4-11].



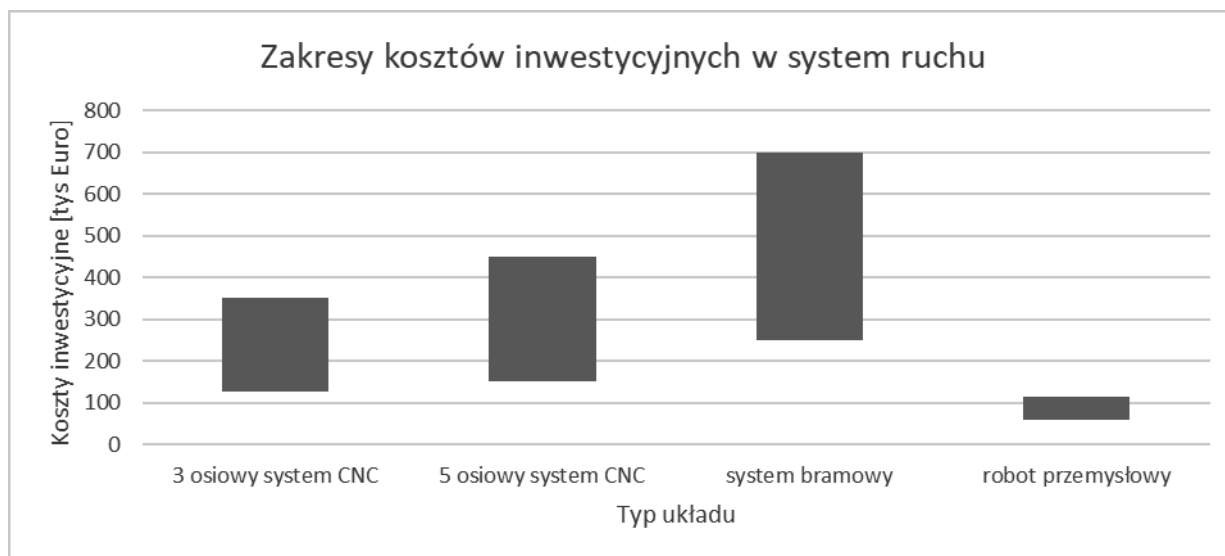
Rys. 3. Wykres przedstawiający zakres kosztów inwestycyjnych w laser CO₂ (z systemem chłodzenia)



Rys. 4. Wykres przedstawiający zakres kosztów inwestycyjnych w laser Nd:YAG (z systemem chłodzenia)

Jak możemy zauważyć koszty inwestycyjne rosną wraz ze wzrostem mocy lasera co wynika z konieczności wykorzystania bardziej skomplikowanych rozwiązań technologicznych. Wykorzystywanie laserów o wysokiej mocy wymaga stosowania odpowiedniego układu chłodzenia oraz optyki, która jest dostosowana do wykorzystywanej mocy aby wiązka promieniowania laserowego w dalszym ciągu spełniała założenia jakości wykonywanych

elementów i warunków eksploatacyjnych. W przypadku laserów Nd:YAG pompowanych diodowo zwiększenie mocy przekłada się na zwiększenie wielkości układu poprzez zwiększenie ilości diod wykorzystywanych do zainicjowania wiązki promieniowania laserowego.



Rys. 5. Wykres przedstawiający zakres kosztów inwestycyjnych w systemy ruchu bez uwzględnienia źródła lasera

PODSUMOWANIE

Skoncentrowana moc wiązki laserowej zrewolucjonizowała przemysł cięcia materiałów. Pozwala ona na cięcie większości materiałów oraz umożliwia cięcie w sposób którego nie da się osiągnąć metodami konwencjonalnymi. Odpowiednio skupiony promień lasera jest w stanie ciąć z dokładnością nawet do mikrometrów co nie jest możliwe w przypadku nawet wysoce zaawansowanych metodach termicznego i mechanicznego cięcia. Termiczne metody cięcia nie są w stanie precyzyjnie skupić energii jak to jest w przypadku wiązki laserowej. W celu dostarczenia odpowiedniej ilości energii, płomień gazowy lub strumień plazmy musi oddziaływać na dużą powierzchnię. Z laserami jest odwrotnie, im mniejszy punkt, tym bardziej jest skupiona wiązka a co za tym idzie przenosi więcej energii.

Wadą systemów laserowych jest ich wysoki koszt inwestycyjny związany z zakupem urządzeń i systemów sterowania mało konkurencyjnych w porównaniu do metod konwencjonalnych.

Systemy laserowe oferują ogromne możliwości w procesach cięcia różnych materiałów których nie oferują nam metody konwencjonalne. Systemy laserowe oferują nam:

- Uzyskanie małych szerokości szczelin przy zachowaniu równych krawędzi,
- Zminimalizowanie SWC,
- Zminimalizowanie odkształceń materiału.

Brak bezpośredniego kontaktu wiązki laserowej z powierzchnią przecinanego materiału pozwala na:

- Całkowite wyeliminowanie odkształceń,
- Bezpieczne cięcie materiałów o dużej twardości,

- Brak konieczności wymiany części roboczych stykających się z materiałem w przypadku cięcia mechanicznego,
- Zminimalizowanie hałasu.

Dodatkowo cięcie wiązką laserową daje dużą kontrolę nad procesem co ma związek z:

- Możliwość cięcia różnych materiałów,
- Szybka zmiana geometrii cięcia,
- Wysoka automatyzacja procesu,
- Możliwość wycinania skomplikowanych kształtów,
- Możliwość cięcia przedmiotów o skomplikowanej geometrii.

PODZIĘKOWANIE

Praca powstała w wyniku realizacji projektu w ramach kształcenia zorientowanego projektowo - PBL, w konkursie VIII w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza, Politechnika Śląska.

LITERATURA

- [1] Wirth P.: Introduction to industrial laser materials processing. ROFIN Group, Hamburg, 2004
- [2] Havrilla D. Anthony P.: Laser cutting process fundamentals and troubleshooting guideline. Rofin-Sinar, Plymouth Michigan, 1999
- [3] Koebner H.: Industrial applications of laser. Chichester, New York 1984
- [4] Schaeffer R.: Laser cutting of large sheet materials. Welding and metal fabrication 7, 2001
- [5] Faerber M.: Laser cutting – current state of the technology development. Przegląd spawalnictwa 06, 2007
- [6] BUŁAWA, J. Wpływ składników kosztów eksploatacji lasera na koszt cięcia. Welding Technology Review, 2007, 79.6: 8-10.
- [7] Migliore L.R.: Interaction between light and matter during laser processing. The Fabricator, 05, 1993
- [8] Szczeciński Z.: Laserowe cięcie materiałów. Przegląd spawalnictwa 08, 1986
- [9] MacLellan D.: Fine cutting with lasers. Medical device technology, 01/02, 2003
- [10] Mirski Z.: Możliwości zastąpienia azotu powietrzem przy cięciu laserowym. Przegląd spawalnictwa 01, 2004
- [11] Pond J.B.: Rough cut. Cutting tool engineering, 03, 1990

Materiały gradientowe wytwarzane technologią przyrostową - druk 3D

E. Bohn^a, K. Cuber^b, N. Kapek^c, I. Fryga^d, D. Kmiciek^d, A. Czub^d, A.J. Nowak^e

- ^a Studentka Politechniki Śląskiej, Wydział Inżynierii Biomedycznej;
e-mail: ewelboh062@student.polsl.pl
- ^b Student Politechniki Śląski, Wydział; Mechaniczny Technologiczny;
e-mail: kacpcub129@student.polsl.pl
- ^c Studentka Politechniki Śląskiej, Wydział Organizacji i Zarządzania;
- ^d Studentka Politechniki Śląskiej, Wydział Chemiczny; alicczu367@student.polsl.pl
- ^e Politechnika Śląska Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych, ul Towarowa 7a, 44-100 Gliwice; e-mail: agnieszka.j.nowak@polsl.pl

Streszczenie: W artykule opisano proces wytwarzania i wyniki badań wytrzymałościowych nowo opracowanych materiałów gradientowych wytworzonych technologią przyrostową - druku 3D (metoda FFF). W szczególności skupiono się na ocenie zmian właściwości opracowanych materiałów, po zastosowaniu odpowiedniego rozkładu jednego składnika w drugim pozyskując dzięki temu gradient badanych własności. Wyniki te porównano z zastosowanymi materiałami – próbkami referencyjnymi. Opracowano modele znormalizowanych próbek do badań wytrzymałościowych uwzględniających gradient materiału oraz próbek referencyjnych. Do wytworzenia materiału gradientowego wykorzystano dwa materiały termoplastyczne różniące się między sobą sprężystością tj.: PLA i TPU. Próbki poddano badaniom wytrzymałościowym: statycznej próbie rozciągania, zginania, uderzenia i twardości. Przedstawiono analizę otrzymanych wyników oraz wybrane zdjęcia mikroskopowe pozyskanych przełomów.

Abstract: The article describes the manufacturing process and the results of strength tests of newly developed gradient materials produced by incremental technology - 3D printing (FFF method). In particular, the focus was on assessing changes in the properties of the developed materials after applying the appropriate decomposition of one component in the other, thus obtaining a gradient of the tested properties. These results were compared with the materials used - reference samples. Models of standardized samples for strength tests considering the material gradient and reference samples were developed. Two thermoplastic materials that differ in elasticity, i.e., PLA and TPU, were used to produce the gradient material. The samples were subjected to strength tests: static tensile, bending, impact and hardness. Finally, an analysis of the obtained results and selected microscopic photos of the obtained fractures are presented.

Słowa kluczowe: materiały gradientowe, termoplastyczne, druk 3D, metoda FFF.

1. WSTĘP

W przemyśle poszukiwane są coraz to bardziej innowacyjne sposoby wytwarzania materiałów, technologii ich przetwórstwa w celu uzyskania jak najlepszej jakości produktu. Elementy wykonane w technologii przyrostowej - druku 3D mogą nie tylko zastępować przedmioty codziennego użytku, ale również wzbogacać je o nowe cechy lub optymalizować je pod kątem funkcjonalności. Technologia przyrostowa (druk 3D) wpływa na skrócenie czasu wytwarzania i większą precyzję wykonania elementów – stanowi obiecującą alternatywę dla konwencjonalnych metod wytwarzania [1].

Spośród mnóstwa odmian technologii przyrostowych (druku 3D) można wyróżnić cztery podstawowe, te najbardziej rozpowszechnione metody [2]:

- FFF/FDM z ang. „*Fused Deposition Modelling lub Fused Filament Fabrication*”,
- SLA z ang. „*Stereolithography*”,
- SLS z ang. „*Selective Laser Sintering*”,
- CJP z ang. „*Color Jet Printing*”.

W omawianej pracy do wytworzenia nowo opracowanego materiału gradientowego wykorzystano metodę FFF szczegółowo opisaną poniżej.

Druk 3D łączy szybkość powstawania elementu z ekonomicznością druku. Drukarki 3D FDM klasy desktopowej doskonale sprawdzają się w szybkim prototypowaniu i w testowaniu funkcjonalnym. Wydruki 3D w przemysłowej wersji FDM nie ustępują obiektom wykonanym metodą wtrysku. Metoda ta polega na układaniu warstw z wytłaczanego przez dyszę tworzywa (ang: filament), podgrzanego do temperatury uplastycznienia.[3] Dozowanie filamentu w sposób ciągły realizowane jest w prosty sposób dzięki zastosowaniu tworzywa w postaci drutu o ustalonej średnicy. Drut ten jest z określoną prędkością wsuwany do komory układu uplastyczniającego, zapewniając ciągły dopływ roztopionego tworzywa do dyszy. Głowica zawierająca silnik przesuwający filament, cewkę roztapiającą i dyszę przemieszcza się w czasie drukowania pojedynczej warstwy w płaszczyźnie XY nad obiektem. Oprogramowanie steruje kierunkiem przemieszczania głowicy i prędkością wytłaczania filamentu. Przejście do kolejnej warstwy realizowane jest przez podniesienie dyszy lub obniżenie platformy z obiektem [4].

Precyzja tej metody zależy od średnicy dyszy, czułości układu jej pozycjonowania jak również od właściwości krzepnięcia filamentu. Obecnie przeciętna grubość warstwy uzyskiwana przez dostępne urządzenia oscyluje w okolicy 0,2mm. Częstą bolączką tej metody jest zjawisko zniekształceń obiektu wskutek kurczenia się stygnącego filamentu. Specyfika metody umożliwia drukowanie tylko jednym filamentem na raz, co pozwala na uzyskanie jednokolorowego wydruku. Istnieją rozwiązania kilku głowicowe pozwalające na wydruki najczęściej dwukolorowe. Kolejną wadą metody jest konieczność umieszczania drukowanej warstwy na podkładzie, rozpuszczony filament musi mieć podporę zanim zastygnie. Nie możliwe jest więc wydrukowanie elementów wystających z powierzchni obiektu bez dodatkowego drukowania specjalnych podpór (ang. support). Podpory te mogą być drukowane z tego samego tworzywa lub w przypadku systemów wielogłowicowych ze specjalnego tworzywa rozpuszczalnego. Zaletą tej metody jest możliwość częściowego wypełniania wnętrza drukowanego elementu z wykorzystaniem wzorów usztywniających konstrukcję. Pozwala to na oszczędność materiału i czasu druku i umożliwia uzyskanie lekkich

obiektów o dużej wytrzymałości mechanicznej. O znacznej popularności tej metody decyduje niski koszt zarówno urządzenia jak i samego wydruku [4-6].

Znaczący wpływ na wysoki poziom popularności technologii FDM ma duża różnorodność filamentów wykorzystywanych do tworzenia przestrzennych wydruków. Przejawia się ona nie tylko poprzez bardzo szerokie spektrum kolorystyczne dostępnych materiałów termoplastycznych. Wspomniana różnorodność wynika jednak przede wszystkim z mnogości rodzajów materiałów, z których filament bywa wytwarzany. Surowcami najpopularniejszymi są PLA, ABS, PET-G, PP, SILK czy TPU. Materiały te nie są jedynymi termoplastami budującymi rodzajowy wachlarz filamentowy, obecnie intensywnie poszukuje się nowych rozwiązań materiałowych nadających się do przetwórstwa tą metodą [7].

PLA, czyli poli(laktyd), to jeden z najpopularniejszych materiałów wykorzystywanych w druku 3D. Materiał ten to biopolimer klasyfikowany jako poliester alifatyczny. Do jego produkcji wykorzystuje się między innymi skrobię kukurydzianą lub trzcinę cukrową. Uznawany jest za biodegradowalny, chociaż bez zapewnienia specjalnych warunków – na przykład w kompostowni – jego degradacja trwa bardzo długo. Jest wrażliwy na wysokie temperatury – odkształca się już w temperaturze 50-60°C. Przez to wykluczone jest używanie przedmiotów wykonanych z tego materiału wszędzie tam, gdzie byłyby narażone na wyższe temperatury. PLA stosowany jest do wytwarzania różnego rodzaju opakowań jednorazowych, może być też składnikiem wchłanianych nici chirurgicznych, opatrunków, stentów, implantów ortopedycznych i rusztowań dla scaffoldów tkankowych ze względu na swoją biokompatybilność i nieprzekraczający kilku lat czas degradacji. W postaci włókien i tkanin możemy go spotkać pod postacią ubrań jednorazowych, tapicerki czy produktów higienicznych takich jak pieluchy. Znajdziemy go nawet w składzie kremów – czy to jako nośnik substancji odżywczych, czy jako wypełniacz zmarszczek [8].

TPU, czyli termoplastyczny poliuretan (kopolimery blokowe). Elastyczne tworzywo w ujęciu mikroskopowym składa się z dwóch rodzajów struktur: długich, podatnych na odkształcenia łańcuchów „miękkich” oraz krótszych, mocno spolaryzowanych łańcuchów „twardych”. Tworzą one właściwie strukturę krystaliczną. Jeśli jednak TPU podgrzejemy, wówczas krystaliczna „sieć” zmienia właściwości i poliuretan możemy bardzo łatwo formować. Powierzchnia wydrukowanych z niego obiektów trójwymiarowych jest wyjątkowo odporna na destrukcyjny wpływ sił tarcia. Filament TPU stanowi zatem materiał, z którego wykonywać można elastyczne wydruki, które będą mieć często do czynienia z tego typu oddziaływaniami. Struktury, które wydrukowano z danego tworzywa, są trudne do rozerwania. Ta właściwość filamentu TPU sprawia, iż stanowi on przykład doskonałego termoplastu elastycznego. Tworzywo jest wykorzystywane w przemyśle samochodowym (wykazują wysoką trwałość w kontakcie z wieloma substancjami chemicznymi – przede wszystkim z olejami i smarami), produkcji akcesoriów sportowych, narzędzi, urządzeń medycznych czy w laminowaniu szkła. Po zastosowaniu folii z TPU szyby i lustra stają się odporniejsze na pęknięcie i uderzenia. Z poliuretanem stykamy się w naszym życiu na co dzień, ponieważ stanowi on jeden z najbardziej lubianych surowców do produkcji etui na telefony komórkowe. „Gumowe” osłonki, do których wkładamy smartfony, wykonane są najczęściej właśnie z TPU [9].

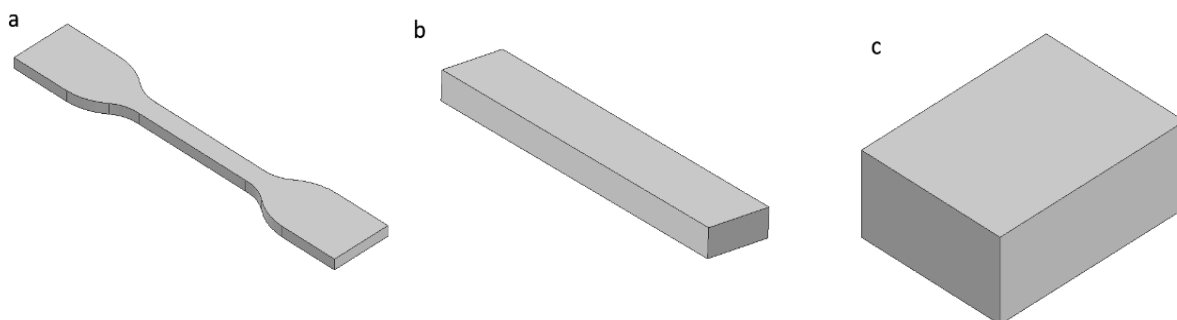
W świetle wyżej przedstawionych przesłanek głównym celem projektu było pozyskanie charakterystyki materiałowej nowo opracowanych materiałów gradientowych wytwarzanych

technologią przyrostową – druk 3D metoda FFF. Celem pośrednim projektu było przybliżenie Zespołowi realizującemu projekt podstaw planowania eksperymentu wykonania szeregu badań pozwalających opracować jego pełną charakterystykę materiałową z uwzględnieniem technologii jego wytwarzania.

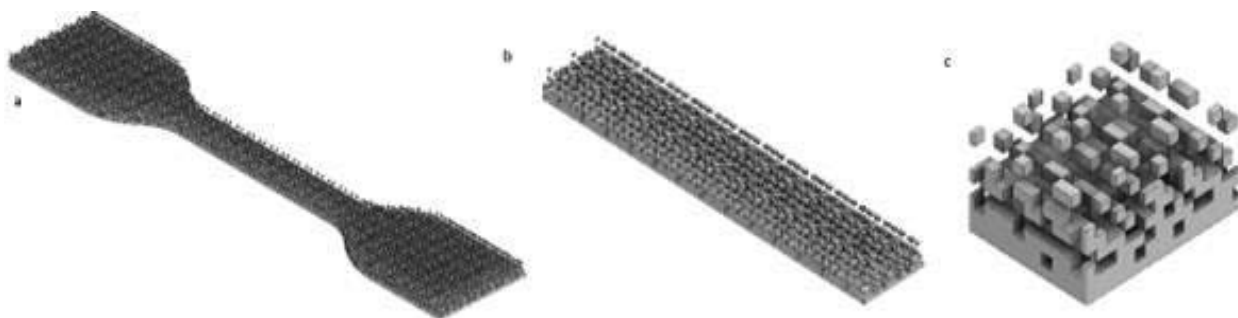
2. MATERIAŁY DO BADAŃ I WYTWARZANIE PRÓBEK

W pracy jako materiały bazowe wykorzystano popularne w technologii przyrostowej czysty poli(laktyd) oraz termoplastyczny poliuretan. Wykonano trzy rodzaje znormalizowanych próbek: wioselka o przekroju pomiarowym 37,5 x 3 mm i całkowitej długości 112,5 mm, belki o wymiarach 80 x 15 x 6 mm, kostki o wymiarach 40 x 30 x 15 mm wytworzono metodą przyrostową (druk 3D), w technologii FDM.

Do przygotowania projektu próbek (Rys. 1) oraz plików do druk (Rys. 2) wykorzystano odpowiednio oprogramowanie Invetor oraz FlashPrint 5 (slice). Do fizycznego wytworzenia pakietu znormalizowanych próbek użyto drukarki Flashforge Creator 2 Pro, posiadającej 2 głowice co umożliwiło druk z dwóch materiałów jednocześnie. Wykorzystano materiał PLA oraz TPU, ponieważ znacząco różnią się sprężystością, a temperatura ich druku znajduje się w podobnym zakresie – można wyznaczyć część wspólną względem, której należało dobrać odpowiednie parametry druku. Przyjęte w pracy symbole wytworzonych próbek w raz z ich opisem przedstawiono w tabelicy nr 1.



Rysunek 1. Zaprojektowane modele: a-wioselko, b- belki, c-kostki
Figure 1. Designed models of a-rows, b-beams, c-cubes



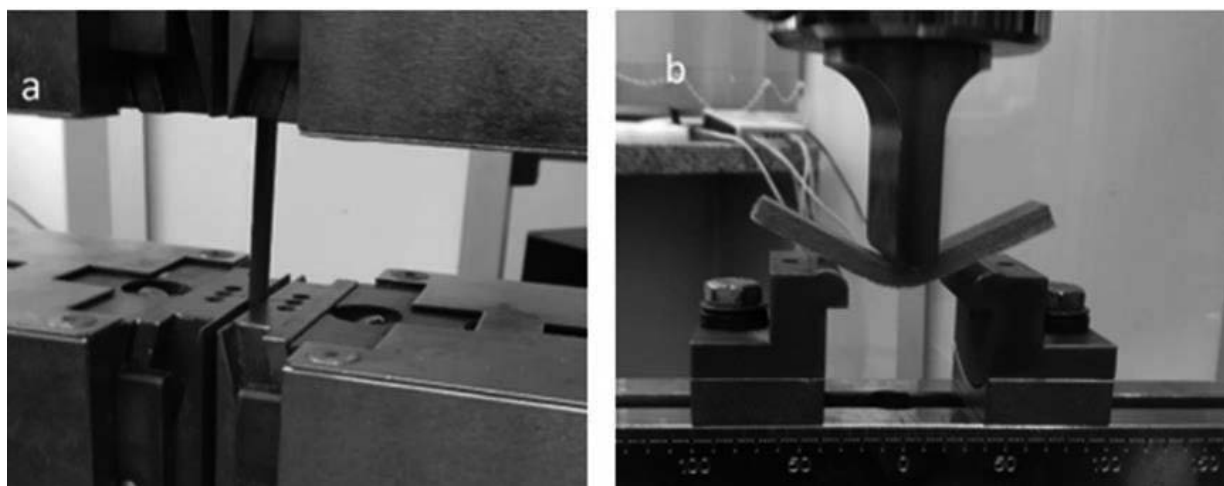
Rysunek 2. Zaprojektowane modele gradientowe: a- wioselko, b- belka, c- kostka
Figure 2. Designed gradient models of a-rows, b-beams, c-cubes

Tablica 1. Przyjęte w pracy symbole wytworzonych próbek
Table 1. The symbols of the produced samples adopted in the work

Oznaczenie	Opis
PLA_n	PLA o kolorze niebieskim
PLA_ż	PLA o kolorze żółtym
TPU_cz	TPU o kolorze czerwonym
TPU_sz	TPU o kolorze szarym
G_sz	Gradient, TPU o kolorze szarym, PLA o kolorze niebieskim
G_cz	Gradient TPU o kolorze czerwonym, PLA o kolorze żółtym
G_I	Gradient, pomiar wykonywany od strony PLA
G_II	Gradient, pomiar wykonywany od strony PLA

3. METODYKA

Statyczna próba rozciągania (Rys. 3a) dla wytworzonych serii próbek z materiałów komercyjnie dostępnych na rynku PLA, TPU oraz próbek z wykorzystaniem gradientu tych materiałów została wykonana zgodnie z normą PN-EN ISO 527 „Tworzywa sztuczne. Oznaczenie właściwości mechanicznych przy statycznym rozciąganiu” przy użyciu maszyny wytrzymałościowej Zwick/Roell Z020. Metoda ta polega na jednoosiowym rozciąganiu próbki w kształcie wiosełka o ściśle określonych wymiarach ze stałą prędkością aż do jej zerwania. Zbadano 5 próbek z materiału TPU, 6 próbek z materiału PLA oraz 8 próbek z wykorzystaniem gradientu z PLA do TPU. Natomiast próbę trójpunktowego zginania (Rys. 3b) wykonano zgodnie z normą PN-EN ISO 178 „Tworzywa sztuczne. Oznaczenie właściwości przy zginaniu”. Wykorzystano do tego maszynę wytrzymałościową Zwick/Roell Z020. Polega ona na powolnym obciążaniu środka próbki w kształcie belki podpartej na obu końcach aż do jej zniszczenia (pęknięcia) lub uzyskania umownej wartości największego ugięcia.



Rysunek 3. Próbkę podczas statycznej próby: a – rozciągania, b – trójpunktowego zginania
Figure 3. Samples during static: a – tensile test, b – three-point bending test

Twardość oznaczono metodą wciskania kulki. Badanie to wykonano na twardościomierzu Zwick/Roell 3016 zgodnie z normą PN-EN ISO 2039-1 „Tworzywa sztuczne. Oznaczenie twardości. Część 1: Metoda wciskania kulki”. Zastosowane obciążenie

podczas badania wynosiło 132N w przypadku badań materiału gradientowego i czystego PLA oraz 49N w przypadku TPU. Do wyznaczenia udarności wykorzystano 5J młot Charpy'ego (Rys. 4) na młocie wahadłowym Zwick/Roell HIT 25P. Pomiar został wykonany zgodnie z normą PN-EN ISO 179-2 „Tworzywa sztuczne. Oznaczenie udarności metodą Charpy'ego. Instrumentalne badanie udarności”. Badanie polegało na jednorazowym uderzeniu belki młotem oraz pomiarze pracy łamania.



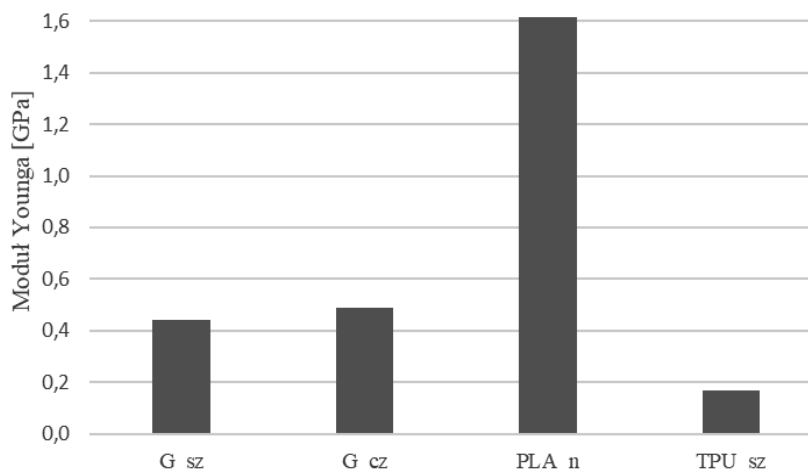
Rysunek 4. Urządzenie wykorzystane do badań udarności
Figure 4. Device used for impact tests

Próbki po badaniach udarnościowych i statycznej próbie trójpunktowego zginania poddano obserwacjom mikroskopowym na urządzeniu Leica DVM6. Wykorzystano przy tym powiększenie 30x oraz 100x. do uzyskania głębi ostrości zdjęć badanych próbek użyto opcję automatycznego składania obrazu z wielu zdjęć z różnym punktem ostrości.

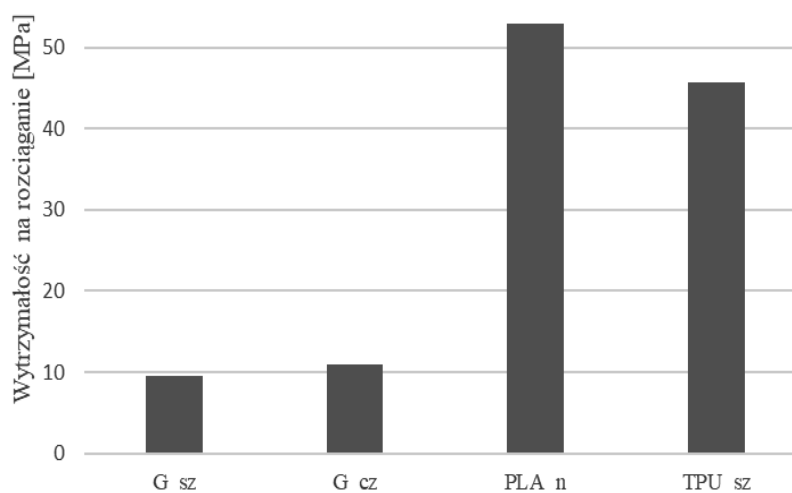
4. ANALIZA WYNIKÓW I DYSKUSJA

Wyniki badań statycznej próby rozciągania przedstawiono w sposób graficzny na rysunku nr 6. Natomiast przykładowy wykres z przebiegu badania dla każdej z serii przedstawiono na rysunku nr 7. Próbki wykonane z PLA wykazują niemal liniowy wzrost odkształcenia aż do osiągnięcia maksymalnego naprężenia równego 53 MPa, niedługo po którym ulegają zniszczeniu. Żadna z próbek wykonanych z czystego PLA nie przekracza drogi standardowej równej 5mm. Natomiast TPU wykazało się mniejszą wytrzymałością na rozciąganie, o wartości 45,7 MPa. Próbki wykonane z gradientowych połączeń PLA z TPU osiągają maksymalne naprężenie w granicach 11 MPa i oznaczają się zdecydowanie dłuższą drogą standardową przebytą przed zerwaniem, wachając się od 11 mm do nawet 59 mm. Próbki

wykonane z czystego PLA charakteryzowały się największym modułem Younga podczas rozciągania na tle innych badanych polimerów. Próbki te wykazały się wynikiem w granicach 1.61 GPa.



Rysunek 5. Porównanie uzyskanych wyników modułu Younga ze statycznej próby rozciągania.
Figure 5. Comparison of Young's modulus results obtained from a static tensile test.

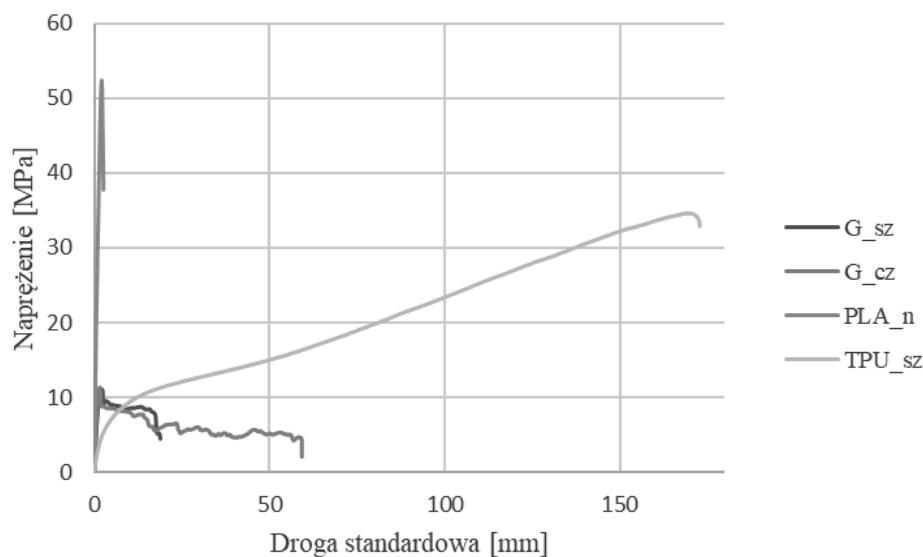


Rysunek 6. Porównanie wytrzymałości na rozciąganie badanych serii próbek.
Figure 6. Comparison of the tensile strength of the tested series of samples.

Gradientowe połączenia PLA z TPU, charakteryzowały się podobnymi do siebie wynikami modułu Younga tj. od 0,44 do 0,49 GPa. Najniższym wynikiem wykazały się próbki wykonane z TPU, osiągając wynik 0,17 GPa.

Wyniki badań dla próby trójpunktowego zginania przedstawiono w sposób graficzny na rysunku nr 9. Natomiast przykładowy wykres z przebiegu badania dla każdej z serii przedstawiono na rysunku nr 10. Próbki oznaczone jako gradient badanie od strony PLA ulegały wyraźnemu uszkodzeniu przy osiągnięciu odkształcenia równego 2,8 %. Odkształcenie to zachodziło przy osiągnięciu naprężenia równego 94 MPa. Próbki oznaczone jako gradient badanie od strony TPU ulegały wyraźnemu uszkodzeniu przy osiągnięciu odkształcenia mieszczącego się w przedziale od 5,5 do 6 %. Odkształcenie to zachodziło przy osiągnięciu naprężenia mieszczącego się w przedziale od 23,5 do 27 MPa. Większym wskaźnikiem odkształcenia względem innych próbek wykazały się próbki wykonane z czystego TPU.

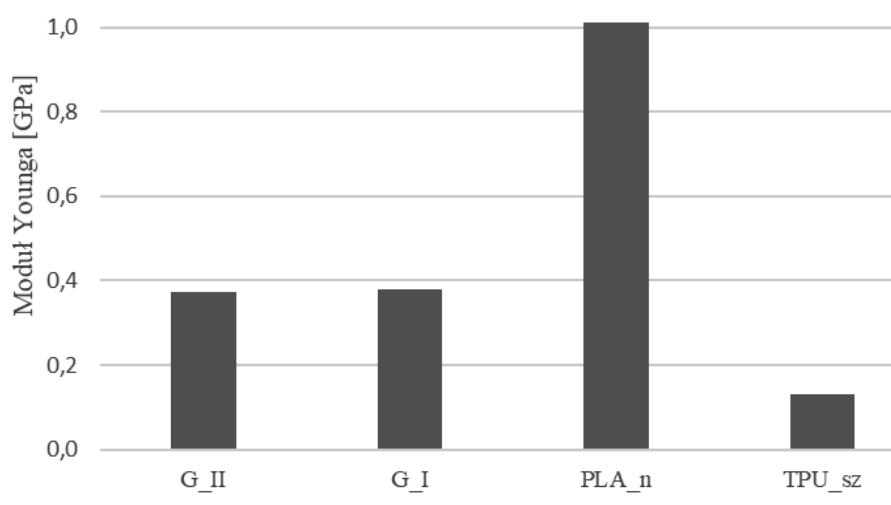
Wykazały się uśrednioną wartością odkształcenia równą 28 % przy naprężeniu równym 16 MPa.



Rysunek 7. Przykładowy wykres statycznej próby rozciągania

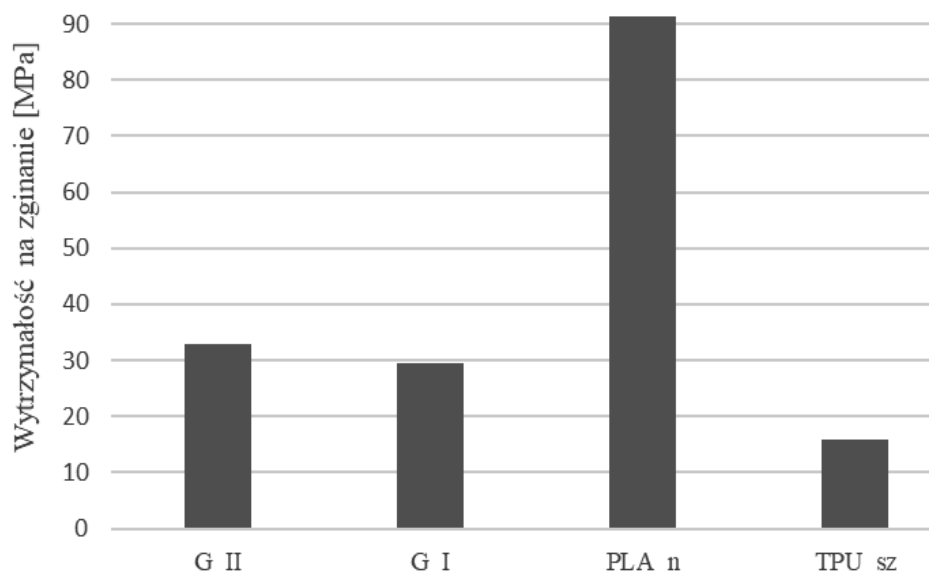
Figure 7. An example of a static tensile test diagram

Próbki wykonane z PLA wykazywały się (podczas trójpunktowego zginania) największym modułem sprężystości wzdłużnej równym 1,01 GPa. Dodatek w postaci gradientowego zaaplikowania TPU w próbkach oznaczonych jako gradient badanie od strony TPU oraz gradient badanie od strony PLA spowodował spadek modułu Younga do wartości od 0,37 GPa do 0,38 GPa. Najniższym modułem sprężystości wzdłużnej na poziomie 0,13 GPa wykazały się próbki wykonanej litego TPU.

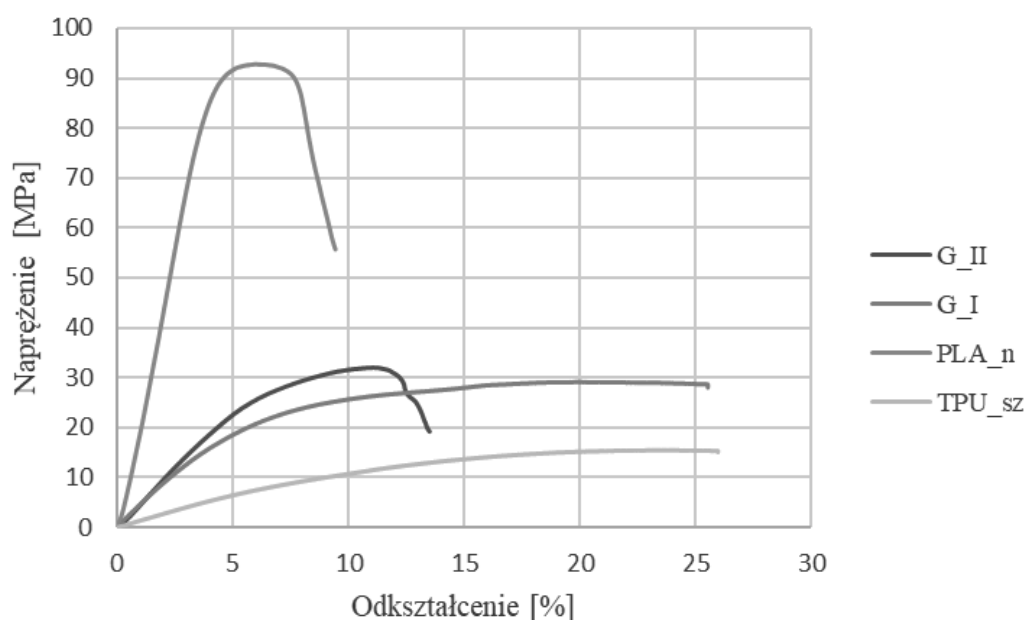


Rysunek 8. Porównanie wartości modułów Younga dla trójpunktowego zginania

Figure 8. Comparison of Young's modulus values for three-point bending



Rysunek 9. Porównanie wytrzymałości na zginanie badanych serii próbek
 Figure 9. Comparison of bending strength of tested series of samples



Rysunek 10. Przykładowy wykres dla próby trójpunktowego zginania
 Figure 10. An example diagram for a three-point bending test

Najwyższą wytrzymałością na zginanie spośród badanych materiałów charakteryzował się PLA. Połączenie PLA i TPU w opracowanym materiale gradientowego spowodowało spadek wytrzymałości, badane próbki charakteryzują się wytrzymałością na zginanie w przedziale od 29,4 MPa do 33 MPa.

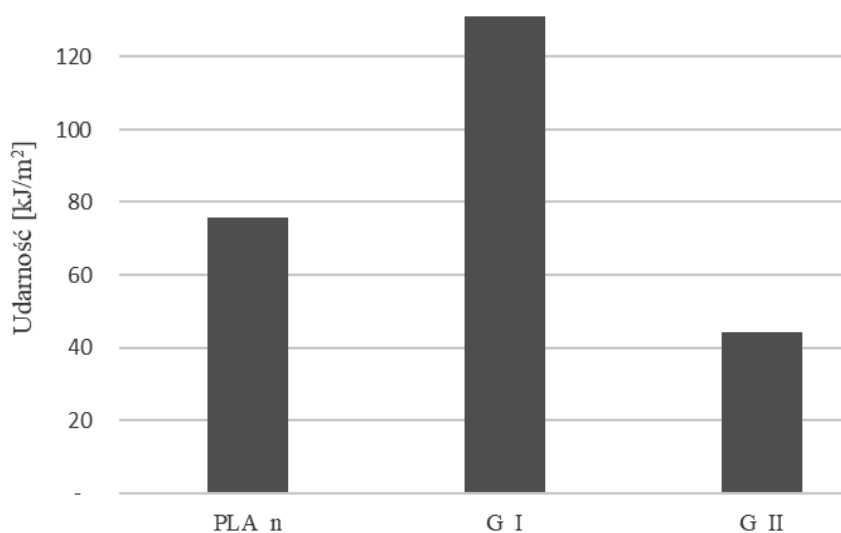
Wyniki badań udarności dla serii badanych próbek przedstawiono w sposób graficzny na rysunku nr 11.

Tablica 2. Wyniki badań udarności

Table 2. Impact test results

Oznaczenie serii próbek	Udarność, 5J; kJ/m ²	Odchylenie standardowe	Przedział ufności 95%	
PLA	75,70	22,96	55,58	95,83
G_pom	131,06	11,26	118,31	143,80
G_cz	44,07	3,64	39,95	48,19

Udarność gradientowego połączenia, w którym to PLA przyjęła zamach młota (badanie od strony PLA), charakteryzowała się największą udarnością – 131 kJ/m². Jest to udarność większa o 55 kJ/m² od bazowej próbki z czystego PLA. Najniższą udarnością wykazało się gradientowe połączenie badanie od strony TPU. Udarność tej próbki wyniosła zaledwie 44 kJ/m². Próbki z czystego TPU nie zostały poddane badaniom udarowym, zbyt elastyczny materiał.



Rysunek 11. Porównanie udarności badanych serii próbek.

Figure 11. Comparison of the impact strength of the tested series of samples.

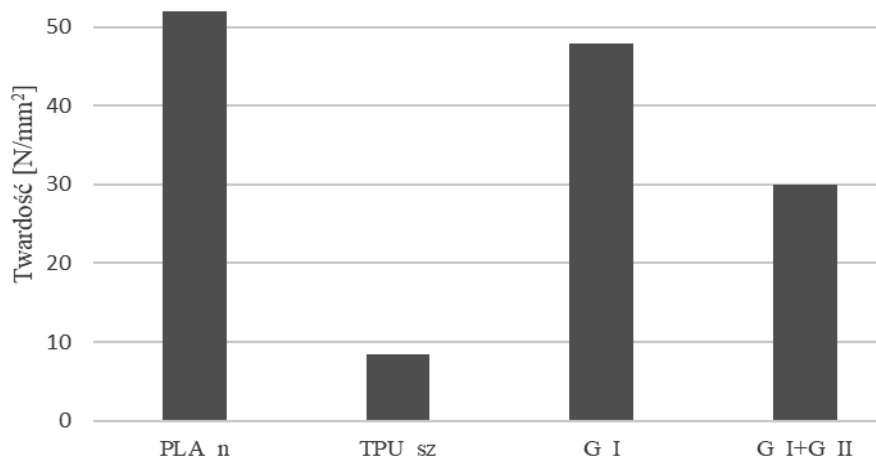
Wyniki badań twardości dla serii badanych próbek zestawiono w tablicy nr 3, a w sposób graficzny przedstawiono na rysunku nr 12.

Tablica 3. Wyniki badań twardości

Table 3. Hardness test results

Oznaczenie serii próbek	Twardość, 132N; N/mm ²	Odchylenie standardowe	Przedział ufności 95%	
PLA_n	51,98	3,90	48,57	55,39
TPU_sz	8,41*	0,41	8,15	8,67
G_cz_I+G_cz_II	29,91	7,14	25,87	33,95

* obciążenie 49N

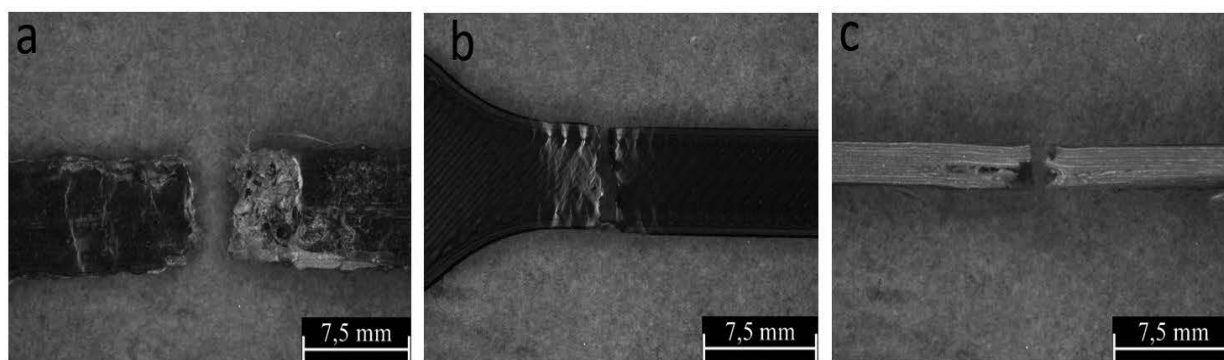


Rysunek 12. Porównanie twardości badanych serii próbek

Figure 12. Comparison of the hardness of the tested series of samples

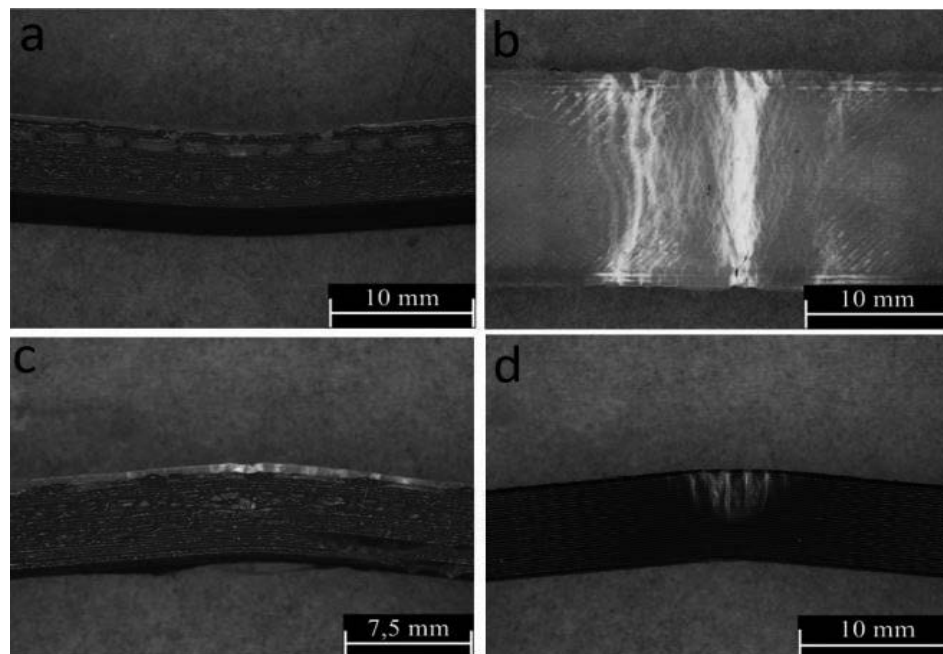
Wyniki badania twardości próbek metodą wciskania kulki wykazały, że czysty polimer PLA oznaczał się największą wśród badanych próbek twardością rzędu 52 N/mm² (badania realizowane przy obciążeniu 132N). Natomiast w przypadku materiałów gradientowych wartość twardości spadła o 43%. Uśredniona wartość oznaczonej twardości dla tego materiału wyniosła 30 N/mm². Najniższą wśród badanych próbek twardością wykazały się próbki wykonane z czystego TPU (badania realizowane przy obciążeniu 49N) i wyniosła 8,4 N/mm². Dodatkowo wykonano pomiar ścianki kostki wykonanej z materiału gradientowego (G_I + G_II) tj. uchwycono moment przejścia jednego materiału w drugi – uśredniona wartość twardości z tych pomiarów wyniosła 30 N/mm² (badania realizowane przy obciążeniu 132N). Badanie materiału gradientowego od strony TPU (G_II) nie udało się wykonać przy obciążeniu 132N ani 49N. W jednym jak i drugim przypadku pomiar wysokości odcisku wykroczył z przedziału 0,150 – 0,350 mm.

Zdjęcia próbek wykonanych z czystych filamentów PLA oraz TPU, a także ich gradientowych połączeń, wykonane na mikroskopie stereoskopowym zestawiono na rysunku nr 13,14 oraz 15. Wykonane zostały na skaningowym mikroskopie elektronowym Zeiss Supra 35 wyposażonym w kolumnę elektrono-optyczną GEMINI.

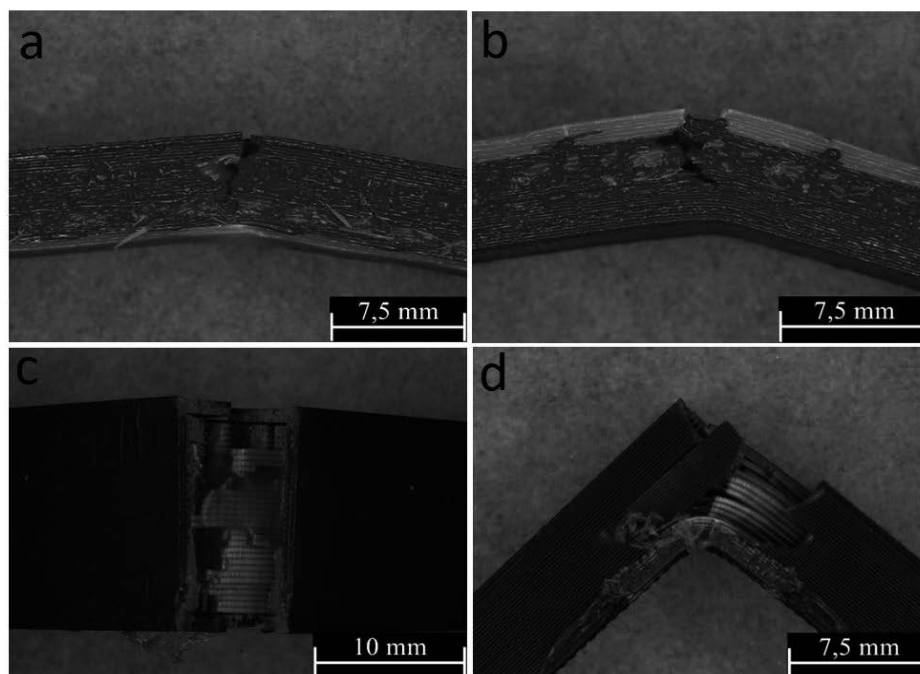


Rysunek 13. Zdjęcia mikroskopowe próbek poddanych statycznej próbie rozciągania, gdzie: a – materiał gradientowy, b – PLA, c – TPU

Figure 13. Microscope photos of samples which have been subjected to a static stretching test, where: a – gradient material, b – PLA, c – TPU



Rysunek 14. Próbkki po przeprowadzonej próbie zginania: a – materiał gradientowy badany od strony PLA (G_cz_II), b, c – materiał gradientowy badany od strony TPU (G_cz_I), d – PLA_n
 Figure 14. Samples after bending test: a – gradient material tested from the PLA side (G_cz_II), b, c – gradient material tested from TPU side (G_cz_I), d – PLA_n.



Rysunek 15. Próbkki po przeprowadzonym badaniu udarności: a – materiał gradientowy badany od strony PLA (G_cz_II), b, c – materiał gradientowy badany od strony TPU (G_cz_I), d – PLA_n
 Figure 15. Samples on which a impact test has been performed: a – gradient material tested from the PLA side (G_cz_II), b, c – gradient material tested from TPU side (G_cz_I), d – PLA_n

6. PODSUMOWANIE

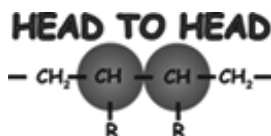
Druk 3D stanowi atrakcyjną alternatywę dla wielu innych metod wytwarzania współcześnie dostępnych na rynku. Jako technologia wytwarzania przyrostowego posiada wiele zalet, dzięki czemu popularność tej metody wzrasta logarymicznie na rynku światowym. Opracowanie nowych materiałów gradientowych może zrewolucjonizować rynek druku 3d. Połączenie zalet dwóch materiałów w jednym modelu za pomocą gradientu może wpłynąć na szerszy zakres zastosowań danego modelu. Dzięki takiemu podejściu możemy manipulować własnościami materiału w celu uzyskania własności najlepiej pasujących do danego zastosowania.

Najwyższa wartość wytrzymałości na rozciąganie podczas statycznej próby rozciągania wynosiła 53 MPa dla czystego PLA. TPU charakteryzowało się wytrzymałością na rozciąganie na poziomie 46 MPa. Natomiast próbki z gradientem materiału pozwoliły ustalić tę wartość na poziomie 11 MPa. Badania statycznej próby zginania wykazały, że najwyższą wartością wytrzymałości na zginanie charakteryzowały się próbki wykonane z PLA na poziomie 91 MPa, natomiast najniższą wartość wykazywały próbki wykonane w całości z TPU – 16 MPa. Próbki z gradientem materiału wykazują uśrednioną wartość wyżej wymienionych komponentów tj. badane próbki charakteryzują się wytrzymałością na zginanie w przedziale od 29,4 MPa do 33 MPa. Badania udarowe wskazały udarność na poziomie 76 kJ/m² dla próbek wykonanych z PLA. Dla próbek gradientowych w zależności od kierunku przeprowadzania badania własności te różniły się. Dla próbki, dla której uderzenie młota wykonano od strony PLA – G_I, własność ta wzrosła o 73%. Natomiast dla próbki z uderzeniem od strony TPU (G_II), wartość ta spadła o 42% względem próbki wykonanej z PLA. Najwyższą twardością z badanych próbek charakteryzowały się próbki wytworzone z PLA, a najniższą - próbki wykonane z TPU. Gradient materiału spowodował wzrost twardości względem próbek wykonanych z TPU o 255%.

Pozyskane wyniki potwierdzają otrzymanie gradientowego liniowego rozkładu własności, a połączenie dwóch różnych materiałów termoplastycznych o zróżnicowanej sprężystości pozwoliło pozyskać materiał o obiecujących własnościach udarowych. Dalsze prace związane z materiałami gradientowymi wytwarzanymi metodą FFF powinny skupić się na optymalizacji postaci geometrycznej zaprojektowanych modeli – osiągnięcie najlepszego połączenia jednego składnika z drugim. Dodatkowo planowane są badania nad zastosowaniem opracowanego rozwiązania materiałowego na konkretne zastosowanie i oceny jego własności funkcjonalnych.

Uwagi ogólne:

Niniejsze opracowanie powstało dzięki realizacji projektu PBL pt. „Materiały gradientowe wytwarzane technologią przyrostową – druk 3D” realizowanego w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza. Zarządzenie nr 55/2020 Rektora Politechniki Śląskiej. Prace były realizowane przez członków Studenckiego Koła Naukowego Przetwórstwa Tworzyw Sztucznych i Kompozytów „HEAD TO HEAD” działającego przy Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych na wydziale Mechanicznym Technologicznym.



LITERATURA

1. Jacek Caban, Mirosław Szala, Jacek Kęsik, Łukasz Czuba “Wykorzystywanie druku 3D w zastosowaniach automotive”;
2. Finnes T., HighDefinition 3D Printing – Comparing SLA and FDM Printing Technologies, „The Journal of Undergraduate Research” 2015, Vol. 13, Article 3;
3. Paweł Ślusarczyk “Technologia FDM – ROZDZIAŁ 1 – Co to jest i na czym polega...?” centrumdruku3d.pl;
4. Budzik G., Siemiński P. „Techniki przyrostowe. Druk 3D. Drukarki 3D”. Warszawa: Oficyna Wydawnicza PW, 2015;
5. Dudek P., FDM 3D Printing Technology in Manufacturing Composite Elements, „Archives of Metallurgy and Materials” 2013, Vol. 58, Is. 4, pp. 1415–1418;
6. Siemiński P. Budzik G. Techniki przyrostowe. Druk 3D. Drukarki 3D. Wydawnictwo OWPW. Warszawa, 2015;
7. Ślusarczyk P. „3DGence tworzy wspólnie z Politechniką Śląską farmę drukarek 3D” centrumdruku3d.pl;
8. Naveed, N. (2021). Investigating the material properties and microstructural changes of fused filament fabricated PLA and tough-PLA parts. *Polymers*, 13(9), 1487
9. Anna W. (2020) “Filament TPU-Przykłady zastosowań i charakterystyka” botlend.com



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Polymérne kompozity na báze polyesterovej matrice a uhlíkového vlákna

A. Bôžek^a, E. Tillová^a, M. Bonek^b

^a Žilinská univerzita v Žiline, Katedra materiálového inžinierstva, Strojnícka fakulta, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina, Slovenská republika

email: bozek9@stud.uniza.sk

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18A, 44-100 Gliwice, Poland

Abstrakt: Príspevok sa zameriava na teoretické aspekty polymérnych kompozitov na báze polyesterovej matrice a uhlíkového vlákna (CRFP), s akcentom na ich vlastnosti, výrobu, aplikácie a použitie v automobilovom a leteckom priemysle.

Abstract: The paper focuses on the theoretical aspects of polymer composites based on a polyester matrix and carbon fibre (CRFP), with emphasis on their properties, production, applications and use in the automotive and aerospace industries.

Kľúčové slová: polymérny kompozit, uhlíkové vlákna, epoxidová živica

1. ÚVOD

Konstrukčné materiály z polymérov v posledných desaťročiach zaznamenávajú výrazný rozmach. Vzhľadom na vlastnosti, pomerne jednoduchú technológiu výroby a relatívne nízku cenu stále viac vytláčajú ostatné konštrukčné materiály (kovy, keramika). Pozitívnych vlastností polymérov je pomerne dosť, na druhej strane jedným z výrazných negatív je ekologická záťaž pre planétu. Ich doba rozkladu je pomerne vysoká v priemere okolo 500 rokov a recyklovateľnosť je stále pomerne malá, preto tieto materiály často končia na skládkach kde sa hromadia. Súčasný vývoj smeruje k výrobe stabilných polymérov, ktoré nestrácajú stabilitu ani po opotrebení alebo ukončení životnosti výrobku, kedy sa stávajú odpadom.

Jedným z príkladov na takýto stabilný materiál je polymérny kompozit vystužený uhlíkovým vláknom. Tento druh materiálu nachádza využitie v rôznych priemyselných odvetviach. Veľmi často tam, kde chceme dosiahnuť nízku hmotnosť a vysokú pevnosť (letecký priemysel, automobilový priemysel, športové pomôcky, a pod.). Kompozitné materiály majú veľkú budúcnosť, situácia na automobilovom trhu hovorí za všetko. Diely z týchto materiálov sú veľmi obľúbené. Používajú sa často v autách na rôzne diely podvozku

a karosérie, vďaka ich schopnosti tmiť nárazy. Ďalej sa používajú napríklad na smerovky, alebo rôzne ozdobné prvky.

2. POLYMÉRY

Polymérne konštrukčné materiály sa v súčasnej dobe využívajú takmer vo všetkých priemyselných odvetviach. Prírodné polyméry sa využívajú už tisíce rokov ako úžitkové materiály, no rozvoj a rozsiahle používanie syntetických polymérov sa začal až začiatkom dvadsiateho storočia. Väčšinou sa používajú v tuhom stave a zaužíval sa pre ne názov plasty. Využitie plastov v rôznych priemyselných odvetviach je prínosom z hľadiska energetického, ekologického aj ekonomického, no nemožno zabúdať, že sa stávajú významným odpadom, čím ohrozujú životné prostredie. Preto súčasný vývoj smeruje k výrobe stabilných plastov, ktoré si zachovávajú stabilitu aj po opotrebovaní, alebo ukončení životnosti výrobku [1].

Polymérov poznáme veľké množstvo a možno ich rozdeliť nasledovne:

a) podľa pôvodu:

- prírodné polymérne materiály - bielkoviny, celulóza, kaučuk, z ktorých možno vyrobiť technické polymérne materiály, napr. gumu, celuloid,
- syntetické polymérne materiály - vznikli polyreakciami z organických i anorganických nízkomolekulových látok, napr. polyetylén, polystyrén.

b) podľa chemickej reakcie, ktorou vznikli:

- polyméry pripravené polymerizáciou (polymeráty),
- polyméry pripravené polykondenzáciou (polykondenzáty),
- polyméry pripravené poladáciou (polyadukty).

c) podľa elasticko-plastických vlastností:

- Termoplasty,
- reaktoplasty
- elastoméry (kaučuky) [2].



a) lineárny - ako nitky alebo šnúra perál



b) rozvetvený - ako korene stromu



c) vzájomne prepojený do súvislej trojrozmernej štruktúry - sieťovanej

Obr. 1 Tvar makromolekúl polymérov
Figure 1. Shape of polymer macromolecules

Vlastnosti neplnených polymérov sú v základnom meradle odrazom ich chemickej štruktúry, molekulovej štruktúry (tvaru a dĺžky makromolekúl i veľkosti síl, ktoré medzi nimi pôsobia). Makromolekula je vybudovaná z veľkého počtu malých, pomerne jednoduchých monomérnych jednotiek (obr. 1). Hlavný reťazec makromolekúl, zvaný aj chrbtica reťazca, je väčšinou tvorený atómami uhlíka, no môžu sa v ňom však vyskytovať aj iné prvky ako kyslík, dusík,

kremík, a ďalšie. Na atómy, ktoré tvoria chrbticu reťazca, sa viažu ďalšie atómy uhlíka, vodíka, kyslíka, dusíka, chlóru, fluóru a pod. [3].

3. EPOXIDOVÉ ŽIVICE

Epoxidové živice tvoria veľkú skupinu materiálov rôznych vlastností a rôzneho použitia. Ich najväčší rozvoj začal po druhej svetovej vojne. Vlastnosti epoxidových živíc závisia od podmienok ich prípravy. Aby sme dosiahli čo najlepšie mechanické vlastnosti, sú potrebné optimálne vytvrdzovacie podmienky, ako je: teplota, vlhkosť, vákuum a rôzne ďalšie. Nevytvrdený epoxid nie je vhodný na konečné použitie, teda svoje dôležité vlastnosti dosahuje až po vytvrdzovaní. Akonáhle epoxidové živice prejdú procesom vytvrdzovania, majú najmä vynikajúce chemické a mechanické vlastnosti, ako je vysoká tepelná a chemická odolnosť, vysoká mechanická pevnosť. Dosahujú tiež vynikajúcu príľnavosť. Veľmi dobre odolávajú zásadám, aj zriedeným roztokom anorganických a organických kyselín. Používajú sa v elektrotechnike kvôli ich odolnosti voči vlhkosti, plesniam a nízkej priepustnosti vodných pár. Netreba zabudnúť na ich veľmi malý obsah elektrolytov a vysokú odolnosť voči bludným prúdom [4].

Vytvrdzovanie epoxidových živíc je možné dosiahnuť reakciou zosieťovaných epoxidov buď samých so sebou (homopolymerizácia), alebo tvorbou kopolymérov s polyfunkčnými tvrdidlami.

Bežné triedy tvrdidiel pre epoxidové živice zahŕňajú amíny, kyseliny, anhydridy, fenoly, alkoholy a tioly. Zatiaľ čo sa niektoré kombinácie epoxid/tvrdidlo vytvrdzujú pri izbovej teplote, mnohé vyžadujú teplo, zvyčajne do 150 °C. Nedostatočné teplo počas vytvrdzovania môže mať za následok neúplnú polymérnu sieť, čo znižuje mechanickú, chemickú a tepelnú odolnosť. Tvrdidlá, ktoré vykazujú len nízku alebo obmedzenú reaktivitu pri teplote okolia, ale reagujú s epoxidovými živcami pri zvýšených teplotách, sa označujú ako latentné tvrdidlá. Pri použití latentných tužidiel je možné epoxidovú živicu a tužidlo pred použitím zmiešať a určitý čas skladovať, čo je výhodné pre mnohé priemyselné procesy.

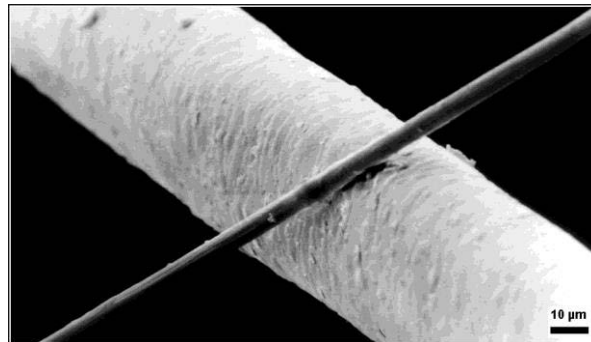
Použitie epoxidových živíc je veľmi rozsiahle, pretože vďaka dobrým vlastnostiam našli využitie v širokej škále odvetví. Ako príklad môžeme uviesť elektronický priemysel, letecký priemysel, biomedicínsky priemysel, ropný priemysel, umenie a rôzne iné odvetvia. Epoxidové živice sú použiteľné tiež na náterové hmoty, lepidlá a kompozitné materiály, ako sú napríklad tie, ktoré využívajú výstuhy z uhlíkových a sklenených vlákien [5].

4. UHLÍKOVÉ VLÁKNA

Uhlíkové vlákna sú vlákna s priemerom približne 5 až 10 mikrometrov (obr. 2) a zložené väčšinou z atómov uhlíka. Majú niekoľko výhod, ako je vysoká tuhosť, vysoká pevnosť v ťahu, nízka hmotnosť, vysoká chemická odolnosť, vysoká teplotná tolerancia a nízka tepelná rozťažnosť. Vďaka týmto vlastnostiam sú veľmi obľúbené v leteckom a kozmickom priemysle, stavebníctve, vojenskom a motoristickom športe, ako aj v iných športoch. Sú však relatívne drahé v porovnaní s podobnými vláknami, ako sú napríklad sklenené vlákna [6-7].

Materiál použitý na výrobu uhlíkových vlákien sa nazýva prekurzor. Približne 90 % vyrobených uhlíkových vlákien je vyrobených z polyakrylonitrilu (PAN). Ďalších 10 % je vyrobených z umelého hodvábu, alebo ropnej smoly. Všetky tieto materiály sú organické polyméry, vyznačujúce sa dlhými reťazcami molekúl, ktoré sú navzájom spojené atómami uhlíka. Presné zloženie každého prekurzora sa líši od jednej spoločnosti k druhej a vo

všeobecnosti sa považuje za obchodné tajomstvo. Počas výrobného procesu sa používajú rôzne plyny a kvapaliny. Niektoré z týchto materiálov sú navrhnuté tak, aby reagovali s vláknom a dosiahli tak špecifický efekt. Ostatné materiály sú navrhnuté tak, aby nereagovali, alebo aby zabránili určitým reakciám s vláknom. Rovnako ako v prípade prekursorov, presné zloženie mnohých z týchto procesných materiálov sa považuje taktiež za obchodné tajomstvo [8].



Obr. 2 Porovnanie uhlíkového vlákna s ľudským vlasom
Figure 2. Comparison of carbon fiber with human hair

Uhlíkové vlákna sú významné pre svoje viaceré dobré vlastnosti. Týmito vlastnosťami sú napr.:

- Vysoký pomer pevnosti k hmotnosti
- Odolnosť voči korózii a chemická
- Elektrická vodivosť
- Odolnosť proti únave v kompozitoch z uhlíkových vlákien.
- Pevnosť v ťahu
- Požiarna odolnosť
- Tepelná vodivosť uhlíkových vlákien
- Netoxický, biologicky inertný, priepustný pre röntgenové žiarenie [8-9].

5. POLYMÉRNA MATRICA VYSTUŽENÁ UHLÍKOVÝM VLÁKNOM

Kompozitné materiály spevnené uhlíkovými vláknami ponúkajú väčšiu tuhosť a pevnosť ako ktorékoľvek ostatné kompozity, sú však oveľa drahšie ako napr. kompozitné materiály spevnené sklenenými vláknami. Kontinuálne vlákna v polyesterovej alebo epoxidovej matrici dávajú najlepšíe vlastnosti. Vlákna prenášajú mechanické zaťaženia, matrica prenáša zaťaženia na vlákna, je tvárna a húževnatá, chráni vlákna pred poškodením pri manipulácii a od okolitého prostredia. Od materiálu matrice závisí pracovná teplota a podmienky spracovania kompozitu.

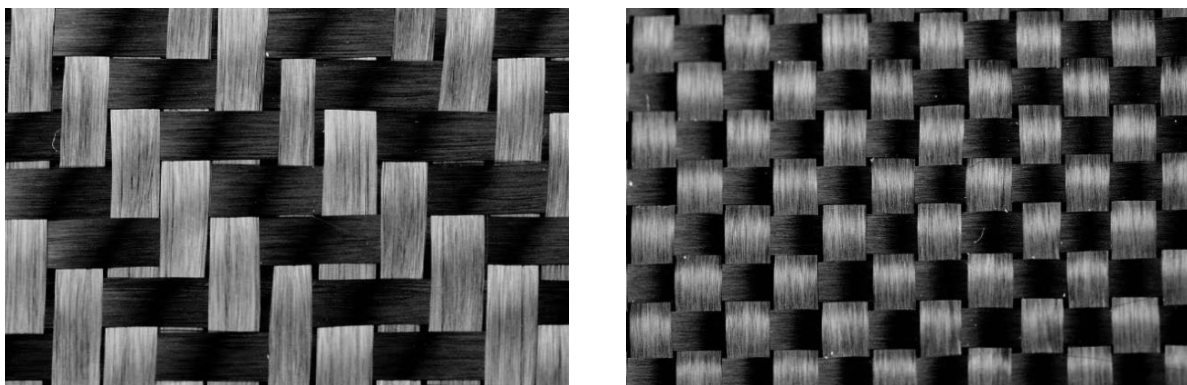
Polyméry vystužené uhlíkovými vláknami (carbon-fibre-reinforced polymers - CFRP) sú tiež známe ako uhlíkový kompozit, alebo len karbón a sú extrémne pevné a ľahké. Výroba CFRP je nákladná, ale bežne sa používa všade tam, kde je požadovaná vysoká pevnosť, tuhosť a nízka hmotnosť, ako napr. letectvo, automobilový priemysel (obr. 3), alebo výroba športového náradia (napr. golfové palice, veslá) [10].

Hlavným prvkom CFRP je uhlíkové vlákno vyrobené z prekursorových polymérov, ako je polyakrylonitril (PAN), umelý hodváb alebo ropná smola. V prípade syntetických polymérov, ako je PAN alebo umelo vytvorený hodváb, sa prekursor najskôr spriadajú do vláknitých priadzí pomocou chemických a mechanických procesov, aby sa na začiatku zarovnali

polymérne reťazce, čím sa zlepšia konečné fyzikálne vlastnosti hotového uhlíkového vlákna. Zloženie prekursorov a mechanické procesy používané počas spriadania vlákna sa môžu líšiť od výrobcu k výrobcovi. Po ťahaní alebo zvlákňovaní sa polymérne vlákna zahrievajú, aby sa odstránili neuhlíkové atómy (karbonizácia), čím sa získa konečné uhlíkové vlákno. Z týchto vlákien je vytvorená priadza. Priadze z uhlíkových vlákien možno ďalej upravovať, aby sa zlepšili manipulačné vlastnosti, následne sú navíjané na cievky. Usporiadanie vlákien v priadzi a ich orientácia môže byť rôzna, napr. 0° , $+60^\circ$ alebo -60° voči sebe navzájom (obr. 4). Tieto vláknové predlisky sú následne spevnené s matricovým materiálom rôznymi technikami. Medzi najznámejšie techniky výroby patria: proces ručného ukladania (laminovania), proces nastriekania, proces vákuovej infúzie, technológia pred impregnovania- prepreg [11-12].



Obr. 3 Použitie CFRP v leteckom a automobilovom priemysle
Figure 3. Application of CFRP in aerospace and automotive industry



Obr. 4 Rôzne možnosti uloženia vlákna
Figure 4. Different options for carbon fibre placement

Kompozitné materiály, vystužené uhlíkovými vláknami, sa líšia od iných kompozitov s použitím tradičných materiálov, ako je sklolaminát alebo aramidové vlákno. Výhodnými vlastnosťami sú nízka hmotnosť a zvýšená pevnosť. Medzi ďalšie vlastnosti patrí vysoká únavová pevnosť, priehľadnosť röntgenového žiarenia a nízka tepelná rozťažnosť. Špecifické vlastnosti jednotlivých komponentov je možné špecificky ovplyvňovať, kontrolovať a optimalizovať. Nevýhody CFRP kompozitov - vplyvy prostredia, ako je teplota a vlhkosť, môžu mať výrazný vplyv na kompozity na báze polymérov. Vplyv vlhkosti v širokom rozsahu teplôt môže viesť k degradácii mechanických vlastností CFRP, najmä na rozhraní matrice-

vlákno. Zatiaľ čo samotné uhlíkové vlákna nie sú ovplyvnené vlhkosťou difundujúcou do materiálu, vlhkosť plastifikuje polymérnu maticu [13-14].

CFRP je široko používaný v motoristickom športe. Vysoké náklady na uhlíkové vlákna sú kompenzované výnimočným pomerom mechanickej odolnosti a hmotnosti, pričom hmotnosť je v tejto oblasti športu základným kritériom. Výrobcovia vyvinuli metódy na vystuženie dielov z uhlíkových vlákien v špecifickom smere, v akom je dané zaťaženie. Naopak, boli vyvinuté aj tkaniny kde sú vlákna usporiadané rôznymi smermi. V tomto prípade sú mechanické vlastnosti vo všetkých smeroch vlákien rovnaké.

V posledných desaťročiach niekoľko „superautomobilov“ masívne integrovalo CFRP, najmä pre časti karosérie a iné komponenty.

Až donedávna sa tento materiál pri výrobe sériovo vyrábaných automobilov používal len zriedka, najmä kvôli dodatočným nákladom spojeným s nákupom nového vybavenia a nedostatku kvalifikovaných ľudí v tejto oblasti. Dnes niekoľko významných výrobcov začína používať CFRP pre bežné auto napr. BMW i30, Porsche Carrera a ďalšie.

Použitie tohto materiálu si postupne začínajú osvojovať aj malí výrobcovia, ktorí ním nahradili sklolaminát na výrobu panelov karosérie na niektorých svojich špičkových modeloch. Cieľom bolo znížiť hmotnosť a zároveň zvýšiť mechanickú odolnosť [15].

6. ZÁVER

V práci sú v úvodnej kapitole spracované všeobecne polyméry, ich vlastnosti a výroba. Polyméry patria v dnešnej dobe po kovových materiáloch k najpoužívanejším konštrukčným materiálom na trhu. Podskupinou polymérov sú epoxidové živice, spracované v druhej kapitole. Ide o materiál s výbornou kombináciou chemických a mechanických vlastností. Aby boli vhodné na konečné použitie musia prejsť procesom vytvrdzovania. V kombinácií s uhlíkovými vláknami (kapitola 3) je možné dosiahnuť extrémne ľahký a zároveň pevný materiál označovaný ako CFRP. V poslednej kapitole sú spracované výrobné technológie, vlastnosti a použitie kompozitu CFRP. Vďaka kombinácií výhodných vlastností si získava čoraz väčšiu obľubu a jeho použitie čoraz viac stúpa. Používa na najmä v automobilovom a leteckom priemysle kde vysokú cenu materiálu výrazne prevyšujú jeho vlastnosti.

POĎAKOVANIE

Príspevok vznikol v rámci riešenia spoločného slovensko-poľského projektovo orientovaného vzdelávania - PBL, v súťaži VIII v rámci programu Iniciatíva excelentnosti – Politechnika Śląska, Gliwice ako výsledok spolupráce medzi Politechnikou Slaskou (Poľsko) a Žilinskou univerzitou v Žiline a projektu KEGA č. 004ŽU-4/2023.

LITERATÚRA

1. S. Perkins, Science for students. <https://www.sciencenewsforstudents.org/article/explainer-what-are-polymers>
2. T. Liptáková, P. Alexy, E. Gondár, V. Khunová, Polymérne konštrukčné materiály. Žilina: EDIS, 2012.
3. L. Běhálek, Polyméry. publi.cz. 2016.

4. V. Doležal, *Plastické hmoty*. Praha SNTL 1977.
5. Gurit 2022. Composite materials. <http://www.gurit.com/>
6. <http://www.kordcarbon.com/>
7. P. Bhatt, A. Goe, Carbon Fibres: Production, Properties and Potential Use. *Mat.* 2017, <http://www.materialsciencejournal.org/?p=5641>
8. www.materialsciencejournal.org
9. L. Henderson, Carbon Fibers and Their Composite Materials. Special Issue published in *Materials*, 2019.
10. D. Ozkan, Carbon Fiber Reinforced Polymer (CFRP), 2020.
11. <https://zoltek.com/>
12. SGL CARBON 2022. Carbon Fibers and Carbon Fiber-Reinforced Plastic <https://www.sglcarbon.com/en/carbon-fibers-and-cfrp/>
13. Thoughtco 2020. sk.peopleperproject.com/posts/23473-what-are-crfp-composites-and-why-are-they-useful
14. P. Morgan, *Carbon Fibers Composites*. CRC Press, 2005.
15. Z. Yu, <http://dx.doi.org/10.18063/msacm.v1i1.500>



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Analiza termiczno-derywacyjna stopów Al-Si

M. Brachmańska, B. Krupińska^{b*}, M. Krupiński^b

^a Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Automatyka i Robotyka

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

*email: beata.krupinska@polsl.pl

Streszczenie: W pracy przedstawiono wpływ składu chemicznego na kinetykę krystalizacji stopu serii 4XXX. Badania oparto na komercyjnym stopie AlSi7Mg0,3 o zmodyfikowanym składzie chemicznym. Badanie kinetyki krystalizacji wykonano na urządzeniu UMSA MT-5 (Universal Metallurgical Simulator and Analyzer). Stop został zmodyfikowany dodatkiem cynku oraz miedzi, a następnie poddany analizie termiczno-derywacyjnej. Skład fazowy jest ściśle związany z składem chemicznym, który przedstawia postać krzywej derywacyjnej. Zmodyfikowane stopy zostały przesycone w temperaturze 480°C przez 5h, a starzenie nastąpiło w 180°C przez 2h. Badania wykazały wpływ składu chemicznego stopu na krzywą derywacyjną.

Abstract: This paper presents the influence of chemical composition on the crystallization kinetics of the 4XXX series alloy. The study was based on a commercial AlSi7Mg0,3 alloy with a modified chemical composition. The crystallization kinetics study was performed on a UMSA MT-5 (Universal Metallurgical Simulator and Analyzer) device. The alloy was modified by adding zinc and copper and subjected to thermo-derivative analysis. The phase composition is closely related to the chemical composition, which is represented by a derivative curve. The modified alloys were supersaturated at 480°C for 5 hours and aged at 180°C for 2 hours. The study showed the influence of the alloy's chemical composition on the derivative curve.

Słowa kluczowe: Analiza termiczno-derywacyjna, kinetyka krystalizacji, stopy aluminium

1. WSTĘP

Prowadzone są badania stopów aluminium, które do niedawna stosowano w większości jako stopy odlewnicze, gdzie intensywnie poszukuje się poprawy ich własności przez zmiany struktury, celem uzyskania lepszych własności wytrzymałościowych oraz do pracy w szczególnych warunkach. Jednym z kierunków takich poszukiwań jest utwardzenie wydzieleniowe, poprzez wzbogacenie stopu pierwiastkiem miedzi lub cynku, aby umocnić strukturę stopu. W ramach szeroko zakrojonych badań naukowych i przemysłowych dąży się do osiągnięcia większych wartości dla poszczególnych własności wytrzymałościowych przy

jednoczesnej optymalizacji kosztów przeznaczanych na materiał, co pozwala na lepszą pracę stopu w konkretnych warunkach, a także korzystny stosunek jakości do ceny oraz mniejszą ilość potencjalnych reklamacji produktu. Obecne w strukturze materiału wydzielenia fazy metalicznej na granicy ziarn powstałe w procesie przesycania oraz starzenia próbki pozwala uzyskać stop o wyższych własnościach wytrzymałościowych. Zaawansowane są badania prowadzone nad umacnianiem stopów aluminium, kinetyką krystalizacji stopu AlZn7Cu4, a także wsparciem sztucznej inteligencji w celu modelowania temperatury solidus dla stopów Al-Si-Cu [1-5]. W pracy zaprezentowano wpływ modyfikacji składu chemicznego dodatkiem Ci i Zn na kinetykę krystalizacji stopu AlSi7Mg0,3.

2. BADANY MATERIAŁ ORAZ METODOLOGIA

Badania kinetyki krystalizacji wykonano przy zastosowaniu Uniwersalnego Symulatora i Analizatora Procesów Metalurgicznych UMSA MT-5. Materiałem do badań był komercyjny stop AlSi7Mg0,3, którego skład chemiczny zmodyfikowano dodając Cu i Zn. Skład chemiczny badanych stopów podano w tabeli 1. Do badań użyto próbek walcowych o wymiarach $\Phi=30$ mm oraz $h=35$ mm oraz masie średnio 111,5 g.

Tabela 1. Skład chemiczny badanych stopów

Table 1. Chemical composition of the alloys

Próbka A z dodatkiem Cu	Skład chemiczny masowy [%]												
	Si	Fe	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Pb	Sn	Ti	Sr	Cu	Al
	7,3 2	0,14	0,02	0,4	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	0,13	0,1	2,48	reszta
Próbka B z dodatkiem Zn	Skład chemiczny masowy [%]												
	Si	Fe	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Pb	Sn	Ti	Sr	Cu	Al
	7,32	0,14	0,02	0,4	0,01	0,01	8,22	0,01	0,01	0,13	-	-	reszta

Do badania temperatury zastosowano termopary typu K, które umieszczono w węźle cieplnym. W tabeli 2 zamieszczono parametry topienia próbek.

Tabela 2. Parametry obróbki cieplnej.

Table 2. Heat treatment parameters.

Parametr	Moc generatora [W]	Wykorzystywana moc w stosunku do max mocy urządzenia [%]	Temperatura wygrzewania [°C]	Czas wygrzewania [s]
Wartość parametru	2000	75	750	240

Kolejno, w celu określenia zależności między składem chemicznym, przebiegiem krystalizacji, obróbką cieplną a mikrostrukturą wykonano następujące badania:

- analiza termiczno-derywacyjna zrealizowana z wykorzystaniem stanowiska UMSA MT5 z wygrzewaniem stopu A oraz stopu B w temperaturze 750 °C w czasie 240 sekund, a następnie swobodnego chłodzenia z pomiarem temperatury realizowanym przez termoparę (typu K) umieszczoną w węźle cieplnym próbki,

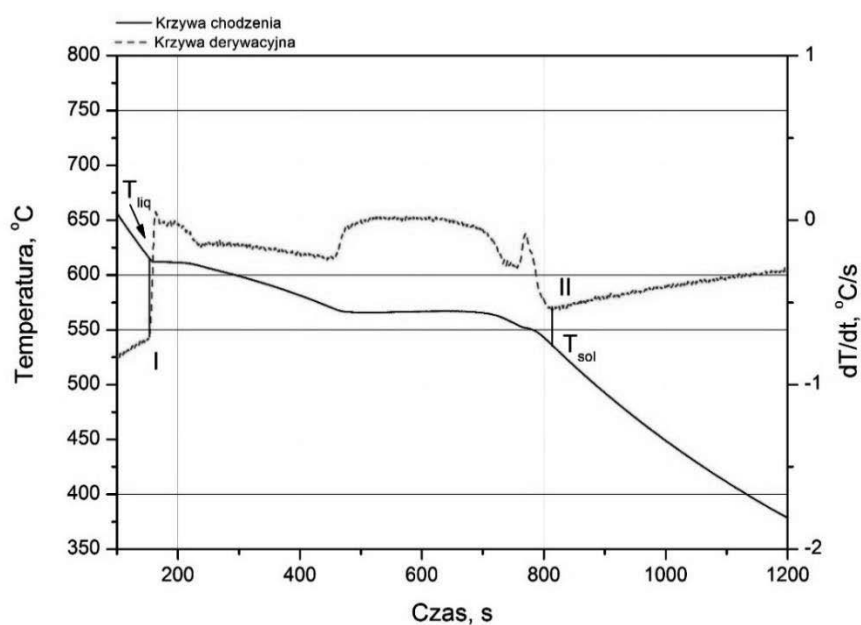
- obróbka cieplna: Przesycanie zostało wykonane w temperaturze 480 °C przez 6h, a starzenie w temperaturze 180°C przez 2h,

-analiza mikrostruktury została wykonana z zastosowaniem mikroskopu optycznego Axio Observer firmy ZEISS z wykorzystaniem powiększeń x100, x200, x500 oraz x 1000.

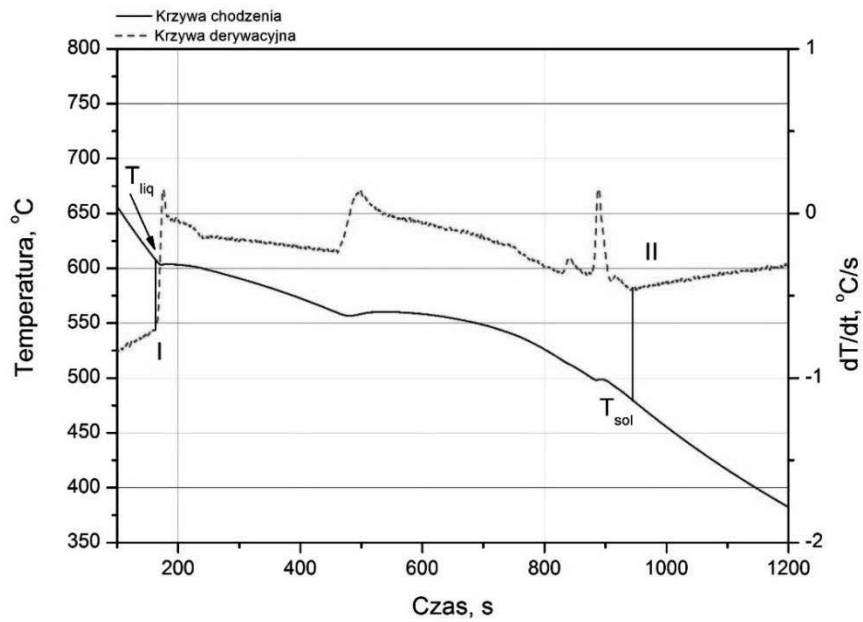
3. WYNIKI

3.1 Analiza Termiczno-Derywacyjna

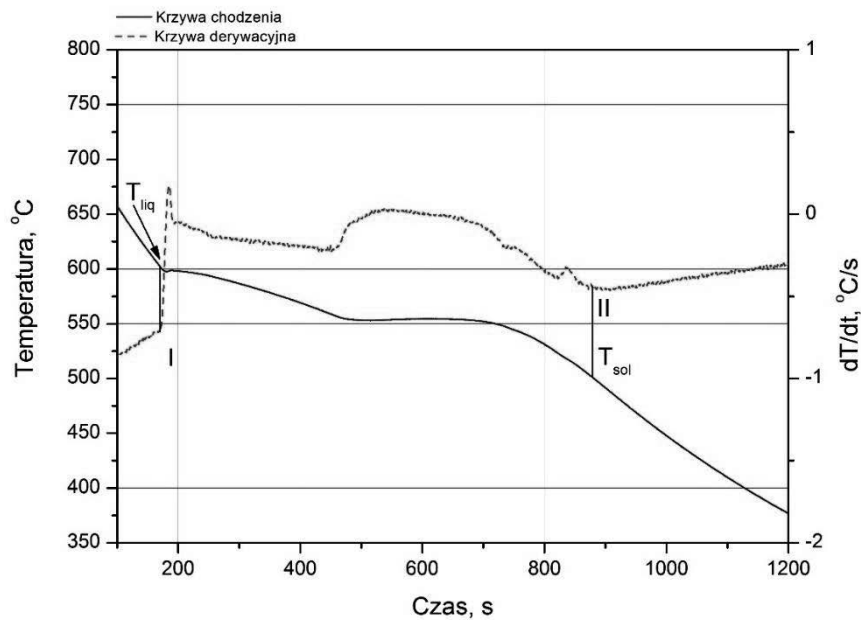
Zastosowanie analizy termiczno-derywacyjnej umożliwiło oznaczenie na krzywej derywacyjnych punktów charakterystycznych (I) początek krzepnięcia oraz punkt (II) koniec krzepnięcia, a także wyznaczenie dla tych punktów temperatury początku T_{Liq} oraz końca T_{Sol} krzepnięcia. Na rysunku 1 przedstawiono krzywą chłodzenia oraz krzywą derywacyjną dla stopu AlSi7Mg0,3, a na rysunkach odpowiednio 2 dla stopu z dodatkiem Cu i 3 z dodatkiem Zn.



Rys 1. Wykres szybkości chłodzenia od temperatury dla próbki AlSi7Mg0,3
Figure 1. Cooling rate vs temperature graph for sample AlSi7Mg0,3

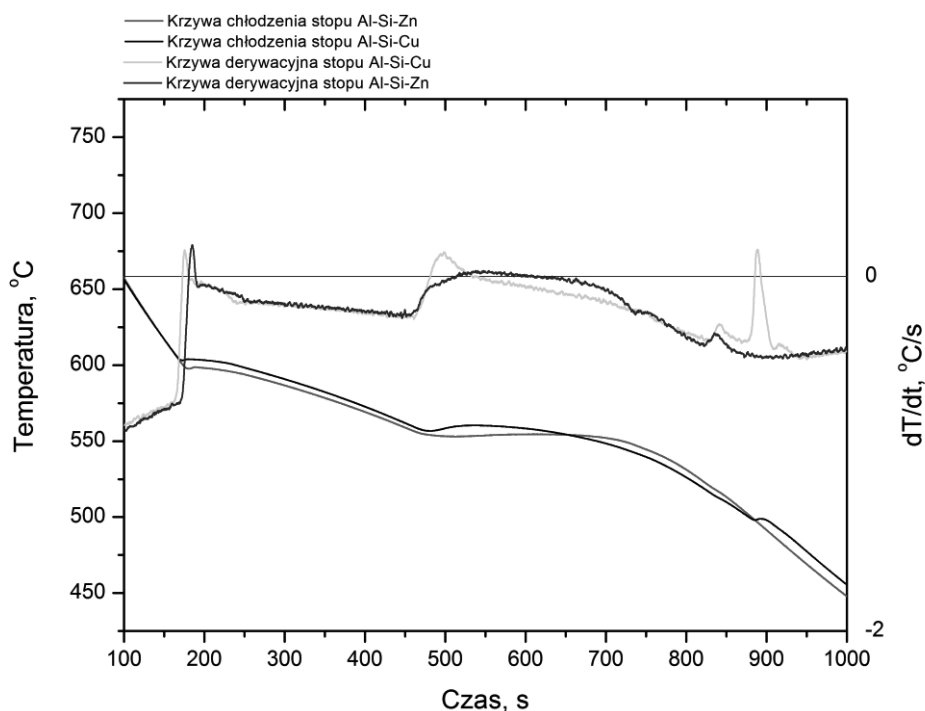


Rys 2. Wykres szybkości chłodzenia od temperatury dla stopu A
 Figure 2. Cooling rate vs temperature graph for alloy A



Rys 3. Wykres szybkości chłodzenia od temperatury dla stopu B
 Figure 3. Cooling rate vs temperature graph for alloy B

Zestawienie krzywych derywacyjnych stopu z dodatkiem Cu oraz Zn zamieszczono na rysunku 4. Widoczna jest zmiana przebiegu krzywej w zakresie krzepnięcia eutektyki $\alpha+\beta$ oraz w zakresie krzepnięcia eutektyk wieloskładnikowych.



Rys. 4. Zestawienie krzywych derywacyjnych oraz krzywych chłodzenia krzepnących stopu z dodatkiem Cu oraz Zn

Fig. 4. Comparison of derivation curves and cooling curves of the alloy with Cu and Zn additions

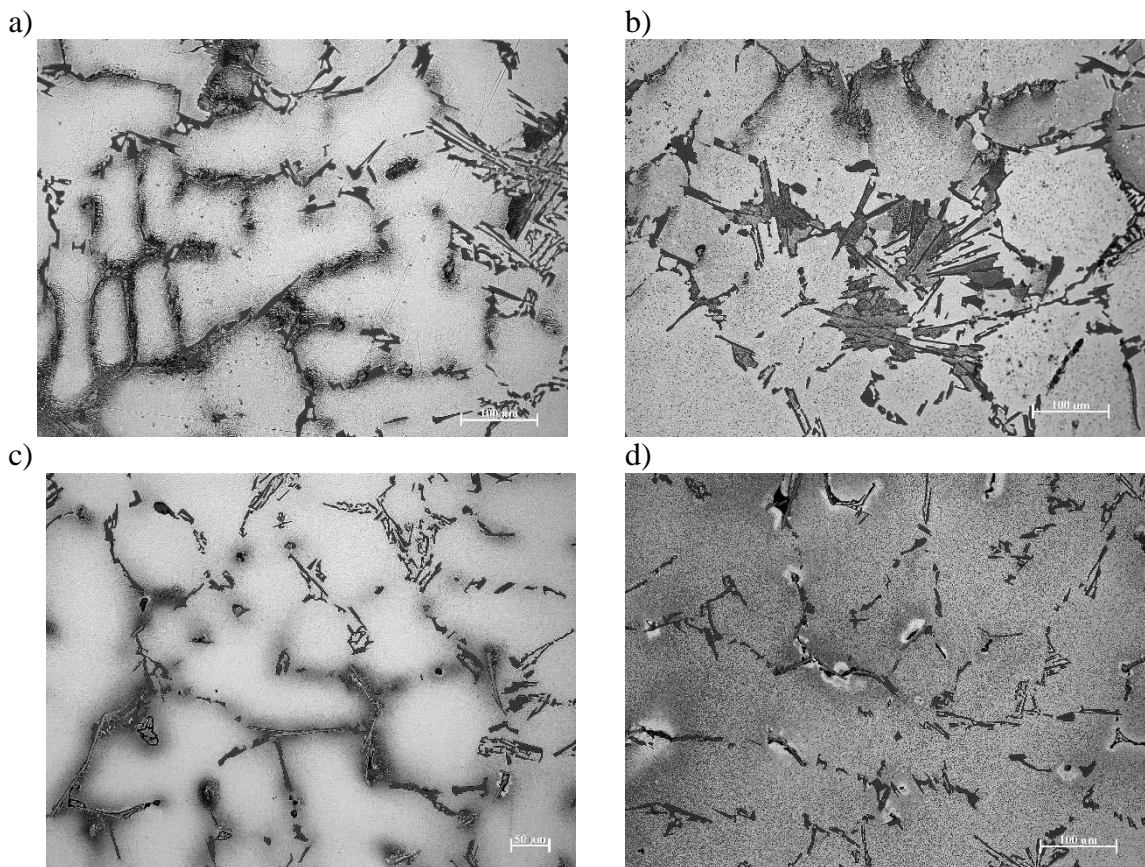
W wyniku analizy termiczno-derywacyjnej zostały wyznaczone temperatura początku krystalizacji T_{liq} oraz końca krystalizacji T_{sol} dla każdego z badanych stopów (tab. 3).

Tabela 3. Wyznaczone temperatury likwidus i solidus badanych stopów.
Table 3. Determined liquidus and solidus temperatures of the tested samples.

	Stop AlSi7Mg0,3	Stop A	Stop B
Temperatura początku krystalizacji, T_{liq} [°C]	615	608	603
Temperatura końca krystalizacji, T_{sol} [°C]	539	478	507

3.2 Analiza Mikrostruktury

Na rysunku 5 przedstawiono mikrostrukturę stopu aluminium AlSi7Mg0,3 z dodatkiem miedzi (stop A) oraz dodatkiem cynku (stop B). Na rysunku 5a widoczna jest faza α oraz faza β , a także fazy zawierające Cu na granicy osnowy α . Na rysunku 5c widoczna jest faza α oraz β oraz fazy zawierające Zn. Podczas procesu starzenia obserwuje się wydzielenie się z roztworu składnika przesycającego w postaci faz międzymetalicznych w osnowie α , co widoczne jest na rys. 5b i 5d [6].



Rys. 5. Mikrostruktura: a) stop A po ATD, b) stop A po obróbce cieplnej, c) stop B po ATD, d) stop B po obróbce cieplnej

Fig.5. Microstructure: a) alloy A after ATD, b) alloy A after heat treatment, c) Alloy B after ATD, d) Alloy B after heat treatment

4. WNIOSKI

W wyniku wykonanych badań sformułowano następujące wnioski:

1. Dodanie do stopu aluminium AlSi7Mg0,3 % mas. Cu oraz Zn spowodowało zmianę temperatur charakterystycznych krzepnięcia faz i eutektyk, a szczególności spowodowało zwiększenie przechłodzenia stopu.
2. Analiza termiczno-derywacyjna umożliwiła wyznaczenie temperatury T_{Sol} dla stopów o zadanym składzie chemicznym, co pozwoliło na określenie optymalnej temperatury przesycania.

LITERATURA

1. L.A. Dobrzański, R. Maniara, J.H. Sokołowski, Kinetyka krystalizacji i struktura odlewniczego stopu AC AlSi7Cu4, *Archiwum odlewnictwa* 21(1/2), 2006.
2. E. Sjolander, Heat treatment of Al-Si-Cu-Mg casting alloys, *Rozprawa Doktorska, School of engineering, Göteborg*, 2011.
3. P.E. Smolarczyk, M. Krupiński, Thermal-Derivative Analysis and Precipitation Hardening of the Hypoeutectic Al-Si-Cu Alloys, *Archives of Foundry Engineering* 19/1 (2019) 41-46.

4. L.A. Dobrzański, R. Maniara, J. Sokołowski, W.T. Kierkus, Zastosowanie sieci neuronowych do modelowania temperatury solidus podeutektycznych stopów Al-Si-Cu, *Archiwum odlewnictwa* 22, 2006.
5. D. Liu, H. V. Atkinson, H. Jones, Thermodynamic Prediction of Thixoformability in Alloys Based on the Al-Si-Cu and Al-Si-Cu-Mg Systems, University of Sheffield.
6. W. Jurczak, Właściwości mechaniczne i korozyjne stopu AlZn5Mg1 po modyfikacji pierwiastkami stopowymi, *Zeszyty Naukowe Akademii Marynarki Wojennej XLVII Nr 3 (166)* 2006, 21-32.

PODZIĘKOWANIE

Praca powstała w wyniku realizacji projektu PBL na Politechnice Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza, VII edycja: Wpływ modyfikacji składu chemicznego na umocnienie stopów aluminium stosowanych w przemyśle maszynowym.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Recyklat w postaci filamentu do druku 3D

J. Bugla^a, M. Brączek^a, P. Radek^b, M. Ziółkowska^a, S. Nowak^a, J. Popis^c, M. Szindler^c,
M. Szindler^d, J. Orwat^e

^a Student Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Konarskiego 18a, 44-100, Gliwice

^b Student Politechniki Śląskiej, Wydział Elektryczny, Akademicka 3, 44-100 Gliwice

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice, email: magdalena.szindler@polsl.pl

^d Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych, Towarowa 7, 44-100 Gliwice

^e Politechnika Śląska, Wydział Górnictwa, Inżynierii Bezpieczeństwa i Automatyki Przemysłowej, Katedra Geoinżynierii i Eksploatacji Surowców, Akademicka 2, 44-100, Gliwice

Streszczenie:

W artykule opisano recykling odpadów materiałów polimerowych powstających przy wytwarzaniu produktów w technologii addytywnej. Po krótko opisano historię technik przyrostowych, wpływ odpadów z tworzyw sztucznych na środowisko naturalne, poruszono kwestię ilości tych odpadów, także w kontekście druku 3D. Opisano proces recyklingu tworzyw sztucznych, w tym także odpadów z wydruków 3D, w celu ponownego wykorzystania materiału. Opisano zasadę działania wyciarki do wytłaczania filamentu z odpadów powstałych po wydrukach 3D, a także zbadano wytworzony w ten sposób filament.

Abstract:

The article describes the recycling of waste polymer materials generated in the manufacture of products in additive technology. The history of additive technology was briefly described, the impact of plastic waste on the environment, and the amount of this waste was discussed, also in the context of 3D printing. The process of recycling polymer materials, including waste from 3D prints, in order to reuse the material was described. The principle of operation of the extruder for extruding filament from waste generated after 3D printing was described, and the filament produced in this way was examined.

Słowa kluczowe:

technologie przyrostowe, druk 3D, recykling materiałów polimerowych, odpady tworzyw sztucznych, filament z recyklatu

1. Wstęp

Metody przyrostowe w ostatnich latach rozwijają się w bardzo szybkim tempie, a wykorzystanie ich w sposób przemysłowy znane jest od lat 70-tych ubiegłego wieku. Wraz z szybkim rozwojem technik addytywnych, rośnie ich popularność już nie tylko w przemyśle, ale również wśród jednostkowych użytkowników domowych, gdzie coraz częściej można spotkać drukarkę 3D. Dużą zaletą druku 3D jest brak odpadów takich jak na przykład powstawanie wióra przy obróbce skrawaniem. Niemniej jednak faktem jest, że w technologiach addytywnych także występują pewne odpady, choć ich ilość jest znacznie mniejsza. Przykładem mogą być podpory generowane w wydrukach o skomplikowanej geometrii, które nie stanowią elementu i są z niego usuwane, a także wydruki, które nie spełniają oczekiwań użytkownika i trafiają do śmietnika. Zamiast wyrzucać te elementy, można spróbować je przetworzyć w taki sposób, aby znów posłużyły do druku.

Wykorzystanie każdego fragmentu zużytego tworzywa sztucznego w celu ponownego jego użycia, byłoby przełomowym krokiem w stronę całkowitej bezodpadowości techniki druku 3D.

1.1. Krótki zarys historyczny

W 1971 r. Pierre A. L. Ciraud opisał metodę produkcji wyrobów o dowolnej geometrii przez dodawanie materiału w postaci proszku, wykorzystując w tym celu źródło energii. Metoda ta opublikowana dwa lata później dała początek technologii znanej dziś jako SLS (ang. selective laser sintering). Kilka lat później, Amerykanin Ross F. Housholder złożył wniosek patentowy na trzy metody warstwowego formowania wyrobów poprzez spajanie ich różnego rodzaju materiałami. Głównym materiałem jakiego używał wtedy był piasek. W 1984 r. Carl Deckard, na bazie swoich obserwacji z pracy w firmie TRW Mission w Houston, przy produkcji części dla sektora naftowego, stworzył pierwszą koncepcję użycia wiązki lasera lub elektronów do selektywnego przetapiania fragmentów warstw sproszkowanego materiału [1].

W pierwszej połowie lat 90-tych, na rynku pojawiło się szereg nowych firm prezentujących całkowicie nowe podejście do technologii przyrostowych:

- firma Stratasys produkowała drukarki 3D drukujące z termoplastów w technologii FDM (ang. fused deposition modeling),
- firma Helisys produkowała obiekty przestrzenne z folii w technologii LOM (ang. laminated object modeling),
- firma Cubital specjalizowała się w produkcji elementów z fotopolimerów utwardzanych silnym światłem UV w technologii SGC (ang. solid ground curing) [2].

Cały czas jednak były to urządzenia drogie i niedostępne dla użytkownika, który chciałby taką drukarkę postawić u siebie w domu i cieszyć się możliwością wydruku dowolnego elementu.

W 2004 roku Adrian Bowyer – starszy wykładowca na Uniwersytecie Bath w Wielkiej Brytanii, opracował koncept stworzenia tzw. „samoreplikującej się drukarki 3D”. Polegał on na skonstruowaniu urządzenia opartego z jednej strony o ogólnodostępne materiały konstrukcyjne, a z drugiej o elementy powstałe przy użyciu technologii przyrostowych, które mogłyby być później zreplikowane na potrzeby jego kopii. Projekt miał mieć w założeniu charakter open-source i być możliwy do stworzenia przez każdego, kto posiada podstawowe kompetencje, wiedzę i umiejętności w zakresie mechaniki i elektroniki. Przede wszystkim jednak miał być tani. Jako technologię druku wybrano FDM - metodę opracowaną i rozwijaną od początku lat

90-tych XX wieku przez Stratasysa. Z uwagi na to, że nazwa Fused Deposition Modeling była zastrzeżoną nazwą własną firmy, Bowyer wymyślił jej alternatywny opis – Fused Filament Fabrication (FFF).

Za datę powstania konceptu o nazwie „Replicating Rapid Prototyper” – w skrócie RepRap, przyjmuje się dzień 2 lutego 2004 r. Rok później powstał oficjalny blog – reprap.org, na którym opisywano kolejne etapy prac nad projektem. Kilka miesięcy później Rada Naukowa ds. Inżynierii i Fizyki Wielkiej Brytanii przyznała Bowyer’owi grant naukowy w wysokości 20.000 £ na rozwój jego projektu. Od tej pory rozwój technologii przyrostowych dostępnych dla każdego nabrał tempa. Początkowo były to urządzenia głośne i trudne w złożeniu. W roku 2012 Josef Prusa zaprojektował nowy model drukarki, o wiele łatwiejszy w konstrukcji, zwany Prusa Mendel i3. Od tej pory złożenie własnej drukarki 3D nie było już tylko tanie ale również nieskomplikowane. Powstało wiele firm sprzedających gotowe części lub nawet całe drukarki gotowe do montażu tak, aby każdy miał możliwość druku u siebie w domu.

1.2. Ekologia i odpady

Wiele aspektów druku 3D ma bardzo korzystny wpływ na środowisko naturalne m.in. dlatego, że wytwarza bardzo mało odpadów, w przeciwieństwie do obróbki skrawaniem, gdzie tych odpadów jest znaczna ilość. Przy obróbce skrawaniem materiał usuwa się z bloku w celu wytworzenia produktu końcowego, a w druku 3D oprócz materiału potrzebnego na wykonanie elementu, dokłada się go niewiele więcej na tzw. raft czy podpory. Użycie nadmiarowej ilości filamentu jest często niezbędne, aby końcowy produkt spełniał początkowe założenia dotyczące kształtu czy wytrzymałości. Zatem nie jest prawdą, że z 1kg szpuli filamentu otrzymujemy 1kg wydrukowanych elementów. Pewna część szpuli zawsze trafia do kosza, czy to podczas ustawiania optymalnej temperatury druku, czy prędkości druku. Każdy użytkownik drukarki 3D generuje pewną ilość nieudanych wydruków, a projektowanie i drukowanie skomplikowanych elementów może skutkować zwiększeniem tej ilości.

Według danych zebranych przez PEMRG (PlasticsEurope Market Research Group) światowa produkcja tworzyw sztucznych w 2019 roku wyniosła 359 mln ton. Każdego roku 4% światowej produkcji ropy (1,3 miliarda baryłek rocznie) jest wykorzystywane do produkcji nowych tworzyw sztucznych [5]. Niestety tworzywa te w większości nie ulegają degradacji i pozostają w krajobrazie przez wiele setek lat [6]. Z tego powodu zanieczyszczenie środowiska związane z tego typu odpadami stanowi poważny problem. Obecnie aż 80% odpadów z tworzyw sztucznych trafia na wysypiska, a tylko kilka procent jest poddawanych recyklingowi. Największym problemem są tworzywa sztuczne wykonane z polietylenu, polipropylenu i polichlorku winylu, których składowanie powoduje emisję gazów cieplarnianych, a które są szeroko stosowane przez producentów [7].

Choć w druku 3D często stosuje się bardziej przyjazne środowisku materiały polimerowe jak np. PLA, to wzrost popularności techniki i liczby użytkowników przekłada się na wzrost powstających odpadów, w tym nadmiar materiału z części drukowanych, np. struktury nośne, końce filamentów i skrawki.

Z przeprowadzonej w 2019 r. na stronie filamentive.com ankiety dotyczącej użytkowników drukarek 3D, wynika że większość użytkowników zużywa poniżej 2 kg filamentu miesięcznie (0-1kg prawie 40% ankietowanych, 1-2kg trochę ponad 30% ankietowanych), a około 25% zużywa 3-10 kg filamentu [9]. Ponad 50% użytkowników określiło straty materiału na 6-19%, 20% ankietowanych określiło ilość odpadów na 20-39% natomiast aktualizacja ankiety z 2021 roku podaje, że 10% wydruków 3D staje się odpadem [9]. W przeliczeniu na ilość

zainstalowanych tylko w Wielkiej Brytanii drukarek 3D (232 000 sztuk) daje to 278 400 kg odpadów rocznie. Największą przyczyną odpadów z wydruku 3D ankietowani podają jako nieudane wydruki (80,98%), wsporniki (56,69%), wydruki testowe (44,88%) oraz prototypy (26,83%) [9].

1.3. Materiały do druku 3D i ich przetwarzanie

Do druku 3D dostępnych jest wiele materiałów polimerowych w postaci filamentu, chociaż wybór jest bardzo ograniczony w porównaniu z polimerami do formowania wtryskowego. Wszystkie materiały do drukowania muszą spełniać podstawowe (te same) wymagania: materiał powinien mieć niską temperaturę topnienia i obniżoną lepkość, aby wypłynąć z dyszy w celu osadzenia i przylegania do poprzedniej warstwy pod wpływem niskiego ciśnienia stosowanego przez mechanizm wytłaczania.

Filamenty wykorzystywane w druku 3D to przede wszystkim tworzywa termoplastyczne. Najpopularniejsze to akrylonitryl-butadien-styren (ABS) i polikwas mlekowy (PLA) [10]. Pozostała grupa materiałów to polikaprolakton (PCL), poliwęglan (PC), polistyren (PS), polieteroimid (PEI), polieteroeteroketon (PEEK) oraz różne rodzaje polietylenu (PE), w tym LDPE (PE o niskiej gęstości), LLDPE (liniowy PE o niskiej gęstości) i HDPE (PE o wysokiej gęstości) [11]. Tego typu materiały są powszechnie używane do drukowania części samochodowych, narzędzi chirurgicznych, prototypów, różnego rodzaju opakowań, małej architektury ogrodowej, zabawek i wielu innych produktów codziennego użytku. Filamenty stosowane w druku 3D powstają najczęściej w procesie wytłaczania, przez wprowadzenie do ekstrudera granulatu lub proszku polimerowego, który pod wpływem temperatury zamienia się w jednorodny materiał w postaci linki o określonych parametrach [10].

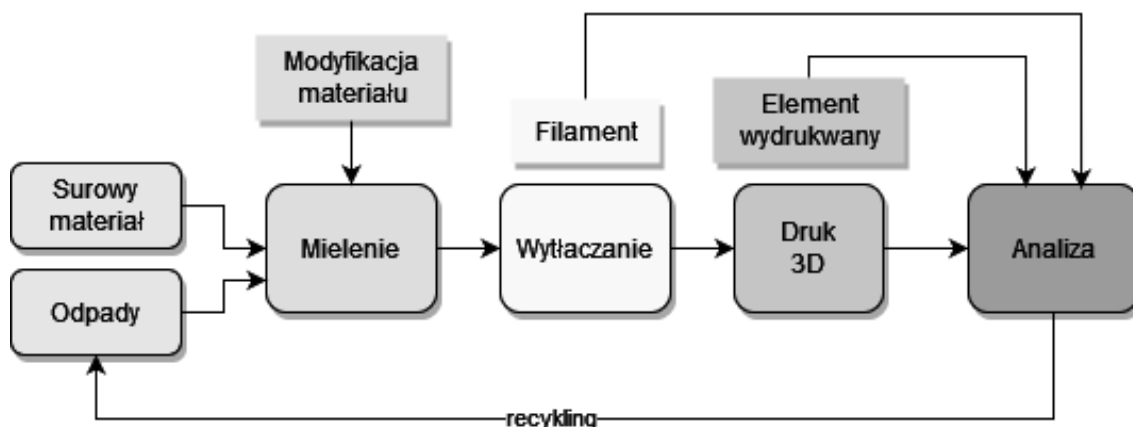
Proces recyklingu materiałów polimerowych do druku 3D opiera się na szeregu czynności, takich jak selektywna separacja materiałów, oczyszczanie, rozdrabnianie, ponowne topienie i wytłaczanie. Głównymi przeszkodami wynikającymi z tego procesu są aspekty logistyczne i ekonomiczne. Analiza wykazuje brak korzyści ekonomicznych z recyklingu materiałów, a koszt produktu z recyklingu zależy od ceny rynkowej pierwotnie wyprodukowanego filamentu [12]. Jednak biorąc pod uwagę rosnące ograniczenia środowiskowe i recykling odpadów z tworzyw sztucznych, jest ekologicznie uzasadnione mimo braku wyraźnej opłacalności ekonomicznej. Coraz więcej firm oferuje filamente z recyklingu PLA lub ABS. Niestety na razie niewiele jest informacji o właściwościach mechanicznych wytworzonych filamentów z recyklingu. Mają decydujący wpływ na jakość druku. Zatem zbadanie tych właściwości filamentów z recyklingu i porównanie ich z materiałem pierwotnym zapewni podstawową wiedzę niezbędną do dalszego rozwoju technologii druku 3D [10].

Głównym ograniczeniem związanym z ponownym wykorzystaniem materiału jest problem zmiany właściwości po kilkukrotnym recyklingu. Dodatkowo obserwuje się utratę stabilności, co z kolei może niekorzystnie wpływać na zdrowie człowieka [13].

Wielokrotne przetłaczanie polimerów ma silny wpływ na zmianę ich lepkości, masy cząsteczkowej i wytrzymałości na rozerwanie. Zmiany właściwości mogą być generowane przez takie czynniki jak temperatura, wilgotność czy ciśnienie [14].

Ogólny schemat recyklingu odpadów do druku 3D pokazano na rysunku 1. W pierwszym etapie materiał jest segregowany i czyszczony, a następnie mielony. W kolejnym etapie rozdrobniony materiał wytłaczany jest w wysokiej temperaturze (temperatura ustalana w zależności od rodzaju polimeru). Przygotowany filament wkładany jest do drukarki 3D, a wydrukowany z niego element poddawany jest analizie, pod względem właściwości

mechanicznych, reologicznych i strukturalnych. Badana próbka jest ponownie mielona [14]. W przypadku modyfikacji materiału pojawia się dodatkowy etap: w pierwszym przypadku do mieszanego materiału dodawany jest dodatkowy składnik i spoiwo (np. olej silikonowy), a następnie jest wytłaczany filament [15]. W drugim przypadku zmielony element jest rozpuszczany w rozpuszczalniku organicznym z dodatkowym składnikiem wzmacniającym, rozpuszczalnik jest odparowywany, a materiał jest wytłaczany.



Rysunek 1. Ogólny schemat recyklingu odpadów

Figure 1. General diagram of waste recycling

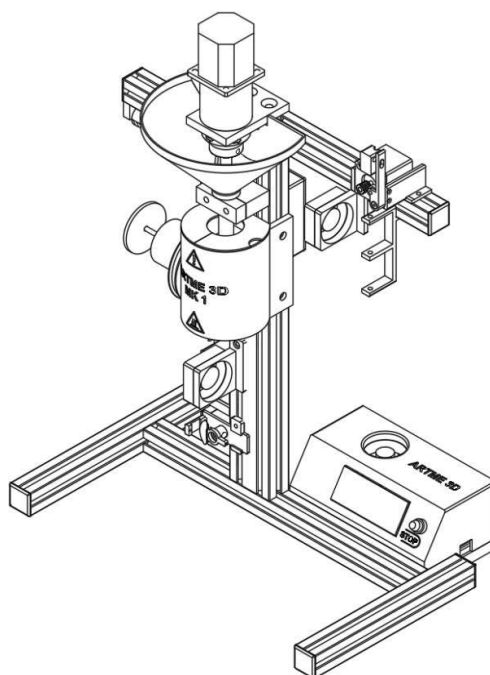
2. Materiał użyty do badań, przygotowanie próbek

Do badań użyto komercyjnie dostępnego filamentu koloru białego wytworzonego z PLA o średnicy 1,75 mm, firmy SHENZHEN eSUN INDUSTRIAL. Filament ten posłużył do wydrukowania kilku projektów. Drukowanie realizowano na drukarce 3D MakerBot SKETCH, pracującej w technologii FDM (ang. Fused Deposition Modeling). Podstawowe parametry druku ustalono następująco:

- temperatura dyszy: 220 °C;
- szybkość drukowania: 80 mm/s;
- temperatura stolika: 50 °C.

Wydrukowane elementy zmielono w młynku, a powstały materiał przetłoczono przez wytłaczarkę do tworzyw MK1 firmy Artme 3D. Schemat wytłaczarki pokazano na rysunku 2. Następnie z tak przygotowanego filamentu wydrukowano przy ustalonych parametrach ponownie kilka projektów. Wydrukowane elementy znów zmielono i wytłoczono filament. Zrealizowano w ten sposób kilka cykli złożonych z drukowania, mielenia i wytłaczania, otrzymując pięć próbek filamentu do badań:

- filament PLA w stanie dostarczonym przez producenta;
- filament PLA po pierwszym przetworzeniu;
- filament PLA po drugim przetworzeniu;
- filament PLA po trzecim przetworzeniu;
- filament PLA po czwartym przetworzeniu.



Rysunek 2. Konstrukcja ARTME 3D MK1 [16]
Figure 2. Construction of ARTME 3D MK1 [16]

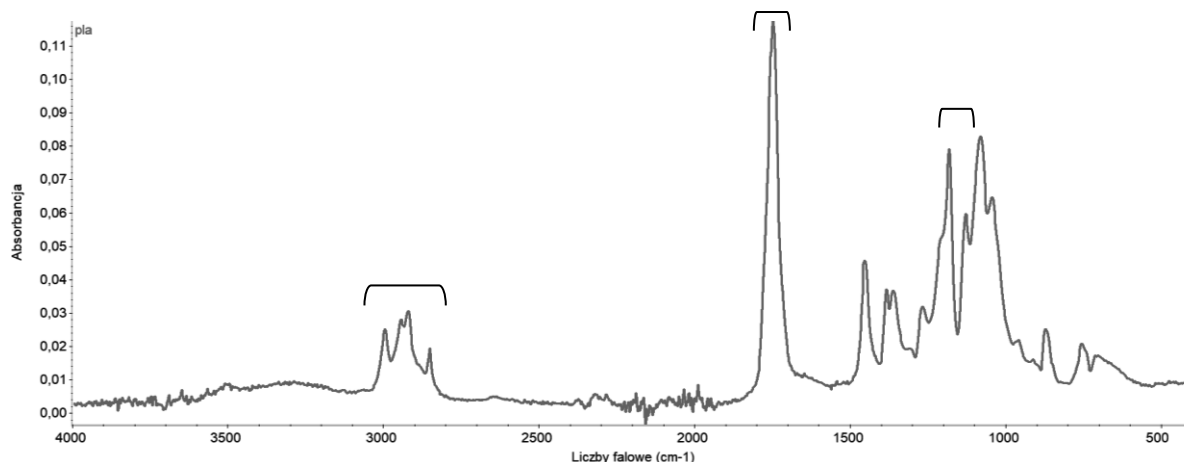
3. Badania przy użyciu spektrometru FTiR

Przygotowane próbki materiałów zbadano przy użyciu spektrometru na podczerwień z transformacją Fourier'a, firmy Thermo Fisher Scientific (Rysunek 3). Widma zarejestrowano w zakresie średniej podczerwieni, od 2,5 do 25 μm . Widma rejestrowano w funkcji absorbancji, przy użyciu przystawki ATR (ang. Attenuated Total Reflection), działającej w oparciu o metodę osłabionego całkowitego wewnętrznego odbicia.

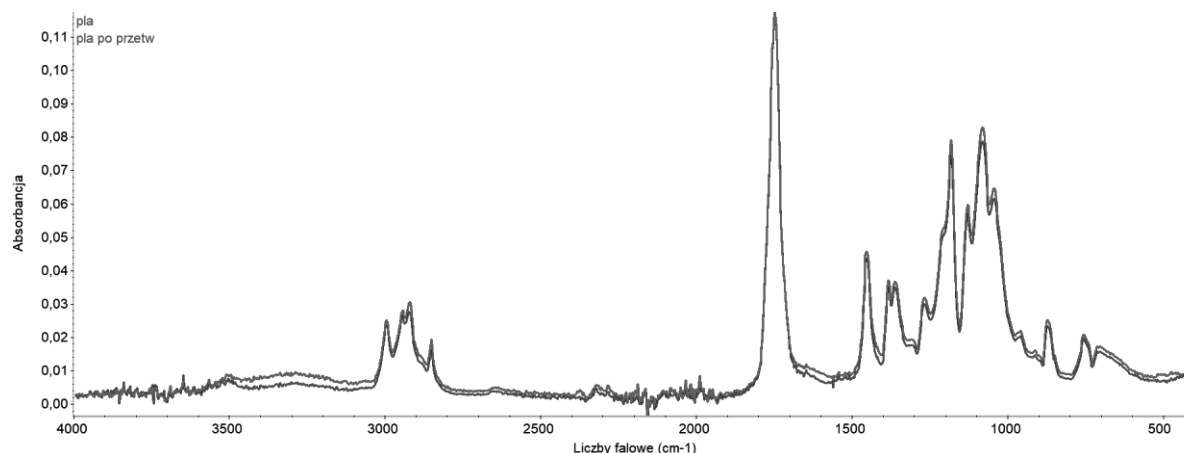


Rysunek 3. Spektrometr FT-iR Nicolet 6700 firmy Thermo Fisher Scientific
Figure 3. Nicolet 6700 FT-iR Spectrometer from Thermo Fisher Scientific

Zarejestrowane widma zestawiono na rysunkach 4 i 5. Asymetryczne drgania rozciągające wiązań CH_3 i wiązań CH_2 zarejestrowano odpowiednio przy $2975\text{-}2950\text{ cm}^{-1}$ oraz przy około 2930 cm^{-1} . Symetryczne drgania CH_3 zarejestrowano przy $2885\text{-}2865\text{ cm}^{-1}$, podczas gdy symetryczne drgania CH_2 zarejestrowano przy około $2870\text{-}2840\text{ cm}^{-1}$. W zakresie $1800\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$ zarejestrowano pasmo pochodzące od drgań rozciągających wiązania $\text{C}=\text{O}$, natomiast w zakresie $1200\text{-}1100\text{ cm}^{-1}$ pasmo pochodzące od drgań rozciągających wiązania $\text{C}-\text{O}$. Widma wszystkich próbek są bardzo podobne do siebie, nie zarejestrowano znaczących różnic między widmami. Nie zarejestrowano także innych, obcych wtrąceń w materiale po przetworzeniu.



Rysunek 4. Widmo FTiR filamentu PLA w stanie dostarczone przez producenta
Figure 4. FTiR spectrum of PLA filament as supplied by the manufacturer



Rysunek 5. Zestawienie widm FTiR filamentu PLA w stanie dostarczone przez producenta (linia czerwona) i filamentu po przetworzeniu (linia zielona)
Figure 5. Comparison of FTiR spectra of PLA filament as supplied by the manufacturer (red line) and filament after processing (green line)

4. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Niekwestionowaną zaletą druku 3D jest niewielka ilość odpadów materiału w postaci brimmu, raftu, czy podpór. Jednakże, ze względu na stale rosnące zainteresowanie tą techniką

oraz rosnącą liczbę zainstalowanych drukarek 3D wzrasta też ilość produkowanych w ten sposób odpadów. Zatem istnieje realna potrzeba na ponowne zagospodarowanie wcześniej już przetworzonego materiału. W ramach wykonanych badań spektroskopowych zidentyfikowano charakterystyczne grupy wiązań, z których składa się materiał polimerowy PLA. Widma zarejestrowane nawet po pięciokrotnym przetworzeniu tego samego materiału polimerowego są bardzo podobne do widma filamentu PLA w stanie dostarczonym przez producenta. Na widmach nie zarejestrowano istotnych różnic, które mogłyby wskazywać na zmianę struktury materiału po kilku przetworzeniach. Stąd można wnioskować, że własności materiału nie uległy zmianie lub zmieniły się niewiele. W przyszłości planowane jest poszerzenie wachlarza badań o własności mechaniczne.

LITERATURA

1. P. Ślusarczyk, „HISTORIA DRUKU 3D – CZĘŚĆ 1: jak stary jest druk 3D, kto naprawdę jest jego twórcą oraz kto wymyślił jego nazwę?”, Centrum Druku 3D | usługi druku 3D, drukarki 3D, wiedza i informacja, 9 marzec 2017. <https://centrumdruku3d.pl/historia-druku-3d/> (dostęp 10 październik 2022).
2. P. Ślusarczyk, „HISTORIA DRUKU 3D – CZĘŚĆ 2: początki branży druku 3D na świecie, czyli jak Stratasys sprzedawał drukarki 3D do metalu, a EOS produkował drukarki 3D do żywic”, Centrum Druku 3D | usługi druku 3D, drukarki 3D, wiedza i informacja, 23 marzec 2017. <https://centrumdruku3d.pl/historia-druku-3d-czesc-2/> (dostęp 10 październik 2022).
3. P. Ślusarczyk, „HISTORIA DRUKU 3D – CZĘŚĆ 3: projekt RepRap i narodziny niskobudżetowej branży druku 3D na świecie”, Centrum Druku 3D | usługi druku 3D, drukarki 3D, wiedza i informacja, 12 kwiecień 2017. <https://centrumdruku3d.pl/historia-druku-3d-czesc-3-projekt-reprap-i-narodziny-niskobudzetowej-branzy-druku-3d-na-swiecie/> (dostęp 11 październik 2022).
4. „Nasza historia | Drukarki 3D Original Prusa bezpośrednio od Josefa Prusy”, Prusa3D by Josef Prusa. https://www.prusa3d.com/pl/strona/nasza-historia_875/ (dostęp 12 październik 2022).
5. N. Singh, D. Hui, R. Singh, I. P. S. Ahuja, L. Feo, i F. Fraternali, „Recycling of plastic solid waste: A state of art review and future applications”, *Composites Part B: Engineering*, t. 115, s. 409–422, kwi. 2017, doi: 10.1016/j.compositesb.2016.09.013.
6. L. Gu i T. Ozbakkaloglu, „Use of recycled plastics in concrete: A critical review”, *Waste Management*, t. 51, s. 19–42, maj 2016, doi: 10.1016/j.wasman.2016.03.005.
7. A. Aboulkas, K. El harfi, i A. El Bouadili, „Thermal degradation behaviors of polyethylene and polypropylene. Part I: Pyrolysis kinetics and mechanisms”, *Energy Conversion and Management*, t. 51, nr 7, s. 1363–1369, lip. 2010, doi: 10.1016/j.enconman.2009.12.017.
8. J. Hopewell, R. Dvorak, i E. Kosior, „Plastics recycling: challenges and opportunities”, *Phil. Trans. R. Soc. B*, t. 364, nr 1526, s. 2115–2126, lip. 2009, doi: 10.1098/rstb.2008.0311.
9. R. Toor, „The 3D Printing Waste Problem”, <https://www.filamentive.com/>
<https://www.filamentive.com/the-3d-printing-waste-problem/> (dostęp 12 październik 2022).

10. I. Anderson, „Mechanical Properties of Specimens 3D Printed with Virgin and Recycled Polylactic Acid”, *3D Printing and Additive Manufacturing*, t. 4, nr 2, s. 110–115, cze. 2017, doi: 10.1089/3dp.2016.0054.
11. K. Mikula i in., „3D printing filament as a second life of waste plastics—a review”, *Environ Sci Pollut Res*, t. 28, nr 10, s. 12321–12333, mar. 2021, doi: 10.1007/s11356-020-10657-8.
12. F. A. Cruz Sanchez, H. Boudaoud, S. Hoppe, i M. Camargo, „Polymer recycling in an open-source additive manufacturing context: Mechanical issues”, *Additive Manufacturing*, t. 17, s. 87–105, paź. 2017, doi: 10.1016/j.addma.2017.05.013.
13. D. Lithner, Å. Larsson, i G. Dave, „Environmental and health hazard ranking and assessment of plastic polymers based on chemical composition”, *Science of The Total Environment*, t. 409, nr 18, s. 3309–3324, sie. 2011, doi: 10.1016/j.scitotenv.2011.04.038.
14. M. Żenkiewicz, J. Richert, P. Rytlewski, K. Moraczewski, M. Stepczyńska, i T. Karasiewicz, „Characterisation of multi-extruded poly(lactic acid)”, *Polymer Testing*, t. 28, nr 4, s. 412–418, cze. 2009, doi: 10.1016/j.polymertesting.2009.01.012.
15. „The Effects of Iron, Silicon, Chromium, and Aluminum Additions on the Physical and Mechanical Properties of Recycled 3D Printing Filaments”, doi: 10.1002/adv.21777.
16. „Home”, *ARTME 3D*. <https://www.artme-3d.de/> (dostęp 12 grudzień 2022).



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Zastosowanie zregenerowanego węgla aktywnego ze zużytych filtrów dzbankowych do adsorpcji fenolu z zanieczyszczonej rzeki

P. Cichy^a, K. Dudzisz^a, R. Kupny^a, J. Rurańska^a, P. Nowoświat^a, M. Holewa^b, E. Puszczalo^c,
B. Pieczykolan^d, A. Marszałek^d, M. Sroka^e

^a Studenci Politechniki Śląskiej, Wydział Chemiczny, email: piotcic184@student.polsl.pl

^b Student Politechniki Śląskiej, Wydział Inżynierii Środowiska i Energetyki, email: marchol518@student.polsl.pl

^c Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Środowiska i Energetyki, Katedra Ochrony Powietrza
email: ewa.puszczalo@polsl.pl

^d Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Środowiska i Energetyki, Katedra Inżynierii Wody i Ścieków, email: barbara.pieczkolan@polsl.pl; anna.marszalek@polsl.pl

^e Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, email: marek.sroka@polsl.pl

Streszczenie: Celem pracy była ocena skuteczności adsorpcji fenolu z rzeki zlokalizowanej w województwie śląskim. W artykule przedstawiono metodę oczyszczania wód z wykorzystaniem zregenerowanego węgla aktywnego z łupin orzecha kokosowego pozyskanego ze zużytych filtrów dzbankowych. Efektywność procesu została oceniona na podstawie stopnia obniżenia fenolu.

Abstract: The aim of this study was to evaluate the efficiency of phenol adsorption from a river located Silesia province. The paper presents a method of water treatment using regenerated activated carbon from coconut shells obtained from used jug filters. The efficiency of the process was evaluated based on the degree of reduction of phenol.

Słowa kluczowe: zanieczyszczenia wód, regeneracja węgla aktywnego, adsorpcja fenolu,

1. WSTĘP

Proces adsorpcji przy użyciu węgla aktywnego jest szeroko stosowanym rozwiązaniem w usuwaniu różnego rodzaju zanieczyszczeń i toksyn ze środowiska [1]. Niestety adsorbent po okresie czynnego użytkowania staje się odpadem i tym samym stanowi uciążliwy problem. Częściowym rozwiązaniem tego zagadnienia może stać się proponowana przez nasz skład autorski regeneracja adsorbentu, który następnie może zostać ponownie wykorzystany do usuwania zanieczyszczeń. Węgiel aktywny był pozyskiwany z zużytych wkładów filtrujących wodę, używanych w dzbankach filtracyjnych, bardzo często stosowanych w naszych

gospodarstwach domowych. Przeprowadzono regenerację węgla aktywnego pochodzącego z łupin orzecha kokosowego, znajdującego się we wkładach filtrujących wodę.

Regeneracja węgla aktywnego w celu przywrócenia jego właściwości adsorpcyjnych może odbywać się za pomocą różnych metod fizycznych oraz chemicznych.

Metodami fizycznymi regeneracji adsorbentów węglowych, które pozwalają na odzyskanie właściwości sorpcyjnych są metody termiczne [2]. Jedną z metod aktywacji surowców węglowych w celu otrzymania adsorbentu jest wykorzystanie promieni mikrofalowych. Kaźmierczak-Rażna i in. za najskuteczniejszą metodą aktywacji prekursorów adsorbentów węglowych przy wykorzystaniu ogrzewania mikrofalowego uważa zastosowanie następujących warunków: temp. 700°C i czasu 60 minut. Otrzymany w tych warunkach węgiel był w stanie zaadsorbować gazy toksyczne, ok. 21 mg siarkowodoru i 47 mg tlenku azotu(IV) [3].

Inną metodą aktywacji adsorbentu węglowego może być aktywacja chemiczna przy użyciu kwasu [4]. Zespół LiHui Huang wykorzystał kwas fosforowy (V), 40% roztwór H_3PO_4 który, w połączeniu z obróbką termiczną w 450°C przez 1h pozwolił na uzyskanie adsorbentu zdolnego do usuwania jonów niklu z pojemnością adsorpcyjną [5].

Fenole lotne to substancje niebezpieczne, uwzględnione w prawodawstwie Polski jako jedne z „pozostałych substancji zanieczyszczających” [6], indeks fenolowy na poziomie 0,1 mg/l jest maksymalnym dopuszczalnym stężeniem dla wszystkich rodzajów ścieków pochodzących ze wszystkich sektorów. Konieczne więc jest opracowanie metody usuwania fenoli z roztworów wodnych, ponieważ ścieki, zwłaszcza ścieki przemysłowe pochodzące z przemysłu chemicznego: rafinacji ropy, produkcji organicznych substancji chemicznych czy przetwórstwa oliwy [7] mogą zawierać podwyższone w stosunku do dopuszczalnego ich stężenie.

Fenole to toksyny, które mają udowodnione działanie rakotwórcze, mutagenne, teratogenne i inne. Są uznawane za jedne z kluczowych zanieczyszczeń organicznych na świecie [8]. Są to substancje organiczne, rozpuszczają się dobrze w substancjach ropopochodnych, stąd możliwa jest ich ekstrakcja [8], ze ścieków zawierających 6000 mg/l fenolu i 5% soli odprowadzanych przez zakłady chemiczne, >99% fenolu odzyskano poprzez ekstrakcję oktanołem.

Fenole w rzekach, zwłaszcza chlorofenole, poprzez swoją toksyczność połączoną z trwałością w środowisku mają znaczący wpływ na zapach i smak wody już w ilościach rzędu kilku $\mu\text{g/l}$ [9]. Trwałość fenoli, ze szczególnym uwzględnieniem EDC- fenolowych substancji chemicznych zaburzających gospodarkę hormonalną wynika z ich adsorpcji na osadach rzecznych, która według badań Xueping Wang i in. [10] zależy od rozmiaru cząsteczki, stężenia kwasów humusowych, pH oraz temperatury. Fenole jako istotny składnik agrochemikaliów stanowią zagrożenie dla fauny wodnej ze względu na ich toksyczność, trwałość i skłonność do akumulacji w organizmach [11,12] co pośrednio może prowadzić do dostania się fenoli do organizmów ludzkich poprzez ich spożycie. Ponadto obecność fenoli ułatwia aktywację i mobilność metali ciężkich na granicy gleba-roślina [13].

W związku z tym w niniejszej pracy podjęto próbę adsorpcji fenolu znajdującego się w rzece na zregenerowanym węglu aktywnym z łupin orzecha kokosowego.

2. METODYKA I PRZEDMIOT BADAŃ

Przedmiotem badań była rzeka znajdująca się w województwie śląskim. W tabeli 1. przedstawiono pomiary podstawowych parametrów wody z rzeki, tj. pH, przewodnictwa, barwy, OWO, stężenia azotu amonowego, azotanów (V), fosforanów (V), wybranych metali oraz fenolu.

Tablica 1. Charakterystyka fizykochemiczna wody z rzeki
 Table 1. Physical and chemical characteristics of the river water

Parametr	Jednostka	Rzeka	Rozporządzenie Ministra Gospodarki Morskiej i Żeglugi Śródlądowej Dz.U.2019.1311 [6]
pH	-	8,00	6,5-9,0
Przewodnictwo	μS/cm	17,57	-
Barwa	mg Pt/L	37,00	-
OWO	mg/L	6,27	30,00
N-NH ₄ ⁺	mg/L	2,30	10,00
N-NO ₃ ⁻	mg/L	2,80	30,00
P-PO ₄ ³⁻	mg/L	0,30	2,00
Żelazo	mg/L	0,65	10,00
Miedź	mg/L	0,21	0,50
Nikiel	mg/L	0,30	0,50
Kadm	mg/L	0,05	-
Mangan	mg/L	0,35	-
Fenol	mg/L	0,48	0,10

Zarówno przewodnictwo, barwa, jak i stężenia kadmu i manganu nie są regulowane normą. Wartość OWO znajdowała się w dolnej granicy normy zamieszczonej w Rozporządzeniu Ministra Gospodarki Morskiej i Żeglugi Śródlądowej. Stężenia N-NH₄⁺, N-NO₃⁻, P-PO₄³⁻, żelaza, miedzi oraz niklu również mieściły się w normie. Natomiast stężenia fenolu przekroczyło zalecaną normy. Wyniosło ono 0,48 mg/L co prawie pięciokrotnie przekroczyło wartość znajdująca się Rozporządzeniu Ministra Gospodarki Morskiej i Żeglugi Śródlądowej.

W badaniach zastosowano węgiel aktywny, który był pozyskiwany ze zużytych wkładów filtrujących wodę, używanych w dzbankach filtracyjnych. Proces przeprowadzono po regeneracji węgla aktywnego pochodzącego z łupin orzecha kokosowego.

Wkłady filtrujące oczyszczono z zanieczyszczeń za pomocą wody destylowanej, wysuszone a następnie rozdzielono wymiennik jonowy od węgla aktywnego. Węgiel aktywny przesiano w przesiewaczu pneumatycznym. Uzyskano granulki wielkości od 0,5 do 1 mm. Następnie węgiel aktywny poddano procesowi karbonizacji w piecu muflowym w temperaturze 500°C w czasie 2 godzin. Kolejnym etapem była aktywacja adsorbentu za pomocą kwasu fosforowego. W procesie aktywacji stosunek adsorbentu do H₃PO₄ wynosił 1:2. Następnie materiał suszono przez 24 godziny w temp. 110°C. W kolejnym etapie adsorbent płukano wodą destylowaną do uzyskania pH 6,5 i ponownie wysuszone w temp. 110°C. Następnie adsorbent poddano działaniu pola mikrofalowego. Zastosowano moc 700 W i czas 10 min. W badaniach uzyskano: adsorbent 1 – karbonizowany i aktywowany kwasem oraz adsorbent 2 – karbonizowany, aktywowany kwasem i poddany działaniu pola mikrofalowego.

Skuteczność procesu adsorpcji oceniono monitorując podstawowe parametry jakościowe (barwa, OWO, przewodność, pH). Pomiar barwy i mętności przeprowadzono za pomocą

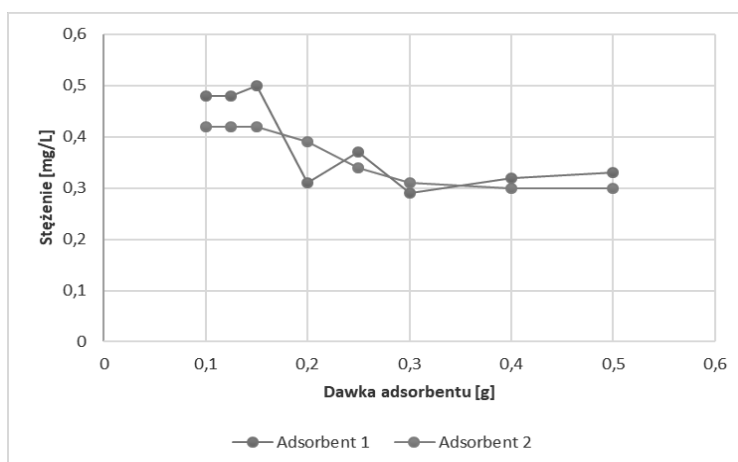
aparatu UV–Vis Spectroquant® Pharo 300 (Merck, Kenilworth, NJ, USA). Stężenie azotu, fosforanów, amonu oraz metali oznaczono spektrofotometrycznie za pomocą zestawów testowych firmy Merck. TOC mierzono za pomocą analizatora serii TOC-L S (Shimadzu, Kioto, Prefektura Kioto, Japonia). Przewodnictwo oraz pH monitorowano wielofunkcyjnym analizatorem CX-461 (Elmetron, Polska).

Dokonano charakterystyki fizykochemicznej wody z rzeki po procesie adsorpcji w dawce adsorbentu $0,3 \text{ g}/100 \text{ cm}^3$, a czas kontaktu wyniósł 2 godziny. Zbadano wpływ czasu kontaktu oraz dawki na zdolność adsorpcji fenolu. Adsorpcję prowadzono w szklanych bulkach o pojemności 100 ml, w wytrząsarce z inkubatorem przy 300 obr./min. Eksperymenty kinetyczne przeprowadzono w następujący sposób: 0,15 g adsorbentu dodano do 50 cm^3 wody z rzeki w szklanych kolbach, kolbę wytrząsano z prędkością 300 obr./min przez następujące czasy: 5, 10, 15, 20, 30, 60, 120, 180, 240 min. pH roztworu utrzymywano na stałym poziomie. Próbkę adsorbentu oddzielano od cieczy do analizy w ustalonych odstępach czasu. Objętość roztworu wynosiła 50 cm^3 , a masa sorbentów wahała się od 0,1 g do $0,5 \text{ g}/100 \text{ cm}^3$.

Przeprowadzono również eksperymenty okresowe w celu zbadania wpływu pH roztworu. pH kontrolowano za pomocą $0,1 \text{ mol/L}$ roztworu HNO_3/NaOH . W tych badaniach zastosowano dawkę adsorbentu $0,3 \text{ g}/100 \text{ cm}^3$, a czas kontaktu wyniósł 2 godziny.

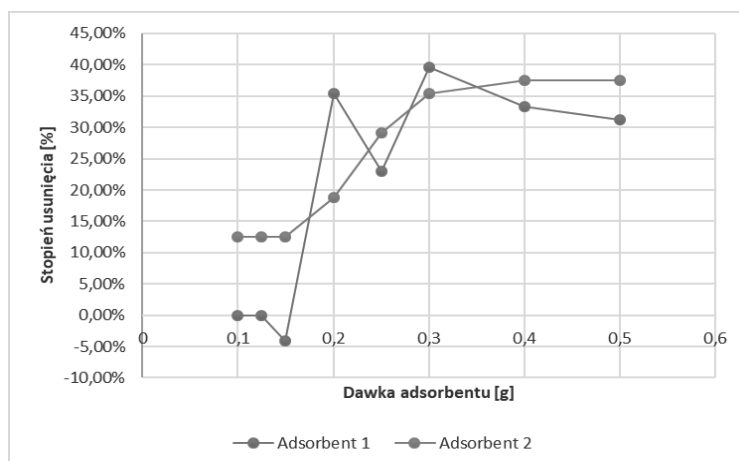
3. WYNIKI

Na rysunkach 1 i 2 przedstawiono wyniki badania wpływu dawki adsorbentu na zdolność adsorpcji fenolu z rzeki. Określono zależności stężenia fenolu od dawki adsorbentów oraz zależność stopnia usunięcia fenolu od dawki adsorbentu.



Rysunek 1. Wpływ dawki adsorbentów na zdolność adsorpcji fenolu z rzeki (zależności stężenia fenolu od dawki adsorbentów)

Figure 1. Effect of adsorbent dosage on phenol adsorption capacity from river (phenol concentration-dose dependence of adsorbents)



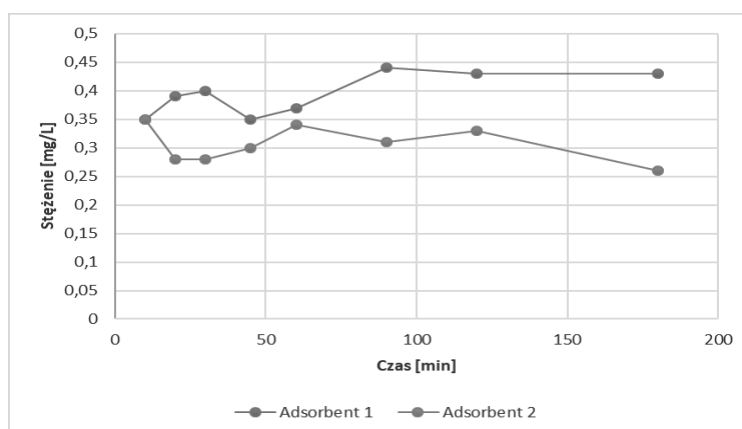
Rysunek 2. Wpływu dawki adsorbentów na zdolność adsorpcji fenolu z rzeki (zależności stopnia usunięcia fenolu od dawki adsorbentów)

Figure 2. Effect of adsorbent dosage on phenol adsorption capacity from river (Dose dependence of phenol removal rate of adsorbents)

Podczas procesu adsorpcji adsorbent 2 wykazywał się równomiernym wzrostem stopnia usunięcia fenolu w całym zakresie przebadanych dawek tj od 0,1 – 0,5 g/100mL. Stopień usunięcia kształtował się odpowiednio w granicach 12,5-37%. Co odpowiadało wartościom stężenia fenolu w oczyszczonej wodzie 0,41-0,3 mg/L.

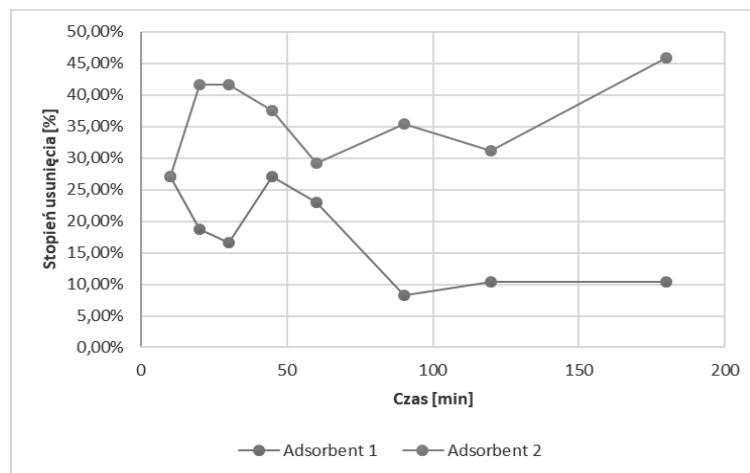
Adsorbent 1 wykazała się mniejszą stabilnością. Początkowo fenol nie był adsorbowany a nawet zauważono niewielki wzrost jego stężenia. Następnie przy dawce 0,2 g/100mL zaobserwowano gwałtowny wzrost usunięcia fenolu, potem zanotowano spadek stopnia usunięcia, ale ostatecznie zaobserwować ustabilizowanie się stopnia usunięcia fenolu na poziomie 31% co odpowiada stężeniu fenolu 0,33 mg/L.

Na rysunkach 3 i 4 przedstawiono wyniki badania wpływu czasu trwania procesu na zdolność adsorpcji fenolu z rzeki. Określono zależności stężenia fenolu od czasu trwania procesu oraz zależność stopnia usunięcia fenolu od czasu trwania procesu.



Rysunek 3. Wpływu czasu trwania procesu adsorpcji na stężenia fenolu

Figure 3. Effect of adsorption process duration on phenol concentrations



Rysunek 4. Wpływu czasu trwania procesu adsorpcji na stopniem usunięcia fenolu
 Figure 4. Effect of adsorption process duration on phenol removal rate

Podczas badania wpływu czasu na efektywność adsorpcji fenolu adsorbent 2 wykazał się zdecydowanie większą skutecznością. Po początkowym wzroście stopnia usunięcia z 27 na 41%, następnie efektywność usunięcia fenolu zmalała do 30% (w czasie trwania procesu 60 min), aby ostatecznie ustabilizować się na poziomie 46% podczas adsorpcji w czasie 180 min co odpowiadało stężeniu fenolu 0,26 mg/L.

Adsorbent 1 wykazał się mniejszą skutecznością w usuwaniu fenolu. A mianowicie podczas zastosowania krótkich czasów adsorpcji następowały zmiany stopnia usunięcia od 16-27% natomiast podczas stosowania dłuższych czasów adsorpcji tj. powyżej 90 min, stopień usunięcia ustabilizował się na poziomie 10%, co odpowiada stężeniu fenolu 0,43 mg/L.

W tabeli 2. przedstawiono pomiary podstawowych parametrów wody, tj. pH, przewodnictwa, barwy, ChZT, stężenia azotu amonowego, azotanów (V), fosforanów (V), niektórych metali oraz fenolu, po procesie adsorpcji z udziałem adsorbentów 1 i 2.

Tablica 2. Charakterystyka fizykochemiczna wody z rzeki po procesie adsorpcji
 Table 2. Physicochemical characteristics of river water after adsorption process

Parametr	Jednostka	Adsorbent 1	Adsorbent 2
pH	-	7,90	7,73
Przewodnictwo	μS/cm	16,51	14,63
Barwa	mg Pt/L	23,00	11,00
N-NH ₄ ⁺	mg/L	0,33	0,28
N-NO ₃ ⁻	mg/L	2,50	2,40
P-PO ₄ ³⁻	mg/L	1,90	1,10
Żelazo	mg/L	0,20	0,21
Miedź	mg/L	0,08	0,06
Nikiel	mg/L	0,72	0,26
Ołów	mg/L	0,47	0,68
Kadm	mg/L	0,03	0,02
Mangan	mg/L	0,15	0,19
Fenol	mg/L	0,15	0,06

Po procesie adsorpcji, stężenia azotu amonowego uległo około siedmiokrotnemu obniżeniu. Stężenia azotanów (V) również uległy obniżeniu, jednak nieznacznemu. Stężenia fosforanów (V) wzrosły w przypadku obu adsorbentów, jednak dla adsorbentu 2 był to aż wzrost sześciokrotny. Stężenia niektórych metali, w tym żelaza, miedzi, kadmu i manganu, uległy znacznemu obniżeniu w obu przypadkach. Stężenie niklu w przypadku adsorbentu 1 uległo obniżeniu, a w przypadku adsorbentu 2 wzrosło. Odwrotna sytuacja miała miejsce w przypadku stężenia ołowiu. Stężenie fenolu w obu przypadkach zmalało, adsorbent 2 wykazywał się czterokrotnym obniżeniem tego związku.

4. WNIOSKI

Stężenie fenolu w próbce wody środowiskowej, w porównaniu z dopuszczalnym poziomem przekroczyło normę pięciokrotnie.

Oba badane adsorbenty wykazały zdolność do adsorpcji fenolu, obniżając jego stężenie w oczyszczonej wodzie, jednak nie udało się osiągnąć stężenia fenolu mieszczącego się w granicach normy wg Rozporządzenie Ministra Gospodarki Morskiej i Żeglugi Śródlądowej.

W badaniach stosowano wody rzeczywistą, pochodzącą z rzeki w związku z tym zostały zaadsorbowane również inne zanieczyszczenia znajdujące się w wodzie.

Ze względu na obiecujące wyniki proponuje się zoptymalizować proces regeneracji, co przełożyłoby się na uzyskanie skuteczniejszej adsorpcji fenolu w przyszłości.

LITERATURA

1. Mohamad Firdaus Mohamad Yusop, Erniza Mohd Johan Jaya, Mohd Azmier Ahmad, Single-stage microwave assisted coconut shell based activated carbon for removal of Zn(II) ions from aqueous solution – Optimization and batch studies, *Arabian Journal of Chemistry*, Vol. 15, 8 (2022) 104011,
2. E. Gabruś, P. Tabero, T. Aleksandrak, A study of the thermal regeneration of carbon and zeolite adsorbents after adsorption of 1-hexene vapor, *Applied Thermal Engineering*, Vol. 216 (2022) 119065,
3. J. Kaźmierczak-Rażna, P. Nowicki, R. Pietrzak, Wykorzystanie promieniowania mikrofalowego w preparatyce adsorbentów węglowych, *Inżynieria i Ochrona Środowiska*, 19, 2 (2016) 241–53,
4. Ali H. Jawad, Nurul Najwa Abd Malek, Tumirah Khadiran, Zeid A. AlOthman, Zaher Mundher Yaseen, Mesoporous high-surface-area activated carbon from biomass waste via microwave-assisted-H₃PO₄ activation for methylene blue dye adsorption: An optimized process, *Diamond and Related Materials*, Vol. 128 (2022) 109288,
5. LiHui Huang, YuanYuan Sun, Tao Yang, Li Li, Adsorption behavior of Ni (II) on lotus stalks derived active carbon by phosphoric acid activation, *Desalination*, Vol. 268, 1–3 (2011) 12-19,
6. Rozporządzenie Ministra Gospodarki Morskiej i Żeglugi Śródlądowej z dnia 12 lipca 2019 r. w sprawie substancji szczególnie szkodliwych dla środowiska wodnego oraz warunków, jakie należy spełnić przy wprowadzaniu do wód lub do ziemi ścieków, a także przy odprowadzaniu wód opadowych lub roztopowych do wód lub do urządzeń wodnych,

7. Ping Wu, Zhaofei Zhang, Yeling Luo, Yunpeng Bai, Jianhua Fan, Bioremediation of phenolic pollutants by algae - current status and challenges, *Bioresource Technology*, Vol. 350, 2022,
8. Hong Jiang, Ying Fang, Yao Fu, Qing-Xiang Guo, Studies on the extraction of phenol in wastewater, *Journal of Hazardous Materials*, Vol. 101, 2 (2003) 179-190,
9. D. Puig, D. Barceló, Comparative study of on-line solid phase extraction followed by UV and electrochemical detection in liquid chromatography for the determination of priority phenols in river water samples, *Analytica Chimica Acta*, Vol. 311, 1 (1995) 63-69,
10. Xueping Wang, Aixia Chen, Bei Chen, Lingqing Wang, Adsorption of phenol and bisphenol A on river sediments: Effects of particle size, humic acid, pH and temperature, *Ecotoxicology and Environmental Safety*, Vol. 204 (2020) 111093,
11. Kannayiram Muthukumaravel, Venkatachalam Kanagavalli, Kumara Perumal Pradhoshini, Natarajan Vasanthi, Bharathi Santhanabharathi, Lubna Alam, Mohamed Saiyad Musthafa, Caterina Faggio, Potential biomarker of phenol toxicity in freshwater fish *C. mrigala*: Serum cortisol, enzyme acetylcholine esterase and survival organ gill, *Comparative Biochemistry and Physiology Part C: Toxicology & Pharmacology*, Vol. 263 (2023) 109492,
12. W.W. Anku, M.A. Mamo, & P.P. Govender, Phenolic Compounds in Water: Sources, Reactivity, Toxicity and Treatment Methods. *Phenolic Compounds - Natural Sources, Importance and Applications*, 2017,
13. Jian Li, Jingchun Liu, Haoliang Lu, Hui Jia, Junyi Yu, Hualong Hong, Chongling Yan, Influence of the phenols on the biogeochemical behavior of cadmium in the mangrove sediment, *Chemosphere*, Vol. 144 (2016) 2206-2213



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Ocena odporności korozyjnej elementów współpracujących w napędzie zwrotnicowym typu EBI Switch 700

N. Ciemała^a, S. Gralla^a, M. Hyla^a, N. Sikora^a, Ł. Wantuch^a, M. Woźniak^a, M. Adamiak^b, A. Czupryński^c, J. Konieczny^d, M. Kciuk^e, Ł. Reimann^b

^a Student Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Badania Materiałów

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Spawalnictwa

^d Politechnika Śląska, Wydział Transportu i Inżynierii Lotniczej, Katedra Transportu Kolejowego

^e Politechnika Śląska Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Badania Materiałów
email: marcin.adamiak@polsl.pl

Streszczenie: W artykule opisano wpływ konfiguracji materiałowej na odporność korozyjną skojarzeń elementów w napędzie zwrotnicowym typu EBI Switch 700. Badaniom poddano elementy konstrukcyjne tworzące mechanizm ryglowy blokujący napęd (suwak nastawczy) oraz mechanizm kontrolujący położenie i blokujący pręty kontrolne: mechanizmy te zostały wykonane ze stopu miedzi, stopu aluminium, stali nierdzewnej oraz żeliwa stopowego.

Abstract: The article describes the influence of the material configuration on the corrosion resistance of the combinations of elements in the EBI Switch 700 point drive. The structural elements constituting the bolt mechanism blocking the drive (adjusting slide) and the mechanism controlling the position and blocking the control rods were tested: these mechanisms were made of an alloy of copper, aluminium, stainless steel and cast iron.

Słowa kluczowe: odporność korozyjna, napęd zwrotnicowy, korozja, badanie elektrochemiczne.

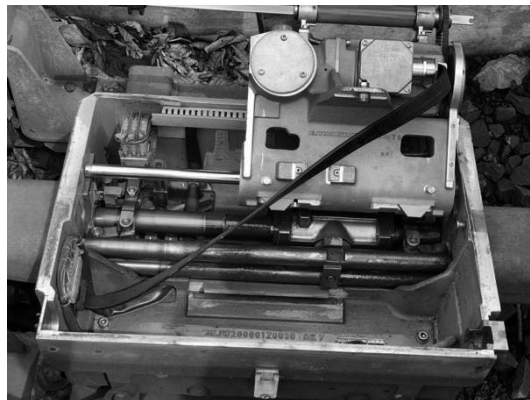
1. WSTĘP

Napęd zwrotnicowy to urządzenie mechaniczne, które pozwala poprzez sterowanie elektryczne na samodzielne przestawianie zwrotnicy. Jest to bardzo istotny element linii kolejowych, który decyduje o bezpieczeństwie ruchu pociągów. Napęd zwrotnicowy poddany jest oddziaływaniu naturalnych czynników korozyjnych występujących w atmosferze, takich jak wilgoć, zanieczyszczeń pochodzenia przemysłowego, zanieczyszczeń powstających z przewożonych towarów oraz promieniowania ultrafioletowego i ciepłego. Przy projektowaniu materiałowym należy pamiętać o właściwości materiału jaką jest trwałość eksploatacyjna. Właściwość ta zależy nie tylko od materiału, ale też od środowiska, w którym się znajduje, w przypadku uszkodzeń

korozyjnych dodatkowo zależy od prawidłowości doboru oraz łączenia i zestawienia materiałów [1-6].

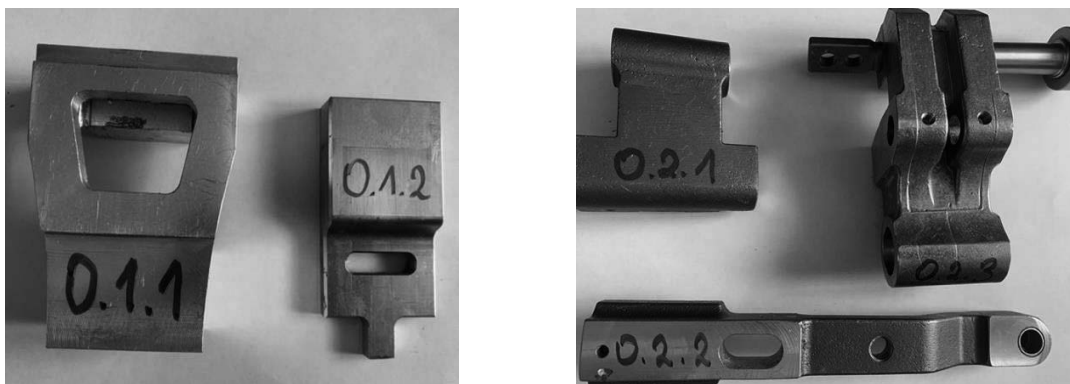
2. MATERIAŁ PRZEZNACZONY DO BADAŃ

W ramach badań wykorzystano napęd zwrotnicowy typu EBI Switch 700. Na podstawie obserwacji urządzenia pracującego w warunkach terenowych potwierdzono zależność odporności korozyjnej od zastosowanego materiału, z którego wykonany został element. Na rys. 1 przedstawiono widok napędu zwrotnicowego w warunkach terenowych (stacja kolejowa Bytom Karb), widoczne są zmiany korozyjne elementów konstrukcyjnych ze względu na zastosowany materiał. Cały napęd został rozmontowany na pojedyncze elementy i oznaczony tak jak przedstawiono na rys. 2. Dane widoczne w tablicy 1 przedstawiają z jakiego materiału zostały poszczególne elementy.



Rysunek 1. Widok mechanizmu napędu zwrotnicowego typu EBI Switch 700, zainstalowanego na stacji Bytom Karb

Figure 1. View of the EBI Switch 700 point drive mechanism installed at the Bytom Karb train station



a)

b)

Rysunek 2. Elementy a) napędu zwrotnicowego, b) układu ryglowego.

Figure 2. Elements of a) point drive, b) bolt system.

Tablica 1. Zestawienie materiałów.

Table 1. Combination of materials

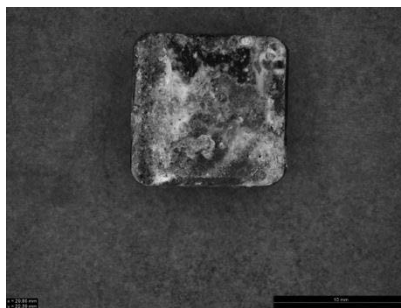
Numer elementu	Material
0.1.1	Stop aluminium
0.1.2	Stal nierdzewna
0.2.1	Żeliwo
0.2.2	Stal węglowa
0.2.3	Brąz odlewniczy

3. WYNIKI BADAŃ

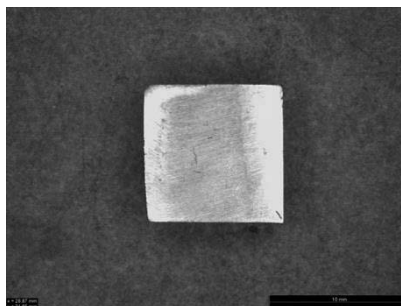
W celu określenia odporności korozyjnej próbki materiałów wykorzystanych w napędzie poddano badaniom w komorze solnej oraz badaniom elektrochemicznym.

3.1 Badania w komorze solnej wg normy PN-EN 9227

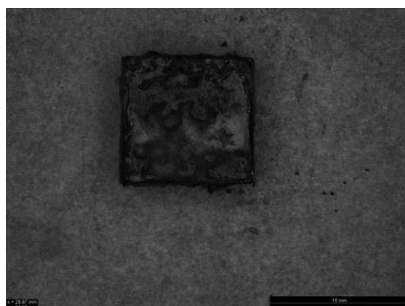
Badanie w komorze solnej stosowane jest w celu określenia odporności korozyjnej. Odbywa się ono w ściśle określonych warunkach. Badanie wykonano w oparciu o normę PN-EN ISO 9227 o ustalonym poziomie obciążenia korozyjnego. Po wykonaniu badań próbki zostały poddane analizie – oceniono ich wygląd, ubytek masy, liczbę i rozmieszczenie defektów korozyjnych. Na rys. 3-7 przedstawiono wygląd próbek po upływie 96 godzin w komorze solnej. W tabelicy 2 widoczne są masy i wymiary próbek wykorzystanych w badaniach. Natomiast w tabelicy 3 przedstawiono ubytki masy po badaniu w komorze solnej dla poszczególnych próbek. Zależność szybkości korozji liniowej od czasu (24h, 48h, 72h, 96h) została zobrazowana na rys. 8 a-e dla każdej próbki. Na podstawie wykonanych badań sporządzono zestawienie odporności korozyjnej materiałów, które przedstawiono w tabelicy 4.



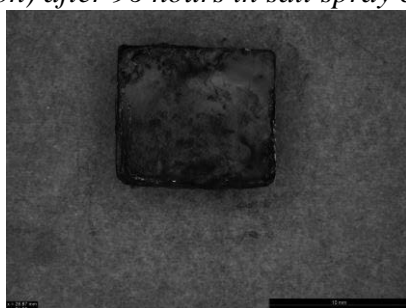
Rysunek 3. Próбка 0.1.1 (Stop aluminium) po upływie 96 godzin w komorze solnej.
Figure 3. Sample 0.1.1 (Aluminum alloy) after 96 hours in salt spray chamber.



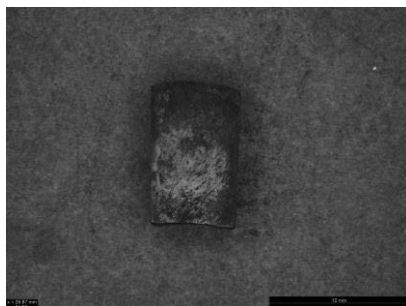
Rysunek 4. Próбка 0.1.2 (Stal nierdzewna) po upływie 96 godzin w komorze solnej.
Figure 4. Sample 0.1.2 (Stainless steel) after 96 hours in salt spray chamber.



Rysunek 5. Próbką 0.2.1 (Żeliwo) po upływie 96 godzin w komorze solnej.
 Figure 5. Sample 0.2.1 (Cast iron) after 96 hours in salt spray chamber.



Rysunek 6. Próbką 0.2.2 (Stal węglowa) po upływie 96 godzin w komorze solnej.
 Figure 6. Sample 0.2.2 (Carbon steel) after 96 hours in salt spray chamber.



Rysunek 7. Próbką 0.2.3 (Braz odlewniczy) po upływie 96 godzin w komorze solnej.
 Figure 7. Sample 0.2.3 (Cast bronze) after 96 hours in salt spray chamber.

Tablica 2. Masa i wymiary próbek.

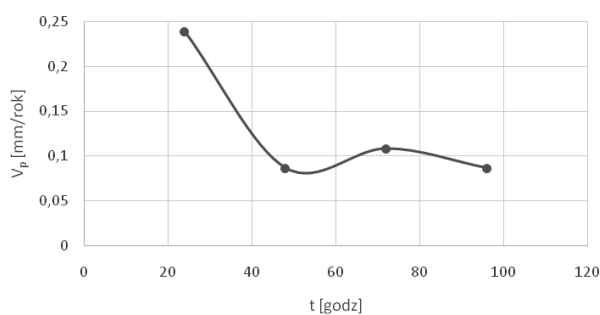
Table 2. Weight and dimensions of samples.

Numer elementu	Masa przed szlifowaniem [g]	Masa po szlifowaniu [g]	Wymiary [mm]	Pole powierzchni próbek [mm ²]
0.1.1	2,8196	2,8142	11,75 x 11,43 x 7,68	624,6488
0.1.2	4,7789	4,7614	10,03 x 10,15 x 6,10	447,805
0.2.1	3,6798	3,6790	9,21 x 9,75 x 5,38	383,607
0.2.2	4,0846	4,0844	9,85 x 10,50 x 5,30	422,56
0.2.3	2,1296	2,1255	10,27 x 6,15 x 4,70	280,669

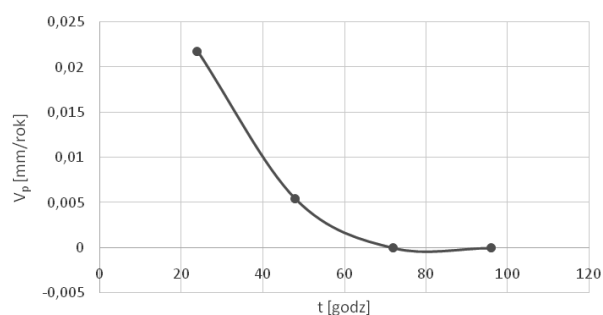
Tablica 3. Ubytki masy próbek.

Table 3. Weight loss of samples.

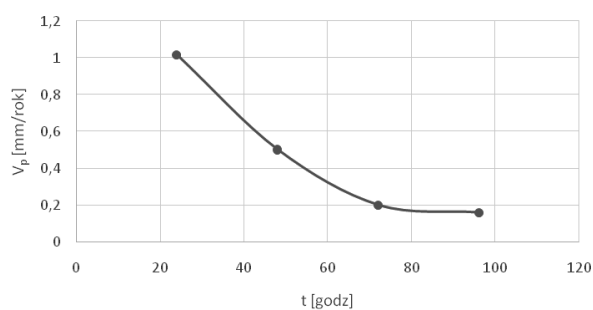
	0.1.1 Stop aluminium	0.1.2 Stal nierdzewna	0.2.1 Żeliwo	0.2.2 Stal węglowa	0.2.3 Brąz odlewniczy	Czas [godz.]
Ubytek	0,0011	0,0002	0,0081	0,0028	0,0008	24
masy próbki	0,0008	0,0001	0,0080	0,0023	0,0049	48
w gramach	0,0015	0	0,0048	0,0109	0,0016	72
[g]	0,0016	0	0,0051	0,0104	0,0027	96



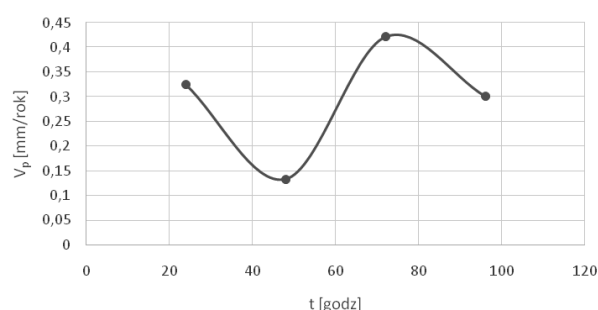
a)



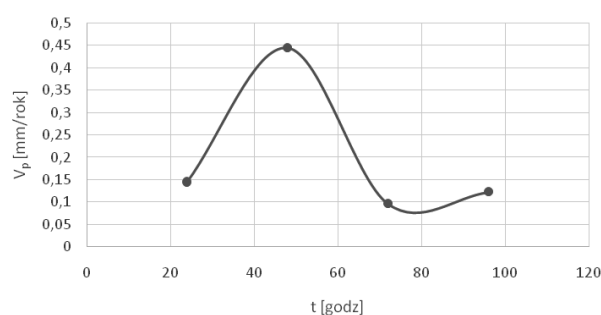
b)



c)



d)



e)

Rysunek 8. Zależność szybkości korozji liniowej do czasu dla a) stopu aluminium, b) stali nierdzewnej, c) żeliwa, d) stali węglowej, e) brązu odlewniczego.

Figure 8. Correlation between corrosion rate and time for a) aluminum alloy, b) stainless steel, c) cast iron, d) carbon steel, e) cast bronze.

Tablica 4. Odporność na korozję metali wg. normy PN-H-04608:1978.

Table 4. Corrosion resistance of metals acc. PN-H-04608:1978 standard.

Numer elementu	Material	Oznaczenie	Stopień odporności korozyjnej	Określenie grupy odporności korozyjnej	V_p [$\frac{mm}{rok}$]
0.1.1	Stop aluminium	III	5	Odporne	0,086
0.1.2	Stal nierdzewna	I	1	Całkowicie odporne	0
0.2.1	Żeliwo	IV	6	O mniejszej odporności	0,159
0.2.2	Stal węglowa	IV	6	O mniejszej odporności	0,301
0.2.3	Brąz odlewniczy	IV	6	O mniejszej odporności	0,123

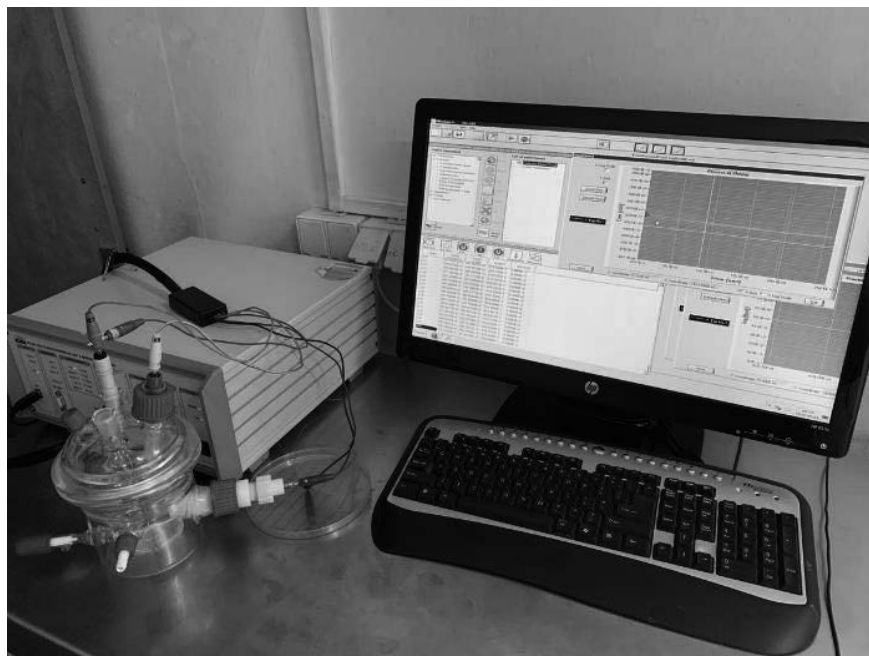
3.2 Badania elektrochemiczne

Wykonano serię badań elektrochemicznych, czyli badania zaburzeń stanu równowagi przez prąd elektryczny. Stanowisko pomiarowe przedstawiono na rys. 9. Przewidywane badania umożliwiły wyznaczenie krzywych polaryzacyjnych co pozwoliło na uzyskanie informacji nt. tendencji materiału do korodowania. Przygotowanie próbek do badania polegało na wycięciu z każdego elementu próbek o długości i szerokości 1 cm, tak aby można było je umieścić w uchwycie przeznaczonym do badania. Badanie w obwodzie zamkniętym trwało godzinę, w 3,5% roztworze NaCl.

Badanie wykonano na urządzeniu Atlas 0531EU & IA (Atlas-Sollich) w dwóch etapach:

- wyznaczenie potencjału obwodu otwartego (E_{ocp}) w warunkach bezprądowych przez 1 godzinę;
- badanie metodą potencjodynamiczną od potencjału $E_{start}=E_{ocp}-0,1$ V do wartości potencjału 1 V lub osiągnięcia wartości prądu 1 mA, tempo przyrostu potencjału wynosiło 1 mV/s.

Wyniki badań elektrochemicznych zestawiono w tablicy 10.



Rysunek 9. Stanowisko pomiarowe do badań korozji elektrochemicznej.

Figure 9. Workstation for electrochemical corrosion testing.

Tablica 10. Zestawienie wartości zmierzonych w badaniach elektrochemicznych.

Table 10. List of measured values in electrochemical tests.

Numer próbki	Material	E_{kor} [V]	E_{ocp} [V]	J_{kor} [$\mu A/cm^2$]	R_{pol} [$k\Omega \cdot cm^2$]	E_{pr} [V]
0.1.1	Stop aluminium	-0,633	-0,595	0,449	30,719	-0,498
0.1.2	Stal nierdzewna	-0,195	-0,163	0,105	169,714	0,186
0.2.1	Żeliwo	-0,483	-0,455	1,780	11,073	-0,248
0.2.2	Stal węglowa	-0,494	-0,472	2,561	8,829	-0,236
0.2.3	Brąz odlewniczy	-0,202	-0,198	8,196	2,412	-0,115

4. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Na podstawie zrealizowanych badań elementów konstrukcyjnych napędu zwrotnicowego - badania w komorze solnej wg normy PN-EN 9227 ustalono szereg podatności tych materiałów na zjawisko korozji w warunkach symulujących podwyższone stężenie jonów chloru.

Zaobserwowano wyraźne różnice w przebiegu procesów korozyjnych dla poszczególnych elementów konstrukcji napędu. Najlepsze wyniki w procesie badań w komorze solnej osiąga stal nierdzewna, która jest całkowicie odporna na korozję (współczynnik $V_p = 0$), następnie stop aluminium, którego odporność na korozję możemy ocenić jako dobrą (współczynnik $V_p = 0,086$), po czym kolejno możemy uszeregować pozostałe stopy metali, które wykazały niską odporność na korozję: brąz odlewniczy (współczynnik $V_p = 0,123$), żeliwo (współczynnik $V_p = 159$), stal węglowa (współczynnik $V_p = 0,301$).

Badania potencjodynamiczne potwierdziły wyniki otrzymane podczas próby w komorze solnej, wynika z nich, że najlepszą odpornością wykazuje stal nierdzewna, dla której zarejestrowano najwyższą wartość potencjału korozyjnego -195 mV i najniższą wartość gęstości prądu korozyjnego 0,105 $\mu A/cm^2$, przy 17-to krotnie większej wartości dla żeliwa, 25-cio krotnie większej dla stali węglowej i 81-krotnie większej dla stopu brązu. W drugiej kolejności, po stali nierdzewnej, znajduje się stop aluminium z gęstością prądu 0,449 $\mu A/cm^2$.

Podobne wnioski o odporności badanych materiałów na niszczące działanie korozyjne można sformułować porównując wartość oporu polaryzacyjnego, najbardziej odpornym materiałem na korozję była stal nierdzewna z 169,7 $k\Omega \cdot cm^2$, na kolejnym miejscu jest stop aluminium dla którego opór polaryzacyjny wynosił 30,7 $k\Omega \cdot cm^2$, trzykrotnie niższą wartość zanotowano dla żeliwa, jeszcze mniejszą 8,8 $k\Omega \cdot cm^2$ dla stali węglowej, a najniższą wartość, a zatem najmniejszą odporność korozyjną w badanym środowisku charakteryzował się stop brązu z 2,4 $k\Omega \cdot cm^2$. Żeliwo, stal węglowa oraz brąz odlewniczy wykazały znacznie niższą odporność korozyjną w przyjętych w trakcie badania warunkach eksperymentu.

LITERATURA

1. M. Zubelewicz, G. Kamińska-Bach, A. Królikowska, Metody badań systemów powłokowych do długoletniej ochrony przed korozją, Problemy Kolejnictwa – Zeszyt 170 (marzec 2016)
2. L.A Dobrzański: Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo, 2002, Warszawa

3. T. Burakowski, T. Wierzchoń: Inżynieria powierzchni metali” Wydawnictwo Naukowo – Techniczne, Warszawa
4. Z. Brytan, J. Mazurkiewicz, Ł. Reimann, Analiza odporności korozyjnej wybranych materiałów metalowych, *Laboratoria Aparatura Badania*, 5/2018, ISSN-1427-5619
5. Guseva, Kargapoltsev, Balanovskiy, Karlina, Shtayger, Gozbenko, Konstantinova, Sivtsov, Comparative evaluation of corrosion resistance of wheel and rail steels in various media, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, Volume 560, International Conference on Mechanical Engineering, Automation and Control Systems 2018 12–14 December 2018, Novosibirsk, Russian Federation
6. M. Kornaszewski, J. Dyduch, Elektryczne napędy zwrotnicowe nowej generacji, *Autobusy* 12/2018



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Charakterizácia adhézie špeciálnej gumárenskej zmesi a polyuretánovej peny

Alexandra Ciesarová^a, Martin Matis^b, Lenka Markovičová^a

^a Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra materiálového inžinierstva, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina, Slovak Republic
email: ciesarova2@stud.uniza.sk

^b Continental Matador Rubber & Continental Matador Truck Tires s.r.o., Technology center, Terézie Vansovej 1054, 020 01 Púchov, Slovak Republic

Abstrakt: Článok sa zameriava na adhéziu špeciálnej gumárenskej zmesi a polyuretánovej peny, ktoré sa používajú pri výrobe automobilových plášťov. Popísané sú základné poznatky o pneumatike, postupe výroby gumárenskej zmesi, polyméroch, adhézii a vlastnostiach používaného materiálu, ako sú pórovitosť alebo viskozita.

Abstract: This article focuses on the adhesion of a special rubber compound and polyurethane foam, which are used in the production of tires. There is described the fundamental knowledge about tires and the process of making a rubber compound, polymers, adhesion, and properties of used material such as porosity and viscosity.

Kľúčové slová: automobilový plášť, adhézia, pórovitosť, polyméry, polyuretánová pena

1. ÚVOD

Automobilové plášte sú jedným z najväčších zdrojov hluku počas prevádzky vozidla. Voči problematike zvukového narušenia komfortného cestovania sú v oblasti gumárenskej výroby podnikané určité kroky. Jedným z inovatívnych riešení je vlepene flexibilnej polyuretánovej peny. Vlastnosti adhezíva pre prilepenie tejto peny musia spĺňať náročné kritériá. Pre dosiahnutie požadovaných výsledkov je potrebné popísať fyzikálno-mechanické vlastnosti rozhrania adhezívum-polyuretánová pena. Adhezívum musí spĺňať náročné kritériá, aby sily príľnavosti zvládli namáhanie ďalších pôsobiacich síl.

2. PLÁŠŤ

Automobilový plášť je konštrukčne zložitý komplexný systém. Tvoria ho kaučuky a zložky kaučukových zmesí. Okrem týchto hlavných prvkov sú jeho súčasťou aj výstužné materiály, ktoré sú zložené z iného materiálu ako guma. Kvalita výsledného výrobku závisí vo veľkej

miere od súdržnosti materiálov, z ktorých sa skladá. Medzi základné zložky okrem samotného kaučuku patria pri tvorbe zmesi na pneumatiky sadze, síra, olej a rôzne antioxidanty.

Hlavnými kritériami, ktoré sa kladú na plášť je príľnavosť na mokrej aj suchej vozovke a brzdný výkon. Tieto štandardy bezpečnosti sú dopĺňané o snahu zníženia hlučnosti a zároveň zvýšenia výkonnosti. Vďaka aditívam pridávaným do zmesi si pneumatiky počas skladovania zachovávajú svoje vlastnosti, a teda počas skladovania nestarnú. Proces starnutia začína až nasadením na vozidlo a ich prevádzkou.

Začiatkom procesu sériovej výroby je miešanie zmesi, kedy vznikne čierna plastická hmota. Nasleduje príprava polotovarov, teda vytlačanie behúnov a bočníc, valcovanie vnútornej gumy do potrebných rozmerov či výroba pätných lán. Ďalším krokom je konfekcia, ktorá znamená zloženie komponentov dohromady, a tak vzniká surový plášť, ktorý pripomína pneumatiku, avšak nemá požadované elastické vlastnosti. Vtedy dochádza k vulkanizácii. Plášť okrem elasticity v tomto procese získa aj iné potrebné vlastnosti ako tvrdosť, ťažnosť alebo odolnosť voči opotrebeniu. Po vulkanizácii dochádza k doplnkovým technológiám. Jednou z nich je aplikácia adhezíva na vnútornú stranu plášťa a následné vkladanie polyuretánovej peny. Nakoniec prichádza na rad celková vizuálna kontrola pneumatiky a merania silových hodnôt a nerovností dezénu [1 - 3].

2.1. Technologický pohľad na plášť

Plášť je pružná vonkajšia časť pneumatiky (obr. 1), čím sa jeho hlavnou funkciou stáva zabezpečenie styku s vozovkou. Svojou pätkovou časťou (a) dosadá na ráfik (b). Ráfik je niekoľkodielnny prstenec, ktorý je vytvarovaný pre uchytienie plášťa. Prenáša brzdiace a hnacie sily medzi pätkou plášťa a strednou nosnou časťou kolesa. Plášť sa skladá z viacerých štruktúrnych celkov, pričom každá časť plní svoju špeciálnu funkciu. Kostra plášťa tvorí základný nosný prvok okolo pätkových lán, ktoré zas zabezpečujú usadenie plášťa na ráfik. Vnútorná guma (c) slúži na ochranu kostry. Ďalšími časťami sú bočnica (d) chrániaca bočnú časť plášťa a behún (e) zabezpečujúci priamy styk s vozovkou [2 - 3].



Obr. 1. Konštrukcia pneumatiky

Figure 1. Tire construction

2.2. Vulkanizácia

Vulkanizácia je považovaná za jednu z najdôležitejších chemických reakcií prírodného kaučuku s ostatnými zložkami vulkanizačného systému. Ide o zmenu plastickej kaučukovej zmesi na vysokoelastický produkt, bežne označovaný ako guma. Vlastnosti nadobúda vytváraním chemických väzieb medzi zložkami reťazcov kaučukov. Táto chemická reakcia má za následok zvýšenie pevnosti a odolnosti polyméru. Pevnosť vulkanizátu rastie až do určitej hodnoty, po ktorej prekročení už opäť klesá. Táto hraničná hodnota sa nazýva optimálny stupeň zvulkanizovania. Okrem pevnosti klesá aj ťažnosť, rastie však odolnosť voči trvalej deformácii. Reakcia prebieha pri vysokom tlaku a zvýšených teplotách až do 200 °C [1], [3], [14].

2.3. Zlepšenie zvukovo pohltivých vlastností

Na pohltivosť hluku majú vplyv viaceré parametre, ako je pórovitosť peny, Youngov modul, odpor toku či špecifický prietokový odpor, ktorý má spomedzi vyššie spomenutých parametrov najväčší vplyv. Na modelovanie zvukovo pohlcujúcich vlastností polyuretánovej peny bola použitá teória elastického porézneho materiálu, tzv. poroelasticita. Podľa teórie poroelasticity môžu byť elastické porézne materiály modelované ako pevné látky obsahujúce viskóznú tekutinu. Aplikácia ako akustický materiál sa ukázala ako spoľahlivá, a to vďaka svojim vynikajúcim vlastnostiam tlmenia vibrácií. Ukázalo sa, že veľkosť buniek a miera uzavretých pórov úzko súvisia s prietokovým odporom. Zmenou množstva katalyzátora v procese výroby polyuretánovej peny je možné kontrolovať veľkosť buniek a akustický výkon. Z rôznych pokusov o začlenenie častíc do polyuretánovej peny pred alebo po výrobe sa ukázalo, že vlastnosti pohlcujúce zvuk možno do značnej miery zlepšiť. Skúmali sa napr. podmienky s cieľom maximalizovať zvukovo absorpčné vlastnosti polyuretánovej peny rôznych hrúbok a hustôt. Autori J. Lee a I. Jung zistili, že toto zlepšenie závisí od hrúbky vzorky, ako aj od parametrov peny, ako je pórovitosť, prietokový odpor a Youngov modul [4].

3. POŽADOVANÉ VLASTNOSTI PLÁŠŤA

3.1. Adhézia

Adhézia, inak nazývaná priľnavosť je akýkoľvek jav priťahovania rôznych druhov molekúl v priamom kontakte. Nastáva, keď sa rozdielne materiály uvedené do blízkeho kontaktu spoja a na ich oddelenie je potrebné vyvinúť silu. Tieto adhézne sily medzi dvoma materiálmi závisia od plochy povrchu, na ktorom sú v kontakte [5 - 6].

Adhézia nikdy nebola presne definovaná, a preto existuje viacero teórií, ktoré ju popisujú. Najjednoduchšou formou je mechanická väzba, ktorá prispieva k lepeniu poréznych materiálov, nakoľko ide o možnosť lepidla dostať sa do nerovností povrchu. Disperzná adhézia je prípad, kedy sú povrchy dvoch materiálov držané pohromade veľmi slabými, príťažlivými Van der Waalsovými silami. Spájajú rôzne druhy materiálov a ovplyvňujú iba povrchovú vrstvu. Difúzna adhézia je typická pre polyméry, dochádza k nej, keď atómy z jedného povrchu prenikajú do druhého susedného a zároveň ostávajú viazané na pôvodný povrch. Ďalšími teóriami adhézie sú napríklad elektrostatická teória alebo chemická adhézia kovalentných a iónových väzieb [6 - 8].

Materiál, ktorý sa nanáša na vytvorenie adhézne väzby sa nazýva lepidlo a materiál, na ktorý sa lepidlo nanáša sa nazýva substrát. Základnými požiadavkami na dobrý zväzok je

čistota, tuhnutie, správny výber lepidla a dizajnu spoja. Čistota znamená, že cudzie materiály ako špina, olej, vlhkosť musia byť z povrchu substrátu odstránené, inak sa lepidlo prilepí na tieto slabé vrstvy a nie na skutočný substrát. Tuhnutie označuje schopnosť premeny kvapalného lepidla na pevnú látku po nanosení. Spôsob, ktorým dochádza k tuhnutiu, závisí od lepidla.

Na adhéziu a trenie medzi pevnými predmetmi má obrovský vplyv drsnosť povrchu. Adhéziu je možné merať. Väčšina metód na jej meranie spočíva v deštrukcii vonkajšej vrstvy, ale existuje aj početné množstvo prístrojov založených na ultrazvuku [5], [9 - 10].

3.2. Pórovitosť a viskozita

Porézne materiály disponujú najvyššou hodnotou koeficientu absorpcie hluku spomedzi materiálov. Pórovitosť je vlastnosť, ktorá hovorí o rôznych dutinách, kanáloch, vzduchových vakoch a medzerách v štruktúre látky. Porézny materiál je pevná látka.

Póry v materiály môžu byť uzavreté alebo otvorené. Uzavreté póry sú úplne navzájom odizolované. Pri absorpcii zvukovej energie sú menej účinné ako otvorené. Otvorené póry vieme ďalej deliť na slepé a priechodné, pričom priechodné sú otvorené na oboch koncoch dutiny, zatiaľ čo slepé len na jednom konci.

Celou podstatou porézneho materiálu je možnosť vnikania zvukových vln do materiálu práve veľkým množstvom dutín. Pri vnikaní vln dochádza k vibrácii molekúl vzduchu a touto vibráciou strácajú molekuly množstvo svojej energie z dôvodu premeny na teplo. Vlákna materiálu sa pod vplyvom zvukových vln o seba trú a tým sú vlny vo veľkej časti pohlcované [7], [11].

Viskozita je miera vnútorného trenia, odolnosť voči tečeniu. Čím vyššia je viskozita, tým väčší je odpor voči deformácii. Viskozita je závislá od teploty, pôsobením tepla dochádza k zmene viskozity látky. S rastúcou teplotou viskozita klesá.

4. POLYMÉRY

Polyméry, teda makromolekulové látky sú organické zlúčeniny, ktoré sa skladajú z molekúl. Majú vysokú molekulovú hmotnosť. Polyméry vznikajú pomocou opakujúcich sa chemických reakcií z monomérov. Monomér je základná stavebná jednotka polymérov, pravidelne opakujúca sa časť s rovnakým chemickým zložením.

Podľa spôsobu spracovania vieme polyméry rozdeliť na plastoméry a elastoméry. Plastoméry ostávajú zdeformované, aj keď pôsobiace napätie zanikne, ďalej sa delia na termoplasty a reaktoplasty. Vysokoelastické látky vracajúce sa do pôvodného tvaru a rozmerov takmer okamžite po odstránení zaťaženia sú elastoméry. Základné elastoméry sa nazývajú kaučuky [12].

4.1. Termoplasty a polyuretán

Termoplasty, ktoré sú podskupinou plastomérov je možné pôsobením tepla tvárniť. Zároveň tieto látky ľahko mäknú a chemicky sa nemenia. Zohrievanie môžeme opakovať bez obavy o zmenu základných vlastností materiálu.

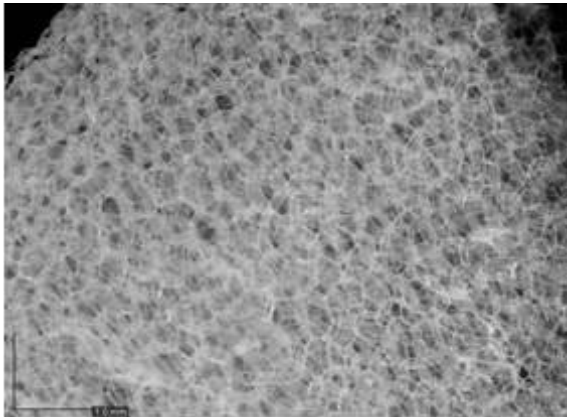
Polyuretán je všestranný polymér používaný v mnohých aplikáciách. Svojou húževnatosťou a ťažnosťou je podobný kaučukom. Jeho spracovateľnosť je na vysokej úrovni, je horľavý. Vyniká svojimi mechanickými a optickými vlastnosťami. Je veľmi dobre odolný voči rozpúšťadlám. Polymérne kompozity sú široko používané v ochranných, štrukturálnych a iných

výrobných materiáloch, ktoré sa vyznačujú skvelými deformačnými a antikoroznymi vlastnosťami [12 - 13].

4.2. Polyuretánová pena

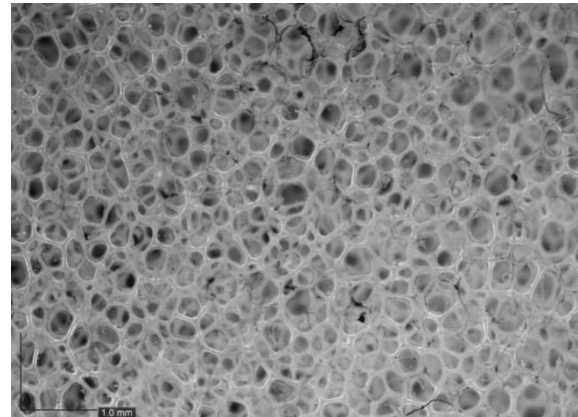
Peny sú široko používané pre výhody, ktoré poskytujú v oblasti absorpcie energie a tepelných vlastností. Najbežnejšie sú polymérne peny a ich použitie závisí aj od ich štruktúry. To znamená či je pena s otvorenými, alebo uzavretými bunkami. Ďalšou závislosťou, ktorá určuje použiteľnosť peny sú vnútorné vlastnosti, ktoré určujú či je pena pružná, alebo tuhá.

Polyuretánová pena je najdôležitejšou aplikáciou polyuretánu používanou vo viacerých oblastiach života. Pokrýva až 30 % celkového trhu s polyuretánom. Existujú dva hlavné typy polyuretánovej peny, ktorými sú tuhá pena a pružná pena. Tieto dva základné typy sa ďalej rozdeľujú do viacerých podskupín, podľa ich konkrétneho použitia. Polyuretánová pena je vysoko poréznym, ľahkým materiálom. Ďalšie rozdelenie polyuretánovej peny, ktoré je objektom záujmu v spojení s nasledujúcou experimentálnou časťou je polyuretánová pena s uzavorenými (obr. 2) alebo otvorenými bunkami (obr. 3).



Obr. 2. Polyuretánová pena s uzavorenými bunkami

Figure 2. Polyurethane foam with closed cells



Obr. 3. Polyuretánová pena s otvorenými bunkami

Figure 3. Polyurethane foam with open cells

Funkciou polyuretánovej peny s uzavorenými bunkami je predovšetkým tepelná izolácia. Polyuretánová pena s otvorenými bunkami disponuje hlukovo pohltivými vlastnosťami, vďaka pórovitosti jej povrchu. Porézna štruktúra peny zabezpečuje kolízie zvukových vln s vnútornými stenami. Kolízie spôsobujú premenu akustickej energie na vibrácie a teplo, ktoré sa uvoľňuje do okolia.

Aplikáciu polyuretánového materiálu určujú dva dôležité parametre, ktorými sú hustota a tuhosť. Pena sa pripravuje adičnými alebo kondenzačnými reakciami [13], [15].

POĎAKOVANIE

Príspevok vznikol v rámci riešenia spoločného slovensko-poľského projektovo orientovaného vzdelávania - PBL, v súťaži VIII v rámci programu Iniciatíva excelentnosti –

Politechnika Śląska, Gliwice ako výsledok spolupráce medzi Politechnikou Slaskou (Poľsko) a Žilinskou univerzitou v Žiline a projektu KEGA č. 004ŽU-4/2023.

LITERATÚRA

1. Š. Prekop, L. Várkony, A. Kučma, Š. Ďuriš, E. Fedorová, A. Matuščinová, J. Michálek Gumárska technológia 1, 1998.
2. Š. Prekop a kol., Gumárska technológia 2, Trenčín, 2003.
3. Výroba a spracovanie gummy, Enviroportal, 2011, <https://www.enviroportal.sk/uploads/files/ovzdušie/2020/BAT%20studia/XIII.-VYROBA-A-SPRACOVANIE-GUMY.PDF>
4. Tuning sound absorbing properties of open cell polyurethane foam by impregnating graphene oxide, Yongin: Department of Mechanical Engineering, Kyung Hee University, <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0003682X18310922>, 2019.
5. Theory of adhesion: Role of surface roughness, <https://juser.fz-juelich.de/record/201794/files/1.4895789.pdf>, 2014.
6. Adhesion and Cohesion. International Journal of Dentistry, University of Maryland Baltimore, <https://www.hindawi.com/journals/ijd/2012/951324/>, 2012.
7. S. Wu, Polymer Interface and Adhesion, Boca Raton: CRC Press Taylor & Francis Group, 1982.
8. Adhesion and Adhesives II, London Imperial College of Science and Technology, <https://link.springer.com/book/10.1007/978-94-015-7764-9>, 1987.
9. Adhézia, Priľnavosť je dôležitou vlastnosťou pevných látok a kvapalín v priemyselných aplikáciách, <https://berserkheroes.ru/sk/mebel-i-aksesuary-dlya-vannoj/adgeziya-prilipanie-adhesion-adgeziya-vazhnoe-svoistvo-tverdyh-i-zhidkih-tel-v/>, 2021.
10. Introduction to Adhesion and Adhesives, <https://pubs.rsc.org/en/content/ebook/978-0-85404-543-3>, 1997.
11. Stickiness: Some Fundamentals of Adhesion, Oxford University, <https://www.jstor.org/stable/3884752>, 2002.
12. CH. A. Harper, Handbook of Plastics, Elastomers, and Composites, McGraw-Hill Companies, New York, 2002.
13. Vibration- and Noise- Absorbing Polymer Composites Used in Manufacturing, Naberezhnye Chelny: Kamsk State Engineering and Economics Academy. , <https://www.semanticscholar.org/paper/Vibration-and-noise-absorbing-polymer-composites-in-Zharin-Yurasov/c53265266b1d9b001f50625db5a76c0f3cfabbba>, 2010.
14. Sound-absorbing polyurethane foam for the auto industry, Russian Engineering Research , https://www.researchgate.net/publication/317154384_Sound-absorbing_polyurethane_foam_for_the_auto_industry, 2017.
15. Mechanical Properties of a Particle-Strengthened Polyurethane Foam, California: Sandia National Laboratories, [https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/\(SICI\)1097-4628\(19991209\)74:11%3C2724::AID-APP20%3E3.0.CO;2-1](https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/(SICI)1097-4628(19991209)74:11%3C2724::AID-APP20%3E3.0.CO;2-1), 1999.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Strukturalne aspekty obróbki laserowej

P. Cisowski^a, D. Gajczowska^a, M. Paluch^a, M. Bonek^b

^a Student/ka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
email: piotcis929@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
email: mirosław.bonek@polsl.pl

Streszczenie: W pracy przedstawiono wpływ laserowej obróbki na kształtowanie struktury obrabianego elementu oraz opisano procesy zachodzące w strukturze podczas. Omówiono zastosowanie konkretnych technologii laserowych oraz cechy wyróżniające je na tle innych metod. Opisano laserową obróbkę powierzchniową jako wieloaspektową i złożoną dziedzinę nauki. Przybliżono kluczowy wkład technologii laserowych w kształtowanie współczesnych metod obróbki materiałów, kładąc nacisk na stopowanie i cięcie z wykorzystaniem lasera diodowego wysokiej mocy, które cieszą się rosnącą popularnością.

Abstract: The paper presents the influence of laser processing on the formation of the structure of the workpiece and describes the processes occurring in the structure. The application of specific laser technologies and their distinguishing features are discussed. Laser surface processing is described as a multifaceted and complex field of science. The key contributions of laser technologies in shaping modern methods of materials processing are outlined, with emphasis on high-power diode laser alloying and cutting, which are growing in popularity.

Słowa kluczowe: laser, stopowanie, cięcie, struktura

1. WPROWADZENIE

Współczesny rozwój nauki oraz przemysłu jest ściśle powiązany z technologiami laserowymi, które zastosowanie nieustannie rośnie. Aktualnie niemal każda dziedzina przemysłu korzysta z szerokiego spektrum możliwości, jakie oferują lasery. Laser jest relatywnie nowym wynalazkiem, ponieważ jego wynalezienie datuje się na lata 20 XX wieku. Historia wpływu laserów na rozwój przemysłu nie jest więc długa, jednak znacząca i pokaźna. Dzięki wielu doświadczeniom przeprowadzonym przez Theodore Maimana, w roku 1960 udało się zbudować i z sukcesem uruchomić pierwszy laser, którego ośrodkiem czynnym był rubin, czyli kryształ korundu domieszkowany chromem. Musiało jednak minąć kilka lat zanim technologia

ta została dopracowana i w latach 80-tych lasery dużej mocy pozwoliły na używanie ich do celów komercyjnych. Dzięki wysokiej precyzji oraz szerokiemu spektrum zastosowań, lasery są coraz częściej stosowane przez przedsiębiorstwa chcące zwiększyć jakość lub poprawić własności oferowanych produktów. Ze względu na możliwość automatyzacji procesów laserowych, zastosowanie ich w procesie produkcji pozwala zwiększyć konkurencyjność produktu na rynku, dzięki wysokiej wydajności i powtarzalności.

2. STOPOWANIE LASEROWE

2.1 Wstęp

Aktualnie lasery diodowe dużej mocy są najczęściej stosowane w procesach laserowej obróbki cieplnej i stopowaniu warstw wierzchnich narzędzi ze stali narzędziowych w celu poprawy ich twardości oraz odporności na zużycie, co wydłuża ich cykl użytkowania. Jest on również stosowany do regeneracji zużytych powierzchni roboczych narzędzi wykonanych z tych stali. W czasie laserowego przetapiania warstwy zewnętrznej materiału, dochodzi do powstawania plazmy, która pomaga w ograniczeniu strefy wpływu wysokiej temperatury na materiał oraz aktywnie działa na przetopioną powierzchnię. Podczas procesów laserowego przetapiania plazma pełni ważną rolę, ponieważ podnosi ciśnienie oraz miesza materiał w jeziorce ciekłym. Po procesie przetapiania na powierzchni materiału powstaje krzywizna, podczas gdy lejkowate zagłębienie, wywołane wiązką lasera, pod wpływem działających sił hydrostatycznych cieczy zostaje zaburzone, doprowadzając do powstania wypłytki, znajdującej się na brzegu przetopienia. [5] Obróbce laserowej poddaje się stale i inne stopy żelaza (w tym odlewnicze), metale nieżelazne i ich stopy. Dzięki odpowiedniemu doborowi parametrów procesu, takich jak moc lasera, średnica wiązki bądź szybkość skanowania, laser może wykonać wiele funkcji. Wykorzystując dokładność pozycjonowania oraz własności wiązki laserowej możliwe jest przeprowadzanie bardzo precyzyjnych procesów nakładania warstw wierzchnich oraz napraw i regeneracji elementów zużytych. Obróbka laserowa zapewnia regularny i płaski kształt lica, bez podtopień i o stosunkowo dużej gładkości. Na ścieżkach powstałych podczas laserowego stopowania warstwy wierzchniej mogą jednak wystąpić nieliczne wgłębienia i nierówności powierzchni, będące skutkiem intensywnego jej nagrzewania. Zastosowanie zbyt wysokiej mocy lasera (lub za niskiej prędkości stopowania) prowadzi do parowania powierzchni i tworzenia się kraterów, natomiast zastosowanie zbyt małej mocy (lub zbyt dużej prędkości stopowania) może być przyczyną braku przetopienia powierzchni materiału oraz mieszania prowadzącego do niejednorodnego rozmieszczenia cząstek stopujących w osnowie stopu. Poprzez wzbogacanie warstwy wierzchniej materiału w pierwiastki chemiczne uzyskiwana jest warstwa o odmiennym składzie chemicznym i poprawionych własnościach w stosunku do materiału rodzimego. Wspomniane zmiany prowadzą najczęściej do polepszenia własności mechanicznych i trybologicznych warstwy oraz poprawy jej odporności antykorozyjnej. Uzyskana w ten sposób jednorodna chemicznie, drobnokrystaliczna warstwa wierzchnia charakteryzuje się zwiększoną odpornością - głównie na ścieranie i zmęczenie cieplne. Najkorzystniejsze efekty w postaci zwiększenia własności użytkowych można uzyskać w wyniku stopowania warstwy wierzchniej materiału cząstkami twardych faz węglików, tlenków lub azotków [1-4].

2.2 Struktura warstwy stopowanej laserowo

Transport materiału w ciekłym metalu, wywołany siłami napięcia powierzchniowego jest głównym czynnikiem decydującym o tworzeniu warstw. Wskutek punktowego i skoncentrowanego oddziaływania wiązki laserowej, następuje nierównomierne nagrzanie materiału, co z kolei powoduje, że na powierzchni ciecicy powstaje duży gradient napięcia powierzchniowego. Ruch roztopionego materiału do brzegów ścieżki przetopienia oraz odkładanie się materiału stopującego w osi i na brzegach ścieżki przetopienia są wywołane siłą skierowaną od centrum wiązki, gdzie temperatura jest najwyższa. Gdy podniesiona zostanie moc lasera wraz z grubością powłoki materiału stopowanego naniesionego na powierzchnię, przy jednoczesnym pozostawieniu stałej prędkości posuwu wiązki lasera, obserwowalny będzie wzrost chropowatości i nieregularności kształtu lica ścięgu. Taki stan rzeczy jest spowodowany wyższym współczynnikiem absorpcji materiału stopowanego w porównaniu ze współczynnikiem absorpcji podłoża, co powoduje wzrost absorpcji promieniowania lasera przez powierzchnię próbki. Wyżej opisane zjawisko przekłada się na wzrost intensywności procesu przetapiania warstwy wierzchniej. Nie należy pomijać znaczącej roli strumienia gazu osłonowego, który w procesie przetapiania i stopowania oddziałuje na powierzchnię ciekłej stali. Przepływa on w miejscu tworzenia się warstwy wierzchniej i zabezpiecza materiał w stanie ciekłym przed kontaktem z powietrzem. [6-8] Po procesie stopowania laserem diodowym wysokiej mocy i wykonaniu odpowiednich zglądów, obserwowalne są trzy strefy. W miejscu działania wiązki i jego bezpośrednim sąsiedztwie znajduje się strefa przetopiona, pierwsza od powierzchni, oddzielona jest od strefy zahartowanej cienką strefą przejściową. Na granicy między fazami stałą i ciekłą mogą powstawać niewielkie dendryty, których główne osie zorientowane są zgodnie z kierunkami odprowadzania ciepła. Jest to miejsce, w którym inicjowany jest proces krzepnięcia, dlatego znajduje się w nim znacznie mniejsze kryształy, niż w centralnej części przetopienia. Zaletą stopowania laserowego jest uzyskanie w strefie przetopionej prawie równomiernego rozmieszczenia pierwiastka stopowanego. W przypadku stopowania laserowego zachodzi niemal natychmiastowe chłodzenie, które następuje po przetopieniu materiału. Pozwala to na rozdrobnienie ziarna tak bardzo, że uzyskane zostają superdrobnokrystaliczne fazy metastabilne, a nawet szkła metaliczne. W strefie przetopionej wzrasta mikrotwardość. Wartość tego wzrostu jest uzależniona od zastosowanego wariantu obróbki laserowej. Ponadto w przypadku stopowania laserowego można zaobserwować zależność twardości strefy przetopionej od jej grubości. W strefach przetopionych o mniejszej grubości, uzyskiwana jest wyższa mikrotwardość niż w analogicznej warstwie o większej grubości. Ma to swoje uzasadnienie, ponieważ w zależności od grubości warstwy przetopionej występują w niej różne warunki chłodzenia, co z kolei zasadniczo wpływa na tworzenie się struktury. [6, 8-11]

3. OBRÓBKA PLASTYCZNA Z WYKORZYSTANIEM LASERA

3.1 Wstęp

Jednym z ważniejszych kierunków badań nad nowoczesnymi technikami obrabiania materiałów jest polepszanie właściwości oraz struktury materiałów. Badania nad innowacyjnymi, ultranowoczesnymi materiałami nadal trwają, lecz wynikają z nich materiały ze specjalistycznym zastosowaniem lub z inkrementalnym polepszeniem właściwości

mechanicznych, fizycznych lub antykorozyjnych. Ze względu na wyczerpującą się możliwość polepszenia właściwości podczas wytwarzania materiałów, szczególny nacisk jest nałożony na badania nad technikami pozwalającymi polepszyć wymagane właściwości w procesach obróbki materiałów wytworzonych [12-13].

Techniki laserowe, będąc jednym z prężnie rozwijających się procesów obróbki materiałów, posiadają wiele różnych odmian procesów, w zależności od wymagań producenta lub możliwości i właściwości materiałów obrabianych. Poprzez wykorzystanie procesów zachodzących podczas konwersji energii fotonów na energię cieplną, pozwalają na wykorzystanie wielu różnych procesów między innymi takich jak cięcie, wiercenie, spawanie oraz napawanie. Wykorzystując to zjawisko, techniki laserowe bezpośrednio konwertują energię cieplną na wykonaną pracę [12-13].

Wykorzystanie technik laserowych do obróbki materiałów wiąże się bardzo często z wysoką zmianą struktury geometrycznej powierzchni, wynikającej z przetopienia powierzchni laserem. Zjawisko to często prowadzi do konieczności zastosowania dodatkowej obróbki mechanicznej wraz z powstawaniem naprężenia rozciągającego w warstwie wierzchniej [12-13].

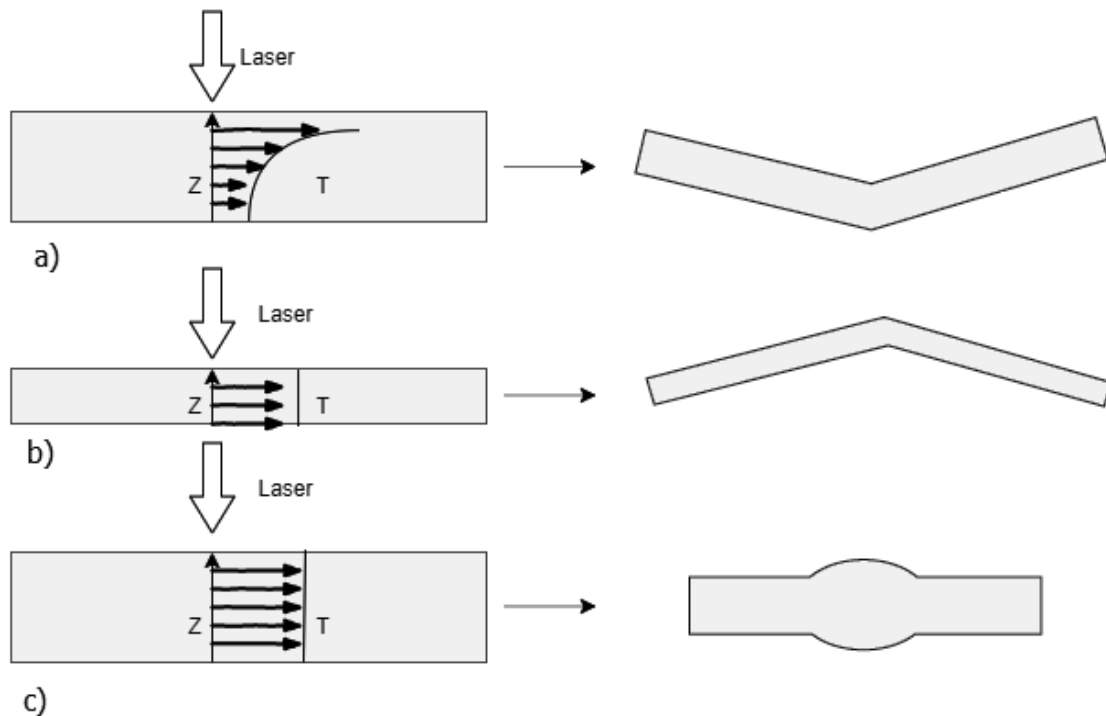
3.2 Formowanie laserowe (LF – Laser Forming)

Formowanie laserowe jako technika laserowa wyewoluowała z wykorzystywanych w przemyśle stoczniowym termomechanicznych procesów formowania płyt stalowych za pomocą palników acetylenowo tlenowych. Procesy te, mimo wymagania specjalistycznego przeszkolenia pracowników oraz specyficznych warunków pracy, charakteryzowały się niską możliwością kontrolowania samego procesu [12, 14].

Proces formowania laserowego, początkowo zasugerowany w 1986 roku, polega na wprowadzeniu zdefokusowanego lasera na powierzchnię materiału metalicznego wraz ze stałym posuwem soczewki. Efekt wpływu lasera jest ograniczony jedynie w obszarze wiązki laserowej, wnikając w materiał wyłącznie na głębokość kilkudziesięciu nanometrów. Ograniczony obszar bombardowania wiązki lasera prowadzi do wystąpienia naprężenia przekraczającego płynięcie materiału, powodując pojawienie się lokalnych odkształceń plastycznych, prowadzących do powstania w obrabianym obszarze wypukłego przeciwzgięcia [12, 14-15].

W odróżnieniu do innych technik laserowych, formowanie laserowe nie powoduje stopienia materiału, ze względu na odpowiednio dobraną moc lasera, prędkość skanowania oraz rozmiar wykorzystanej wiązki lasera. Poprzez podgrzewanie wyłącznie obszarów wpływu lasera, ciepło jest absorbowane przez obszary przylegające do podgrzewanego materiału, przez co obszary przylegające absorbują ciepło powstałe w wyniku bombardowania laserowego, ochładzając powierzchnię po przejściu lasera oraz zapobiegając powstawaniu naprężenia związanego z różnicami ciepła. W związku z metodyką przeprowadzanego procesu formowania laserowego, właściwościami materiału oraz geometrią obrabianego przedmiotu mogą zachodzić różne mechanizmy odpowiedzialne za deformację:

- Mechanizm gradientu temperatury (TGM – Temperature Gradient Mechanism)
- Mechanizm wyboczenia (BG – Buckling Mechanism)
- Mechanizm spęczający (UM – Upsetting Mechanism) [12, 14-16]



Rys 1. Diagram deformacji: a) Mechanizm gradientu temperatury (TGM), b) Mechanizm wyboczenia (BG), c) Mechanizm spęczający (UM)

Mechanizm gradientu temperatury (TGM) charakteryzuje się nierównomiernym rozszerzaniem temperaturowym, związanym z nagłą zmianą gradientu temperatury na przekroju grubości materiału. W przeciwieństwie do mechanizmu TGM, mechanizm wyboczenia charakteryzuje się stałą temperaturą na przekroju, powodującym rozszerzanie boczne. Mechanizm BG polega najbardziej na ograniczaniu rozszerzania cieplnego materiału poprzez pochłanianie ciepła przez przylegające do obszaru wpływu ciepła stosunkowo zimne obszary materiału. Mechanizm spęczający (UM) z kolei charakteryzuje się równomiernym rozkładem temperatury na całej grubości wraz ze specyficzną geometrią przedmiotu nie pozwalającą na lokalną deformację materiału, natomiast ulega znacznemu pogrubieniu oraz skróceniu w kierunku bocznym [14-17].

4. CIĘCIE LASEROWE

4.1 Wstęp

Cięcie laserowe to rodzaj cięcia termicznego, w którym energia wiązki promieniowania laserowego, w zależności od rodzaju ciętego materiału i techniki cięcia, tworzy szczelinę cięcia w wyniku stopienia i odparowania materiału w szczelinie cięcia. Cięcie laserowe stosuje się do cięcia większości materiałów inżynierskich, zalicza się do nich stale niestopowe o grubości do 20 mm, stale stopowe do 15 mm, tytan, nikiel, molibden, aluminium i ich stopy, miedź i mosiądz o grubości 1 mm i 2 mm, materiały niemetalowe, materiały organiczne sztuczne i materiały nieorganiczne. W procesie potrzebny jest dostarczany współosiowo gaz

towarzyszący, który może być obojętny lub reaktywny względem ciętego materiału. Zadaniem tego gazu jest wydmuchiwanie ze szczeliny cięcia produktów procesu rozdzielania np. ciekłego materiału, tlenków. [18-20] Proces cięcia laserowego jest jedną z podstawowych metod cięcia. Zapewnia wysoką dokładność i jakość ciętych krawędzi, o wąskiej strefie wpływu ciepła, która jest często niewykrywalna klasyczną metalografią. [18] W procesach cięcia laserowego stosowane są głównie lasery gazowe CO₂ oraz w mniejszym stopniu: lasery Nd:YAG, włóknowe i tarczowe, o kołowym kształcie wiązki. Lasery te dostarczają do obszaru cięcia lub przebijania wiązkę laserową w postaci impulsów o sterowanej mocy średniej i czasie trwania impulsu laserowego lub jako ciągłą wiązkę promieniowania laserowego. O jakości cięcia decyduje głównie jakość wiązki laserowej, określona współczynnikiem jakości BPP, który w zależności od rodzaju materiału i grubości ciętego czy przebijanego przedmiotu, powinien mieścić się w granicach od 0,1 do 5-10. Im mniejsza jest grubość cięcia czy przebijania i im wyższa jest temperatura topnienia ciętego materiału, tym wyższa musi być jakość wiązki BPP. Cięcie i wykonywanie otworów wymaga rozkładu mocy wiązki TEM₀₀- według klasycznej krzywej Gaussa - rozkład ten umożliwia zogniskowanie wiązki do najmniejszych możliwych średnic i największych głębokości wiązki (najmniejsza zmiana mocy wiązki na jej długości) spośród wszystkich rozkładów modalnych wiązek laserowych. [21]

4.2 Struktura po cięciu laserowym

Podczas cięcia laserowego zachodzą trzy procesy: sublimacja, czyli przejście materiału rozdzielanego ze stanu stałego do stanu gazowego bez stopienia; topnienie i spalanie. Proces cięcia laserowego zapewnia wąską strefę wpływu ciepła i związane z tym minimalne odkształcenie spawalnicze ciętego materiału. [18-19] Najczęściej ciętym laserowo materiałem są stale niskowęglowe i niskostopowe oraz stale austenityczne. Tlen, jako gaz towarzyszący procesowi cięcia laserowego, zapewnia tak duże ilości ciepła w efekcie reakcji egzotermicznej spalania żelaza, że wiązka laserowa służy tylko jako podgrzewające źródło ciepła. Jakość cięcia jest wtedy bardzo wysoka, a chropowatość powierzchni nie przekracza 1,0 [μm]. Wzrost zawartości pierwiastków stopowych w stalach niskostopowych zmniejsza prędkość cięcia laserowego, lecz zwykle bardzo niska zawartość zanieczyszczeń w tych stalach zwiększa jakość cięcia. Szerokość tego cięcia, jakość krawędzi cięcia (prostokątność i prążki) oraz wygląd spodniej strony cięcia (żuzel) są określane przez wybór lasera, jakość wiązki, dostarczaną moc i rodzaj zastosowanego ruchu. Grubość cięcia skaluje się wraz z mocą i jest odwrotnie proporcjonalna do prędkości. Wąska szczelina cięcia umożliwia zagnieżdżanie wzorów cięcia w odległości równej jednej średnicy belki, co jest skutecznym sposobem na zmniejszenie ilości złomu. Szerokość szczeliny jest funkcją jakości wiązki, ciśnienia gazu, szybkości przetwarzania i parametrów ruchu. Chropowatość powierzchni cięcia wzrasta wraz ze wzrostem grubości blachy i maleje wraz ze wzrostem mocy lasera. Największe chropowatości powierzchni występują w stalach nierdzewnych i stalach miękkich, a najmniejsza chropowatość w przypadku stali walcowanej na zimno. Średnica wiązki laserowej ma znikomy wpływ na głębokość strefy wpływu ciepła, ale ma znaczący wpływ na głębokość strefy stopionej i mikrotwardość strefy wpływu ciepła. Głębokość strefy stopionej i głębokość strefy wpływu ciepła można zmniejszyć, zwiększając prędkość cięcia laserowego oraz zmniejszając moc lasera i średnicę wiązki laserowej. Strefa wpływu ciepła to strefa materiału podstawowego, który nie uległ stopieniu, ale na którego mikrostrukturę i właściwości mechaniczne wpłynęło ciepło wytwarzane podczas cięcia laserowego. Ciepło wytwarzane w procesie cięcia laserowego i po schłodzeniu powoduje tę zmianę w obszarze w pobliżu ciętej

powierzchni. Strefa wpływu ciepła może prowadzić do niepożądanych efektów, takich jak odporność na zmęczenie, pękanie powierzchni i odkształcenia. [22-23]

4.3 Struktura po cięciu laserowym – wnioski

Moc lasera i prędkość cięcia mają największe znaczenie, a średnica wiązki laserowej jest najmniej znaczącym parametrem cięcia wpływającym na SWC. Jednak moc lasera i średnica wiązki laserowej mają największe znaczenie, a prędkość cięcia jest najmniej istotnym parametrem cięcia wpływającym na strefę stopioną. Wymiar SWC zwiększa się wraz ze wzrostem mocy lasera i maleje wraz ze wzrostem prędkości cięcia. Głębokość strefy stopionej zmniejsza się wraz z prędkością cięcia i zwiększa się wraz z mocą lasera. Wyniki pokazują, że głębokość strefy stopionej wzrasta wraz ze średnicą wiązki laserowej, w przeciwieństwie do głębokości SWC, w której średnica ma znikomy wpływ. Moc lasera to najważniejszy parametr wpływający na strefę stopioną. Mikrotwardość w SWC wzrasta wraz ze wzrostem mocy lasera i maleje wraz ze wzrostem prędkości cięcia i średnicy wiązki laserowej. [22-23]

5. PODSUMOWANIE

Przytoczone technologie oparte na laserach pokazują, jak szerokie spektrum zastosowań obejmują lasery. Wśród nich dużą rolę odgrywa dział obróbki powierzchniowej, pozwalając na zmianę struktury, a w konsekwencji zmianę własności przedmiotu obrabianego. Lasery znajdują zastosowanie także w spawalnictwie – do spawania elementów, a także w procesie cięcia, które charakteryzuje się lepszymi własnościami w porównaniu do innych metod cięcia. Techniki laserowe znajdują zastosowanie również w obróbce plastycznej w procesie formowania laserowego. Podsumowując, wymienione działy laserowej obróbki świadczą o wielu zastosowaniach w Inżynierii Materiałowej.

PODZIĘKOWANIE

Praca powstała w wyniku realizacji projektu w ramach kształcenia zorientowanego projektowo - PBL, w konkursie VIII w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza, Politechnika Śląska.

LITERATURA

- [1] J. Kusiński: Lasers and their employment in materials engineering, Publisher „Akapit”, Kraków, 2000
- [2] L.A. Dobrzański, M. Bonek, E. Hajduczek, A. Klimpel: Application of high power diode laser (HPDL) for alloying of X40CrMoV5-1 steel surface layer by tungsten carbides, Journal of Mat. Proc. Tech. 155-156, 2004
- [3] L.A. Dobrzański, M. Bonek, A. Klimpel, A. Lisiecki, S. Bugliosi: Tribological properties of the surface layer of the X40CrMoV5-1 steel remelted using the high power diode laser (HPDL), Proceedings of the 11th Scientific International Conference „Achievements in Mechanical and Materials Engineering” AMME’2002, Gliwice – Zakopane, 2002

- [4] A. Klimpel: High Power Diode Laser Application for Welding and Surfacing, JOM-10 International-Jubilee Conference N The Joining of Materials, Helsingor – Denmark, 2001
- [5] L.A. Dobrzański, A.D. Dobrzańska-Danikiewicz, Obróbka powierzchni materiałów inżynierskich, Open Access Library, Volume 5, 2011.
- [6] M. Paczkowska, W. Waligóra: Wpływ borowania laserowego na strukturę warstwy powierzchniowej elementów z żeliwa sferoidalnego Część 1. Porównanie struktury po borowaniu dyfuzyjnym i laserowym, 2009
- [7] S. Prowans: „Materiałoznawstwo”, Poznań 1977.
- [8] M. Szweyger, D. Nagolska: „Metalurgia i odlewnictwo”, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 2002.
- [9] J. Adamczyk: „Inżynieria materiałów metalowych”, część 2, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2004.
- [10] K. Sękowski, J. Pieskowski, Z. Wojtowicz: „Atlas struktur znormalizowanych stopów odlewniczych”, Wydawnictwo Naukowo Techniczne, Warszawa 1972.
- [11] D. Panek, M. Boniek: Obróbka laserowa warstwy wierzchniej stali austenitycznej, Prace Studenckich Kół Naukowych, Kongres Studenckich Kół Naukowych CO-KÓŁ, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, z. 13, 2007, s. 53-60
- [12] A.J. Birnbaum, S. Vikelic, Y. Lawrence “Advances in laser-induced plastic deformation processes”, Advances in Laser Materials Processing, 2010, pp. 535-572
- [13] C. Zhang, Y. Dong, C. Ye, “Recent Developments and Novel Applications of Laser Shock Peening: A Review”, Advanced Engineering Materials, Volume 23, 2021
- [14] J. Radziejewska, “Laserowa modyfikacja właściwości warstwy wierzchniej wspomaganą nagniataniem”, INSTYTUT PODSTAWOWYCH PROBLEMÓW TECHNIKI POLSKIEJ AKADEMII NAUK, 2011
- [15] Y. Wang, J.W. Kysar, L.Yao, “Analytical solution of anisotropic plastic deformation induced by micro-scale laser shock peening”, Mechanics of Materials, Vol 40, 2008, pp. 100-114
- [16] A. Prokhorov, A. Vshikov, O. Plekhov, N. Kashaev, F. Fomin, M. Ozerov, S.Zherebtsov, “The Effect of LSP on the Structure Evolution and Self-Heating of ARMCO Iron under Cyclic Loading”, ARMCO Iron under Cyclic Loading. Metals 2021, Vol 11, 1198.
- [17] J. Radziejewska, “Zastosowanie odkształcenia plastycznego wywołanego nanosekundowym impulsem laserowym do oceny twardości dynamicznej”, XII Międzynarodowa Konferencja – Electromachining, 2015
- [18] A. Klimpel – Podręcznik spawalnictwa
- [19] A. Czupryński, A. Rzeźnikiewicz – Specjalne technologie spawalnicze w ćwiczeniach laboratoryjnych
- [20] W. Przetakiewicz, S. Kaczmarek, A. Pawlata, J. Rafa - Analiza efektów cięcia blach ze stali niskowęglowych laserem technologicznym
- [21] A. Klimpel- Technologie laserowe w spawalnictwie
- [22] D.A. Belforte - Encyclopedia of Materials: Science and Technology, 2001
- [23] Imed Miraoui - High-Power Laser Cutting of Steel Plates: Heat Affected Zone Analysis



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Stopowanie warstwy wierzchniej stali narzędziowych przy użyciu lasera diodowego

P. Cisowski^a, A. Wójtowicz^a, K. Królikowska^a, M. Konieczny^a, M. Laskowski^a, N. Peters^a, M. Bonek^b, C. Meran^c

^a Student/ka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,

^c Pamukkale University, Department of Mechanical Engineering, Denizli, Turkey.

Streszczenie: Celem niniejszej pracy jest zbadanie struktury oraz własności warstwy wierzchniej stali narzędziowej 32CrMoV12-28 podczas stopowania proszkami węglików NbC za pomocą lasera diodowego i wykazanie, czy laserowa modyfikacja warstwy wierzchniej stali wpływa na poprawę mechanicznych i trybologicznych własności stali.

Abstract: The purpose of this work is to examine the structure and properties of the surface layer of the 32CrMoV12-28 tool steel during alloying with niobium and NbC powder using a diode laser and to demonstrate whether the laser modification of the surface layer of steel improves the mechanical and tribological properties of the steel.

Słowa kluczowe: laser diodowy, stopowanie, proszek NbC, stal narzędziowa, stal 32CrMoV12-28.

1. WSTĘP

Stopowanie warstw wierzchnich materiałów, nazywanych również laserowym wzbogacaniem to jeden z procesów obróbki cieplnochemicznej. Proces polega na wprowadzeniu do warstwy wierzchniej materiału obrabianego pierwiastków stopowych w czasie topnienia powierzchni. Duża różnica temperatur między zimnym podłożem materiału, a granicą warstwy przetopionej skutkuje szybkim ochłodzeniem ciekłego metalu. Po zakrzepnięciu uzyskiwana jest warstwa o odmiennym składzie chemicznym i właściwościach fizycznych. Głównym celem takiego procesu jest ulepszenie elementów maszyn i urządzeń. Podczas stopowania laserowego korzysta się z średnich wartości gęstości mocy (104 – 106W/cm²) oraz stosunkowo długim czasie oddziaływania wiązki laserowej na powierzchnię materiału. Obróbkę laserową uważa się za bardzo dokładną. Pozwala ona na uzyskanie nowych materiałów o drobnokrystalicznej strukturze, posiadające fazy metastabilne oraz przesyczone

roztwory stałe. Grubość warstw wynosi od 0.03mm do 3mm, a powierzchnia na którą działa wiązka laserowa jest bliska wymiarom zadany wcześniej. Technologię uważa się za ekonomiczną. Metoda ta cieszy się dużym zainteresowaniem, ze względu na różnorodność procesów wzbogacania materiałów [1]. Celem niniejszej pracy jest zbadanie wpływu kształtowania powierzchni stali narzędziowej 32CrMoV12-28 podczas stopowania proszkami NbC.

2. OBRÓBKA LASEROWA

Laser czyli generator światła spójnego jest oparty w swoim działaniu na zjawisku emisji wymuszonej, na co również wskazuje pełna nazwa samego urządzenia czyli Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation. Wykorzystuje on zjawisko emisji wymuszonej emitując wiązkę promieniowania elektromagnetycznego w zakresie długości fali odpowiadającej światłu ultrafioletowemu, widzialnemu i podczerwieni. Samo urządzenie, aby działało poprawnie musi posiadać ośrodek aktywny, układ pompujący, rezonator optyczny oraz układ chłodzący. Powyżej wspomniane zespoły działając w odpowiedni sposób zapewniają najważniejsze własności promieniowania laserowego czyli:

- Równoległość i spójność wiązki laserowej
- Monochromatyczność
- Dużą gęstość mocy promieniowania laserowego
- Polaryzację liniową

Jednym z kryteriów podziałów laserów jest rodzaj ośrodka czynnego i możemy wyróżnić lasery gazowe, lasery na ciele stałym oraz lasery półprzewodnikowe (diodowe). Ostatni z wyżej wymienionych rodzajów lasera został wykorzystany w niżej przedstawionych badaniach.

Taki laser bazuje na złączu p-n i jest on elementem czynnym w urządzeniu. Wzbudzenie następuje w skutek oddziaływania prądu elektrycznego. Laser diodowy wyróżnia na tle innych laserów stosowanych w spawalnictwie najwyższą sprawność energetyczną, ponieważ osiąga do 30%. Jednak nie jest to idealne urządzenie przez wzgląd na dość niską spójność wiązki. Zakres długości fali elektromagnetycznej mieści się od 670 do 940 nm. Laser półprzewodnikowy nadaje się do spawania cienkich blach, stopowania, obróbki cieplnej, napawania, lutowania i lutospawania, ale nie nadaje się do cięcia. Bardzo ważnym zastosowaniem lasera diodowego jest to, że służy do wzbudzania lasera na ciele stałym typu YAG. Do zalet tego typu laserów zalicza się dobrą absorbcję emitowanego promieniowania przez materiał, łatwość sterowania mocą wiązki za pomocą prądu, wysoką sprawność energetyczną, trwałą konstrukcję urządzenia oraz stosunkowo małe rozmiary i masę [2-7].

3. METODYKA BADAŃ

Próbki do badań zostały wykonane ze stali 32CrMoV12-28, która jest stalą narzędziową, inaczej: stopową do pracy na gorąco, często używaną w formie matryc do pras i matryc do wyciskania czy kuźniarek. Świetna przewodność cieplna i kluczowa hartowność są głównymi cechami tej stali, gdzie przewodność cieplna wynosi odpowiednio $36 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

Zawartość manganu i wanadu kolejno wynoszą kolejno w przedziałach 0,15-0,45% i 0,40-0,70%, co przedstawiono w Tabelicy 1, poniżej:

Tablica 1. Skład chemiczny stali 32CrMoV12-28 podany w wartościach % [8]

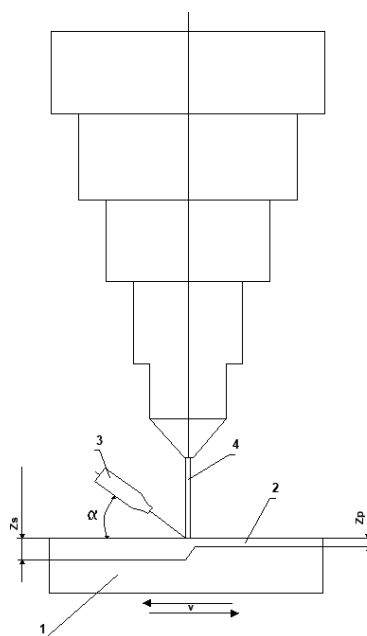
Table 1. Chemical composition of 32CrMoV12-28 steel given in % values

C	Si	Mn	P
0,28-0,35	0,10-0,40	0,15-0,45	0,030
S	Cr	Mo	V
0,030	2,70-3,20	2,50-3,00	0,40-0,70

*wartości niepodane w zakresach są wartościami maksymalnymi

Próbki hartowane i podwójnie odpuszczone przez czas wynoszący $t_o = 2h$, w temperaturze $T=550^{\circ}\text{C}$ i $T=510^{\circ}\text{C}$, posiadały kształt prostopadłościanu, wymiary wynosiły kolejno: 70 x 25 x 5 mm. Próbki zostały umieszczone w piecu próżniowym. Temperatura austenitzowania wynosiła 1040°C , a czas wygrzewania $t_w=0,5h$. Decydujące temperatury to $T_1 = 585^{\circ}\text{C}$ i $T_2 = 850^{\circ}\text{C}$ określone pauzami termicznymi.

Szlifowanie i odtłuszczenie próbek doświadczalnych było kolejnym etapem zadania tuż po obróbce cieplnej. Pasta powstała z proszku węgliku niobu NbC oraz szkła sodowego została nałożona na próbki do uzyskania grubości $t=0,5\text{mm}$. Proporcje mieszaniny proszku ze szkłem sodowym wynosiły kolejno 70 i 30%. Laser przedstawiony na Rysunku 1 posiada falę promieniowania laserowego o długości 940nm. Wykonano wstępne badania, które pozwoliły na ustalenie, że do przeprowadzenia procesu stabilnie wymagana jest odpowiednia wartość prędkości posuwu wiązki lasera, która wynosiła $v=0,5\text{m/min}$. Wykorzystana moc wiązki laserowej mieściła się w przedziale: 1,2-2,3kW.



Ryunek 1. Schemat: a) Laserowe stopowanie materiałów

Figure 1. Scheme: a) Laser alloying of materials

Tablica 2. Definicje oznaczeń na Rysunku 1
 Table 2. Definitions of markings in Figure 1

Oznaczenie na rysunku	Definicja oznaczenia
1	Próbka doświadczalna
2	Materiał stopujący
3	Nadmuch gazu ochronnego
4	Wiązka laserowa
Z_s	Grubość warstwy stopowanej
Z_p	Grubość nanoszonej powłoki stopującej
v	Prędkość posuwu wiązki lasera



Rysunek 2. Ściegi przetopienia stali 32CrMoV12-28 o mocach kolejno: 1,2; 1,6; 2,0; 2,3 z użyciem NbC; na rysunku przekrój poprzeczny próbki doświadczalnej
 Figure 2. Remelting passes of 32CrMoV12-28 steel with the following powers: 1.2; 1.6; 2.0; 2.3 using NbC; in the figure, a cross-section of the experimental sample

Na rysunku 2 zostały przedstawione wykonane ściegi wykonane z użyciem mocy: 1,2; 1,6; 2,0; 2,3 kW. Zgodnie ze schematem procesu, podczas stopowania został zastosowany gaz ochronny dostarczany przez dyszę skierowaną przeciwnie do kierunku przetapiania. W tym przypadku był to argon, gdzie natężenie przepływu gazu to 20l/min.

Skład fazowy został przeprowadzony na dyfraktometrze rentgenowskim DRON 2.0, a twardość została zmierzona za pomocą metody Rockwella, wyniki zostały przedstawione w analizie badań. Dane techniczne użytego lasera zostały przedstawione w tabeli nr 3, umieszczonej poniżej:

Tabela 3. Parametry techniczne lasera HPDL Rofin DL 020 wraz z parametrami stopowania laserowego

Table 3. Technical parameters of the HPDL Rofin DL 020 laser along with the parameters of laser alloying

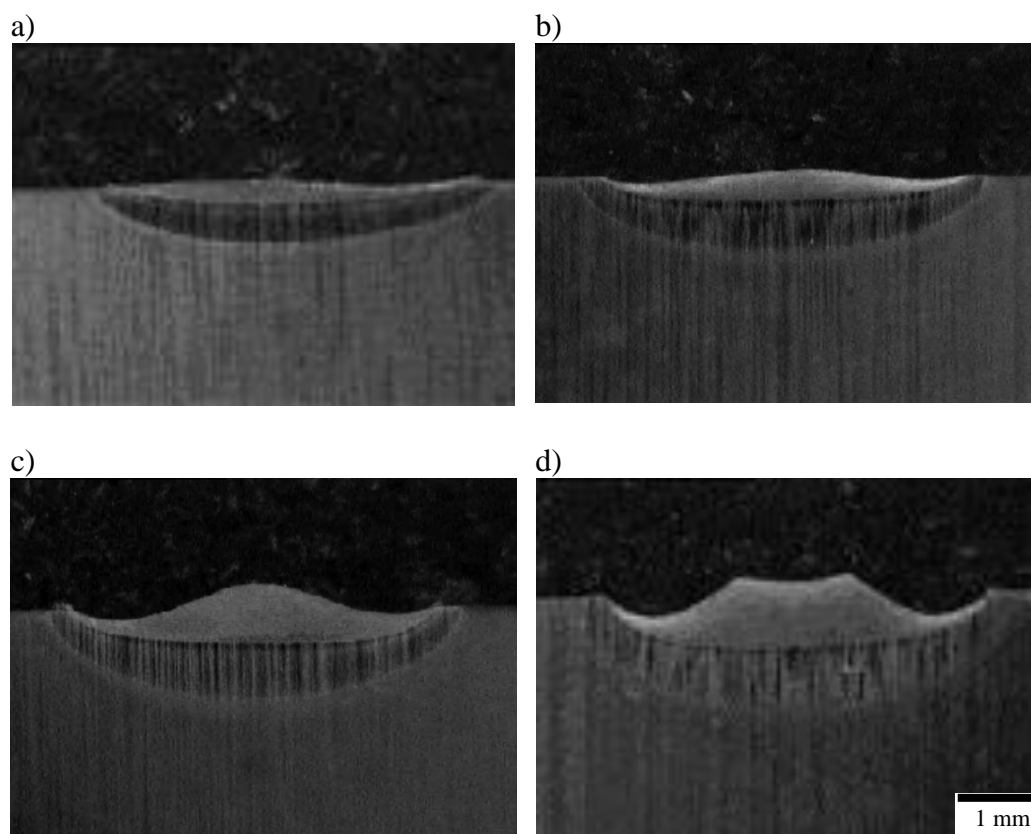
Nr	Wartość				Parametr lasera	Jednostka
1	940 ± 5				Długość fali promieniowania laserowego	mm
2	2500				Maksymalna moc wyjściowa wiązki laserowej	W
3	100 + 2300				Zakres płynnej regulacji mocy	W
4	82 /32				Długość ogniska wiązki laserowej	mm
5	1,2	1,6	2,0	2,3	Stosowana moc lasera	kW
6	0,5				Szybkość przetapiania	m/min
7	1,8 x 6,8 /1,8 x 3,8				Wymiary ogniska wiązki laserowej	mm
8	0.8 ÷ 36.5				Zakres gęstości mocy w płaszczyźnie ogniska wiązki laserowej	kW/cm ²
9	20				Natężenie przepływu gazu	l/min

4. ANALIZA WYNIKÓW BADAŃ

Odpowiednio wykonane badania zgodnie z parametrami określonymi w tabeli 3 wraz z dobranymi kolejno mocami lasera wynoszącymi 1,2; 1,6; 2,0 oraz 2,3 kW dostarczają informacji na temat zmian kształtu i głębokości lica przetopienia oraz chropowatości ściegu (rys. 2). Wraz ze wzrostem mocy lasera zmniejsza się wyraźnie chropowatość. Ma to związek z absorpcją energii wiązki laserowej przez materiał, która jest manipulowana dzięki dodanemu proszkowi ceramicznemu NbC. Wzrost absorpcji energii intensyfikuje na warstwie wierzchniej stali proces przetapiania.

Materiał badany jakim jest stal 32CrMoV12-28 w stanie zmiękczonej posiada strukturę ferrytyczną z węglkami jednorodnie rozmieszczonymi w osnowie. W celu uzyskania odpowiedniej hartowności poddano materiał procesowi austenitowania. Podczas niego rozpuszcza się większość węglków stopowych w austenicie.

Przekrój próbek po przetopieniu wyraźnie wskazuje na wzrost głębokości przetopienia wraz ze zwiększeniem mocy lasera (rys. 3). Patrząc na zdjęcia można widzieć wyraźnie, iż potwierdza to różnica między przetopem wykonanym laserem o mocy 1,2 kW, a przetopem wykonanym laserem o mocy 2,3 kW – głębokość różni się diametralnie, wręcz jest rzędu 100%. Wyniki w Tabeli 4 wykazują również na różnice twardości warstw wierzchnich w zależności od zastosowanej mocy lasera.



Rysunek 3. Kształt i głębokość ściegu przetopienia stali na przekroju poprzecznym próbki, odpowiednio dla a) 1,2 kW; b) 1,6 kW; c) 2,0 kW; d) 2,3 kW.

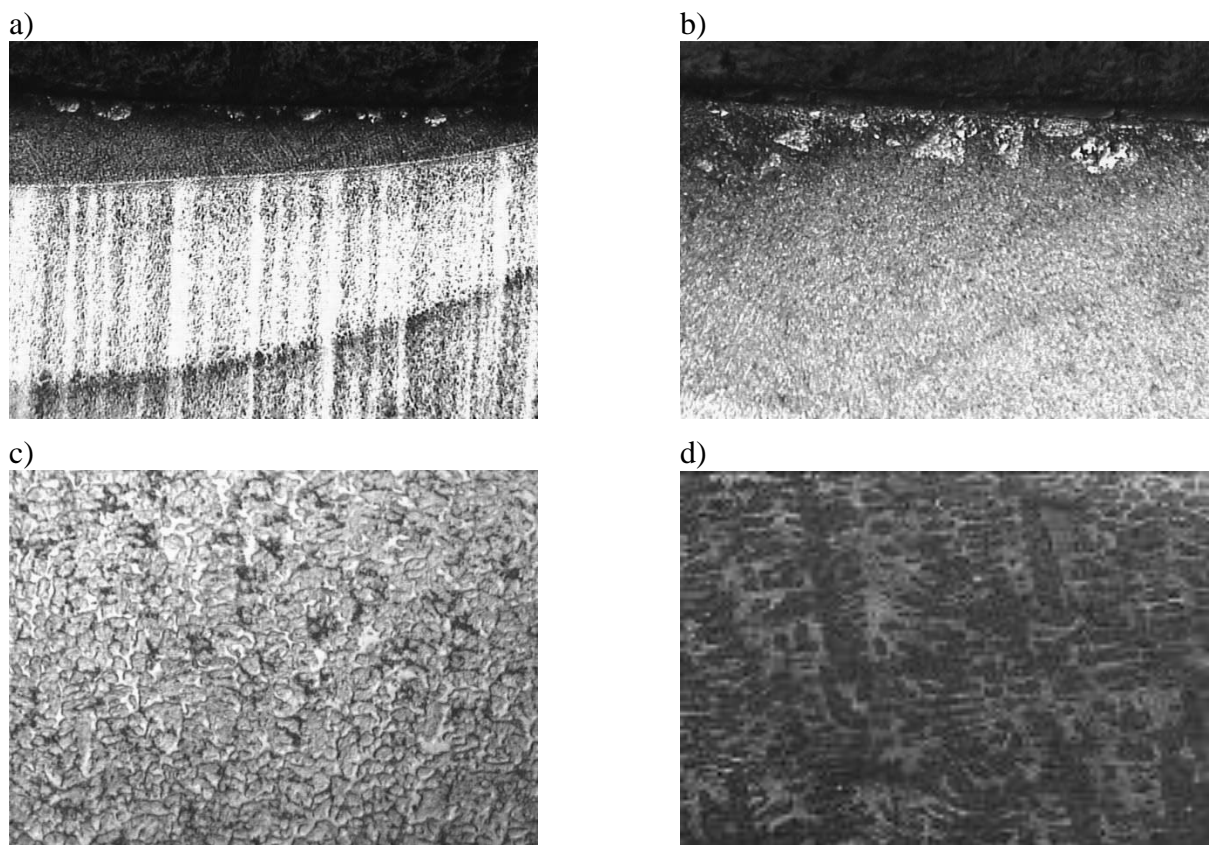
Figure 3. The shape and depth of the steel remelting bead on the cross-section of the sample, respectively for a) 1.2 kW; b) 1.6kW; c) 2.0kW; d) 2.3kW.

Tabela 4. Wyniki badań twardości przetopionej warstwy stali 32CrMoV12-28.

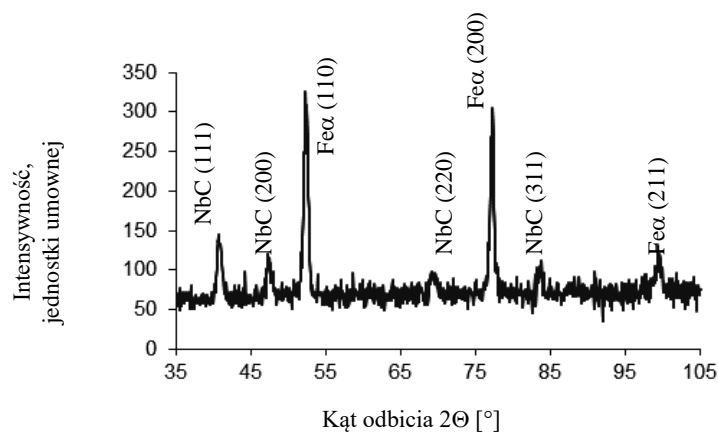
Table 4. Hardness test results of the remelted layer of 32CrMoV12-28 steel.

Obliczenia statystyczne				
Moc lasera, kW	1,2	1,6	2,0	2,3
Średnia, HRC	55	57	59	60
Odchylenie standardowe	0,66	0,76	0,63	0,57

Na podstawie badań metalograficznych przeprowadzonych przy użyciu mikroskopu elektronowego skaningowego można stwierdzić zróżnicowanie struktury materiału krzepnącego po przetopieniu laserowym. Obszary znajdujące się na granicy faz stałej i ciekłej zawierają strukturę o dużych dendrytach wraz z węglikiem niobu NbC – Rysunek 4,5.



Rys. 4. Struktura ściegu przetopienia stali na przekroju poprzecznym próbki stali 32CrMoV12-28 z użyciem cząstek węgliku NbC, a) strefy w warstwie wierzchniej b), węgliki w strefie przetopionej, c) struktura dendrytyczna na granicy fazy stałej i materiału przetopionego d) struktura dendrytyczna w strefie przetopionej



Rysunek 5. Dyfraktogram rentgenowski stali stopowanej proszkiem ceramicznym NbC
Figure 5. X-ray diffraction diagram of steel alloyed with NbC ceramic powder

5. PODSUMOWANIE

Przeprowadzone badania pozwoliły na stwierdzenie, że w wyniku przetopienia oraz obróbki cieplnej stali narzędziowej 32CrMoV12-28 proszkiem NbC możliwe jest uzyskanie wysokiej jakości warstwy wierzchniej o znacznie wyższej twardości od metalu podłoża bez pęknięć oraz wad. Przeprowadzone stopowanie ze stałą prędkością pozwala także wykazać zmianę własności i struktury stali narzędziowych pod wpływem opisanych parametrów stopowania laserem diodowym dużej mocy HPDL. Głębokość przetopienia wzrasta wraz ze wzrostem mocy lasera, a przetopienie lica jest mniej chropowate oraz bardziej regularne i płaskie. Badania metalograficzne na mikroskopie skaningowym z wykorzystaniem przystawki EDX oraz przy użyciu dyfraktometru rentgenowskiego potwierdzają występowanie węgla niobu w warstwie przetopionej głównie w postaci konglomeratów.

PODZIĘKOWANIE

Praca powstała w wyniku realizacji projektu w ramach kształcenia zorientowanego projektowo - PBL, w konkursie VIII w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza, Politechnika Śląska.

LITERATURA

1. J. Kusiński, Lasery i Ich Zastosowanie W Inżynierii Materiałowej, Wydawnictwo Naukowe Akapit, 2000.
2. A. Czupryński., A. Rzeźnikiewicz, Specjalne technologie spawalnicze w ćwiczeniach laboratoryjnych, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2020.
3. A. Klimpel, Technologie laserowe w spawalnictwie, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2011.
4. A. Kujawski, P. Szczepański, Lasery Podstawy fizyczne, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa, 1999.
5. H.P. Freund, Principles of Free-electron Lasers, T.M. Antonsen. Springer Science &
6. Business Media, 1996.
7. J. Pilarczyk, Spawalnictwo 2, Wydawnictwo Naukowo-techniczne, Warszawa, 2005
8. L. Li., The advances and characteristics of high-power diode laser materials processing, Optics and Lasers in Engineering, Vol. 34, 231-253, 2000
9. WLW/1.2365/32CRMOV12-28, Akrostal, <https://akrostal.pl/stale/wlv-1-236532crmov12-28/>, 2022.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIAAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

3D Printing of Duplex Stainless Steels - Possibilities and Challenges

Mengistu Jemberu Dagnaw^{a*}, Zbigniew Brytan^a

^aSilesian University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Engineering Materials and Biomaterials

Email: mencejembe@gmail.com

Abstract: Duplex stainless steel (DSS) is a type of steel with a primary phase composition of ferritic (δ) and austenitic (γ) microstructure. With such an even distribution, DSS has some apparent benefits compared to austenitic stainless steel, such as greater mechanical strength and higher corrosion resistance. As a disruptive manufacturing technology, additive manufacturing has shown great advantages for the production of metal parts of intricate or personalized geometry. Powder bed fusion-based technologies (PBF), binder jetting, sheet lamination, and directed energy deposition (DED) based technologies have been used to make duplex stainless steels. Nevertheless, due to the complicated layer-upon-layer procedure, it is very difficult to get the desired microstructure and formation quality all at the same time. Although duplex stainless steel has been in use since the 1930s, researchers are always looking for methods to innovate, such as discovering alternative production procedures for certain components. Based on the knowledge of DSS materials and AM methods, a sensitive control of processing parameters is very necessary.

Keywords: Stainless steels, duplex, additive manufacturing

1. DUPLEX STAINLESS STEELS

Duplex stainless steels have a microstructure consisting of approximately equal amounts of austenite and ferrite, which is obtained by thermomechanical processing of an alloy with alpha or gamma stabilizers elements in balance. Fig. 1a shows the typical microstructure of DSSs. This microstructure can be considered intermediary between austenitic and ferritic stainless steels. Duplex stainless steels have higher strength than austenitic stainless steels, higher toughness than ferritic stainless steels and good weldability. [1-4]. Furthermore, due to the high Cr content and the presence of alloying elements in the material, the duplex stainless steels present superior corrosion resistance in different environments when compared to other types of similar stainless steels, together with a yield point that is superior to the one of austenitic stainless steels. This behaviour allows thickness and weight reduction of a component or equipment produced with this type of steel [5-6].

The equivalent method no longer just predicts welding microstructure but also is widely used to measure the phase stability of any steels as functions of their chemical compositions. For example, it is used to design stainless steels with desired ferrite contents [7], to predict

martensite content with various carbon content [8], and to guarantee enough austenite stability for fine mechanical properties while pursuing good corrosion resistance. The pitting resistance equivalent number (PREN) can evaluate the beneficial influence of alloying elements on the corrosion resistance as shown in Eq. (1) [9]. A higher PREN indicates better corrosion resistance.

$$\text{PREN} = \text{Cr}\% + 3.3 \text{ Mo}\% + 16 \text{ N}\% \quad (1)$$

According to the Fe–Cr–Ni pseudo-binary diagram in Fig. 1c, DSSs solidify into fully ferrite from the liquid at first, and austenite nucleates from ferrite below the ferritic solvus temperature [10]. For a solution treatment at the temperature approximately 1100 °C, the ratio of α : γ can be adjusted to 1:1 as shown in Fig. 1d [11]. In addition to the two-phase ratio, properties of DSSs are highly related to secondary precipitates, which mainly include nitrides such as CrN and Cr₂N, carbides such as M₇C₃ and M₂₃C₆ (M = Fe or Cr), and intermetallic compounds such as sigma (σ), chi (χ), τ , R, and π phases. These precipitates considerably affect both mechanical properties and corrosion resistance, especially regarding the formation of notorious σ and χ phases. These precipitates considerably affect both mechanical properties and corrosion resistance, especially regarding the formation of notorious σ and χ phases. The precipitation tendency can be roughly evaluated by the cooling rate from 800 to 500°C [12]. Therefore, it is critical to maintain the two-phase ratio as well as to avoid the harmful precipitates at the same time.

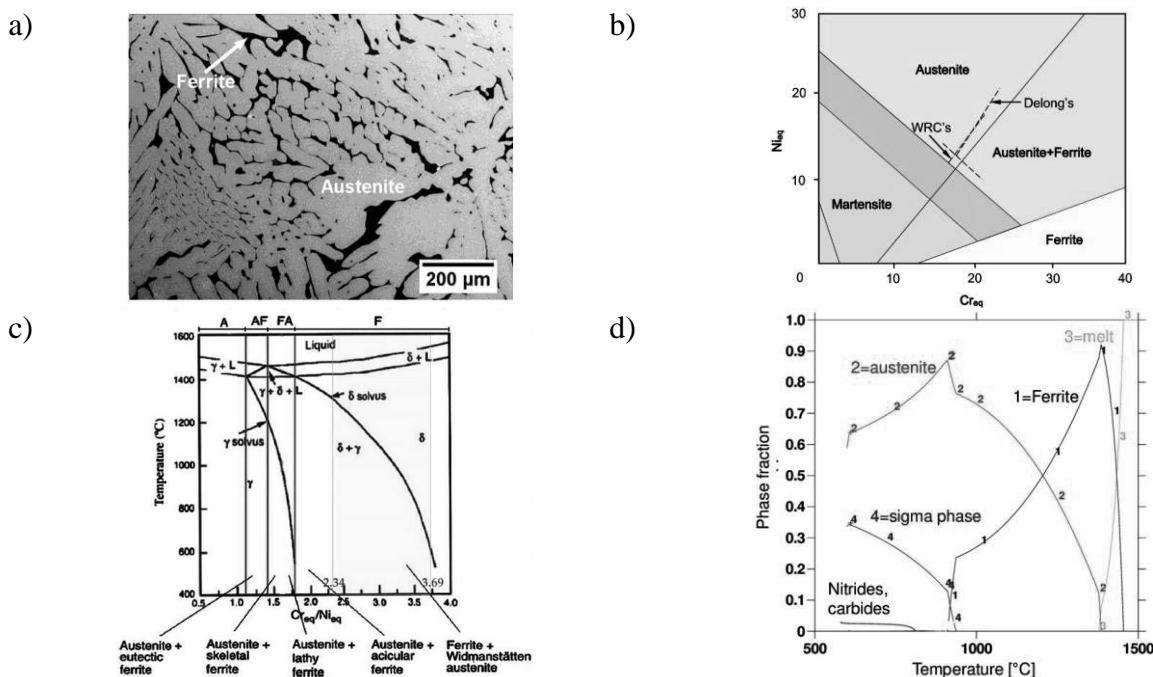


Figure 1. Cast Duplex stainless steels: (a) microstructure of the solution treated Z3CN20.09M [10], (b) Schaeffler diagram of DSSs, $\text{Ni}_{\text{eq}} = \text{Ni} + 30\text{C} + 0.5\text{Mn}$, $\text{Cr}_{\text{eq}} = \text{Cr} + \text{Mo} + 1.5\text{Si} + 0.5\text{Nb}$ [7,8,12], (c) pseudo-binary Fe–Cr–Ni phase diagram at 70% Fe [11], (d) equilibrium phase fractions for the DSS 22Cr [9]

The microstructure evolution of DSSs depends on chemical compositions and manufacturing processes. When it comes to compositions, a suitable $\text{Cr}_{\text{eq}}/\text{Ni}_{\text{eq}}$ is beneficial to stabilize the biphasic ratio; while refinement and purification greatly help to eliminate precipitates. On manufacturing aspects, the cooling rate is in the range of 1200–800°C) must be

adjusted to generate suitable austenite from the primary ferrite. Furthermore, the cooling rate between 800 and 500°C should be adjusted as quickly as possible to prevent the formation of harmful precipitates [13-16]. It appears difficult to achieve such a variable cooling rate in a specific process, which is a major problem for the manufacture and application of DSSs. However, great strides have been made in the development of materials and the manufacture of DSSs.

The development of DSSs began as early as the 1930's [17-18, 19-22]. The initial commercial DSS for 25Cr-5Ni was developed in 1929. The increase in Cr content resulted in a high resistance to intergranular corrosion compared to contemporary austenite stainless steels. Adding Mo increased the resistance to corrosion pits. 25Cr-5Ni-1Mo was built later in 1933. 20Cr-8Ni-2.5Mo was highly resistant to corrosion in various corrosive environments. With Cu added in 1935, 25Cr-5Ni-2.5Mo-2.5Cu further improved the stabilization of austenite phase. The above first-generation SSDs have been developed to increase corrosion resistance and reduce Ni content in general. However, first-generation DSSs had poor weldability.

In general, super DSSs had PRENs above 40. The imbalance two-phase ratio as well as the potentially damaging had already been greatly ameliorated during the welding process. To date, five typical groups of SSDs have been developed as described in Table 1[23]. Different kinds of DSSs can meet different demanding applications and play an important role as key structural materials used in a corrosive environment [24]. DSS solderability has been greatly improved. A variety of welding methods have been tried to satisfy different requirements [21, 25-28].

2. ADDITIVE MANUFACTURING

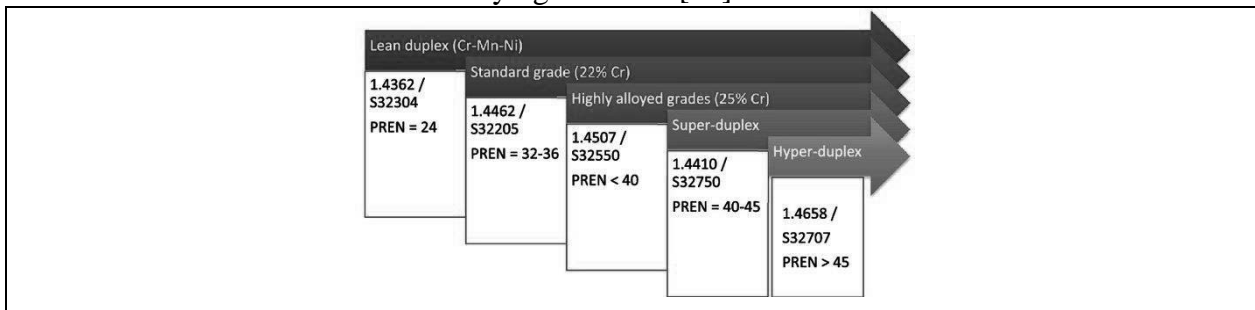
ASTM has defined additive manufacturing (AM) as “a process of joining materials to make objects from 3D model data, usually layer upon layer”, as opposed to subtractive manufacturing methodologies [29]. This definition is broadly applicable to all classes of materials including metals, ceramics, polymers, composites, and biological systems. The aerospace industry employs them because of the possibility of manufacturing lighter structures to reduce weight. Additive manufacturing is transforming the practice of medicine and making work easier for architects. However, there is still a lot of work and research to be accomplished before additive manufacturing technologies become standard in the manufacturing industry because not every commonly used manufacturing material can be handled. The accuracy needs improvement to eliminate the necessity of a finishing process. The continuous and increasing growth experienced since the early days and the successful results up to the present time allow for optimism that additive manufacturing has a significant place in the future of manufacturing [30].

Typically, dozens of AM processes have been developed in the past three decades for different purposes. Under ASTM F2792-12a, AM processes were classified into 7 families. [31]. Among these, binder jet (BJ), direct energy deposition (DED) and powder bed fusion (PBF) are the main AM method for making metal components [32-35]. As part of the BJ process, a liquid binder is distributed on a powder bed to form adhesion structures. This is simple and happens at room temperature. No smelting, oxidization or phase transformation is involved. But BJ parts generally have low relative density and poor mechanical properties [35-36]. DED and PBF are the most widely used AM processes in industry. Both of them can provide reliable parts of mechanical properties equivalent to those produced by conventional manufacturing methods. In DED process, localized heat sources, such as laser (L), electron

beam (EB) and electrical arc (A), create a moving molten pool accompanied by robots. Feedstock materials in forms of powder or wire are deposited into the molten pool layer by layer to form a 3D structure. In PBF process, the powder is spread as a thin layer on the platform in advance, so called a powder bed. Highly focused heat sources, including laser beam and electron beam, selectively melt the powder layer in an inert gas shielded chamber or in a vacuum according to digitalized patterns. Compared to DED, a smaller beam spot, a finer powder size and a powder bed endow PBF with better dimensional accuracy and geometric freedom without rigid support, more suitable for complicated structures. However, the dimensional size of PBF parts is limited by the size of processing chamber, and the production time of PBF is longer than that of DED [37-38, 39-40]. Compared to PBF, DED is more suitable for large structures.

Consequently, research on metal AM has received considerable attention and has made great strides. Titanium alloys, steels, aluminium alloys, and nickel alloys have been studied for the most part. The processing optimization, microstructure evolution, mechanical properties, and corrosion resistance have been widely investigated [41-44]. Advanced technologies, such as digital twin, in-situ quality monitoring, synchrotron x-ray imaging and machine learning, are increasingly combined with AM to explore the mechanisms and advantages of this digital manufacturing method [45-48].

Table 1 The classification of duplex stainless steels according to the pitting corrosion resistance number and the concentration of alloying elements [43].



2.1. Additive manufacturing of duplex stainless steels

2.2. Laser powder bed fusion (L-PBF)

Laser powder bed fusion (L-PBF), alternately known as selective laser melting (SLM), has gained a lot of interest in recent times for fabricating complex three-dimensional net-shaped parts. L-PBF uses a focused laser as an energy source to sinter/melt fine layers of powders to yield a solid part [49-54]. Parts with high density were obtained when L-PBF was carried out at high laser power, low scan rate, low scan line spacing and low thickness of the sintered layer [55-57]. Apart from the processing conditions, the properties of the starting powder such as size, shape, and purity were also recognized to be critical for successful fabrication of parts with good properties. Typically, smaller size powders (<50 μm) with narrow size distribution exhibiting good flow and packing properties were identified as appropriate starting raw materials for fabricating parts via L-PBF. Powders obtained from gas-atomized techniques are mostly preferred for L-PBF. The gas-atomized powders are spherical in shape and exhibit good flow and packing characteristics. The purity of the gas-atomized powders is also very high compared to powders obtained from other techniques. Manufacturing powders by the gas-atomized technique is expensive, resulting in an overall increase in the cost of the parts fabricated by L-PBF. On the other hand, powders manufactured by the water-atomized process

are relatively less expensive and could result in the lowering of the cost of parts fabricated by L-PBF. However, water-atomized powders are irregular in shape and show poor flowability and packing characteristics compared to gas-atomized powders. The purity of water-atomized powders is also typically lower than gas-atomized powders. The ability to fabricate parts from water-atomized powders with similar properties as obtained from gas-atomized powders could result in reducing the manufacturing cost of L-PBF [58].

Amid the L-PBF process as appeared in Fig. 2, the portion is built up by specifically dissolving the powder bed layer-upon-layer taking after the outlined design beneath the computer control. Fusion occurs by a raster motion of the focused laser beam controlled by galvanometer-driven mirrors [59]. The Laser Powder Bed Fusion (L-PBF) process is now considered to be the most powerful and efficient additive manufacturing process for building complex 3D shapes with a high degree of precision, combined with satisfactory metallurgical properties.

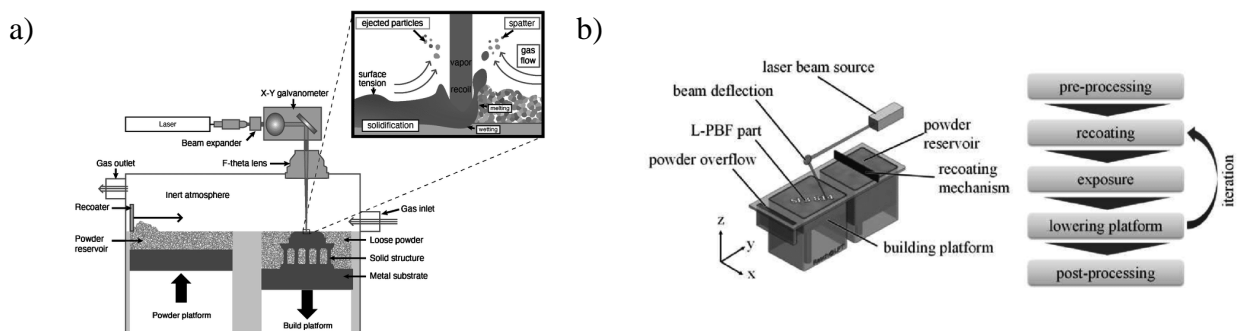


Figure 2. L-PBF of DSSs: (a) equipment [60], (b) schematic diagram [61]

2.4. Challenges in monitoring equilibrated microstructures

This balanced ferrite/austenite microstructure is obtained in the wrought condition primarily through a series of highly controlled processing steps. Duplex stainless steels can also be produced through solid-state processing routes involving the use of powers, such as traditional press and sinter and hot isostatic pressing (HIP) processes. Through these routes, the ferrite/austenite phase balance can be controlled, and the formation of undesirable secondary phases, such as Cr_xN and sigma phase is avoided through thermo-mechanical and heat treatment processes. A microstructure containing alternating plates of ferrite and austenite is obtained using these processing routes, providing the attractive combination of corrosion resistance, high strength, and low temperature fracture toughness characteristic of this alloy system. Fusion-based additive manufacturing processes, on the other hand, undergo a series of rapid heating, melting, solidification, and cooling cycles driven by its unique layer-by-layer deposition methodology [62]. Since the duplex stainless-steel compositions were originally designed for wrought processing routes, these complex thermal histories make it difficult to obtain the balanced ferrite/austenite microstructure and impact the resulting microstructure and properties. The closest corollary to the microstructures observed in additively manufactured duplex stainless steels are the fusion zone microstructures in autogenously welded duplex stainless steels [63]. These structures are mainly ferritic with low levels of austenite, consisting primarily as grain boundary and austenite interspersed with low levels of intragranular austenite.

2.5. Oxide inclusions

Other microstructural traits that derive from the unique characteristics of the powders appear in addition to the increased quantities of austenite. For instance, these powders have oxygen concentrations that are almost five times higher than those seen in equivalent wrought forms. A variety of oxide inclusions that develop in the powders are formed as a result of the extremely high oxygen levels. Across these various settings, these oxide inclusions displayed complicated architectures with a mixture of amorphous, metastable, and stable phases. Small crystalline MnS particles were seen surrounding amorphous inclusions that were abundant in Mn, Cr, Si, and oxygen in the powder particles that underwent high cooling rates during the gas atomization process. These inclusions changed after additive manufacturing into a mixture of rhodonite (MnSiO_3) and spinel (MnCr_2O_4) with amorphous patches around the outside. They also acted as intragranular austenite nucleation sites, offering a potential path for fostering the creation of greater austenite concentrations. Hot isostatic pressing treatments after the process, which mimic equilibrium-like circumstances, led to the development of a stable spinel oxide with MnS particles surrounding the exterior [64].

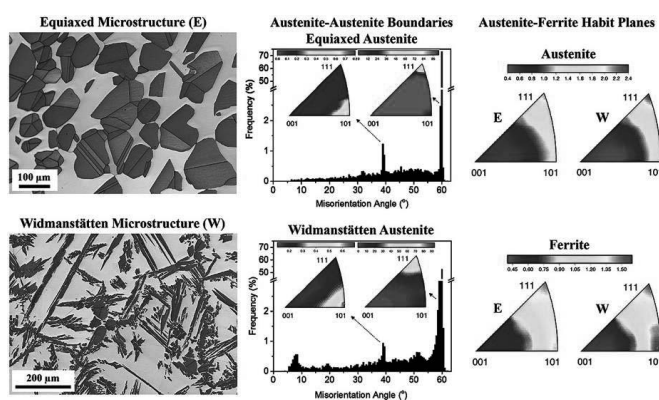


Figure 3. Effect of ferrite-to-austenite phase transformation path on the interface crystallographic character distributions in a duplex stainless steel [65].

2.6. Mechanical properties

Given their unique microstructures, AM austenitic stainless steels show interesting behaviour in tensile testing different from the conventionally produced parts. For instance, LPBF has shown to produce 316L stainless steel that is stronger than its wrought/cast counterpart (ultimate tensile strength of 640–700 MPa for LPBF compared to 450–555 MPa for conventional; yield strength of 450–590 MPa for LPBF compared to 160–365 MPa for conventional) while still remaining ductile (elongation of 36–59% for LPBF compared to 30–43% for conventional). An example of such superior tensile properties for LPBF 316L stainless steel compared to its conventional counterpart is presented in Fig. 3. This is mainly attributed to the presence of numerous nano-inclusions that hinder dislocation movements, and a large density of low angle grain boundaries. The exceptional combination of strength and ductility in 316L austenitic stainless steel is a great achievement for AM considering the limitation of conventional manufacturing in overcoming the strength-ductility dilemma [66,67].

There are reports on LPBF 316L austenitic stainless steel showing a good fatigue performance, comparable to its conventionally processed counterpart [69]. LPBF 304 austenitic stainless steel also exhibits a comparable fatigue resistance in high-cycle regimes and an even slightly higher fatigue resistance in low-cycle-fatigue regimes [70], as presented in strain-life fatigue curves in Fig. 4b. AM 316L stainless steel has been shown to have a better wear

resistance than its conventional counterpart at room temperature under dry sliding conditions and to even maintain this trend at high temperatures up to 400 °C [71], as depicted in the coefficient of friction versus sliding distance curves in Fig. 4c, d. This is attributed to the role of the cellular sub-grains within the microstructure of the AM 316L austenitic stainless steel in resisting against subsurface deformation through hindering dislocation movement. A similar conclusion has been made for better tribological behaviour of LPBF 316L austenitic stainless steel under wet wear test in a simulated body solution [72].

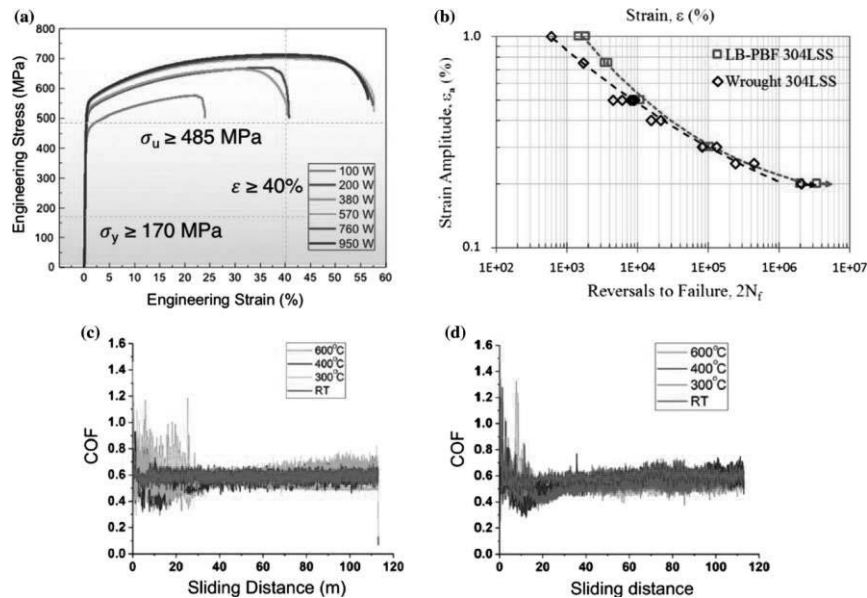


Figure 4. Representative unique mechanical properties of AM austenitic stainless steel. (a) Tensile engineering stress-strain curve for LPBF 316L austenitic stainless steel, indicating the capability of AM in producing stainless steel with simultaneously enhanced strength and ductility. The minimum requirements for tensile properties for 316L stainless steel are indicated by dashed yellow lines. (b) Comparison of strain-life fatigue behaviour of LPBF 304L austenitic stainless steel with wrought 304L stainless steel. Wear behaviour of LPBF 316L austenitic stainless steel displayed as coefficient of friction (COF) versus sliding distance compared to (d) conventional 316 L stainless steel, showing a comparable wear resistance for LPBF 316L austenitic stainless steel at temperatures up to 400 °C [68].

2.7. Corrosion resistance

The corrosion resistance of DSSs is generally equivalent or superior to that of ASSs, and is a critical concern for the application of AM of DSSs. Corrosion is a complicated physical and chemical process, and can be categorized into uniform corrosion, intergranular corrosion, pitting corrosion, crevice corrosion, stress corrosion cracking and so on [73-74]. Intergranular corrosion (IGC) of stainless steel is a localized form of corrosion that proceeds along the grain boundaries and usually happens during exposure to high temperatures (between 500 and 800 °C) or welding [75-76]. Formation of secondary precipitates like Cr-rich carbides, σ and χ phases along the grain boundaries leaves the adjacent areas more susceptible to corrosion during subsequent exposure to corrosive environments. IGC of AM stainless steel is still under dispute. Some studies report an accelerated interfacial corrosion in LPBF 316L [77-78] while some others show an opposite behaviour [79]. The enhanced IGC resistance of the LPBF 316L austenitic stainless steel (Fig. 5c-g) is attributed to the presence of a large volume of low angle

grain boundaries and twin boundaries which are believed to be not susceptible to IGC. The existing disagreement in the IGC behaviour of AM stainless steels could be related to the sensitization conditions (heat treatment temperature, cooling conditions) and/or IGC test method [80].

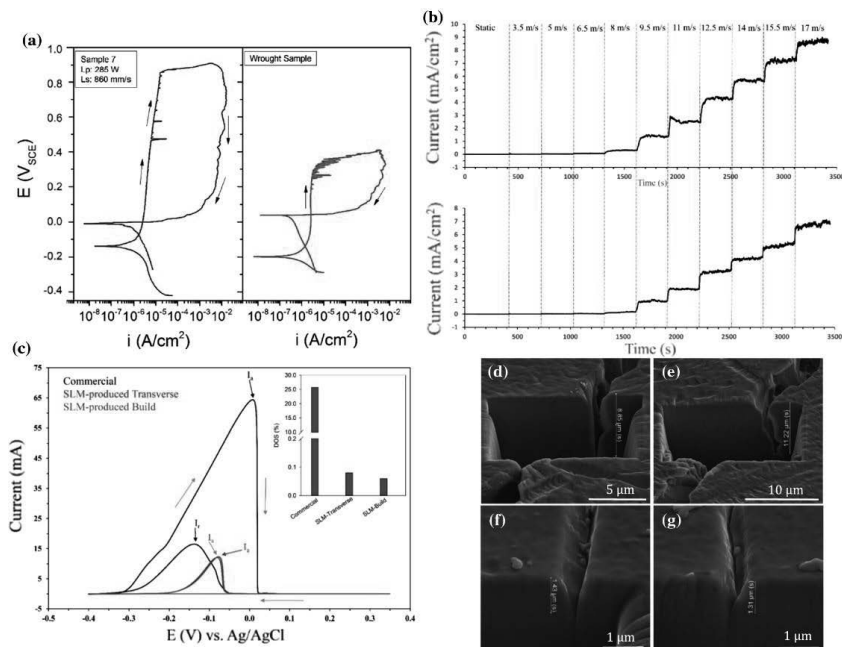


Figure 5. Representative unique corrosion characteristics of AM austenitic stainless steel. a) Potentiodynamic polarization curves recorded in 0.1 M NaCl solution, indicating an exceptionally higher pitting corrosion resistance for LPBF (= selective laser melting, SLM) 316L austenitic stainless steel compared to a wrought sample. b) Potentiostatic polarization curves recorded using a jet impingement setup in a 0.6 M NaCl solution containing 2.5 wt.% sand particles, showing a lower erosion-corrosion resistance for LPBF 316L austenitic stainless steel compared to its conventional counterpart. c) Double-loop electrochemical potentiokinetic reactivation (DL-EPR) test recorded in 0.5 M H₂SO₄ + 0.01 M KSCN, along with the degree of sensitization values (inset), showing a substantially higher IGC resistance for LPBF 316L austenitic stainless steel at both transverse and building planes relative to the conventional 316L austenitic stainless steel. For sensitization purpose, the specimens were heat-treated at 700 °C for 60 h followed by water quenching. d–g Post-DL-EPR images of the corroded grain boundaries acquired by focused ion beam SEM from d), e) conventional and f), g) LPBF 316L austenitic stainless-steel specimens, indicating an extensive intergranular corrosion for conventional 316L austenitic stainless steel, while much shallower corrosion along grain boundaries is detected for LPBF 316L austenitic stainless steel [76-81].

REFERENCES

- [1] MODENESI, P.J., Soldabilidade dos Aços Inoxidáveis, Coleção Tecnologia da Soldagem, Osasco-SP, 2001, p.13.
- [2] LO, K.H., SHEK, C.H, J.K., L.A.I., "Recent developments in stainless steels", Materials Science and Engineering, v. 65, n.4-6, pp. 39-104, May 2009.

- [3] LAD, T., NORTH, T. H., "Fusion Welding of Stainless Steels", *Canadian Metallurgical Quarterly*, v.27, n.1, pp. 65-77, Jan 1988.
- [4] BROOKS, J.A., THOMPSON, A.W., "Microstructural development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless-steel welds", In: *International Materials Review*, v. 36, n.1 pp. 16-44, 1991.
- [5] McPHEARSON, N.A., LI, Y., BAKER, T.N., "Microstructure and properties of as welded duplex stainless steel", *Science and Technology of Welding*, v.5, n. 4, pp. 235-244, Aug. 2010.
- [6] SAITHALA, J.R., MAHAJANAM, S., UBHI, H.S., "Effect of Sigma Phase on the Environmental Assisted Cracking of Super Duplex Stainless Steel in Oil Field Environments". In: *Proceedings of the NACE International Corrosion Conference and Expo*, pp. 1-12, Houston, 2012.
- [7] Standard specification for seamless and welded ferritic/austenitic stainless-steel pipe. ASTM International; 2020. A790/A790M-20.
- [8] Lee JB. Effects of alloying elements, Cr, Mo and N on repassivation characteristics of stainless steels using the abrading electrode technique. *Mater Chem Phys* 2006; 99(2–3):224–34.
- [9] Tavara SA, Chapetti MD, Otegui JL, Manfredi C. Influence of nickel on the susceptibility to corrosion fatigue of duplex stainless-steel welds. *Int J Fatigue* 2001;23(7):619–26.
- [10] Charles J, Chemelle P. The history of duplex developments, nowadays DSS properties and duplex market future trends. *World Iron Steel* 2011; 6:1–21.
- [11] Charles J, Chemelle P. The history of duplex developments, nowadays DSS properties and duplex market future trends. *World Iron Steel* 2012; 1:46–57
- [12] Cobb HM. The history of stainless steel. Ohio: ASM International; 2010.
- [13] Lo KH, Shek CH, Lai JKL. Recent developments in stainless steels. *Mater Sci Eng R Rep* 2009;65(4–6):39–104.
- [14] Chen M. Investigate on shot peenig treatment on SAF2507 duplex stainless steel and its characterization. Shanghai: Shanghai Jiaotong University; 2019 [dissertation].
- [15] Charles J. Past, present and future of the duplex stainless steels. In: *Proceeding of International Conference and Expo on Duplex Stainless Steels*, Grado, Italy; 2007. p. 18–20.
- [16] Brytan, Z., & Niagaj, J. (2016). Corrosion resistance and mechanical properties of TIG and A-TIG welded joints of lean duplex stainless steel S82441/1.4662. *Archives of Metallurgy and Materials*, 61(2A), 771-784.
- [17] Brytan Z, Niagaj J. Corrosion resistance and mechanical properties of TIG and ATIG welded joints of lean duplex stainless steel S82441/1.4662. *Arch Metall Mater* 2016;61(2A):771–84.
- [18] Alvarez-Armas I. Duplex stainless steels: brief history and some recent alloys. *Recent Patents Mech Eng* 2008;1(1):51–7.
- [19] Jebaraj AV, Ajaykumar L, Deepak CR, Aditya KVV. Weldability, machinability and surfacing of commercial duplex stainless steel AISI2205 for marine applications—a recent review. *J Adv Res* 2017;8(3):183–99.

- [20] Karlsson L. Welding duplex stainless steels—a review of current recommendations. *Weld World* 2012;56(5):65–76.
- [21] Verma J, Taiwade RV. Effect of welding processes and conditions on the microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of duplex stainless-steel weldments—a review. *J Manuf Process* 2017; 25:134–52.
- [22] Chaudhari AN, Dixit K, Bhatia GS, Singhal P, Saxena K. Welding behaviour of duplex stainless steel AISI 2205: a review. *Mater Today Proc* 2019; 18:2731–7.
- [23] Pramanik A, Littlefair G, Basak AK. Weldability of duplex stainless steel. *Mater Manuf Process* 2015;30(9):1053–68.
- [24] Tahchieva AB, Llorca-Isern N, Cabrera JM. Duplex and superduplex stainless steels: microstructure and property evolution by surface modification processes. *Metals* 2019;9(3):347
- [25] J. Alcisto, A. Enriquez, H. Garcia, S. Hinkson, T. Steelman, E. Silverman, P. Valdovino, H. Gigerenzer, J. Foyos, J. Ogren, J. Dorey, K. Karg, T. McDonald, and O.S. Es-Said, Tensile Properties and Microstructures of Laser-Formed Ti-6Al-4V, *JMEP*, 2011, 20(2), p 203–212Return to ref 1 in article.
- [26] Wong, Kaufui V., and Aldo Hernandez. "A review of additive manufacturing." *International scholarly research notices* 2012 (2012).
- [27] Standard terminology for additive manufacturing technologies. *ASTM Int* 2013: F2792-12a.
- [28] DebRoy T, Wei HL, Zuback JS, Mukherjee T, Elmer JW, Milewski JO, et al. Additive manufacturing of metallic components—process, structure and properties. *Prog Mater Sci* 2018; 92:112–224.
- [29] Parab ND, Barnes JE, Zhao C, Cunningham RW, Fezzaa K, Rollett AD, et al. Real time observation of binder jetting printing process using high-speed X-ray imaging. *Sci Rep* 2019;9(1):1–10.
- [30] Ziaee M, Crane NB. Binder jetting: a review of process, materials, and methods. *Addit Manuf* 2019; 28:781–801.
- [31] Mostafaei A, Elliott AM, Barnes JE, Li F, Tan W, Cramer CL, et al. Binder jet 3D printing—process parameters, materials, properties, and challenges. *Prog Mater Sci* 2020;100707.
- [32] Brytan, Z., and J. Niagaj. "Corrosion resistance and mechanical properties of TIG and A-TIG welded joints of lean duplex stainless steel S82441/1.4662." *Archives of Metallurgy and Materials* 61.2A (2016): 771-784.
- [33] DebRoy T, Wei HL, Zuback JS, Mukherjee T, Elmer JW, Milewski JO, et al. Additive manufacturing of metallic components—process, structure and properties. *Prog Mater Sci* 2018; 92:112–224.
- [34] Gu DD, Meiners W, Wissenbach K, Poprawe R. Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms. *Int Mater Rev* 2012; 57(3):133–64.
- [35] Sames WJ, List FA, Pannala S, Dehoff RR, Babu SS. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing. *Int Mater Rev* 2016;61(5):315–60.

- [36] King WE, Anderson AT, Ferencz RM, Hodge NE, Kamath C, Khairallah SA, et al. Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals; physics, computational, and materials challenges. *Appl Phys Rev* 2015;2(4):041304.
- [37] Bajaj P, Hariharan A, Kini A, Kürnsteiner P, Raabe D, J'agle EA. Steels in additive manufacturing: a review of their microstructure and properties. *Mater Sci Eng A* 2020; 772:138633.
- [38] Liu S, Shin YC. Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: a review. *Mater Des* 2019; 164:107552.
- [39] Zhang C, Li Y, Gao M, Zeng X. Wire arc additive manufacturing of Al-6Mg alloy using variable polarity cold metal transfer arc as power source. *Mater Sci Eng A* 2018; 711:415–23.
- [40] Dhinakaran V, Ajith J, Fahmidha AFY, Jagadeesha T, Sathish T, Stalin B. Wire arc additive manufacturing (WAAM) process of nickel-based superalloys—a review. *Mater Today Proc* 2020; 21:920–5.
- [41] Knapp GL, Mukherjee T, Zuback JS, Wei HL, Palmer TA, De A, et al. Building blocks for a digital twin of additive manufacturing. *Acta Mater* 2017; 135:390–9.
- [42] Shevchik SA, Kenel C, Leinenbach C, Wasmer K. Acoustic emission for in situ quality monitoring in additive manufacturing using spectral convolutional neural networks. *Addit Manuf* 2018; 21:598–604.
- [43] Leung CLA, Marussi S, Atwood RC, Towrie M, Withers PJ, Lee PD. In situ X-ray imaging of defect and molten pool dynamics in laser additive manufacturing. *Nat Commun* 2018;9(1):1–9.
- [44] Wang C, Tan XP, Tor SB, Lim CS. Machine learning in additive manufacturing: state-of-the-art and perspectives. *Addit Manuf* 2020;101538.
- [45] Sing SL, Yeong WY. Laser powder bed fusion for metal additive manufacturing: perspectives on recent developments. *Virtual Phys Prototyp* 2020;15(3):359–70.
- [46] Sow, M., De Terris, T., Castelnau, O., Hamouche, Z., Coste, F., Fabbro, R., & Peyre, P. (2020). Influence of beam diameter on Laser Powder Bed Fusion (L-PBF) process. *Additive Manufacturing*, 36, 101532. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101532>.
- [47] A. Simchi and H. Pohl, *Mater. Sci. Eng. A* 383, 191 (2004).
- [48] F. Abe, K. Osakada, M. Shiomi, K. Uematsu, and M. Matsumoto, *J. Mater. Process. Technol.* 111, 210 (2001).
- [49] S.S. Dimov, D.T. Pham, F. Lacan, and K.D. Dotchev, *Assembly Autom.* 21, 296 (2001).
- [50] D. King and T. Tansey, *J. Mater. Process. Technol.* 121, 313 (2002).
- [51] J.P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, and B. Lauwers, *Mater. Process. Technol.* 149, 616 (2004).
- [52] D. Atkinson, *Rapid Prototyping and Tooling: A Practical Guide* (Herts: Strategy Publication, 1997)
- [53] A. Simchi and H. Pohl, *Mater. Sci. Eng. A* 359, 119 (2003)
- [54] A. Simchi and H. Pohl, *Mater. Sci. Eng. A* 383, 191 (2004).
- [55] A. Simchi, *Mater. Sci. Eng. A* 428, 148 (2006).
- [56] R. Li, Y. Shi, Z. Wang, L. Wang, J. Liu, and W. Jiang, *Appl. Surf. Sci.* 256, 4350 (2001).

- [57] H.J. Niu and I.T.H. Chang, *Scripta Mater.* 41, 25 (1999).
- [58] R.M. German, *Powder Metallurgy of Iron and Steel* (New York: Wiley & Sons, Inc., 1998), p. 393.
- [59] Griggs, David A., et al. "A Testbed for Investigation of Selective Laser Melting at Elevated Atmospheric Pressure." arXiv preprint arXiv:2107.01744 (2021).
- [60] Huber, Florian, et al. "In situ formation of a metastable β -Ti alloy by laser powder bed fusion (L-PBF) of vanadium and iron modified Ti-6Al-4V." *Metals* 8.12 (2018): 1067.
- [61] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang, Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties, *Prog. Mater. Sci.* 92 (2018) 112–224. doi:10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
- [62] V. Muthupandi, P. Bala Srinivasan, V. Shankar, S.K. Seshadri, S. Sundaresan, Effect of nickel and nitrogen addition on the microstructure and mechanical properties of power beam processed duplex stainless steel (UNS 31803) weld metals, *Mater. Lett.* 59 (2005) 2305–2309. doi: 10.1016/j.matlet.2005.03.010.
- [63] A.D. Iams, J.S. Keist, L.A. Giannuzzi, T.A. Palmer, The Evolution of Oxygen- Based Inclusions in an Additively Manufactured Super-Duplex Stainless Steel, *Metall. Mater. Trans. A.* (2021). doi:10.1007/s11661-021-06311-8.
- [64] Haghdad, N., Cizek, P., Hodgson, P., Tari, V., Rohrer, G., & Beladi, H. (2018). Effect of ferrite to-austenite phase transformation path on the interface crystallographic character distributions in a duplex stainless steel. *Acta Materialia*, 145, 196-209. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.11.057>.
- [65] Wang YM, Voisin T, McKeown JT, Ye J, Calta NP, Li Z, Zeng Z, Zhang Y, Chen W, Roehling TT (2018) Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility. *Nat Mater* 17(1):63–70.
- [66] Sun Z, Tan X, Tor SB, Chua CK (2018) Simultaneously enhanced strength and ductility for 3D-printed stainless steel 316L by selective laser melting. *NPG Asia Mater* 10(4):127–136.
- [67] Haghdad, N., Laleh, M., Moyle, M. et al. Additive manufacturing of steels: a review of achievements and challenges. *J Mater Sci* 56, 64–107 (2021). <https://doi.org/10.1007/s10853-020-05109-0>.
- [68] Riemer A, Leuders S, Thöne M, Richard H, Tröster T, Niendorf T (2014) On the fatigue crack growth behavior in 316L stainless steel manufactured by selective laser melting. *Eng Fract Mech* 120:15–25.
- [69] Pegues JW, Roach MD, Shamsaei N (2020) Additive manufacturing of fatigue resistant austenitic stainless steels by understanding process-structure-property relationships. *Mater Res Lett* 8(1):8–15.
- [70] Alvi S, Saeidi K, Akhtar F (2020) High temperature tribology and wear of selective laser melted (SLM) 316L stainless steel. *Wear* 448:203228.
- [71] Bartolomeu F, Buciumeanu M, Pinto E, Alves N, Carvalho O, Silva F, Miranda G (2017) 316L stainless steel mechanical and tribological behavior—a comparison between selective laser melting, hot pressing and conventional casting. *Addit Manuf* 16:81–89.

- [72] Verma, J., Taiwade, R.V., Khatirkar, R.K. et al. Microstructure, Mechanical and Intergranular Corrosion Behavior of Dissimilar DSS 2205 and ASS 316L Shielded Metal Arc Welds. *Trans Indian Inst Met* 70, 225–237 (2017). <https://doi.org/10.1007/s12666-016-0878-8>
- [73] Upadhyay D, Panchal MA, Dubey RS, Srivastava VK. Corrosion of alloys used in dentistry: a review. *Mater Sci Eng A* 2006;432(1–2):1–11.
- [74] Hopkinson B, Carroll K (1959) Chromium distribution around grain boundary carbides found in austenitic stainless steel. *Nature* 184(4697):1479–1480 Return to ref 69 in article
- [75] Číhal V, Kašová I (1970) Relation between carbide precipitation and intercrystalline corrosion of stainless steels. *Corros Sci* 10(12):875–881.
- [76] Macatangay D, Thomas S, Birbilis N, Kelly R (2017) Unexpected interface corrosion and sensitization susceptibility in additively manufactured austenitic stainless steel. *Corrosion* 74(2):153–157.
- [77] Man C, Duan Z, Cui Z, Dong C, Kong D, Liu T, Chen S, Wang X (2019) The effect of sub-grain structure on intergranular corrosion of 316L stainless steel fabricated via selective laser melting. *Mater Lett* 243:157–160.
- [78] Laleh M, Hughes AE, Xu W, Haghdadi N, Wang K, Cizek P, Gibson I, Tan MY (2019) On the unusual intergranular corrosion resistance of 316L stainless steel additively manufactured by selective laser melting. *Corros Sci* 161:108189.
- [79] Laleh M, Hughes AE, Xu W, Haghdadi N, Wang K, Cizek P, Gibson I, Tan MY (2019) On the unusual intergranular corrosion resistance of 316L stainless steel additively manufactured by selective laser melting. *Corros Sci* 161:108189.
- [80] Sander G, Thomas S, Cruz V, Jurg M, Birbilis N, Gao X, Brameld M, Hutchinson C (2017) On the corrosion and metastable pitting characteristics of 316L stainless steel produced by selective laser melting. *J Electrochem Soc* 164(6):C250–C257.
- [81] Laleh M, Hughes AE, Xu W, Gibson I, Tan MY (2019) Unexpected erosion-corrosion behaviour of 316L stainless steel produced by selective laser melting. *Corros Sci* 155:67–74.

PODZIĘKOWANIE

Praca zrealizowana częściowo w ramach projektu finansowanego przez Horizon 2020 RISE Integration of advanced experiments, computation and data for Duplex Stainless Steel joining innovation, i-Weld, nr 823786 oraz projektu międzynarodowego współfinansowanego ze środków programu Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego pn. „PMW” w latach 2020 - 2023; umowa nr 5107/H2020/2020/2.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Wpływ ilości i grubości warstw na odporność korozyjną wielowarstwowych układów Cu/Ni wytworzonych metodą osadzania elektrolitycznego

B. Dziergas^a, D. Gatner^b, D. Kowalcze^b, A. Nowak^b, K. Pietrucha^b, W. Łoński^c, M. Spilka^c, M. Kciuk^c

^a Student kierunku Automatyka i Robotyka na Wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej

email: bd302777@student.polsl.pl

^b Studentki kierunku Inżynieria i Technologie Materiałowe na Wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej

email: darigat208@student.polsl.pl; darikow202@student.polsl.pl;

annanow044@student.polsl.pl; kingpie904@student.polsl.pl

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

email: wojciech.lonski@polsl.pl; monika.spilka@polsl.pl; monika.kciuk@polsl.pl

Streszczenie: W pracy przedstawiono wybrane własności wielowarstwowych układów Cu/Ni o różnej ilości i grubości warstw. Warstwy osadzono elektrolitycznie na podłożu z folii miedzianej, a otrzymane układy poddano badaniom odporności na korozję za pomocą metody elektrochemicznej. Przeprowadzono również obserwacje morfologii powierzchni wytworzonych układów wielowarstwowych oraz zmiany morfologii powierzchni próbek po badaniach elektrochemicznych przy użyciu mikroskopu optycznego.

Abstract: The paper presents selected properties of Cu/Ni multilayer systems with different number and thickness of layers. The layers were electrolytically deposited on a copper foil substrate, and the obtained systems were subjected to corrosion resistance tests using the electrochemical method. Observations of the surface morphology of the produced multilayer systems and changes in the surface morphology of the samples after electrochemical tests using an optical microscope were also carried out.

Słowa kluczowe: obróbka galwaniczna, układy wielowarstwowe, badania potencjodynamiczne, odporność korozyjna, morfologia powierzchni.

1. WSTĘP

Układy wielowarstwowe nadal są przedmiotem zainteresowania inżynierii materiałowej ze względu na możliwość uzyskania materiałów o unikalnych własnościach chemicznych, mechanicznych, elektrycznych czy magnetycznych, które mogą znaleźć zastosowanie w

różnych gałęziach przemysłu. Na przestrzeni lat otrzymano układy wielowarstwowe o zróżnicowanych konfiguracjach pierwiastków lub stopów, jak np.: Co/Cu, Co/Pt, Ni/W, NiFe/Cu, NiCo/Cu, Cu/Ni w różnych procesach wytwarzania, spośród których najczęściej stosowane były techniki fizycznego i chemicznego osadzania z fazy gazowej (PVD i CVD) oraz osadzania elektrolitycznego [1-7].

Wielowarstwowe układy Cu/Ni cieszą się popularnością i były dogłębnie badane w zakresie ich struktury, stabilności cieplnej, własności mechanicznych oraz magnetycznych, a zwłaszcza wykazywanego efektu gigantycznego magnetooporu (GMR) [8-11]. Określano również grubość warstw stosując różne metody pomiaru oraz badano wpływ grubości warstwy ferro i nieferromagnetycznej na uzyskiwane przez te układy własności [12-14]. Jednak bardzo niewiele prac poświęcono badaniu własności korozyjnych tych materiałów. Biorąc pod uwagę, że odporność na korozję jest niezwykle ważna w praktycznym zastosowaniu układów wielowarstwowych jako materiałów inżynierskich, w niniejszej pracy podjęto próbę zbadania zachowania korozyjnego wielowarstwowych układów miedź/nikiel, otrzymanych metodą osadzania elektrolitycznego, w zależności od ilości i grubości warstw.

2. METODYKA BADAŃ

Do badań użyto próbki z folii miedzianej o powierzchni 50x50 mm oraz grubości około 0,1 mm, na które nakładano naprzemiennie warstwy miedzi i niklu w procesie osadzania elektrolitycznego. Przed przystąpieniem do nakładania warstw, płytki dokładnie odtłuszczone i wytrawiono. Warstwę miedzi osadzano z kąpeli cyjankowej w temperaturze otoczenia oraz natężeniu prądu równym 0,0125 A. Operację niklowania prowadzono w kąpeli niklowej, w podwyższonej temperaturze (50 °C) o natężeniu prądu 0,1 A. Parametry operacji miedziowania i niklowania przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Warunki nakładania warstw układu Cu/Ni na podłoże miedziane

Table 1. Conditions for deposition of Cu/Ni layers on a copper substrate

Numer próbki	Operacja niklowania		Operacja miedziowania	
	Czas [s]	Ilość warstw	Czas [s]	Ilość warstw
1	30	20	79	20
2	62,5	20	79	20
3	62,5	10	79	10

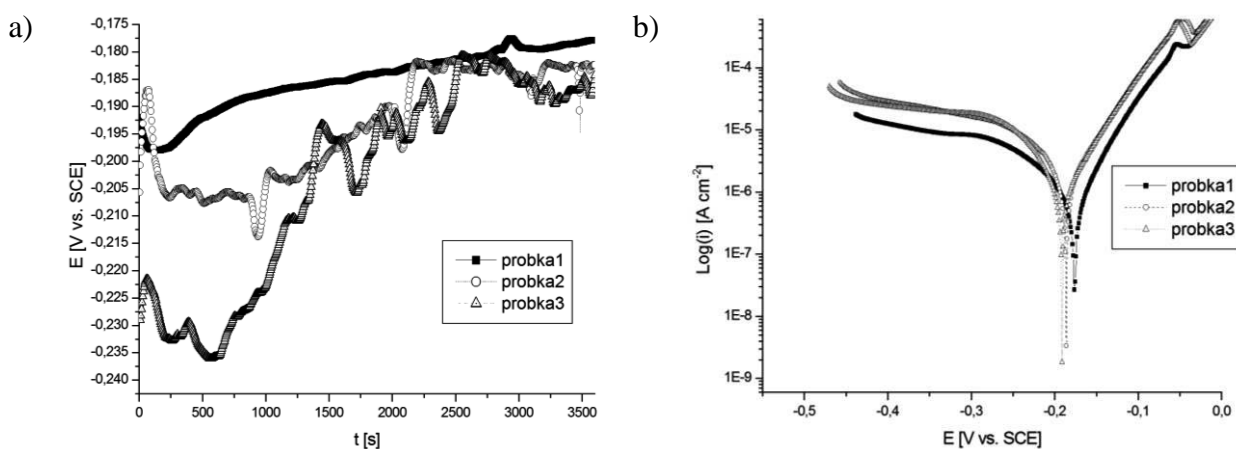
Badania odporności korozyjnej układów wielowarstwowych Cu/Ni przeprowadzono w 3,5% roztworze chlorku sodu, w temperaturze 25 °C za pomocą potencjostatu Autolab 302N sterowanego oprogramowaniem NOVA 1.11. Pomiary przeprowadzono w celce wyposażonej w ogniwo trójelektrodowe z płaszczem wodnym. Jako elektrodę odniesienia zastosowano nasyconą elektrodę kalomelową, jako przeciwelektrodę platynowy pręt, natomiast próbka stanowiła elektrodę pracującą. Odporność na korozję oceniano przez rejestrację zmiany potencjału obwodu otwartego (OCP) względem SCE (elektrody kalomelowej). Potencjał korozyjny oraz gęstość prądu korozyjnego wyznaczono za pomocą metody ekstrapolacji prostych Tafela. Próbkę mierzono po okresie stabilizacji potencjału obwodu otwartego przez 3600 s, przy szybkości skanowania 1 mV/s⁻¹.

Obserwacje powierzchni wytworzonych układów Cu/Ni oraz zmian powierzchni po przeprowadzeniu badań odporności na korozję prowadzono na mikroskopie świetlnym wysokiej rozdzielczości Leica DVM6 przy powiększeniach 136x oraz 455x.

3. WYNIKI PRZEPROWADZONYCH BADAŃ

W celu określenia wpływu ilości i grubości warstw na odporność korozyjną wielowarstwowych układów miedź/nikiel przeprowadzono badania elektrochemiczne metodą potencjodynamiczną. Na rysunku 1 przedstawiono wyniki pomiarów potencjału obwodu otwartego (a) oraz krzywych polaryzacji (b) dla próbek o zróżnicowanej liczbie i grubości warstw, zaś wartości potencjału korozyjnego (E_{corr}) oraz gęstości prądu korozyjnego (j_{corr}) zestawiono w tabeli 2.

Potencjał obwodu otwartego oraz potencjał korozyjny wskazują kiedy rozpoczęły się procesy korozyjne w badanym materiale. Potencjał obwodu otwartego próbek 2 i 3 podczas całego czasu zanurzenia wykazywał niestabilne zachowanie. Po 3600 s stabilne wartości potencjału obwodu otwartego zarejestrowano dla próbki 1, składającej się z 40 warstw, przy czym warstwy niklu były osadzone w krótszym czasie niż w przypadku próbki 2 o takiej samej liczbie warstw, która wykazała gorsze wartości potencjału obwodu otwartego.



Rysunek 1. Zmiany potencjału obwodu otwartego w funkcji czasu a) i krzywych polaryzacji b) w 3,5% roztworze NaCl w temperaturze 25 °C wielowarstwowych układów Cu/Ni
 Figure 1. Changes of the open-circuit potential with time a) and polarization curves b) in 3.5 % NaCl solution at 25 °C of Cu/Ni multilayer systems

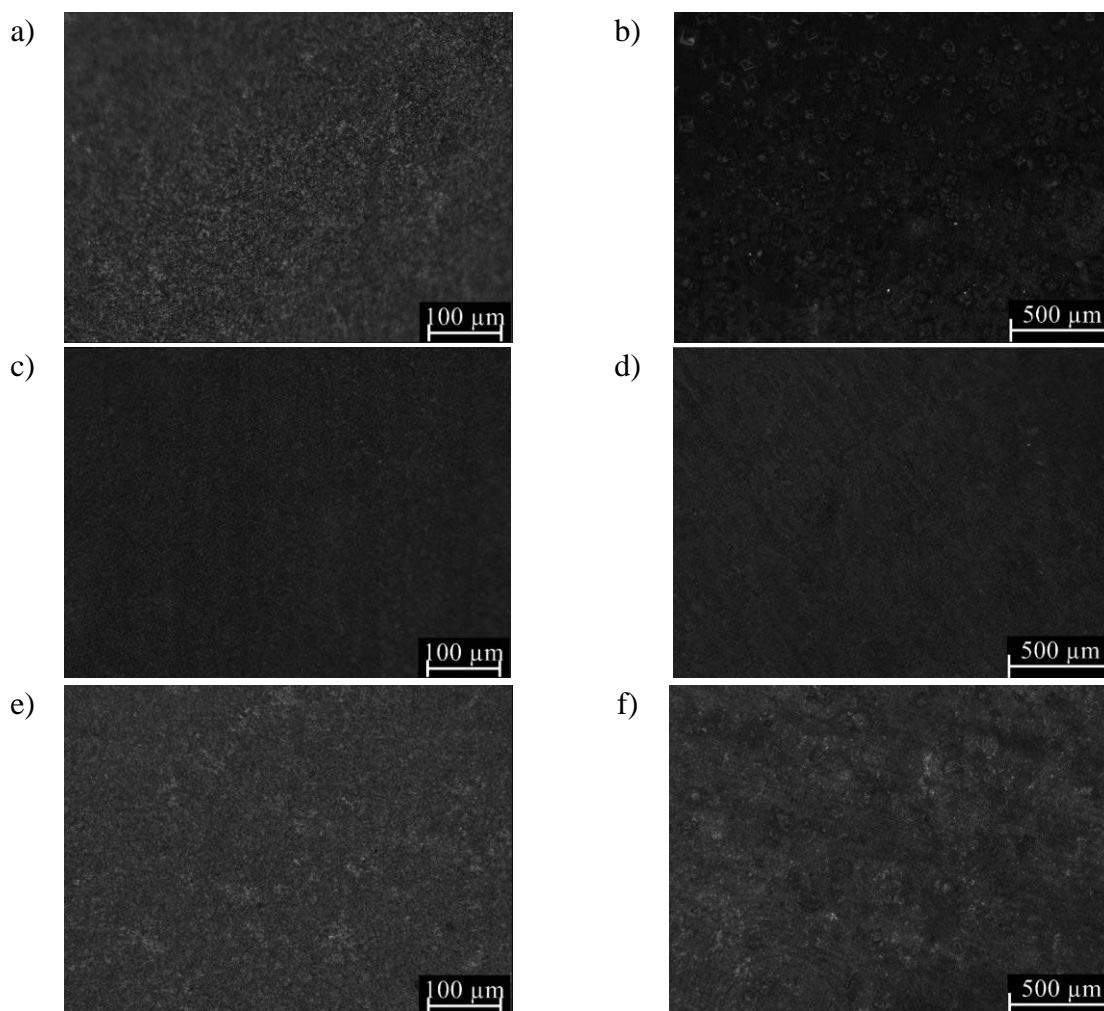
Analiza krzywych polaryzacji próbek układów wielowarstwowych Cu/Ni wskazuje na wzrost potencjału korozyjnego (E_{corr}) od -0,16 V dla próbki 3 do -0,18 V dla próbki 1. Zatem najlepszą wartość potencjału korozyjnego wykazała próbka z najmniejszą liczbą warstw miedzi i niklu, natomiast najniższą wartość E_{corr} odnotowano dla układu z większą liczbą pojedynczych warstw ale o mniejszej grubości warstwy niklu. Największą wartość gęstości prądu korozyjnego wykazano dla próbki 2 ($j_{\text{corr}} = 2,25 \mu\text{A}/\text{cm}^2$) oraz dla próbki 3 ($j_{\text{corr}} = 1,6 \mu\text{A}/\text{cm}^2$). Najniższą wartość j_{corr} uzyskano dla próbki 1 ($0,71 \mu\text{A}/\text{cm}^2$).

Tabela 2. Wyniki badań korozyjnych wielowarstwowych układów Cu/Ni

Table 2. Results of corrosion tests of Cu/Ni multilayer systems

Numer próbki	E_{corr} [V]	j_{corr} [$\mu\text{A}/\text{cm}^2$]
1	-0,18	0,71
2	-0,17	2,25
3	-0,16	1,6

Morfologię powierzchni próbek bezpośrednio po wytworzeniu oraz po przeprowadzonych badaniach korozyjnych przedstawiono na rys. 2.



Rysunek 2. Morfologia powierzchni układów wielowarstwowych Cu/Ni po wytworzeniu (a) próbka 1; c) próbka 2; e) próbka 3), 455x oraz po badaniach elektrochemicznych (b) próbka 1; d) próbka 2; f) próbka 3), 136x

Figure 2. Surface morphology of Cu/Ni multilayer systems after fabrication (a) sample 1; c) sample 2; e) sample 3), 455x and after electrochemical tests (b) sample 1; d) sample 2; f) sample 3), 136x

Na powierzchni próbek po testach korozyjnych można zaobserwować zróżnicowane oddziaływanie ośrodka korozyjnego. W przypadku próbki 1 (rysunek 2b) na powierzchni widoczne są pozostałości po przeprowadzonych badaniach korozyjnych w postaci kryształków chlorku sodu, warstwa jednak zachowała ciągłość i nie uległa znacznej degradacji. Z wynikami badań odporności korozyjnej próbki 2, uzyskanymi z przeprowadzonych testów potencjodynamicznych korelują wyniki obserwacji morfologii powierzchni próbki po eksperymentach korozyjnych. Obserwacje mikroskopowe próbki 2 (rysunek 2d) wykazały występowanie pojedynczych ognisk korozji, widoczne są spęczenia na powierzchni próbki oraz obserwuje się nieciągłość niklowej warstwy wierzchniej. Należy przypuszczać, iż spadek

odporności korozyjnej analizowanej próbki jest wynikiem kontaktu roztworu korozyjnego z podłożem. Na powierzchni próbki 3 występują zmiany widoczne w dużej części próbki w zakresie pola obserwacyjnego (rysunek 2f). Stwierdzono nieciągłość warstwy wierzchniej, którą stanowiła warstwa miedzi, jednocześnie próbka wykazuje dużą odporność korozyjną. Prawdopodobnie penetracja czynnika korozyjnego nie nastąpiła na znaczną głębokość i jony chlorkowe nie miały kontaktu z podłożem próbki.

4. PODSUMOWANIE

W artykule przedstawiono własności antykorozyjne wielowarstwowych układów Cu/Ni otrzymanych metodą osadzania elektrolitycznego. Badania elektrochemiczne próbek wykazały zróżnicowaną odporność korozyjną układów w zależności od ilości i grubości warstw. Rozbieżność pomiędzy wartościami E_{corr} oraz i_{corr} wskazuje na lepszą odporność korozyjną próbki 1, ponieważ potencjał jest wartością termodynamiczną, natomiast gęstość prądu korozyjnego jest kinetyczna i związana z szybkością korozji. Pomimo wyższego potencjału próbki 2 oraz 3 będą szybciej ulegać zjawiskom korozji.

Obserwacja morfologii powierzchni próbek po testach korozyjnych wykazała występowanie pojedynczych ognisk korozji, co wyklucza stosowanie badanych układów w środowiskach o wysokim stężeniu agresywnych jonów chlorkowych.

LITERATURA

1. M. Aliofkhazraei, F.C. Walsh, G. Zangari, H. Koçkar, M. Alper, C. Rizal, L. Magagnin, V. Protsenko, R. Arunachalam, A. Rezvanian, A. Moein, S. Assareh, M.H. Allahyarzadeh, Development of electrodeposited multilayer coatings: A review of fabrication, microstructure, properties and applications, *Applied Surface Science Advances* 6 (2021) 100141.
2. L. Péter, K. Vad, A. Csik, R. Muñiz, L. Lobo, R. Pereiro, S. Šturm, K. Žužek Rožman, G. Molnár, K. Németh, K. Neuróhr, K. Boros, L. Pogány, I. Bakonyi, In-depth component distribution in electrodeposited alloys and multilayers, *Journal of Electrochemical Science and Engineering* 8/1 (2018) 49-71.
3. T. Sahin, H. Kockar, M. Alper, Properties of electrodeposited CoFe/Cu multilayers: The effect of Cu layer thickness, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 373 (2015) 128-131.
4. B. Gągorowska, M. Duś-Sitek, The comparison of the structural properties of multilayered systems Cu/Ni obtained by the electrochemical and face-to-face sputtering methods, *Archives of Metallurgy and Materials* 53/3 (2008) 909-917.
5. M.J. Fesharaki, S. Manouchehri, Z. Sadeghi, M.H. Yousefi, R. Jalajerdi, Magnetic properties and structural study of Ni-Co/Cu multilayers prepared by electrodeposition method, *Journal of Nanostructures* 5/3 (2015) 281-287.
6. B.G. Tóth, L. Péter, J. Dégi, I. Bakonyi, Magnetoresistance and surface roughness study of electrodeposited Ni₅₀Co₅₀/Cu multilayers *Journal of the Electrochemical Society* 160/8 (2013) 307-314.

7. A. Mallik, B.C. Ray, Evolution of nanostructures, mechanical and magnetic properties in electrochemically deposited Cu/Ni multilayers under ultrasound, 4th Asian Advanced Particle Technology, New Delhi, 2009.
8. C. Barshilia, K.S. Rajam, Characterization of Cu/Ni multilayer coatings by nanoindentation and atomic force microscopy, *Surface and Coatings Technology* 115 (2002) 195-202.
9. A. Tokarz, T. Frączek, Z. Bałaga, Z. Nitkiewicz, Structure, hardness and thermal stability of electrodeposited Cu/Ni nanostructured multilayers, *Review on Advanced Materials Science* 15 (2007) 247-252.
10. B. Kucharska, E. Kulej, M. Gwoździk, Evaluation of the temperature stability of a Cu/Ni multilayer, *Archives of Metallurgy and Materials* 57/3 (2012) 671-677.
11. Y. Rheem, Electrodeposition of GMR Ni/Cu multilayers in recirculating electrochemical flow reactor, *Korean Journal of Materials Research* 20/2 (2010) 90-96.
12. B. Kucharska, E. Kulej, X-ray measurement of the Cu/Ni multilayer period, *Archives of Metallurgy and Materials* 55/1 (2010) 45-51.
13. H. Kuru, H. Kockar, M. Alper, Characterizations of NiCu/Cu multilayers: dependence of nonmagnetic layer thickness, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism* 26 (2013) 779-784.
14. M. Spilka, R. Babilas, W. Ratuszek, J. Kowalska, K. Matus, Fabrication of multilayer Cu/Ni systems with nanometric layers by electrolysis method, *Archives of Metallurgy and Materials* 63/4 (2018) 2067-2073.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Wpływ warunków osadzania elektrolitycznego na grubość i jakość uzyskanych układów wielowarstwowych miedź/nikiel

B. Dziergas^a, D. Gatner^b, D. Kowalcze^b, A. Nowak^b, K. Pietrucha^b, M. Spilka^c, M. Kciuk^c

^a Student kierunku Automatyka i Robotyka na Wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej

email: bd302777@student.polsl.pl

^b Studentki kierunku Inżynieria i Technologie Materiałowe na Wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej

email: darigat208@student.polsl.pl; darikow202@student.polsl.pl;

annanow044@student.polsl.pl; kingpie904@student.polsl.pl

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

email: monika.spilka@polsl.pl; monika.kciuk@polsl.pl

Streszczenie: W pracy przedstawiono wyniki badań wpływu warunków osadzania elektrolitycznego na grubość i jakość uzyskanych układów wielowarstwowych miedź/nikiel na podłożu ze stali niskowęglowej. Grubość warstw określono metodą obliczeniową oraz na podstawie obserwacji przekrojów poprzecznych próbek za pomocą mikroskopu optycznego. Przeprowadzono również obserwacje mikroskopowe powierzchni wytworzonych próbek celem określenia jakości uzyskanych układów.

Abstract: The paper presents the results of the influence of electrolytic deposition conditions on the thickness and quality of the obtained copper/nickel multilayer systems on a low-carbon steel substrate. The thickness of the layers was determined by calculation and on the basis of observations of the cross-sections of the samples using an optical microscope. Microscopic observations of the surface of the produced samples were also carried out in order to determine the quality of the obtained systems.

Słowa kluczowe: obróbka powierzchniowa, osadzanie elektrolityczne, wielowarstwowe układy Ni/Cu, grubość warstw, obserwacje mikroskopowe.

1. WSTĘP

Układy wielowarstwowe, składające się z naprzemiennie osadzonych warstw ferro- i nieferromagnetycznych o grubości nanometrycznej, w ostatnich latach cieszą się coraz większym zainteresowaniem ze względu na swoje szczególne własności [1]. Materiał metaliczny o strukturze wielowarstwowej, który zawiera naprzemiennie cienkie warstwy metalu lub stopu, wykazuje znacznie lepsze własności mechaniczne, elektryczne oraz magnetyczne,

m.in. wytrzymałość, plastyczność, odporność na pękanie, udarność i zdolność tłumienia fal elektromagnetycznych, w porównaniu z jego elementami składowymi. Szczególne własności wielo- i cienkowarstwowych układów dają możliwości różnego zastosowania tych materiałów. Przykładowo, ze względu na własności magnetyczne, układy wielowarstwowe są stosowane w czujnikach magnetorezystywnych np. w przemyśle motoryzacyjnym, jak również w mikroukładach elektromechanicznych oraz przełącznikach magnetycznych [2-6].

Spośród wielu konfiguracji układów wielowarstwowych najbardziej popularne tworzone są przez warstwy miedzi i niklu z uwagi na identyczną strukturę krystalograficzną (fcc) obydwu pierwiastków oraz bardzo małe niedopasowanie sieciowe (2,5%) [1,7]. Ponadto miedź charakteryzuje się wysoką przewodnością elektryczną i cieplną, odpornością na korozję oraz jest łatwo dostępna, natomiast nikiel posiada niebywałą odporność na korozję i zużycie.

Wielowarstwowe układy miedź/nikiel są również łatwe do wytworzenia przy użyciu wielu metod, w tym elektroosadzania i technik próżniowych, zwłaszcza napyłania katodowego lub epitaksji z wiązki molekularnej [4,5]. W porównaniu do fizycznego osadzania, metoda elektrolityczna należy do prostych i tańszych metod nakładania cienkich warstw [8,9]. Opiera się na przepływie jonów w roztworach oraz zastosowaniu prawa Faradaya. Materiał stanowiący podłoże w pierwszej kolejności jest poddawany odpowiedniemu przygotowaniu, na które składają się operacje trawienia oraz odtłuszczenia powierzchni. Właściwe oczyszczenie podłoża znacząco wpływa na jakość oraz trwałość osadzonej warstwy. Oczyszczone podłoże jest zanurzane w odpowiednim elektrolicie i poddawane działaniu prądu stałego. Operacje przygotowania powierzchni i właściwej obróbki elektrochemicznej są rozdzielone płukaniem międzyoperacyjnym. Proces obróbki elektrolitycznej kończy operacja suszenia [10].

Warunki osadzania elektrolitycznego, m.in. takie jak: rodzaj i skład elektrolitu, pH roztworu, gęstość prądu stosowanego w procesie oraz temperatura, wpływają na grubość otrzymanych warstw, a co za tym idzie na całkowitą grubość układu, co znajduje odzwierciedlenie we własnościach otrzymanych układów wielowarstwowych [11]. Jakość osadzonej warstwy jest również uzależniona od wielu czynników, nie tylko od odpowiedniego przygotowania podłoża, ale m. in. od materiału, na którym osadzone są warstwy.

2. METODYKA BADAŃ

Próbki do badań wykonane zostały z folii ze stali niskowęglowej DC04 (tabela 1) o wymiarach 50x50 mm oraz grubości około 0,1 mm, na które nakładano naprzemiennie warstwy miedzi i niklu w procesie elektrolizy.

Tabela 1. Skład chemiczny stali niskowęglowej DC04

Table 1. Chemical composition of DC04 low carbon steel

Gatunek stali	C	P	S	Mn
DC04	0,08	0,030	0,030	0,400

Powierzchnie próbek poddano w pierwszej kolejności odtłuszczeniu w roztworze wodorotlenku sodu (NaOH) oraz węglanu sodu (Na₂CO₃), a następnie trawieniu w roztworze kwasu solnego i wody demineralizowanej w stosunku 1:1. Kolejno, na oczyszczone podłoże nakładano naprzemiennie warstwy niklu oraz miedzi. Warstwę niklową osadzano z kąpieli Wattsa, o pH równym 5, temperaturze 50 °C oraz natężeniu prądu 0,1 A. Z kolei, miedziowanie odbywało się w kąpieli cyjankowej o pH 13, w temperaturze otoczenia oraz natężeniu prądu

wynoszącym 0,0125 A. Skład kąpielii do miedziowania oraz niklowania zamieszczono w tabeli 2. Pomiędzy operacjami oczyszczania powierzchni, jak i właściwej obróbki elektrochemicznej przeprowadzono dwukrotne płukanie próbek w wodzie demineralizowanej.

Tabela 2. Skład kąpielii do miedziowania i niklowania
Table 2. Composition of baths for copper and nickel plating

Operacja	Skład kąpielii	
Miedziowanie	Cyjanek potasu (KCN)	73,08 g/l
	Cyjanek miedzi (CuCN)	40 g/l
	Wodorotlenek sodu (NaOH)	15 g/l
	Winian sodowo-potasowy (NaKC ₄ O ₆ H ₄ *4H ₂ O)	40 g/l
Niklowanie	Siarczan niklu (NiSO ₄ *7H ₂ O)	200 g/l
	Chlorek niklu (NiCl ₂ *6H ₂ O)	30 g/l
	Kwas borowy (H ₃ BO ₃)	25 g/l

Wytworzone układy składały się odpowiednio z 40 oraz 20 warstw, uzyskanych w różnym czasie przeprowadzania poszczególnych operacji miedziowania i niklowania (tabela 3).

Tabela 3. Warunki osadzania warstw układu Cu/Ni na podłożu ze stali niskowęglowej
Table 3. Conditions for layers deposition of the Cu/Ni system on a low-carbon steel substrate

Oznaczenie próbki	Miedziowanie			Niklowanie		
	Natężenie prądu [A]	Czas [s]	Ilość warstw	Natężenie prądu [A]	Czas [s]	Ilość warstw
1	0,0125	165	20	0,1	62,5	20
2	0,0125	79	20	0,1	30	20
3	0,0125	79	20	0,1	62,5	20
4	0,0125	165	20	0,1	30	20
9	0,0125	165	10	0,1	62,5	10
10	0,0125	79	10	0,1	30	10
11	0,0125	79	10	0,1	62,5	10
12	0,0125	165	10	0,1	30	10

W celu uzyskania warstw o założonej grubości, operacje miedziowania i niklowania przeprowadzono w zróżnicowanym czasie. Grubość osadzonych warstw wyznaczono na podstawie obliczenia przyrostu masy, korzystając ze wzoru:

$$d = \frac{(m_1 - m_2) * 10000}{S * \rho}$$

gdzie:

m_1 – masa próbki przed nałożeniem warstwy [g],

m_2 – masa próbki po procesie osadzania elektrolitycznego [g],

S – powierzchnia próbki [cm²] ($S = 50$ cm²),

ρ – gęstość badanego pierwiastka [g/cm³] ($\rho_{Ni} = 8,91$ g/cm³; $\rho_{Cu} = 8,96$ g/cm³).

Obserwacje przekrojów poprzecznych próbek przeprowadzono na mikroskopie świetlnym Axio Observer firmy ZEISS przy powiększeniu 1000x. W celu określenia grubości wytworzonych układów wielowarstwowych wykonano zglądy metalograficzne. Próbki docięto,

a następnie szlifowano przy użyciu wodnych papierów ściernych o gradacji 220, 500 oraz 1200. Kolejno zgłady polerowano na filcowych tarczach za pomocą past diamentowych o wielkości ziarna 9μ , 3μ i 1μ .

Obserwacje powierzchni wytworzonych układów wielowarstwowych przeprowadzono na mikroskopie świetlnym wysokiej rozdzielczości Leica DVM6. Zastosowano powiększenia: 455x oraz 474x.

3. WYNIKI PRZEPROWADZONYCH BADAŃ

Grubość osadzonych elektrolitycznie warstw miedzi oraz niklu określoną na podstawie obliczenia przyrostu masy zestawiono w tabeli 4, zaś na rysunku 1 przedstawiono grubość wytworzonych układów wielowarstwowych wyznaczoną na podstawie obserwacji przekrojów poprzecznych próbek 1 oraz 9 za pomocą mikroskopu optycznego.

Tabela 4. Teoretyczna grubość osadzonych elektrolitycznie warstw miedzi oraz niklu

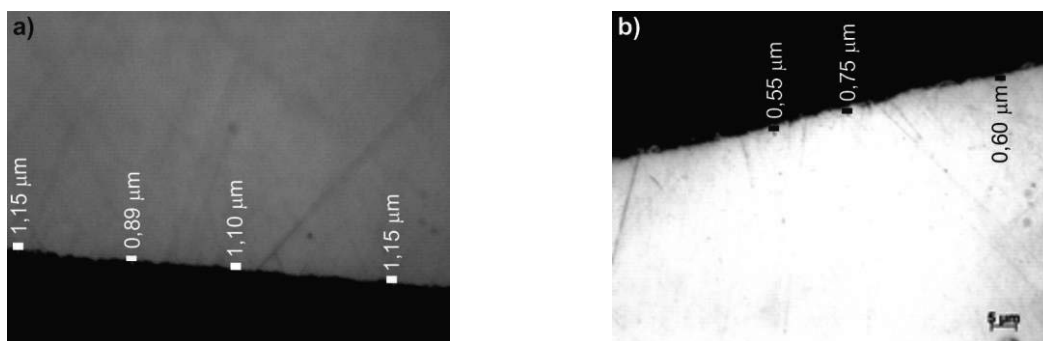
Table 4. Theoretical thickness of copper and nickel layers obtained by electrolytic deposition

Oznaczenie próbki	m_1 [g]	m_2 [g]	Przyrost masy próbki [g]	d_{Ni} [nm]	d_{Cu} [nm]
1	1,9222	1,9716	0,0494	1109	1103
2	1,6329	1,6538	0,0209	469	467
3	1,8649	1,9036	0,0387	869	864
4	1,8952	1,9298	0,0346	777	772
9	1,9467	1,9713	0,0246	552	549
10	1,7377	1,7480	0,0103	231	230
11	1,5454	1,5642	0,0188	422	420
12	1,6049	1,6217	0,0168	377	375

Analizując otrzymane wyniki można zauważyć, że grubość uzyskanych układów wielowarstwowych jest ściśle powiązana z czasem nakładania poszczególnych warstw oraz ilością osadzonych warstw. Największy przyrost masy wykazuje próbka 1, składająca się z 40 warstw, uzyskanych w najdłuższym czasie przeprowadzania operacji, zarówno miedziowania, jak i niklowania. Grubość warstw miedzi oraz niklu określona metodą obliczeniową również jest największa dla próbki 1. Z kolei dla próbki 10, posiadającej po 10 warstw miedzi i niklu uzyskano najmniejszy przyrost masy, wynikający z najkrótszego czasu nakładania poszczególnych warstw. Obliczona grubość warstwy miedzi oraz niklu również dla próbki 10 jest najmniejsza.

Po przeprowadzonej obserwacji przekrojów poprzecznych próbek i dokonaniu miejscowego pomiaru grubości układów wielowarstwowych okazało się, że grubość próbki 1 wynosi od 890 nm do 1150 nm w zależności od miejsca wykonania pomiaru. Podobne, zróżnicowane wyniki uzyskano dla próbki 9 (od 550 nm do 750 nm).

Zatem grubość warstw wyliczona metodą obliczeniową różni się od wartości uzyskanych podczas badań mikroskopowych. Powstała niezgodność w grubościach może wynikać z odkształcenia się warstw podczas przygotowania zgładów metalograficznych do badań.

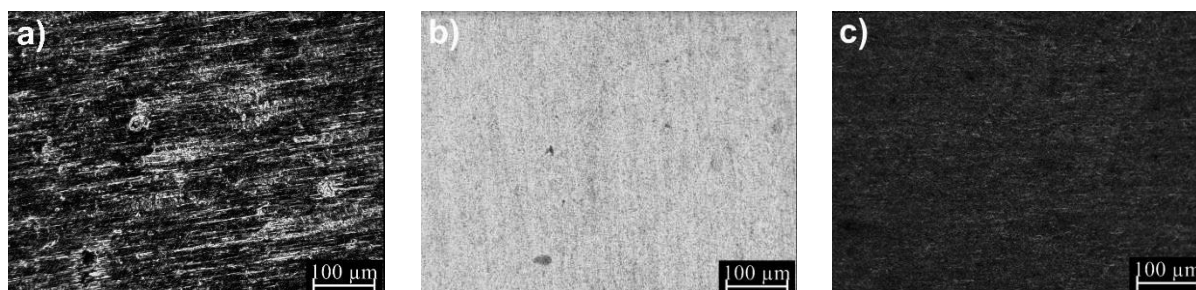


Rysunek 1. Miejscowy pomiar grubości układów wielowarstwowych
a) próbka 1, 1000x, b) próbka 9, 1000x

*Figure 1. Local measurement of the multilayer systems thickness
a) sample 1, 1000x, b) sample 9, 1000x*

Morfologię powierzchni podłoża stanowiącego folię ze stali niskowęglowej DC04 oraz wytworzonych układów wielowarstwowych Cu/Ni zamieszczono na rysunku 2.

Obserwacje przeprowadzone pod mikroskopem optycznym nie wykazały występowania pęknięć, szczelin ani miejsc, w których warstwy miedzi i niklu nie pokrywały podłoża, co oznacza, że warstwy osadzały się w sposób ciągły. W zależności od ostatniej warstwy układu wielowarstwowego powierzchnia próbki charakteryzuje się zabarwieniem jednego z metali. Warstwę wierzchnią próbki 3 stanowi miedź, stąd widoczne jest charakterystyczne zabarwienie koloru miedzianego (rys. 2b), zaś ostatnią warstwą próbki 10 jest nikiel, co odpowiada barwie ciemnosrebrzystej (rys. 2c). Na powierzchniach próbek można zauważyć również smugi oraz przebarwienia, które pochodzą prawdopodobnie od niedoskonałości podłoża, co widoczne jest na rys. 2a.



Rysunek 2. Morfologia powierzchni próbek
a) podłoże - stal niskowęglowa DC04, 474x, b) próbka 3, 474x; c) próbka 10, 455x

*Figure 1. Surface morphology of samples
a) substrate - DC04 low carbon steel, 474x, b) sample 3, 474x; c) sample 10, 455x*

4. PODSUMOWANIE

W pracy przedstawiono analizę wpływu warunków osadzania elektrolitycznego na grubość i jakość uzyskanych układów wielowarstwowych. Wytworzono układy w konfiguracji po 10 oraz 20 warstw miedzi oraz niklu na podłożu ze stali niskowęglowej. W zależności od czasu prowadzenia operacji miedziowania oraz niklowania otrzymano zróżnicowaną grubość

poszczególnych warstw, a w związku z tym układów wielowarstwowych. Na podstawie przeprowadzonych obserwacji mikroskopowych nie stwierdzono większych wad powierzchni, zatem metoda osadzania elektrolitycznego pozwala na otrzymanie zwartych i ciągłych układów miedź/nikiel o w miarę dobrej jakości, niezależnie od ilości i grubości osadzonych warstw.

LITERATURA

1. B. Kucharska, E. Kulej, A. Wróbel, Thermal stability of the Cu/Ni multilayer system in X-ray diffraction and scanning microscopy examinations, *Optica Applicata* 42/4 (2012) 725–736.
2. B. Elsafi, F. Trigui, Z. Fakhfakh, Effects of bulk and interface scattering on giant magnetoresistance in the Co/Cu multilayer systems, *Computational Materials Science* 50 (2010) 800-804.
3. T. Sahin, H. Kockar, M. Alper, Properties of electrodeposited CoFe/Cu multilayers: The effect of Cu layer thickness, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 373 (2015) 128-131.
4. M. Duś-Sitek, M. Nabiałek, B. Gągorowska, Correlation between physical properties of superlattices obtained by means of electrochemical deposition method and ion spraying, *Optica Applicata* XXXIX/4 (2009) 645-653.
5. Q. Zhou, J.Y. Xie, F. Wang, P. Huang, K.W. Xu, T.J. Lu, The mechanical behavior of nanoscale metallic multilayers: A survey, *Acta Mechanica Sinica* 31/3 (2015) 319-337.
6. N. Takane, H. Narita, X. Liu, S. Arai, Magnetic properties and microstructure of electrodeposited Co/Cu multilayers, *Electrochemistry* 81/12 (2013) 966-970.
7. T. Fu, X. Peng, X. Chen, S. Weng, N. Hu, Q. Li, Z. Wang, Molecular dynamics simulation of nanoindentation on Cu/Ni nanotwinned multilayer films using a spherical indenter, *Scientific Reports* 6 (2016) 35665.
8. H. Kuru, H. Kockar, M. Alper, M. Hacıismailoglu, Relation between ferromagnetic layer thickness (NiCu) and properties of NiCu/Cu multilayers, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 26 (2015) 5014–5021.
9. M. Jafari Fesharaki, S. Manouchehri, Z. Sadeghi, M.H. Yousefi, R. Jalajerdi, Magnetic Properties and Structural Study of Ni-Co/Cu Multilayers Prepared by Electrodeposition Method, *Journal of Nanostructures* 5/3 (2015) 281-287.
10. Praca zbiorowa, *Poradnik galwanotechnika*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa, 2009.
11. B. Bahadormanesh, M. Ghorbani, N.L. Kordkolaei, Electrodeposition of nanocrystalline Zn/Ni multilayer coatings from single bath: Influences of deposition current densities and number of layers on characteristics of deposits, *Applied Surface Science* 404 (2017) 101-109.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Własności wytrzymałościowe filamentu domieszkowanego recyklatem

P. Falkowska^{1a}, M. Olszowska^{1b}, A. Krawczyk^{1c}, D. Tatar^{1d}, M. Król^{2a}, J. Mazurkiewicz^{2b}

¹Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, email:

^apaulfal458@student.polsl.pl, ^bmagdols407@student.polsl.pl, ^calekkra013@student.polsl.pl,

^ddanitat271@student.polsl.pl

²Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów

Inżynierskich i Biomedycznych, email:

^amariusz.krol@polsl.pl, ^bjanusz.mazurkiewicz@polsl.pl

Streszczenie: W pracy przybliżono tematykę druku 3D. Pozyskano recyklat ze starych nieudanych wydruków i wytworzono nowy rodzaj biodegradowalnego filamentu PLA domieszkowany recyklatem o wartości 10%. Następnie zostały przeprowadzone badania wytrzymałości na rozciąganie w celu porównania własności pomiędzy zwykłym filamentem a domieszkowanym recyklatem.

Abstract: The work takes a closer look at 3D printing. Recyclate was obtained from old failed prints and a new type of biodegradable PLA filament doped with 10% recyclate was produced. Tensile strength tests were then carried out to compare the properties between the regular filament and the doped recyclate.

Słowa kluczowe: filament, recykling, druk 3D, technika FFF

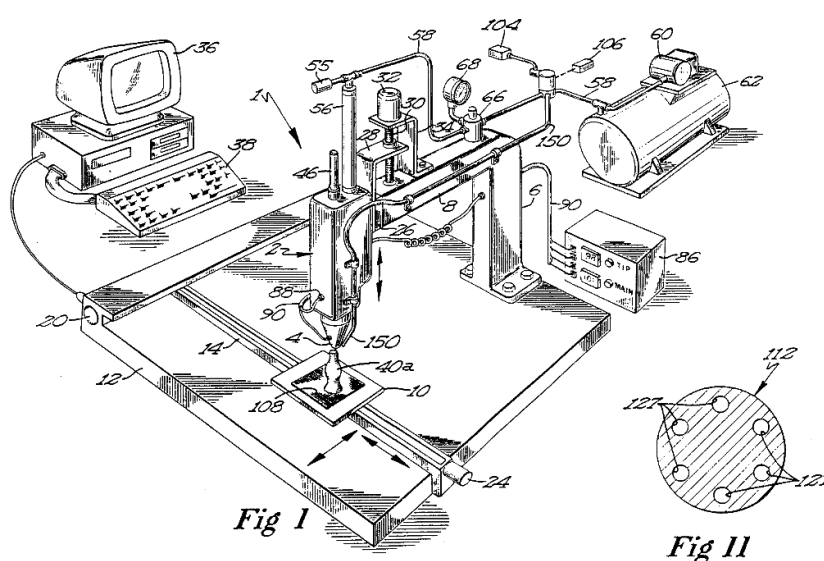
1. WSTĘP

Technologia druku 3D nazywana jest technologią addytywną, przyrostową. Większość technik druku 3D charakteryzuje się wytwarzaniem modelu warstwa po warstwie z wykorzystaniem spoiwa, bądź procesu utwardzenia. Cały proces druku 3D rozpoczyna się od modelowania, gdzie zostaje przygotowany projekt wydruku. Następnym etapem jest dobór techniki druku i materiału wykorzystywanego w tym procesie. Kolejno przeprowadza się proces wydruku i otrzymuje się gotowy wydruk [1] (rysunek 1).

Ze względu na szybki rozwój technologii, druk 3D rozwija się w szybkim tempie (rysunek 2). Aby spełnić potrzeby zastosowań przemysłowych, materiały, w tym odpady tworzyw sztucznych, metali i ceramiki zostały wprowadzone w druk 3D do produkcji wytrzymałych produktów. Wytwarzanie przyrostowe zmniejsza generowanie odpadów poprzez dodanie materiału do dokładnego obszaru dla każdej warstwy, co skutkuje minimalizacją marnotrawstwa materiałów odpadowych. W obecnym kontekście przemysł koncentruje się przede wszystkim na zrównoważonej produkcji poprzez ograniczanie zasobów nieodnawialnych i stosowanie ekologicznego przetwarzania materiałów, takich jak recykling śmieci (rysunek 3). Niektóre

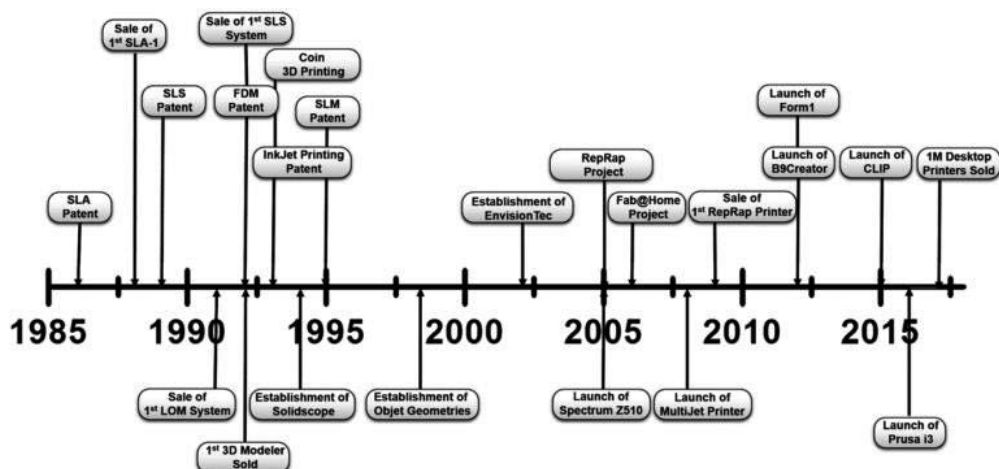
materiały kompozytowe są wytwarzane z wykorzystaniem zaproponowanej koncepcji recyklingu, a naukowcy na całym świecie prowadzą merytoryczne badania związane z rozwojem kompozytów z wykorzystaniem procesów recyklingu. Mianem recyklatu bądź regranulatu nazywane są surowce, które pozyskuje się w zakładzie recyklingu odpadów, by stanowiły bazę do wytwarzania nowych produktów. Otrzymuje się je w wyniku ciągu procesów technologicznych, do których należą takie etapy jak np. rozsortowywanie zużytych tworzyw sztucznych, kwalifikacja do odpowiednich grup odpadów czy utylizacja niezdatnych do powtórnego użytku elementów. Pozyskiwanie końcowego recyklatu odbywa się najczęściej na drodze recyklingu materiałowego (mechanicznego). Polega on na rozdrobnieniu odpadów z tworzyw sztucznych celem uzyskania sypkiego, wygodnego do dozowania materiału, który będzie spełniał określone wymagania jakościowe przy jednoczesnym braku zmiany struktury chemicznej. Zastosowanie nowoczesnych rozwiązań technologicznych sprawia, że materiał w postaci recyklatu jest całkowicie pozbawiony obcych wtrąceń, co pozwala zachować odpowiednie właściwości finalnie produkowanego wyrobu. Znow tworzenie mieszanin odpadów lub wprowadzanie do nich specjalnych dodatków może sprawić, że recyklat zostanie uszlachetniony w celu zwiększenia jego wytrzymałości, sztywności czy lepkości. Recyklingowi mechanicznemu są najczęściej poddawane plastikowe butelki oraz sztywne folie pochodzące z opakowań – zwykle wystarczy je tylko oddzielić od takich zanieczyszczeń jak nakrętki, nalepki, pozostałości kleju czy przechowywane w nich produkty. Dzięki wykorzystaniu tego typu odpadów można z powodzeniem zastąpić pierwotny surowiec znacznie tańszym, bo powtórnie przetworzonym zamiennikiem [2].

Niektóre polimery i kompozyty mają pożądane właściwości, takie jak stabilność, możliwość ponownego wykorzystania, zdolność do recyklingu i dostępność. Zastosowanie tworzyw sztucznych wzrasta z dnia na dzień ze względu na ich trwałość, niski koszt i długotrwały okres trwałości. W celu zagospodarowania odpadów tworzyw sztucznych stosuje się kilka metod, takich jak spalanie i składowanie, co powoduje powstawanie problemów środowiskowych oraz szkód dla przyrody i społeczeństwa. Nie byłoby łatwo wyeliminować termoplasty i polimery wykorzystywane do codziennych czynności; jednym z najlepszych sposobów radzenia sobie z tworzywami sztucznymi i polimerami jest ponowne użycie i recykling [3-5].



Rysunek 1. Idea druku 3d [6]

Figure 1. Idea of 3d printing[6]



Rysunek 2. Rozwój techniki druku 3d [7]
 Figure 2. The Evolution of 3d Printing [7]

Opracowanie wytłaczarki do włókien jest pomocne w recyklingu tworzyw termoplastycznych i odpadów materiałowych w postaci materiału nośnego. W ten sposób można zwiększyć produktywność fabrykacji i dostępność materiału, z natychmiastowym skutkiem, przy użyciu opracowanego ustawienia. Skróci to czas oczekiwania na zakup i dostawę filamentu. Ponadto można również drastycznie obniżyć koszt filamentu. Wytłaczarka do włókien jest urządzeniem, które wytwarza filament w procesie wytłaczania z surowych granulek, które przechodzą przez strefę ogrzewaną. Granulat jest przekształcany z ciała stałego w stopiony/płynny i przechodzi przez dyszę, zapewniając pożądany rozmiar i kształt materiału. Szybkie chłodzenie wytłoczonego filamentu jest wymagane do utrzymania odpowiedniego kształtu i średnicy. Materiały PLA i ABS są najczęściej stosowane w drukarkach 3D opartych na technologii FDM. Podstawowe elementy wytłaczarki do polimerów składają się ze ślimaka, beczki, dyszy lub matrycy, leja lub podajnika, elementów grzejnych, odpowiedniego silnika zapewniającego zasilanie ślimaka oraz regulatora PID [8, 9].



Rysunek 3. Kształt stosowanego reglanulatu z tworzyw sztucznych [10]
 Figure 3. The shape of used recycleate from plastic materials [10]

2. CEL I ZAKRES BADAŃ

Celem niniejszej pracy było wytworzenie filamentu dla technologii druku 3d FFF domieszkowanego recyklatem a następnie zbadanie jego odporności na rozciąganie.

Zakres pracy obejmował wytworzenie filamentu z domieszką recyklatu w proporcjach 90% granulatu PLA i 10% recyklatu, a następnie wydrukowanie z otrzymanego filamentu znormalizowanych próbek do statycznej próby rozciągania i wyznaczenie wytrzymałości na rozciąganie. Wyniki porównano z zestawem próbek wydrukowanych z komercyjnego filamentu PLA.

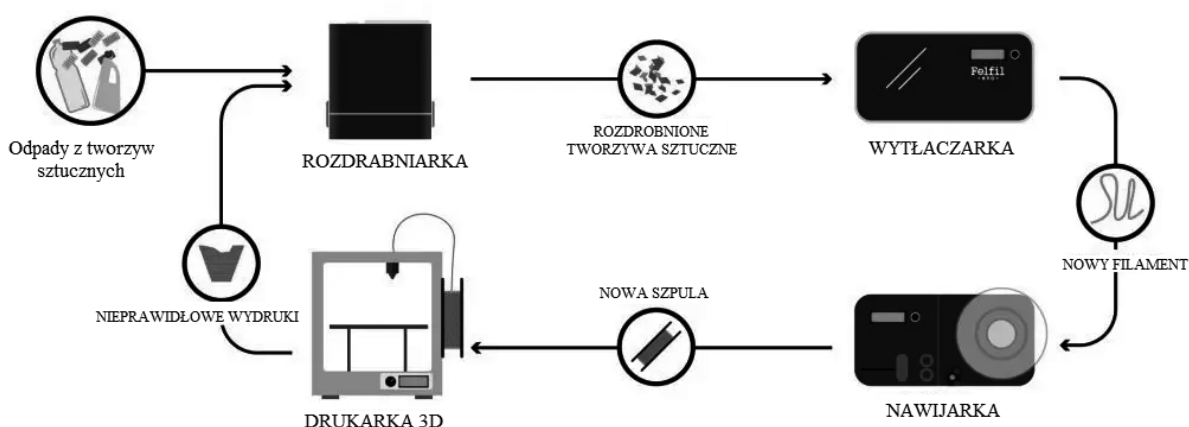
3. MATERIAŁ DO BADAŃ I METODOLOGIA

Materiał do badań stanowił granulatu PLA, oznaczony znakiem handlowym 8013D, w objętości 90% oraz recyklat ze zmieszanych i zmielonych odpadów, różnych filamentów, które stanowiły nieudane wydruki, w ilości 10%.

Proces przeprowadzono dzięki zastosowaniu następujących urządzeń:

- Felfil Shredder – urządzenie mające za zadanie rozdrobnić odpady powstałe na drodze druku 3D i stare wydruki,
- Felfil Evo Extruder – urządzenie mające za zadanie nadtopić granulatu i domieszkę do uzyskania cienkiej żyłki,
- Felfil Spooler – urządzenie mające za zadanie zweryfikować średnicę gotowego filamentu i doprowadzić do nawinięcia materiału na szpulę.

Schemat gotowej linii do produkcji filamentu przedstawiono na rysunku 4. Całość procesu rozpoczęto od rozdrobnienia starych wydruków i odpadów powstałych we wcześniejszych procesach. Rozdrobnione części zmieszano z granulatem PLA w stosunku – 10% recyklatu i 90% granulatu. Tak przygotowaną mieszanką zasypano zbiornik ekstrudera, gdzie został przeprowadzony proces wytłaczania i nawijania filamentu na szpulę.



Rysunek 4. Schemat gotowej linii do wytwarzania filamentu firmy Felfil i przedstawienie procesu wytwarzania filamentu z recyklatu [11]

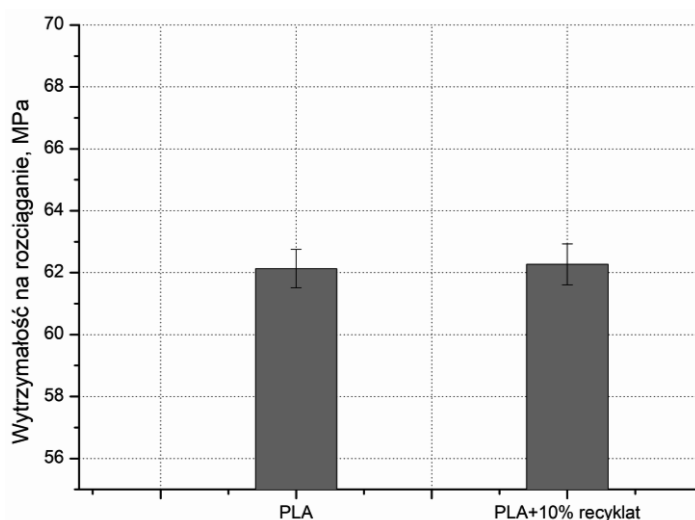
Figure 4. Diagram of Felfil's ready-to-use filament line and demonstration of the process of making filament from recyclate [11]

Tak opracowany, gotowy filament PLA, o średniej średnicy 1,75 mm wykorzystano do wydrukowania próbek do statycznej próby rozciągania, zaprojektowanych zgodnie z normą PN-EN ISO 527-2. W procesie wydruku wykorzystano drukarkę FDM Prusa MK3S+. Proces wydruku miał następujące parametry: 230°C – temperatura dyszy, 55°C – temperatura stołu.

Styczną próbę rozciągania wykonano za pomocą uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej ZWICK Z020.

4. WYNIKI BADAŃ

W celu wyznaczenia własności wytrzymałościowych wydruków z opracowanego filamentu z domieszką recyklatu wykonano badania statycznej próby rozciągania, które pozwoliły na porównanie własności wytrzymałościowych nowego rodzaju filamentu.



Rysunek 5. Porównanie własności wydruku z PLA z PLA domieszkowanego recyklatem
Figure 5. Comparison of print properties from PLA and PLA doped with recyklad

Zauważyć należy, że wytrzymałość na rozciąganie jest na tym samym poziomie filamentu domieszkowanego recyklatem jak materiału czystego.

Nowoopracowany filament domieszkowany recyklatem w ilości 10% charakteryzował się wytrzymałością na rozciąganie na poziomie $62,2 \pm 0,6$ MPa, a komponent wykonany z czystego PLA charakteryzował się wytrzymałością na rozciąganie na poziomie $62,1 \pm 0,6$ MPa.

4. WNIOSKI

Ogólnie rzecz biorąc, wykorzystanie przetworzonego PLA jako surowiec, może stanowić realny sposób powtórnej produkcji. Taki regranulat PLA sprawdziłby się przy produkcji produktów nie posiadających ścisłych wymagań właściwości mechanicznych.

Można śmiało stwierdzić, że za pomocą stosunkowo niskiego procentu odzyskanego PLA (<10%) zmieszanego z oryginalnym PLA, można produkować materiał niemal identyczny do tego w 100% z pierwszego tłoczenia, stanowić może przyszłą strategię zrównoważonego zarządzania PLA. Należy jednak zaznaczyć, że nadal pozostaje to stosunkowo niewielka część ponowne użytego tworzywa sztucznego z recyklingu.

PODZIĘKOWANIE

Niniejsze opracowanie powstało w ramach działań Studenckiego Koła Naukowego „GYROID” działającego przy Katedrze Materiałów inżynierskich i Biomedycznych na wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej w Gliwicach.

Praca powstała w wyniku realizacji projektu w ramach kształcenia zorientowanego projektowo-PBL, w konkursie VIII w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza, Politechnika Śląska.

The publication is result of cooperation within the Visegrad Scholarship Program 2022/2023.

•
• Visegrad Fund
• •

LITERATURA

1. www.laboratoriumdruku3d.pl/ (dostęp dnia 25.12.2022)
2. www.pol-service.pl (dostęp dnia 04.01.2023)
3. J. Kaščák, et al, Design of an atypical construction of equipment for additive manufacturing with a conceptual solution of a printhead intended for the use of recycled plastic materials, *Appl. Sci.*, 11 (7) (2021)
4. V. Monfared, H.R. Bakhsheshi-Rad, S. Ramakrishna, M. Razzaghi, F. Berto, A brief review on additive manufacturing of polymeric composites and nanocomposites, *Micromachines*, 12 (6) (2021)
5. V. Shanmugam, et al., The mechanical testing and performance analysis of polymer-fibre composites prepared through the additive manufacturing, *Polym. Test.*, 93 (September 2020) (2021)
6. U.S. Patent 9.1992, 5,121,329
7. www.addform.eu (dostęp dnia 05.01.2023)
8. S. Murugan, Development of plastic filament extruder for 3D-, 11, 32–35, 2016.
9. Y. Li, S. Gao, R. Dong, X. Ding, X. Duan, Additive Manufacturing of PLA and CF/PLA Binding Layer Specimens via Fused Deposition Modeling, *J. Mater. Eng. Perform.*, 27 (2) (2018), pp. 492-500
10. www.plastech.pl (dostęp dnia 04.01.2023)
11. www.felfil.com/how-does-the-felfil-system-help-you-to-be-more-sustainable/?v=5ea34fa833a1 (dostęp dnia 04.01.2023)



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Druk 3D z materiałów poddanych recyklingowi

P. Falkowska^{1a}, M. Olszowska^{1b}, A. Krawczyk^{1c}, D. Tatar^{1d}, M. Król^{2a}, J. Mazurkiewicz^{2b}

¹Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, email:

^apaulfal458@student.polsl.pl, ^bmagdols407@student.polsl.pl, ^calekkra013@student.polsl.pl,

^ddanitat271@student.polsl.pl

²Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów

Inżynierskich i Biomedycznych, email: ^amariusz.krol@polsl.pl, ^bjanusz.mazurkiewicz@polsl.pl

Streszczenie: W pracy przybliżono tematykę druku 3D. W pierwszej części skupiono się na historii druku 3D i jej omówieniu. Kolejno omówiono podział technologii druku 3D na techniki stosujące filamenty, techniki w oparciu o żywice światłoutwardzalne oraz technologie proszkowe. Wykonano przegląd materiałów stosowanych w druku FDM/FFF oraz omówiono recykling materiałów wykorzystywanych w druku 3D.

Abstract: The paper introduces the topic of 3D printing. The first part focuses on the history of 3D printing and its discussion. Subsequently, the division of 3D printing technologies into techniques using filaments, techniques based on light-curing resins and powder technologies was discussed. An overview of the materials used in FDM/FFF printing was made, and recycling of materials used in 3D printing was discussed.

Słowa kluczowe: druk 3D, recykling

1. WSTĘP

Technologia druku 3D, znana także jako wytwarzanie przyrostowe, jest to proces polegający na produkcji danego obiektu przez dodawanie kolejnych warstw i tworzenie konstrukcji trójwymiarowej na podstawie komputerowego modelu. Zaprojektowanie takiego modelu komputerowego możliwe jest poprzez wykorzystanie oprogramowania np.: CAD (ang. Computer Aided Desing). Technologia druku 3D rozwija się bardzo szybko i jest uważana za elastyczną technikę mogącą mieć zastosowanie na bardzo wielu płaszczyznach. Niestety obecnie nasza planeta w dużym stopniu zanieczyszczona jest przez tworzywa sztuczne wszelakiego rodzaju które mają negatywny wpływ na środowisko jak i na ludzi. W związku z powyższym, w celu poprawy wpływu druku 3D na środowisko, stosuje się recykling złomu plastikowego i zastosowanie do produkcji nowego filamentu. Jest to możliwe, ponieważ większość materiałów używanych na co dzień oraz filamentów są materiałami nadającymi się do recyklingu (oprócz PCV).

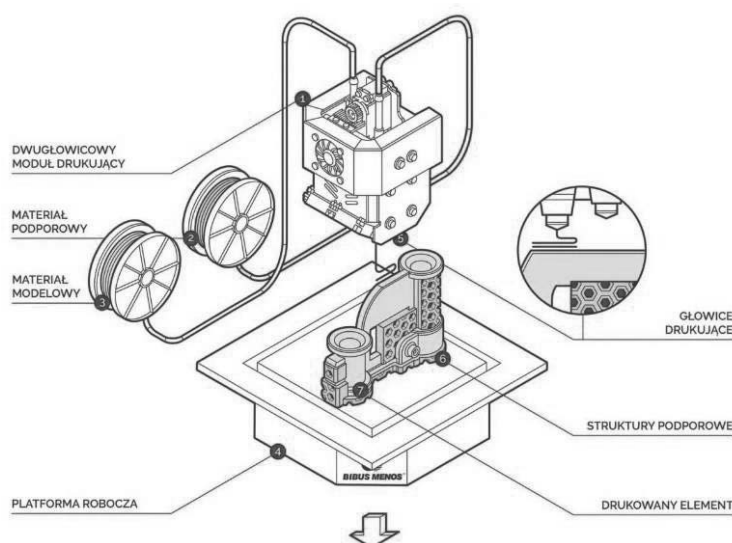
2. HISTORIA DRUKU 3D

Historia druku 3D rozpoczęła w roku 1984, kiedy Chuck Hull opracował pierwszą technikę drukowania przestrzennego i która została opatentowana w 1986 roku jako stereolitografia (SLA). Chuck Hull założył pierwszą firmę druku 3D (3D Systems) która produkowała urządzenia do druku 3D, a także opracowała format pliku STL (stereolithography), który do dziś jest używany w programach do tworzenia modeli 3D w celu np. utworzenia pliku gcode przekazującego instrukcje drukarkom 3D. Następną techniką była opracowana przez Scotta Crumpa w 1988 roku technika FDM polegająca na modelowaniu ciekłym tworzywem sztucznym, gdzie dokładność tej metody to $\pm 0,13$ mm. W roku 1992 powstała kolejna technika Selective Laser Sintering, która jest dużo korzystniejsza od poprzedniej. Polega na tym, że kolejne cienkie warstwy są nakładane i spiekane za pomocą lasera, a nie utwardzony proszek zostaje usunięty, otrzymując gotowy produkt. Pierwszą deteskopowa drukarka 3D do użytku domowego została stworzona przez Adriana Bowryera w 2006 roku poprzez zainicjowany przez założyciela projekt RepRap. Prototyp RepRap 0.2 produkował pierwsze części, które miały zastąpić jego własne części, dzięki temu drukarki 3D miały być urządzeniami samopowielającymi się. Pierwszą drukarkę do samodzielnego montażu wprowadziła na rynek firma Makerbot w 2009 roku, a kolejną amatorską drukarkę wypuszczono na rynek w 2013 roku była to drukarka RepRapPro Huxley [1].

3. PODZIAŁ TECHNOLOGII DRUKU 3D

Każda technika druku 3D, wykorzystuje inny materiał, który spajany jest na inny sposób. W związku z powyższym techniki druku 3D można podzielić:

Techniki stosujące termoplasty na żyłce FFF (Fused Filament Fabrication) – technika druku 3D polegająca na wytłaczaniu materiału w formie filamentu z głowic drukujących a następnie osadzaniu się warstwa po warstwie topionego materiału. Półpłynny materiał spaja się pod wpływem wysokiej temperatury dzięki czemu otrzymujemy praktycznie jednolitą strukturę (rysunek 1). Technika ta stosowana jest m.in.: w lotnictwie, architekturze, motoryzacji, medycynie.

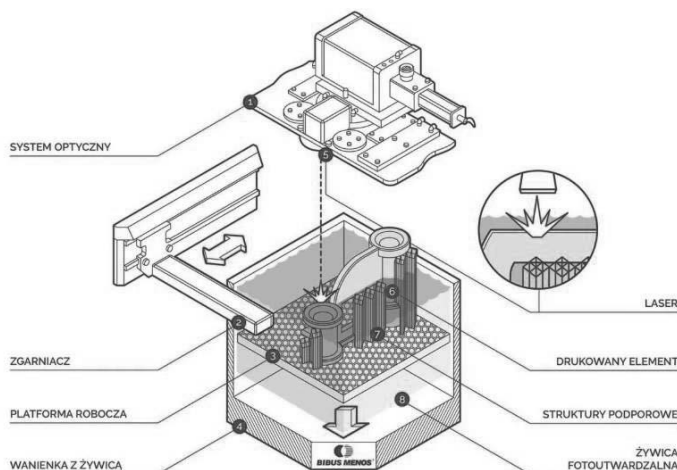


Rysunek 1. Schemat technologii FFF [2]

Figure 1. FFF technology diagram [2]

Techniki stosujące żywice światłoutwardzalne

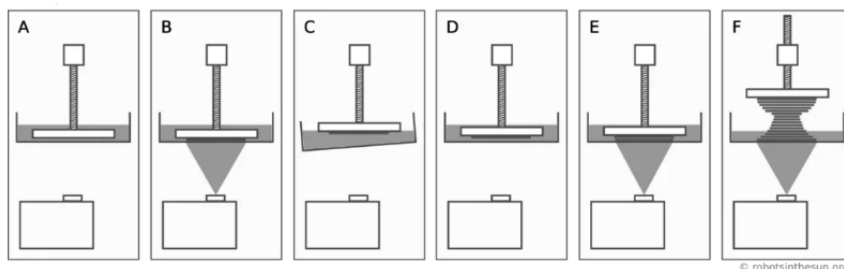
SLA (Stereolitografia) – jedna z najstarszych technologii druku 3D, która pozwala na bardzo precyzyjne wykonanie elementów. Polega ona na zastosowaniu żywicy światłoutwardzalnej (fotopolimer), która następnie utwardzana jest przez wiązkę lasera. Metoda ta pozwala drukować większe elementy z małym ryzykiem odkształcenia (rysunek 2). Stosuje się ją m.in. w przemyśle lotniczym i motoryzacyjnym do drukowania elementów w celu wykonania form odlewniczych, a także w medycynie do drukowania modeli kostnych.



Rysunek 2. Schemat technologii SLA[2]

Figure 2. SLA technology diagram [2]

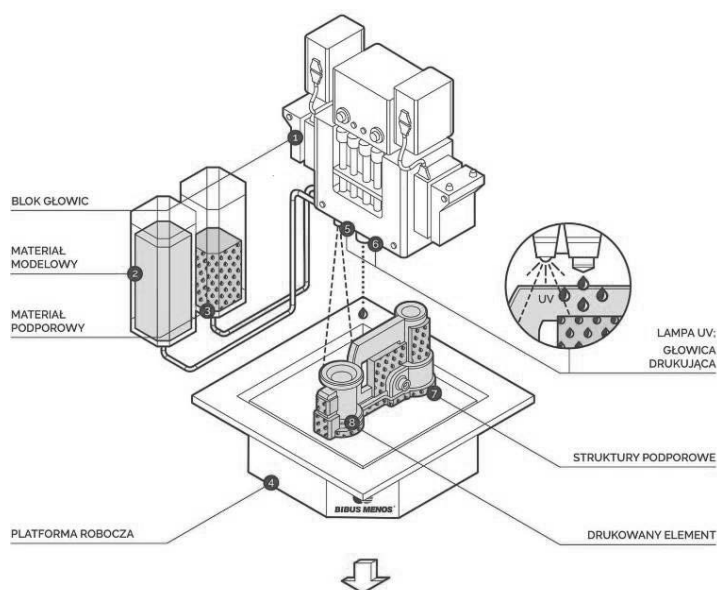
DLP (Digital Light Processing) – polega na zastosowaniu żywicy światłoutwardzalnej (fotopolimer), która utwardzana jest za pomocą światła emitowanego przez projektor LCD. Pozwala ona uzyskiwać gładkie powierzchnie, jednakże wadą tej techniki jest występujący duży skurcz polimeryzacyjny w czasie utwardzania żywicy, co cechuje ją małą wytrzymałością mechaniczną wydruków (rysunek 3). Stosowana jest często w branżach takich jak medycyna, jubilerstwo i innych wymagających wysokiej precyzji.



Rysunek 3. Schemat technologii DLP [2]

Figure 3. DLP technology diagram [2]

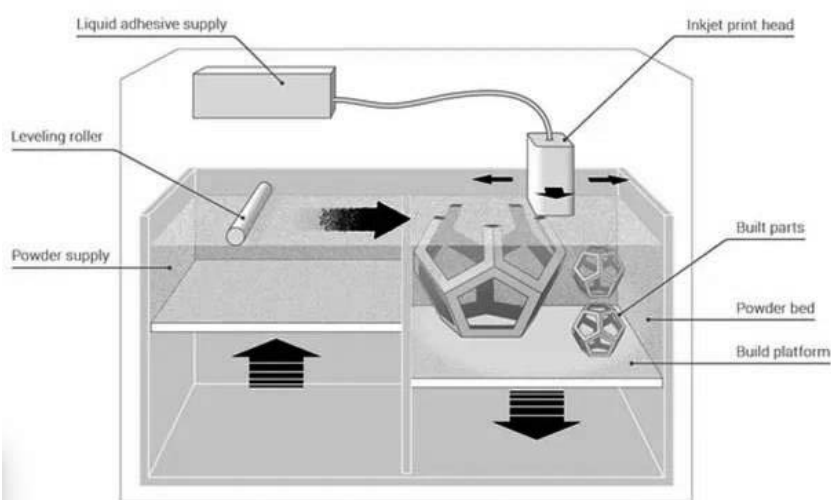
PolyJet / MJP – jest to metoda wysoko precyzyjna polegająca na nakładaniu (natrykiwaniu) żywicy światłoutwardzalnej na stół drukarki za pomocą głowicy zawierającej kilkaset dysz i utwardzaniu jej pod światłem UV. Pojedyncza warstwa technologii MJP jest równa 0,016mm co za tym idzie osiąga dokładność rzędu 0,099mm (rysunek 4). Znajduje ona swoje zastosowanie w produkcji prototypów do przemysłów takich jak medycyna, jubilerstwo, lotnictwo, elektronika.



Rysunek 4. Schemat technologii POLYJET [2]
 Figure 4. POLYJET technology diagram [2]

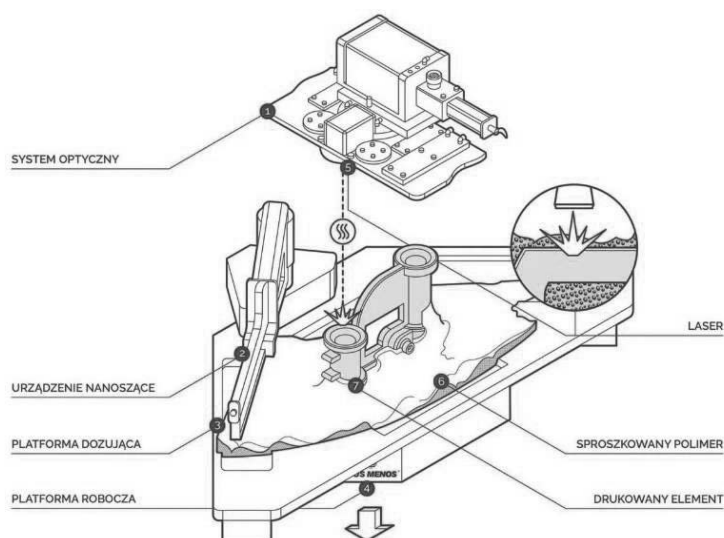
Technologie proszkowe: CJP (Color Jet Printing) – technologia, która polega na wykorzystaniu proszku gipsowego którego warstwę rozproszcza się na powierzchni stołu roboczego drukarki 3D, kolejno nad proszkiem głowica natryskuje kolor i lepiszcze. Proszek scala się ze sobą dając gotowy produkt. Gotowy produkt oczyszcza się z resztek proszku gipsowego i kolejno zanurza się w specjalnych roztworach chemicznych w celu zwiększenia wytrzymałości fizycznej. Technologia ta znajduje swoje zastosowanie m.in. w muzealnictwie, archeologii do odtwarzania eksponatów, a także w medycynie.

Binder Jetting - polega na zastosowaniu materiałów takich jak np.: piasek, metal, ceramika które łączone są przez natrysk spoiwa na cienką warstwę wybranego materiału (rysunek 5). Znajduje ona zastosowanie w produkcji form i rdzeni odlewniczych.



Rysunek 5. Schemat technologii BINDERJETTING [2]
 Figure 5. BINDERJETTING technology diagram [2]

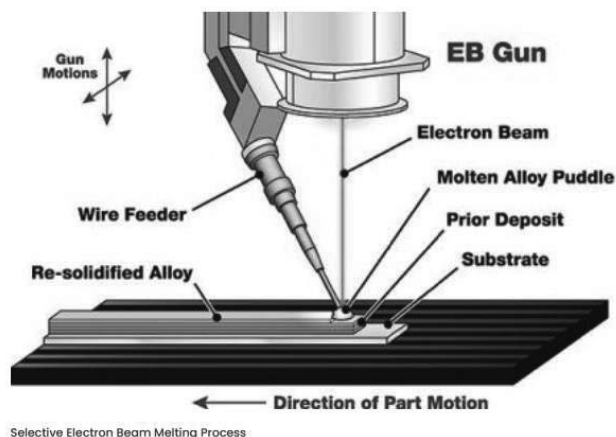
SLS (Selective Laser Sintering) – polega na zastosowaniu proszków poliamidowych które spajane są za pomocą wiązki lasera. Nakładane są kolejne warstwy polimeru, a wiązka lasera przepuszczona przez soczewkę topi ścieżki konturowe na powierzchni materiału. Gotowy produkt następnie zostaje oczyszczony z pozostałości proszku (rysunek 6). Jest to metoda stosunkowo tanie i szybka a więc znajduje swoje zastosowanie w przemyśle samochodowym, maszynowym, lotniczym oraz medycznym.



Rysunek 6. Schemat technologii SLS [2]

Figure 6. SLS technology diagram [2]

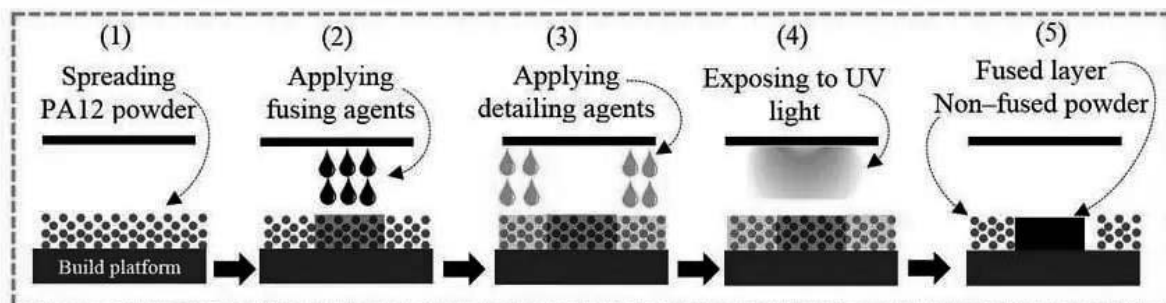
EBM (Electron Beam Melting) – polega na zastosowaniu proszku metalu, który zostaje stopiony poprzez wiązkę elektronów. Włókno wolframowe emituje elektrony, które zostają przyspieszone do połowy prędkości światła i następnie wiązka trafia na elektrodę, która ją skupia. Przyspieszone elektrony uderzają w proszek, gdzie energia kinetyczna zamienia się na energię ciepłą topiąc dzięki temu proszek metalu. Gotowy produkt jest budowany warstwa po warstwie powielając powyższy schemat aż do utworzenia zamierzonego produktu (rysunek 7). Znajduje swoje zastosowanie w produkcji części z tytanu.



Rysunek 7. Schemat technologii EBM [2]

Figure 7. EBM technology diagram [2]

MJF (Multi Jet Fusion) – polega na zastosowaniu sproszkowanych tworzyw sztucznych (poliamidów). Proszek rozsypuje się na powierzchni stołu drukarki, następnie proszek jest równomiernie ogrzewany przez urządzenie i natrykiwany lepiszczem co powoduje spajanie się kolejnych warstw obiektu (rysunek 8). Jest to technika stosunkowo wydajna i precyzyjna dzięki czemu znajduje swoje zastosowanie w branży medycznej i motoryzacyjnej [2].



Rysunek 8. Schemat technologii MJF [2]

Figure 8. MJF technology diagram [2]

4. MATERIAŁY WYKORZYSTYWANE W TECHNOLOGII FFF/FDM

Materiały wykorzystywane w technologii FDM/FFF nazywane są filamentami. Filamenty można podzielić z uwagi na typ i materiał:

PLA - Wykonane są z polilaktydu. Używany przez wielu domowych użytkowników drukarek 3D. Z jego pomocą drukuje się bardzo wiele różnych typów modeli. Filament PLA nie pali się, ale ma stosunkowo niską temperaturę topnienia jak na materiały stosowane w drukarkach 3D.

ABS - Filament ABS zawiera akrylonitryl-butadien-styren. Ten termoplastyczny materiał jest łatwy do formowania, a jednocześnie niezwykle trwały. Materiał ten kurczy się gwałtownie pod wpływem niskich temperatur, dlatego przy wykonywaniu nadruków należy zachować szczególną ostrożność, aby zabezpieczyć detale przed gwałtownym wychłodzeniem.

PET-G - Materiałem używanym do produkcji filamentów PETG jest politereftalan etylenu. Ten termoplastyczny materiał jest wodoodporny, odporny na zarysowania i sztywny. Wydrukowane z niego elementy mają gładką, błyszczącą powierzchnię. Używanie filamentu PETG w drukarce 3D jest bardzo proste. Dzięki temu nawet początkujący użytkownicy druku addytywnego będą zadowoleni z używania tego materiału.

TPU - Wykonane z termoplastycznego poliuretanu o gumowatym dotyku. Wydrukowane w 3D elementy wykonane z tego materiału można skompresować i szybko powrócić do pierwotnego kształtu po odkształceniu. Filament TPU ma wiele zalet. Powierzchnie wykonanych z niego modeli nie ścierają się i są odporne na wiele chemikaliów.

ASA - Materiałem używanym do produkcji filamentów ASA jest akrylonitryl-styren-akrylan. Ten termoplastyczny materiał jest wysoce odporny na wpływy środowiska, takie jak silne światło słoneczne, wiatr, zmiany temperatury i wilgotność. Dzięki temu elementy wydrukowane w 3D z użyciem filamentu ASA mogą być montowane na zewnątrz budynku [1].

Porównanie podstawowych cech materiałów wykorzystywanych w druku FFF przedstawiono na rysunku 9.

	PRINTING TEMPERATURE	BED TEMPERATURE	PRINT DIFFICULTY	STRENGTH	FLEXIBILITY	DURABILITY	RESISTANCE TO TEMPERATURE	SOLUBLE	FOOD SAFE
PLA	200 220 240	0 60	●●●	●●●	●●●	●●●	60	✗	✓
PLA 3D850	200 210 220	0 60	●●●	●●●	●●●	●●●	75	✗	✓
PLA 3D870	200 210 220	0 60	●●●	●●●	●●●	●●●	75	✗	✗
EASY PRINT	190 200 210	0 60	●●●	●●●	●●●	●●●	55	✗	✓
WOOD	200 220 240	0 60	●●●	●●●	●●●	●●●	60	✗	✗
BOUN	210 220 230	0 60	●●●	●●●	●●●	●●●	65	ACETONA	✗
ABS	230 240 250	80 100	●●●	●●●	●●●	●●●	100	ACETONA	✓
ABS HIGH IMPACT	230 240 250	80 100	●●●	●●●	●●●	●●●	100	ACETONA	✗
ABS FIREPROOF	210 220 230	80 100	●●●	●●●	●●●	●●●	95	ACETONA	✗
ABS MEDICAL	230 240 250	80 100	●●●	●●●	●●●	●●●	100	ACETONA	✓
FLEX	215 225 235	0 100	●●●	●●●	●●●	●●●	105	✗	✗
HIPS	225 235 245	80 100	●●●	●●●	●●●	●●●	100	D-LIMONENO	✓
PETG	215 235 255	60 90	●●●	●●●	●●●	●●●	85	✗	✓
PP	210 220 230	60 100	●●●	●●●	●●●	●●●	60	✗	✓
NYLSTRONG	245 255 265	95 110	●●●	●●●	●●●	●●●	210	✗	✗
GLACE	205 220 235	70	●●●	●●●	●●●	●●●	75	ALCOHOL	✗
CLEAN	190 220 250	—	—	—	—	—	—	—	—
SUPPORT	210 240 270	70 100	●●●	●●●	●●●	●●●	—	D-LIMONENO	✗

Rysunek 9. Porównanie cech filamentów stosowanych w druku fff [3]

Figure 9. 3D printing filaments comparison [3]

5. RECYKLING MATERIAŁÓW WYKORZYSTYWANYCH W DRUKU 3D

W celu zmniejszenia zanieczyszczenia środowiska i zwiększenia efektywności produkcji, istotne jest znalezienie skutecznych metod recyklingu materiałów stosowanych w druku 3D. Istnieją różne techniki recyklingu, takie jak mechaniczne i chemiczne przetwarzanie odpadów, które mogą być stosowane do różnych materiałów, jak plastik, metal i żywica. Ważne jest, aby wybrać odpowiednią technikę recyklingu dla danego materiału, ponieważ niektóre materiały są trudniejsze do recyklingu niż inne. Ponadto, ważne jest, aby zapewnić odpowiednie oznakowanie i segregację odpadów, aby ułatwić proces recyklingu.

Recykling materiałów polimerowych używanych w druku 3D jest ważnym sposobem na zmniejszenie ilości odpadów i zużycia surowców. Proces recyklingu polega na ponownym przetworzeniu odpadów polimerowych w nowe materiały, które mogą być ponownie wykorzystane do produkcji przedmiotów z druku 3D. Istnieją różne metody recyklingu materiałów polimerowych używanych w druku 3D, takie jak termiczne przekształcanie, chemiczne przetwarzanie i mechaniczne przetwarzanie. Każda z tych metod ma swoje wady i zalety, a wybór odpowiedniej metody zależy od rodzaju materiałów, które są recyklingowane, oraz od oczekiwanego efektu końcowego. Recykling materiałów polimerowych używanych w

druku 3D jest ważnym krokiem w kierunku zrównoważonej produkcji i konsumpcji, a badania nad nowymi metodami recyklingu są niezwykle ważne dla rozwoju tej dziedziny.

Metody te można podzielić na:

- termiczne przekształcanie: polega na przetwarzaniu odpadów polimerowych za pomocą wysokiej temperatury i bez udziału tlenu. Może być wykonywane za pomocą różnych urządzeń, takich jak piekarniki lub piecyki do termicznego przekształcania. Ten sposób recyklingu jest prosty i niedrogi, ale może prowadzić do utraty jakości materiału w wyniku degradacji termicznej;
- chemiczne przetwarzanie: polega na przetwarzaniu odpadów polimerowych za pomocą różnych chemikaliów. Może być wykonywane za pomocą różnych metod, takich jak hydroliza, depolimeryzacja czy kataliza. Ten sposób recyklingu jest skuteczny, ale może być drogi i toksyczny dla środowiska. Materiały, które są łatwiejsze do recyklingu chemicznego, to te o prostych strukturach chemicznych i niskiej zawartości zanieczyszczeń, takie jak polietylen, polipropylen czy polistyren,
- mechaniczne przetwarzanie: polega na przetwarzaniu odpadów polimerowych za pomocą różnych maszyn i urządzeń, takich jak młyny, sita czy granulatory. Ten sposób recyklingu jest prosty i niedrogi, ale może prowadzić do utraty jakości materiału w wyniku degradacji mechanicznej.



Rysunek 10. Recykling odpadów plastikowych z druku 3D [4]

Figure 10. Recycle 3D printing plastic waste [4]

Recykling materiałów drukowanych 3D ma szereg korzyści, takich jak [5-7]:

- oszczędność surowców: recykling materiałów drukowanych 3D pozwala na ponowne wykorzystanie surowców, co prowadzi do mniejszej potrzeby ich wydobycia i produkcji,
- oszczędność energii: proces recyklingu materiałów drukowanych 3D zazwyczaj wymaga mniej energii niż produkcja nowych materiałów z surowców wtórnych,
- graniczenie emisji dwutlenku węgla: Recykling materiałów drukowanych 3D może prowadzić do mniejszej emisji dwutlenku węgla, ponieważ proces ten wymaga mniej energii i nie wymaga wydobycia surowców,
- poprawa wydajności drukarek 3D: Recykling materiałów drukowanych 3D może również poprawić wydajność drukarek 3D, ponieważ pozwala na zmniejszenie ilości odpadów i zmniejszenie kosztów produkcji.

6. PODSUMOWANIE

Druk 3D jest technologią, która swój największy rozwój ma wciąż przed sobą. Z dnia na dzień pojawia się więcej perspektyw jego wykorzystania i kolejnych materiałów do jego wytwarzania. Istotnym aspektem rozwoju jest jego recykling i to będzie kierunkiem rozwoju w ciągu najbliższych lat.

PODZIĘKOWANIE

Niniejsze opracowanie powstało w ramach działań Studenckiego Koła Naukowego „GYROID” działającego przy Katedrze Materiałów inżynierskich i Biomedycznych na wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej w Gliwicach.

Praca powstała w wyniku realizacji projektu w ramach kształcenia zorientowanego projektowo-PBL, w konkursie VIII w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza, Politechnika Śląska.

The publication is result of cooperation within the Visegrad Scholarship Program 2022/2023.



LITERATURA

1. pl.wikipedia.org/wiki/Drukowanie_przestrzenne (dostęp dnia 09.01.2023)
2. 3dwpraktyce.pl/rodzaje-technologie-druku-3d/ (dostęp dnia 09.01.2023)
3. smartmaterials3d.com (dostęp dnia 09.01.2023)
4. <https://www.3dnatives.com/> (dostęp dnia 09.01.2023)
5. dodrukarki.pl/blog/drukarki-3d-czyli-o-recyklingu-filamentow.html (dostęp dnia 25.12.2022)
6. G. Zhu, J. Zhang, J. Huang, Y. Qiu, M. Liu, J. Yu, C. Liu, Q. Shang, Y. Hu, L. Hu, Y. Zhou, Recyclable and reprintable biobased photopolymers for digital light processing 3D printing, Chemical Engineering Journal, Volume 452, Part 3, 2023
7. botland.com.pl/blog/filamenty-do-druku-3d-rodzaje-charakterystyka-i-zastosowania/ (dostęp dnia 27.12.2022)



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Odporność korozyjna stali austenitycznej 0H18N9

K. Gajewski, M. Magaczewski, D. Maliszak, M. Mężyński, M. Sas, R. Jaguś, M. Kciuk^a,
M. Spilka^a

^a Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,
email: monika.kciuk@polsl.pl

Streszczenie: Korozja jest poważnym problemem dotyczącym wszystkie stale, aby spowolnić ten proces można dokonać różnego rodzaju zmian w materiale. W artykule przedstawiono wyniki badań odporności korozyjnej austenitycznej stali 304, poddanej pasywacji w 4% roztworze kwasu cytrynowego oraz stężonym kwasie azotowym (V), z wykorzystaniem komory solnej.

Abstract: Corrosion is a serious problem affecting all steels, and in order to slow down the process, various types of changes can be made to the material. In this article have been presented the results of the austenitic steel 304 corrosion resistance subjected to passivation in a 4% solution of citric acid and concentrated nitric acid (V), using salt chamber.

Słowa kluczowe: pasywacja, odporność korozyjna, stal austenityczna

1. WSTĘP

Badana stal 0H18N9 (304) jest to stal chromoniklowa austenityczna, o wysokiej odporności na korozję. Jest odporna na działanie przede wszystkim korozji atmosferycznej, wody morskiej, roztworów alkalicznych, słabszych kwasów oraz wszystkich produktów żywnościowych. Ze stali 0H18N9 wykonuje się wiele elementów w urządzeniach przemysłowych, zbiorniki na wodę i kwasy, a także rurociągi do transportu wody czy chemikaliów. Wykonywane są też z niej podzespoły w urządzeniach przemysłu spożywczego i przetwórczego, poddanych działaniu agresywnych substancji korozyjnych np. soli [1-3].

Materiał ten ze względu na niską zawartość węgla jest dobrze spawalny i nie wymaga po spawaniu dodatkowych zabiegów.

Proces pasywacji ma na celu poprawienie odporności korozyjnej poprzez wytworzenie warstwy pasywnej, czyli trwałej warstwy tlenków (głównie Cr₂O₃), mających za zadanie opóźnić proces korozyjny. Warstwa pasywna powstaje w wyniku reakcji chemicznej pomiędzy metalem, a otaczającym go środowiskiem. Jej grubość zależy od wielu czynników, takich jak rodzaj stali i warunki pasywacji (temperatura, czas) i zazwyczaj waha się od kilku do kilkudziesięciu nanometrów [2,4,5].

Zwykle do pasywacji wykorzystywany jest roztwór kwasu azotowego (V) [3], ale ze względu na niebezpieczeństwo związane z pracą z tym kwasem oraz problemy z utylizacją wykorzystano w badaniach bezpieczny dla użytkownika oraz środowiska roztwór kwasu cytrynowego, a następnie porównano efektywność tych kwasów w tworzeniu warstwy pasywnej.

2. MATERIAŁ DO BADAŃ I METODYKA BADAWCZA

Badania zostały wykonane na próbkach ze stali nierdzewnej kwasoodpornej austenitycznej 0H18N9 (304), której skład chemiczny został podany w tabelicy 1.

Tablica 1. Skład chemiczny stali 0H18N9

Table 1. Chemical composition of 0H18N9 steel

Fe	C	Si	Mn	Cr	Ni	Ti
68,83%	0,0561%	0,542%	1,8133%	17,8%	8,92%	0,0039%

Próbki badanej stali zostały poddane pasywacji w 4% kwasie cytrynowym (w temperaturze otoczenia, 40°C i 60°C) w czasie 60 i 120 minut oraz stężonym kwasie azotowym (V) w czasie 15 minut.

Badania metalograficzne mikroskopowe zostały przeprowadzone na zgładach wykonanych z odpowiednio wyciętych próbek, a następnie szlifowanych przy użyciu wodnych papierów ściernych o gradacji 220, 500 oraz 1200. W dalszej kolejności zgłady polerowano na filcowych tarczach za pomocą past diamentowych o wielkości ziarna 9 μ , 3 μ i 1 μ . Końcowym etapem przygotowania zgładu było trawienie w temperaturze pokojowej w wodzie królewskiej w czasie 5s. Obserwacje mikrostruktury przeprowadzono na mikroskopie świetlnym Axio Observer firmy ZEISS przy powiększeniach 500x i 1000x.

Badania korozyjne wykonano w komorze solnej firmy Ascott CC450iP zgodnie z normą PN-EN ISO 9227. Próbki zostały umieszczone w komorze solnej na czas 96h, gdzie poddane były ekspozycji 5% mgły solnej wodnego roztworu chlorku sodu, w temperaturze 35°C i warunkach 100% wilgotności.

Odporność korozyjną określono na podstawie metody grawimetrycznej, polegającej na wyznaczeniu ubytku masy V_C (1) próbek oraz liniowej szybkości korozji V_P (2) i (3).

Ubytek masy wylicza się ze wzoru:

$$V_c = \frac{\Delta m}{S \cdot t} \quad (1)$$

gdzie:

V_C – ubytek masy próbki [g/(m²·doba)]

Δm – zmiana masy próbki [g]

S – pole powierzchni całkowitej próbki poddanej działaniu czynnika korozyjnego [m²]

t – czas trwania korozji [doba]

Szybkość korozji wylicza się ze wzoru:

$$V_p = V_c \cdot \alpha \quad (2)$$

$$\alpha = \frac{365}{(1000 \cdot d)} \quad (3)$$

gdzie:

V_p – szybkość korozji [mm/rok]

V_c – ubytek masy próbki [$\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{doba})$]

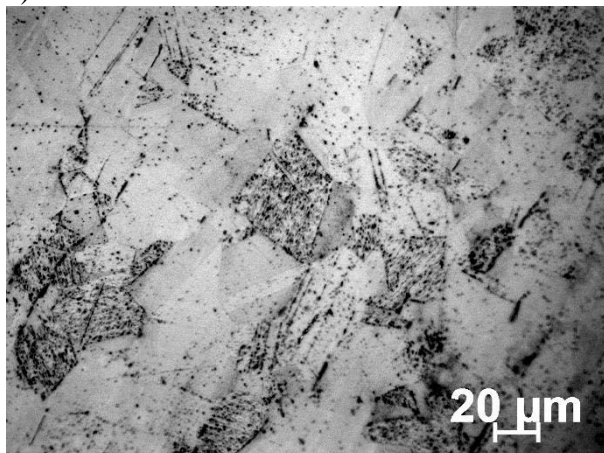
α – przelicznik, który uwzględnia gęstość badanej stali, wynoszącą $7,85 \text{ g}/\text{cm}^3$

Końcowym etapem eksperymentów były badania fraktograficzne po próbach korozyjnych, z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego Leica wersji DVM6 A przy powiększeniu 100x.

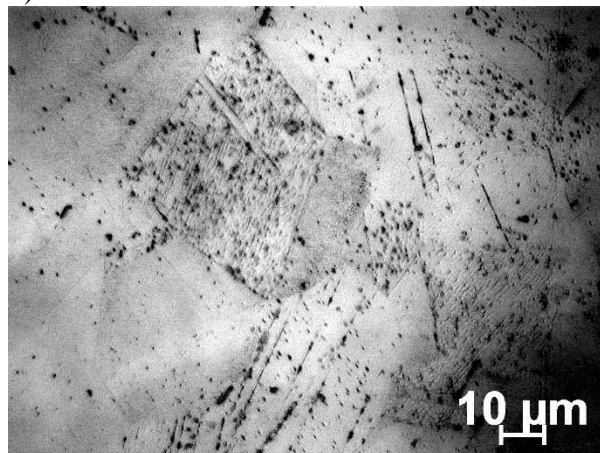
3. WYNIKI BADAŃ I ICH ANALIZA

Badania metalograficzne pozwoliły na określenie struktury badanej stali. Wykazano, iż materiał charakteryzuje się typową strukturą austenityczną, widoczne są ziarna austenitu z wykształconymi bliźniakami. Dodatkowo zidentyfikowano węgliki rozmieszczone wewnątrz ziarna i na jego granicach (Rysunek 1.).

a)



b)



Rysunek 1. Mikrostruktura stali 304 w stanie wyjściowym a) 500x, b) 1000x

Figure 1. Microstructure of steel in initial state a) 500x, b) 1000x

Głównym celem badawczym było określenie odporności korozyjnej analizowanej stali w stanie wyjściowym oraz po przeprowadzonej pasywacji w kwasie azotowym i cytrynowym. W wyniku przeprowadzonych badań w komorze solnej oraz na podstawie metody grawimetrycznej stwierdzono, iż analizowana stal charakteryzuje się bardzo dobrą odpornością korozyjną prawie we wszystkich stanach przeprowadzonej pasywacji i klasyfikuje się ją do grupy materiałów bardzo odpornych (Tablica 2 i 3).

Wyjątek stanowi próbka poddana pasywacji w kwasie cytrynowym o temperaturze 60°C przez 60 minut. W tych parametrach pasywacji stal klasyfikowana jest jako odporna, podobnie jak materiał w stanie wyjściowym. Pozwala to na stwierdzenie, iż kwas cytrynowy o zaproponowanym stężeniu skutecznie może zabezpieczać stal przed agresywnym czynnikiem korozyjnym, jakim są jony chlorkowe. Jony halogenkowe (Cl^-) mogą powodować zniszczenie warstwy pasywnej raczej o charakterze lokalnym (nie obejmujące całej powierzchni), co prawdopodobnie wynika z drobnych różnic w grubości i budowie wytworzonej warstwy pasywnej.

Tablica 2. Wyniki badań korozyjnych z użyciem komory solnej po 4 dobach.

Table 2. Results of the corrosion tests using the salt chamber after 4 days.

Oznaczenie próbki	Zmiana masy próbki [g]	Pole powierzchni całkowitej [m ²]	Ubytek masy próbki Vc [g/(m ² *doba)]	Szybkość korozji Vp [mm/rok]
W	0,0005	0,000251995	0,4960416	0,022812
HNO ₃	0,0002	0,000251496	0,19881	0,009185
P 60 minut	0,0002	0,000251194	0,19905	0,009196
P 120 minut	0,0001	0,000252205	0,0991258	0,0045796
40 °C 60 minut	0,0001	0,00025075	0,0997009	0,004606
40 °C 120 minut	0,0001	0,000252431	0,0990372	0,004575
60 °C 60 minut	0,0004	0,000250549	0,399123	0,018439
60 °C 120 minut	0,0001	0,000250699	0,0997213	0,004607

W - stan wyjściowy, P - temperatura pokojowa

Metoda grawimetryczna pozwala dokonać klasyfikacji próbek ze względu na ich odporność korozyjną. Parametrem decydującym o klasyfikacji stali jest współczynnik szybkości korozji V_p. Zastosowana metoda grawimetryczna jest dokładna, jeśli chodzi o uzyskanie danych dotyczących odporności materiałów w określonych warunkach.

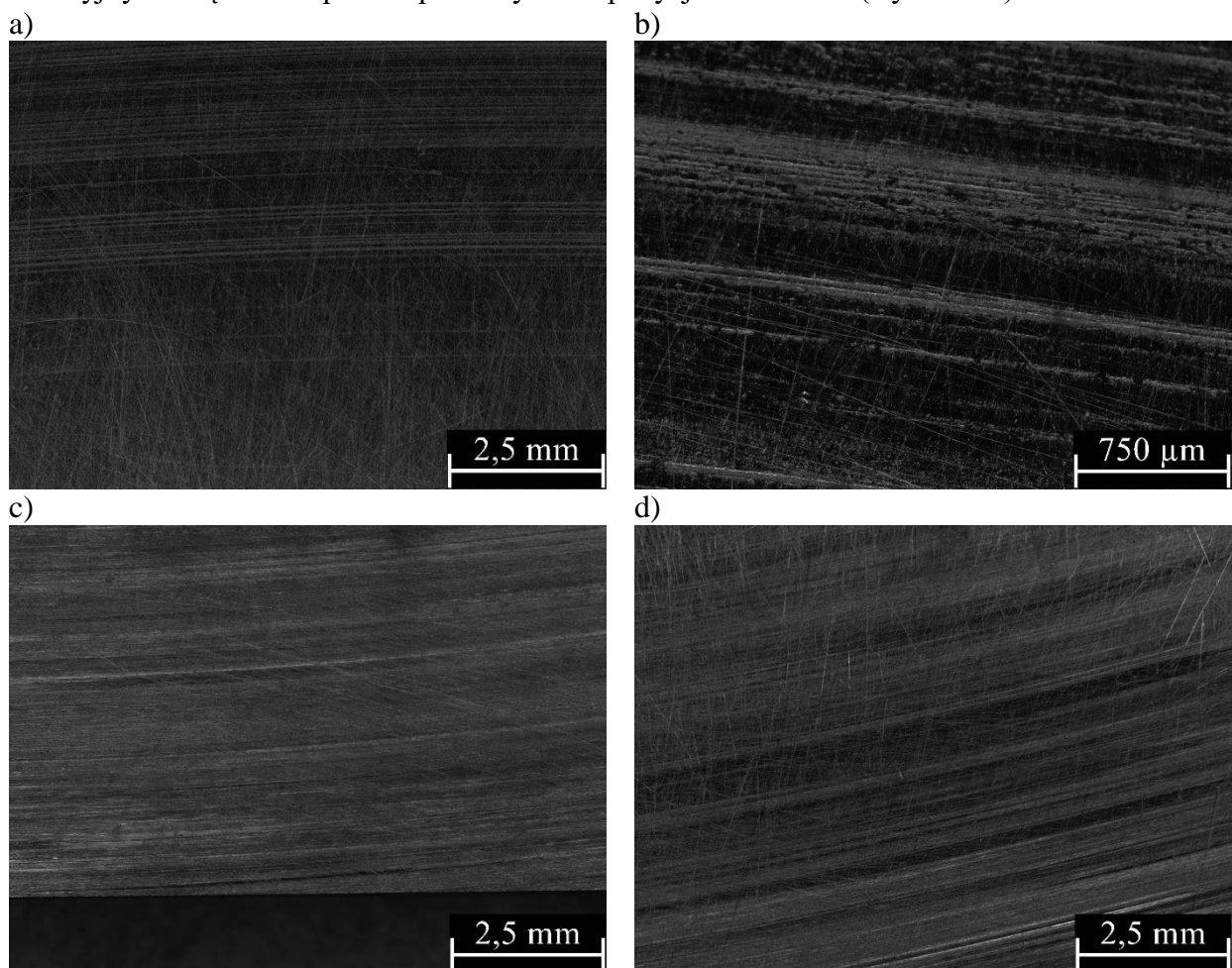
Tablica 3. Klasyfikacji odporności korozyjnej badanej stali

Table 3. Corrosion resistance classification of the investigated steel

Oznaczenie próbki	Szybkość korozji Vp [mm/rok]	Grupa odporności korozyjnej	Stopień odporności korozyjnej
W	0,022812	Odporne	4
HNO ₃	0,009185	Bardzo odporne	3
P 60 minut	0,009196	Bardzo odporne	3
P 120 minut	0,0045796	Bardzo odporne	2

40 °C 60 minut	0,004606	Bardzo odporne	2
40 °C 120 minut	0,004575	Bardzo odporne	2
60 °C 60 minut	0,018439	Odporne	4
60 °C 120 minut	0,004607	Bardzo odporne	2

Po próbach korozyjnych przeprowadzono badania fraktograficzne, pozwalające określić rodzaj i stopień zniszczeń korozyjnych. W wyniku obserwacji nie stwierdzono zniszczeń korozyjnych większości próbek poddanych ekspozycji 5% solanki (Rysunek 2).



Rysunek 2. Przykładowe próbki stali po badaniach korozyjnych: a) stan wyjściowy, b) pasywacja w kwasie cytrynowym w temperaturze 60°C /60 minut, c) pasywacja w kwasie cytrynowym w temperaturze 40°C/ 60 minut, d) pasywacja w kwasie cytrynowym w temperaturze 60°C/ 120 minut.

Figure 2. Examples of the steel after corrosion tests: a) initial state, b) passivation in citric acid at 60°C temperature/60 minutes, c) passivation in citric acid at 40°C/ 60 minutes, d) passivation in citric acid at 60°C/ 120 minutes.

Jedynie w próbkach pasywowanych w temperaturze pokojowej w czasie 60 minut widoczne są spęczenia i pojedyncze wżery (Rysunek 2b).

4. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań można sformułować następujące wnioski:

- Większość próbek badanej stali po przeprowadzonej pasywacji charakteryzuje się bardzo dobrą odpornością korozyjną na działanie jonów chlorkowych w analizowanych warunkach. Wytworzona warstwa tlenkowa stanowi skuteczną barierę dla agresywnego czynnika.
- Próbki poddane pasywacji 4% roztworem kwasu cytrynowego uzyskały bardzo dobrą odporność korozyjną podobnie jak te pasywowane stężonym kwasem azotowym (V). Najgorszą odpornością korozyjną charakteryzowała się próbka pasywowana w kwasie cytrynowym w temperaturze 60°C przez 60 minut, jednak mimo gorszych parametrów niż pozostałe próbka klasyfikuje się do grupy materiałów odpornych.
- Poprawnie wykonana pasywacja zapewnia zastosowanie stali w środowiskach agresywnych zawierających wysokie stężenie chlorków.
- Po próbach korozyjnych na powierzchni większości próbek nie stwierdzono zniszczeń korozyjnych. Wyjątek stanowi próbka pasywowana w temperaturze 60°C w czasie 60 minut, na powierzchni której zidentyfikowano spęczenia i nieliczne wżery.
- Zastosowanie kwasu cytrynowego do pasywacji stali austenitycznej jako zamiennika stężonego kwasu azotowego (V), biorąc pod uwagę uzyskany efekt w odniesieniu do poniesionych kosztów (utylicacja, ochrona środowiskowa), jest zasadne.

LITERATURA

1. L.A. Dobrzański “Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo”, WNT, Gliwice 2002
2. M. Kułakowski, K. Rokosz “Metody elektrochemiczne obróbki stali używanych w transporcie”, Autobusy 7-8/2017, 353-356
3. K. Rokosz, T. Hryniewicz, G. Solecki, Ł. Dudek “Badania porównawcze odporności korozyjnej stopowej stali austenitycznej AISI 304L (EN 1.4307) po walcowaniu na zimno oraz po pasywowaniu w kwasie azotowym HNO₃”, Autobusy 6/2015, 198-201
4. T. Burakowski, T. Wierzchoń, “Surface Engineering of Metals: Principles, Equipment, Technologies”, CRC Press 1998
5. T. Hryniewicz, “Technologia powierzchni i powłok”, Politechnika Koszalińska 1999
6. <https://demet.pl/oferta/stal-kwasoodporna/0h18n9-1-4301-304/> (dostęp na dzień 23.12.2022)



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Odporność korozyjna stali ferrytycznej X3CrTi17

K. Gajewski, M. Magaczewski, D. Maliszak, M. Mężyński, M. Sas, R. Jaguś, M. Kciuk^a,
M. Spilka^a

^a Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,
email: monika.kciuk@polsl.pl

Streszczenie: Korozja to proces chemicznej lub elektrochemicznej degradacji materiałów, w wyniku ich kontaktu z otoczeniem. Może to prowadzić do osłabienia struktury materiału i utraty jego właściwości mechanicznych, a nawet do całkowitej destrukcji. W ramach badań przeprowadzono proces pasywacji stali w 4% roztworze kwasu cytrynowego oraz w stężonym kwasie azotowym(V), a następnie wykonano badania metalograficzne oraz korozyjne z wykorzystaniem komory solnej.

Abstract: Corrosion is a process of chemical or electrochemical degradation of materials as a result of their contact with the environment. This can lead to weakening of the material's structure and loss of its mechanical properties, or even complete destruction. As part of the research, the steel passivation process was carried out in a 4% citric acid solution and in concentrated nitric acid (V), and then metallographic and corrosion tests were carried out using a salt chamber.

Słowa kluczowe: np.: pasywacja, odporność korozyjna, stal ferrytyczna

1. WSTĘP

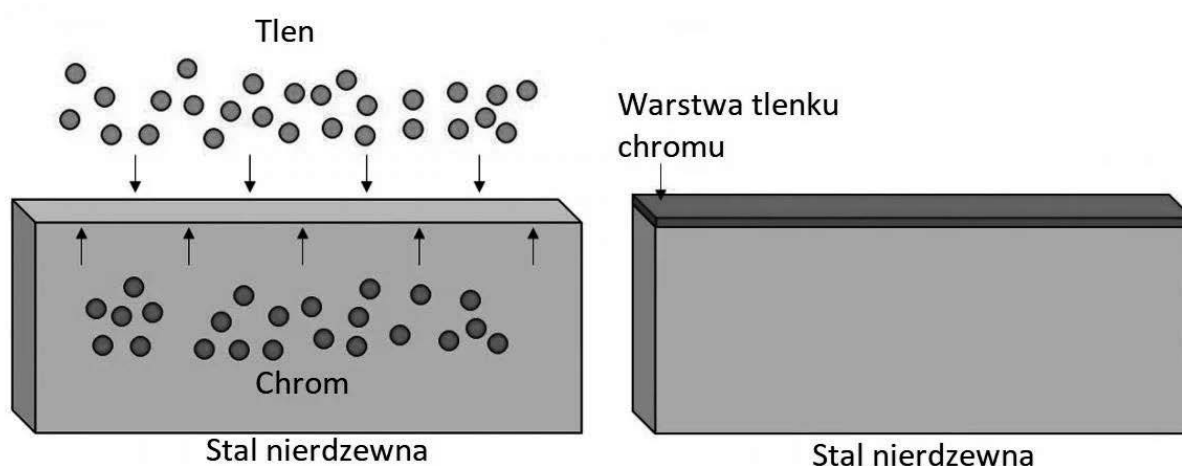
Stal X3CrTi17 jest stalą ferrytyczną, dobrze spawalną i odporną na korozję ogólną, międzykrystaliczną i wżerową, natomiast podatna jest na korozję naprężeniową. Jest łatwo formowana na zimno i podatna do obróbki skrawaniem. Wśród zastosowań w przemyśle samochodowym można wymienić układy wydechowe - tłumiki, rury, katalizatory. Dodatkowo stal ta znalazła zastosowanie w produkcji sprzętu dla cukrowni czy urządzeń dla gastronomii. Materiał ten wykorzystywany jest w środowiskach podatnych na zmianę temperatury, z wysoką wilgotnością oraz w atmosferach silnie korozyjnych [1,2].

Pasywacja polega na utworzeniu szczelnej i chroniącej warstwy tlenków, której zadaniem jest spowolnienie procesów korozyjnych. Warstwa tlenków wytworzona na materiale wykazuje właściwości wysoce odporne na działanie środowiska zewnętrznego oraz osłabia reakcje zachodzące w danym środowisku. Zostaje utworzona w wyniku reakcji chemicznej pomiędzy metalem a środowiskiem zewnętrznym (Rysunek 1). Pasywacja może być procesem naturalnym (wytworzenie się warstwy tlenków np. na powierzchni aluminium, tytanu) albo

przeprowadzonym sztucznie. W procesie sztucznej pasywacji używa się kwasów silnie utleniających, z których najczęściej wykorzystywany jest stężony kwas azotowy (V) [3].

Grubość warstwy tlenków mieści się w zakresie od kilku do kilkudziesięciu nanometrów i zależy od wielu czynników, na przykład takich jak: rodzaj metalu, parametry pasywacji (czas, temperatura), czynniki związane ze środowiskiem korozyjnym. Stabilność warstwy pasywnej zależy od składu stali nierdzewnej, wykończenia jej powierzchni oraz stopnia korozyjności środowiska [4].

Głównym dodatkiem stopowym powodującym wzrost odporności korozyjnej stopów żelaza jest chrom, który nadaje im właściwości pasywne przez utworzenie na powierzchni żelaza szczelnej warstwy składającej się z tlenku chromu (III) lub jego mieszaniny z tlenkami żelaza. Aby wytworzona warstewka tlenkowa zapewniała pełną ochronę stopu przed korozyjnym działaniem środowiska, zawartość chromu w stopie powinna przekraczać 10,5% wagowych [5,6].



Rysunek 1. Schemat powstawania warstwy pasywnej [7].

Figure 1. Diagram of the formation of the passive layer [7].

2. MATERIAŁ DO BADAŃ I METODYKA BADAWCZA

W ramach części doświadczalnej badano wpływ zastosowanej pasywacji na odporność korozyjną analizowanej stali. Badaniom poddano próbki ze stali nierdzewnej ferrytycznej X3CrTi17 (430Ti), której skład chemiczny został przedstawiony w tablicy 1.

Tablica 1. Skład chemiczny stali X3CrTi17

Table 1. Chemical composition of X3CrTi17 steel

Fe	C	Si	Mn	Cr	Nb	Ti
79,26%	0,0511%	0,796%	0,407%	17,53%	0,594%	0,163%

Próbki badanej stali zostały poddane pasywacji w 4% kwasie cytrynowym (w temperaturze otoczenia, 40°C i 60°C) w czasie 60 i 120 minut oraz stężonym kwasie azotowym (V) w czasie 15 minut.

Obserwacje metalograficzne mikroskopowe zostały przeprowadzone na zglądach wykonanych z odpowiednio wyciętych próbek, a następnie szlifowanych przy użyciu wodnych papierów ściernych o gradacji 220, 500 oraz 1200. Polerowanie wykonano na filcowych tarczach za pomocą past diamentowych o wielkości ziarna 9 μ , 3 μ i 1 μ . W celu ujawnienia struktury materiału zgląd trawiono w temperaturze pokojowej w wodzie królewskiej w czasie 5s. Obserwacje mikrostruktury przeprowadzono na mikroskopie świetlnym Axio Observer firmy ZEISS przy powiększeniach 500x i 1000x.

Badania korozyjne wykonano w komorze solnej firmy Ascott CC450iP zgodnie z normą PN-EN ISO 9227. Próbki zostały umieszczone w komorze solnej na czas 96h, gdzie poddane były ekspozycji 5% mgły solnej wodnego roztworu chlorku sodu, w temperaturze 35°C i warunkach 100% wilgotności. Do oceny wyników badań spośród wielu różnych kryteriów zastosowano analizę wyglądu próbek po testach korozyjnych oraz zmianę masy próbek.

Odporność korozyjną określono na podstawie metody grawimetrycznej, polegającej na wyznaczeniu ubytku masy $V_c(1)$ próbek oraz liniowej szybkości korozji V_p (2) i (3).

Ubytek masy wyliczono się ze wzoru:

$$V_c = \frac{\Delta m}{S \cdot t} \quad (1)$$

gdzie:

V_c – ubytek masy próbki [g/(m²·doba)]

Δm – zmiana masy próbki [g]

S – pole powierzchni całkowitej próbki poddanej działaniu czynnika korozyjnego [m²]

t – czas trwania korozji [doba]

Szybkość korozji określono korzystając ze wzoru:

$$V_p = V_c \cdot \alpha \quad (2)$$

$$\alpha = \frac{365}{(1000 \cdot d)} \quad (3)$$

gdzie:

V_p – szybkość korozji [mm/rok]

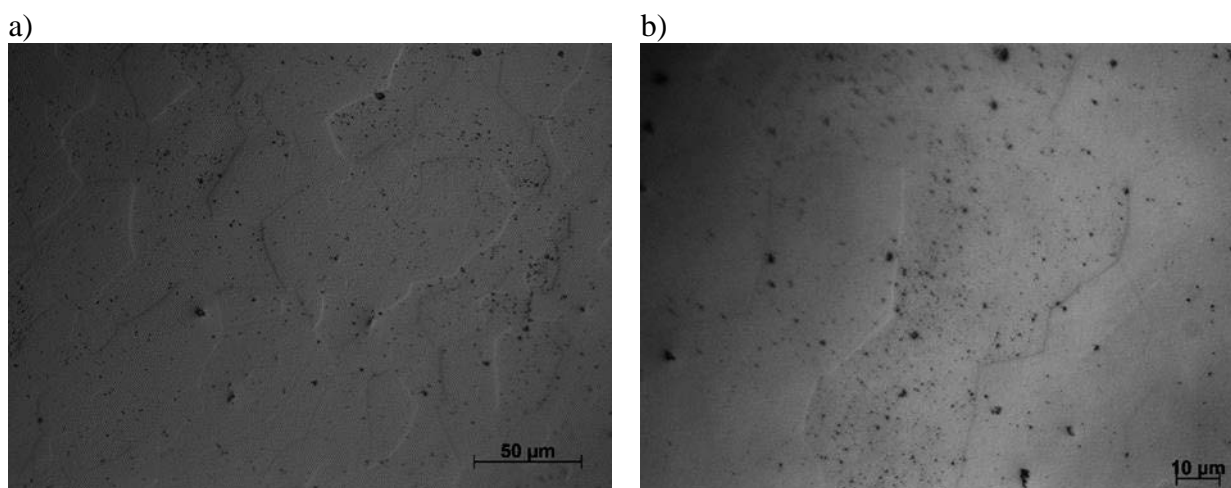
V_c – ubytek masy próbki [g/(m²·doba)]

α – przelicznik, który uwzględnia gęstość badanej stali, wynoszącą 7,85 g/cm³

Ostatnim etapem badań analiza stanu powierzchni próbek po eksperymentach korozyjnych, z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego Leica wersji DVM6 A przy powiększeniu 100x.

3. WYNIKI BADAŃ I ICH ANALIZA

Na rysunku 2 przedstawiono strukturę stali X3CrTi17 w stanie wyjściowym. Wykazano, iż badany materiał charakteryzuje się typową strukturą ferrytyczną – widoczne są ziarna ferrytu o zróżnicowanej wielkości.



Rysunek 2. Mikrostruktura stali X3CrTi17 w stanie wyjściowym a) 500x, b) 1000x,
 Figure 2. Microstructure of the X3CrTi17 steel in initial state a) 500x, b) 1000x

Zachowanie korozyjne stali po przeprowadzonej pasywacji w stężonym kwasie azotowym i w 4% roztworze kwasu cytrynowego badano metodą grawimetryczną po ekspozycji analizowanych próbek w komorze solnej w czasie 96h. Wyniki badań zestawiono w tabelicy 2. Najwyższą odpornością korozyjną wykazała się próbka stali poddana pasywacji w stężonym kwasie azotowym (V).

Dane literaturowe potwierdzają, iż kwas ten jest powszechnie stosowany ze względu na pożądaną odporność korozyjną stali, jednak utylizacja i neutralizacja ścieków poprodukcyjnych są obecnie jednym z głównych problemów ze względu na konieczność ochrony środowiska. Stąd próba zastąpienia kwasu azotowego mniej agresywnym i bezpiecznym dla środowiska kwasem cytrynowym.

Tabela 2. Wyniki badań korozyjnych z użyciem komory solnej (po 4 dobach).

Table 2. Results of gravimetric tests using the salt chamber (after 4 days).

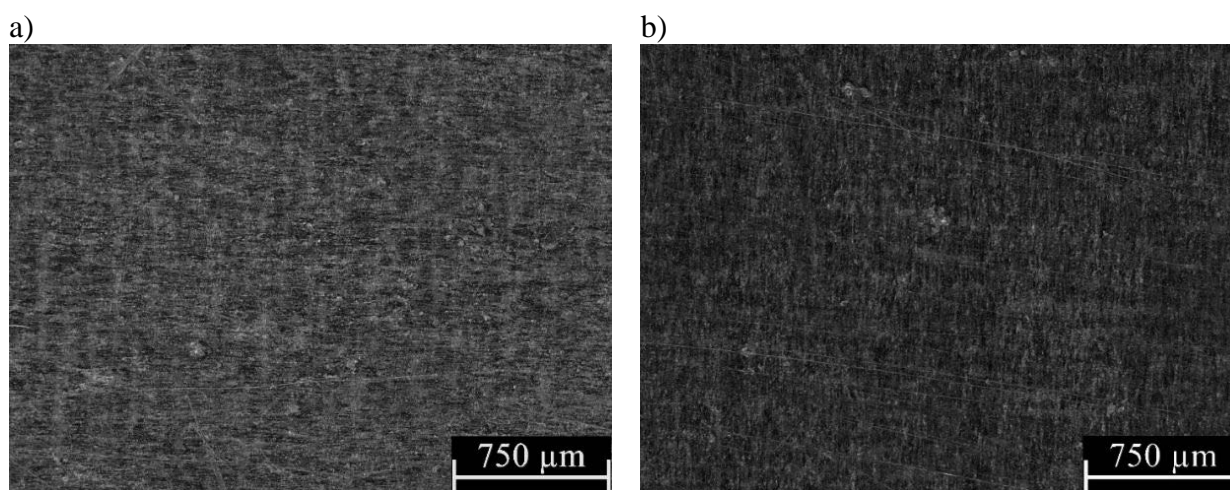
Oznaczenie próbki	Zmiana masy próbki [g]	Pole powierzchni całkowitej [m ²]	Ubytek masy próbki Vc [g/(m ² · doba)]	Szybkość korozji Vp [mm/rok]	Określenie grupy odporności korozyjnej
W	0,0004	0,00021782	0,459094	0,0211	Odporne
HNO ₃	0	0,00025735	0	0	Całkowicie odporne
P 60 minut	0,0001	0,00023382	0,106920	0,0047	Bardzo odporne
P 120 minut	0,0001	0,00023249	0,107532	0,0049	Bardzo odporne
40°C/60 minut	0,0002	0,00020936	0,238823	0,0110	Odporne

40°C/120 minut	0,0001	0,00023386	0,106902	0,0049	Bardzo odporne
60°C/60 minut	0,0001	0,00027208	0,091885	0,0042	Bardzo odporne
60°C/120 minut	0,0002	0,00023794	0,210137	0,0096	Odporne

Na podstawie uzyskanych wyników pasywacji w kwasie cytrynowym wykazano zadowalającą odporność korozyjną badanego materiału zarówno po pasywacji przeprowadzonej w temperaturze pokojowej jak i w temperaturze 40°C/120 minut oraz w temperaturze 60°C/60 minut. Materiał o tych parametrach klasyfikuje się do grupy materiałów bardzo odpornych. W pozostałych stanach stal została zaklasyfikowana do materiałów odpornych na działanie jonów chlorkowych.

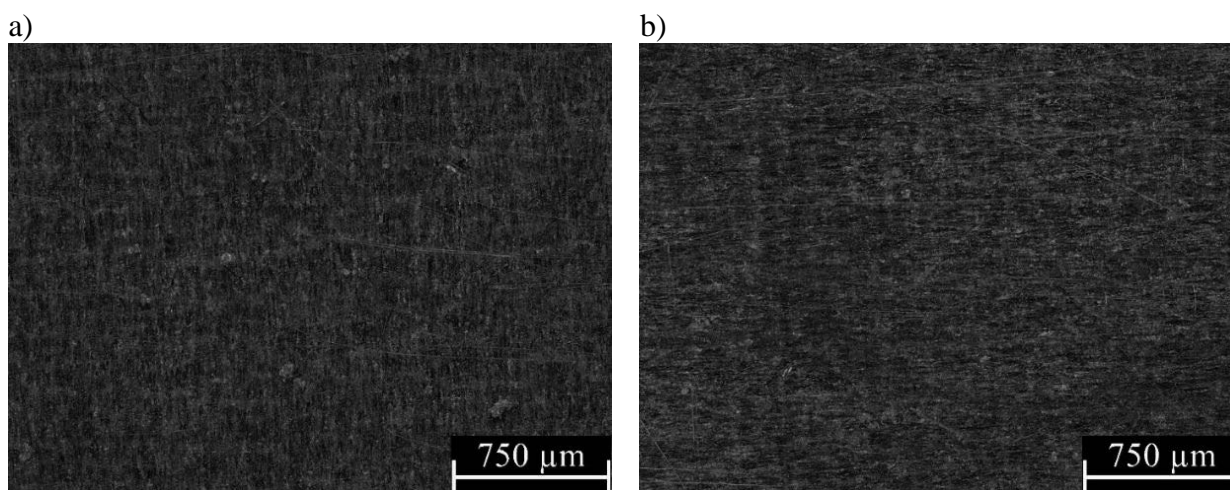
Po próbach korozyjnych przeprowadzono badania pozwalające określić rodzaj uszkodzeń korozyjnych oraz stopień degradacji próbek. Wyniki badań przedstawiono na rysunkach 3 -6. Pogorszenie odporności korozyjnej stwierdzono dla próbki poddanej pasywacji w 4% kwasie cytrynowym w temperaturze 40°C/60minut oraz próbki pasywowanej w 4% kwasie cytrynowym w temperaturze 60°C/120minut. Na powierzchni tych próbek zidentyfikowano uszkodzenia korozyjne w postaci wżerów, rozmieszczonych równomiernie na całej powierzchni. Dodatkowo widoczne są pojedyncze spęczenia (Rysunek 5a i 6b).

W pozostałych próbkach widoczne są pojedyncze uszkodzenia korozyjne prawdopodobnie o charakterze powierzchniowym, o niewielkim stopniu penetracji w głąb materiału. .



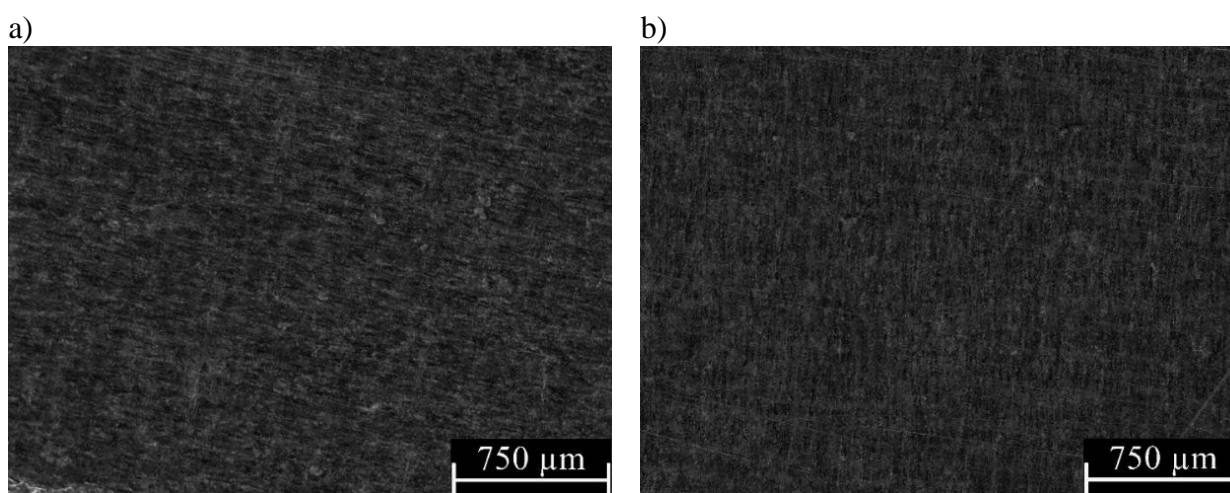
Rysunek 3. Powierzchnia stali X3CrTi17 po próbach korozyjnych: a) stan wyjściowy, 100x b) po pasywacji w HNO₃, 100x,

Figure 3. Surface of the X3CrTi17 steel after corrosion tests a) initial state, 100x b) after passivation in HNO₃, 100x,



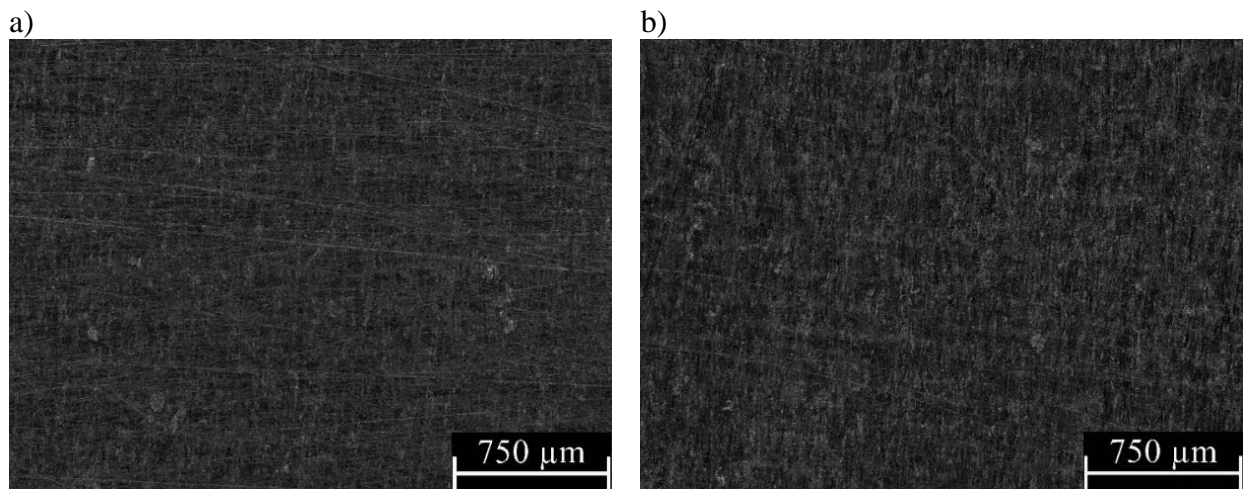
Rysunek 4. Powierzchnia stali X3CrTi17 po próbach korozyjnych: a) po pasywacji w 4% kwasie cytrynowym w temperaturze pokojowej/60minut, 100x b) po pasywacji s 4% kwasie cytrynowym w temperaturze pokojowej/120minut, 100x

Figure 4. Surface of the X3CrTi17 steel after corrosion tests: a) after passivation in 4% citric acid at room temperature/60 minutes, 100x d) after passivation in 4% citric acid at room temperature/120 minutes, 100x



Rysunek 5. Powierzchnia stali X3CrTi17 po próbach korozyjnych: a) po pasywacji w 4% kwasie cytrynowym w temperaturze 40°C/60minut, 100x b) po pasywacji w 4% kwasie cytrynowym w temperaturze 40°C/120minut, 100x

Figure 5. Surface of the X3CrTi17 steel after corrosion tests a) after passivation in 4% citric acid at temperature 40°C/60 minutes, 100x b) after passivation in 4% citric acid at temperature 40°C /120 minutes, 100x,



Rysunek 6. Powierzchnia stali X3CrTi17 po próbach korozyjnych: a) po pasywacji w 4% kwasie cytrynowym w temperaturze 60°C/60minut, 100x b) po pasywacji w 4% kwasie cytrynowym w temperaturze 60°C/120minut, 100x

Figure 6. Surface of the X3CrTi17 steel after corrosion tests: a) after passivation in 4% citric acid at temperature 60°C/60 minutes, 100x b) after passivation in 4% citric acid at temperature 60°C/120 minutes, 100x

4. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań można sformułować następujące wnioski:

- Największą odpornością korozyjną charakteryzowały się próbki pasywowane kwasem azotowym (V), jednak wysoka odporność korozyjna stali ferrytycznej pasywowanej kwasem cytrynowym daje możliwość zastosowania badanego materiału w agresywnych środowiskach.
- Zastosowanie 4% kwasu cytrynowego do pasywacji, jako zamiennika stężonego kwasu azotowego (V,) powoduje wzrost odporności korozyjnej poszczególnych próbek badanej stali w stosunku do stanu wyjściowego.
- Przeprowadzone badania po próbkach korozyjnych wykazały występowanie zróżnicowanego charakteru uszkodzenia korozyjnego w zależności od zastosowanych parametrów pasywacji.

LITERATURA

1. https://emetal.eu/stal/stal_nierdzewna_kwasoodporna/stal-ferrytyczna-EN_-1.4510;-PN_-0H17T;-AISI_-439;-DIN_-X3CrTi17;-X6CrTi17/ (dostęp na dzień 22.12.2022)
2. J. Charles, J.-D. Mithieux, P.-O. Santacreu and L. Peguet The ferritic stainless family: the appropriate answer to nickel volatility?, Rev. Met. Paris, Vol. 106, N°3 (March 2009), 124-139
3. Wytrawianie i pasywacja stali nierdzewnej (Seria Materiały i Zastosowanie, zeszyt 4) Euro Inox 2004
4. "Podręcznik projektowania konstrukcji ze stali nierdzewnych" Wydanie czwarte. Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów 2017

5. B. Surowska “Wybrane zagadnienia z korozji i ochrony przed korozją” Politechnika Lubelska, Lublin 2002
6. N. Sommer, L. Grimm , C. Wolf, S. Böhm: A Novel Approach to Inhibit Intergranular Corrosion in Ferritic Stainless Steel Welds Using High-Speed Laser Cladding, *Metals* 2021, 11, 2039, 1-18
7. <https://www.walter.com/surfox/passivation> (dostęp na dzień 31.12.2022)



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Wpływ laserowej modyfikacji warstwy wierzchniej stali narzędziowych na ich strukturę i własności

K. Gawęda^a, K. Samek^a, P. Janiak^a, J. Kierepka^a, M. Paluch^a, P. Cincio^a,
M. Bonek^b, E. Tillova^c

^a Student/ka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

^c Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra materiálového inžinierstva, Žilina, Slovak Republic

Streszczenie: Niniejsza praca zawiera opracowanie danych na temat wpływu laserowej modyfikacji warstwy wierzchniej stali narzędziowych na ich strukturę i własności. Przedstawiony został przegląd literaturowy, który w szczególności skupia się na laserach diodowych HPDL. W części badawczej zawarto własności uzyskiwanych warstw dla próbki wykonanej ze spiekanej stali szybko tnącej PMHSS6-5-3 wraz z ustalonymi parametrami procesu. Wpływ mocy wiązki laserowej rozpatrywano jako bezpośredni czynnik, który agitował na charakterystykę lica.

Abstract: This paper contains a study of data on the impact of laser modification of the surface layer of tool steels on their structure and properties. A literature review has been presented, which in particular focuses on HPDL diode lasers. The research part includes the properties of the obtained layers for a sample made of s-baked high-speed steel PMHSS6-5-3 along with the determined process parameters. The influence of the laser beam power was considered as a direct factor that agitated on the characteristics of the face.

Słowa kluczowe: laser, obróbka powierzchni, obróbka laserowa, technologie materiałowe, laser HPDL

1. WSTĘP

1.1. Wprowadzenie do technologii laserowej obróbki powierzchni

W dzisiejszych czasach różne dziedziny przemysłu oraz sektory badawcze wykorzystują technologię laserową do coraz bardziej innowacyjnych rozwiązań, m.in. do modyfikacji warstwy wierzchniej materiałów [1]. Przewaga lasera nad innymi technologiami polega na możliwości wprowadzenia odpowiedniej gęstości mocy w ściśle zamierzone miejsce, pozostawiając przy tym metodą całkowicie bezstykową [2]. Wykorzystywane jest tutaj zjawisko

absorpcji uporządkowanej wiązki fotonów, która wytwarzana jest poprzez oddziaływujący laser. W miejscu jego wpływu na obrabianą powierzchnię, można zaobserwować zachodzące zmiany w strukturze oraz składzie chemicznym, które znacząco różnią się od rezultatów uzyskiwanych podczas konwencjonalnych metod obróbki cieplnej [3-4]. Celem stosowania laserowego przetapiania i stopowania jest tworzenie przesyconych drobnokrystalicznych warstw charakteryzujących się dużym zróżnicowaniem chemicznym i czystością metalurgiczną, co dzięki szybkiej krystalizacji w wyniku krzepnięcia metalu z szybkością 10^6 °C/s prowadzi do zwiększenia twardości, wytrzymałości i lepszych właściwości tribologicznych [5-6].

1.2. Lasery diodowe dużej mocy (HPDL)

Dotychczas stosowanymi laserami były głównie lasery CO₂ o pracy ciągłej i Nd:YAG o pracy impulsowej. Lasery diodowe dużej mocy (HPDL) są najnowocześniejszym źródłem energii cieplnej wykorzystywanej na skalę przemysłową. Pozwalają one na uzyskanie wyników nawet 8-krotnie lepszych niż ich gazowe odpowiedniki. Główne zalety laserów diodowych (HPDL) to [7-8]:

- wysoka sprawność energetyczna
- niezawodność lasera
- bardzo wysoki współczynnik absorpcji promieniowania dla stali
- wąska strefa wpływu ciepła
- duże prędkości przetapiania powierzchni
- precyzyjne sterowanie ilością dostarczonej energii

Powyższe atuty wpływają na bardzo wysokie własności użytkowe warstwy wierzchniej obrabianego materiału, szczególnie wysoką twardość, odporność na zużycie w najbardziej newralgicznych miejscach narażonych na niekorzystne oddziaływanie czynników niszczących [7-8].

Niniejsza praca ma na celu scharakteryzowanie parametrów technicznych, jak i technologicznych zastosowanych do stopowania i przetapiania powierzchni stali szybko tnących za pomocą lasera diodowego.

2. MATERIAŁY I METODY

Próbki wykorzystane w badaniu wykonano ze spiekanej stali szybko tnącej nie zawierającej kobaltu PMHSS6-5-3. W Tabeli 1. przedstawiono jej skład chemiczny zgodny z normą PN-EN ISO 4957:2002 [9]. Proces spiekania wyżej wymienionej stali odbywał się w założonej temperaturze 1260°C przez czas 30 minut, w atmosferze gazów ochronnych, stanowiących mieszaninę o składzie N₂-10%H₂. W celu przeprowadzenia spiekania wykorzystano piec typu rurowego, którego szybkość nagrzewania była równa 5°C/min. Dodatkowo w czasie nagrzewania wsadu do osiągnięcia temperatury spiekania, lepsze poddano deradacji termicznej. W celu uzyskania odpowiedniego kształtu próbek (wymiary 10 mm x 10mm x 55 mm) stal PMHSS6-5-3 poddano procesowi obróbki skrawaniem, a następnie w celu przygotowania próbek do stopowania przeprowadzono zabiegi obróbki cieplnej.

Tabela 1. Skład chemiczny stali PMHSS6-5-3 [9].

Table 1. Chemical composition of PMHSS6-5-3 steel [9].

Stal	Stężenie pierwiastków [% mas]							
	C	Mo	W	Cr	V	Si	S	P
PMHSS6-5-3	1,2	5	6,3	4,2	3	1,09	0,01	0,015

Proces obróbki cieplnej przebiegał dwuetapowo. Pierwszym etapem było przeprowadzenie austenitzacji próbek w kąpielowym piecu solnym. W trakcie stopniowego podgrzewania próbek do temperatury austenitzowania, zastosowano 15 minutowe przystanki izotermiczne w 650°C i 850°C. Sam proces austenitzacji odbywał się w temperaturze 1200°C przez czas 30 minut. Po tym czasie próbki były chłodzone w gorącym oleju. Następnie w piecu komorowym w ochronnej atmosferze argonu przeprowadzono odpuszczanie próbek. Proces odpuszczania wykonywano dwukrotnie, w obu przypadkach przez okres 2 godzin w temperaturze 560°C. Po wykonaniu zabiegów obróbki cieplnej, próbki były poddane piaskowaniu oraz szlifowaniu. W kolejnym kroku wykonano rowki typu „v” o głębokości 0,5 mm oraz odtłuszczono je w celu szczelnego wypełnienia ich proszkiem węgla TiC. W Tabeli 2 przedstawiono wybrane własności wymienionego proszku [10]. Po wykonaniu powyższych czynności przystąpiono do stopowania próbek laserem diodowym dużej mocy HPDL Roфин DL 020, którego wybrane dane techniczne zestawiono w Tabeli 3.

Tabela 2. Wybrane własności proszku węgla tytanu [10].

Table 2. Selected properties of titanium carbide powder [10].

Proszek	Średnia wielkość ziarna [μm]	Gęstość [g/cm ³]	Twardość [HV]	Temperatura topnienia [°C]
Węgiel tytanu	3	4,25	2800	3140

Tabela 3. Dane techniczne lasera diodowego HPDL Roфин DL 020 [11].

Table 3. Technical data of diode laser HPDL Roфин DL 020 [11].

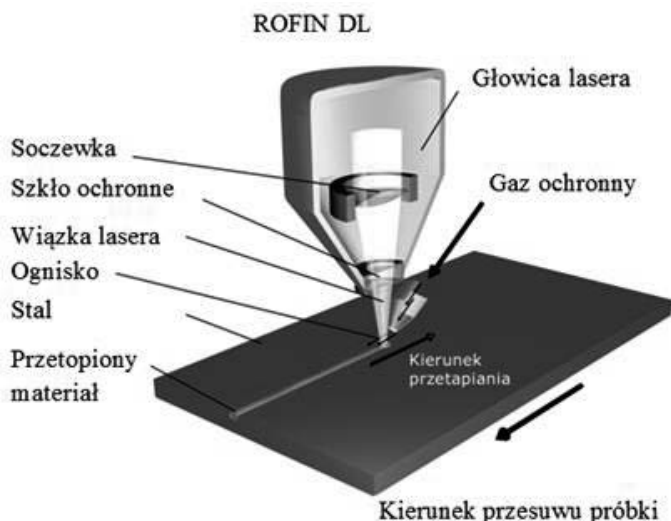
Długość fali promieniowania laserowego [nm]	808 ± 5
Moc wyjściowa wiązki laserowej (promieniowanie ciągłe) [W]	2300
Zakres mocy [W]	100-2500
Długość ogniskowa wiązki laserowej [mm]	82 / 32
Wymiary ogniska wiązki laserowej [mm]	1,8 × 6,8 / 1,8 × 3,8
Zakres gęstości mocy w płaszczyźnie ogniska wiązki laserowej [kW/cm ²]	0,8-36,5

W celu przeprowadzenia badań metalograficznych próbki należało uprzednio zainkludować. Po wykonaniu wyżej wymienionego procesu próbki były szlifowane, a następnie polerowane. Do obserwacji struktury wytworzonych warstw wierzchnich wykorzystano skaningowy mikroskop elektronowy ZEISS SUPRA 35 o parametrach: napięcie przyspieszające – 20 kV, maksymalne powiększenie – 10000x z wykorzystaniem detekcji elektronów odbitych i wtórnych. W celu zbadania zmian mikrotwardości na przekroju ścieżek laserowych jako funkcji odległości od powierzchni wykorzystano ultramikrotwardościomierz dynamiczny DUH 202. Do pomiarów użyto obciążenia 0,1 N. Badanie mikrotwardości przeprowadzano wzdłuż osi lica ściegu. Odciski wykonywano na przekroju każdej z próbek, odpowiednio do głębokości zmian strukturalnych w warstwie wierzchniej materiału.

3. WYNIKI BADAŃ

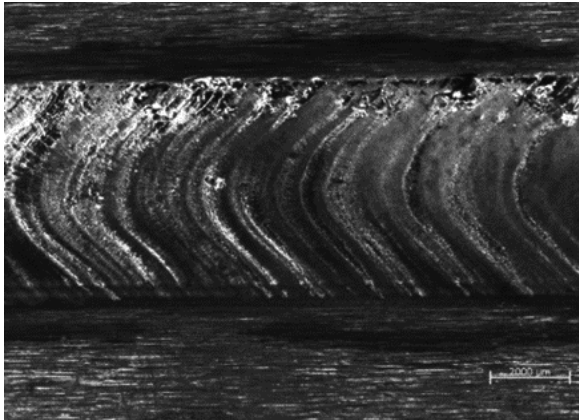
Zanim przystąpiono do właściwych badań własności uzyskiwanych warstw konieczne było przeprowadzenie badań wstępnych, pozwalających określić optymalne i stabilne warunki oraz parametry procesu. Pełna osłona obszaru przetopień jest niezbędna dla uzyskania rzetelnych wyników i doświadczalnie określono, że zapewni ją nadmuch argonu o natężeniu przepływu gazu 20 l/min przez dyszę kołową o średnicy 12mm, skierowaną przeciwnie do kierunku przetapiania, co przedstawiono na Rysunku 1. Prędkość posuwu wiązki stanowiła kolejny ważny czynnik. Uzyskano informacje, że maksymalna prędkość, przy której proces będzie przebiegał stabilnie, wynosi 0,5m/s. Czynnikiem, którego wpływ badano, była moc wiązki laserowej, używanej przy pracy z próbkami z powłoką TiC, której wartości są w zakresie 0,7 – 2,1 kW. Po wstępnych próbach zaobserwowano wyraźny wpływ parametrów procesu przetapiania, w szczególności mocy wiązki laserowej na kształt i lica ściegu, w czasie przetapiania i stopowania węglikiem TiC spiekanej stali szybkootanęcej PMHSS6-5-3, co przedstawiają Rysunki 2 i 3.

Operując we wcześniej wyznaczonych parametrach oraz w przyjętym zakresie mocy lasera, możliwy do zaobserwowania jest regularny i płaski kształt lica, charakteryzujący się dużą gładkością. Kolejną obserwowalną własnością jest brak występowania podtopień lica. Jeśli natomiast zwiększona zostanie moc lasera, zmniejszona prędkość posuwu wiązki oraz zastosuje się naniesioną wstępną warstwę powłoki węgla tytanu, obserwowalny będzie znaczny wzrost chropowatości i nieregularności lica przetopienia. W warstwie wierzchniej próbek wytworzonych z badanej stali, korzystając z metod badań metalograficznych, możliwe do zidentyfikowania są dwie strefy, których grubość jest ściśle zależna od zastosowanych parametrów obróbki laserowej. W miejscu skanowania lasera oraz w bezpośrednim sąsiedztwie zauważalna jest strefa przetopiona, natomiast w głąb oraz obok strefy przetopionej znajduje się strefa wpływu ciepła, co zostało przedstawione na Rysunku 4. W strefie przetopionej, gdzie materiał krzepnie, obserwowane są obszary o zróżnicowanej morfologii, związanej z krystalizacją stali. Występuje tam charakterystyczna dla tych obszarów wielokrotna zmiana kierunku wzrostu kryształów, co obrazuje Rysunek 5. W obszarze znajdującym się na granicy między fazami stałą i ciekłą, występują niewielkie dendryty, których główne osie zorientowane są zgodnie z kierunkami odprowadzania ciepła - zjawisko to jest widoczne na Rysunku 4.

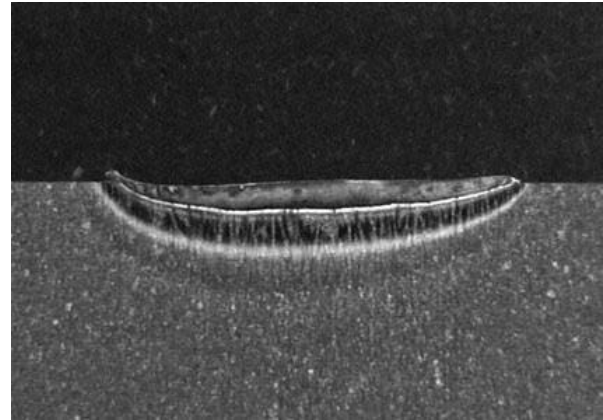


Rys. 1. Schemat stanowiska wykorzystanego podczas laserowego przetapiania i stopowania.

Fig. 1. Diagram of the station used during laser remelting and alloying.

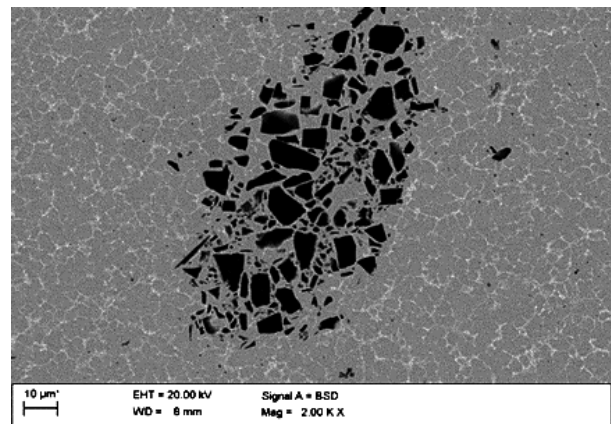
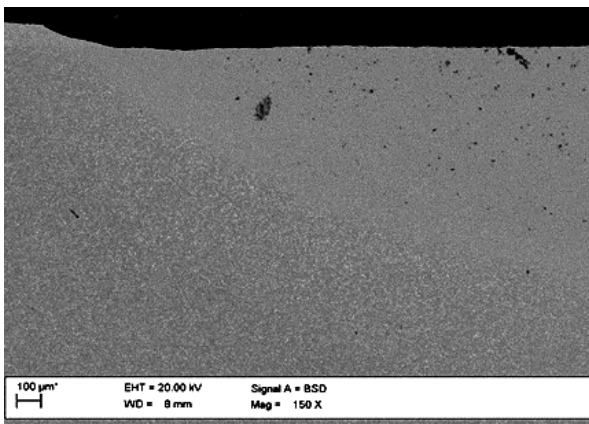


Rys. 2. Lico po stopowaniu stali PMHSS6-5-3 węglikiem tytanu TiC, moc lasera 2,1 kW
 Fig. 2. Face of weld after alloying the PMHSS6-5-3 steel with TiC titanium carbide, laser power 2.1 kW



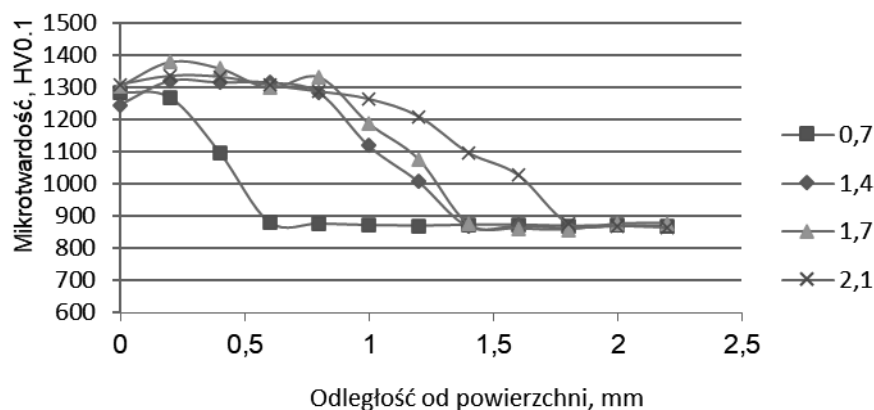
Rys. 3. Warstwa wierzchnia stali PMHSS6-5-3 po stopowaniu przy parametrach: prędkość skanowania – 0,5 m/min, moc wiązki – 1,7 kW, proszek TiC
 Fig. 3. Surface layer of PMHSS6-5-3 steel after alloying with the following parameters: scanning speed - 0.5 m/min, beam power - 1.7 kW, TiC powder

W tej strefie występują znacznie mniejsze kryształy niż w centralnej części przetopienia. Taki stan rzeczy jest spowodowany inicjowaniem procesu krzepnięcia na nierozpuszczonych węglkach i częściowo przetopionych ziarnach materiału rodzimego. Po przeprowadzeniu wyżej opisanych doświadczeń można z pełną stanowczością stwierdzić, że operując mocą lasera w założonych wcześniej zakresie, przetapianie laserowe wpływa na rozdrobnienie struktury. Bazując na pomiarach mikrotwardości na przekroju poprzecznym ścieżek laserowych w funkcji odległości od powierzchni, zauważalny jest wzrost mikrotwardości w przypadku przetapiania oraz stopowania. Największy wzrost mikrotwardości zaobserwowano w próbce stopowanej cząstkami TiC z mocą lasera 2,1 kW, której średnia mikrotwardość wynosi 1313 HV_{0,01}. Wykres zmian mikrotwardości przedstawiono na Rysunku 6.



Rys. 4. oraz Rys. 5. Warstwa wierzchnia po stopowaniu stali PHSS6-5-3 węglikiem tytanu TiC, moc lasera 2,1 kW.

Fig. 4. and Fig. 5. Surface layer after alloying PHSS6-5-3 steel with TiC titanium carbide, laser power 2.1 kW.



Rys. 6. Zmiana mikrotwardości warstwy wierzchniej stali PMHSS6-5-3 po laserowym wtapieniu węgla TiC, laserem o mocy 0,7 kW, 1,4 kW, 1,7 kW, 2,1 kW, przy stałej prędkości przetapiania 0,5 m/min.

Fig. 6. Change of the microhardness of the surface layer of PMHSS6-5-3 steel after laser melting of TiC carbide, with a laser power of 0.7 kW, 1.4 kW, 1.7 kW, 2.1 kW, at a constant melting speed of 0.5 m/min.

4. PODSUMOWANIE

Przeprowadzone badanie miało na celu określenie wpływu mocy wiązki laserowej na jakość warstwy napawanej, kształtu i chropowatości lica przy stałych pozostałych parametrach obróbki. Przed właściwym badaniem należało przeprowadzić badania wstępne, pozwalające określić optymalne warunki i parametry procesu.

Najważniejszymi z parametrów procesu są: rodzaj, natężenie i kierunek przepływu gazu, rodzaj i średnica dyszy, prędkość posuwu wiązki. W badaniu zastosowano nadmuch argonu o natężeniu przepływu 20 l/min przez dyszę kołową o średnicy 12 mm skierowaną przeciwnie do kierunku przetapiania, prędkość posuwu 0,5 m/s, moc wiązki laserowej w zakresie 0,7-2,1 kW.

Moc wiązki laserowej używanej podczas przetapiania i stopowania próbek ze stali PMHSS6-5-3 powłoką TiC ma szczególny wpływ przede wszystkim na kształt i lica ściegu. Operując w przedziale mocy 0,7-2,1 kW możliwe jest uzyskanie regularnego lica o płaskim kształcie oraz braku jego podtopień. Jednakże wzrost mocy powoduje zwiększenie chropowatości i pojawienie się podtopień lica.

Operowanie mocą wiązki lasera powoduje również wyraźne zmiany strefy przetopienia oraz obszaru o zróżnicowanej morfologii, co z kolei ma wpływ na rozdrobnienie struktury.

Przy mocy 0,7 kW grubość warstwy z podwyższoną mikrotwardością jest stosunkowo niewielka, za to dla przedziału mocy 1,4-1,7 kW można zauważyć wyraźny wzrost grubości tej warstwy bez znaczących różnic w tym przedziale mocy. Dla mocy 2,1 kW grubość warstwy utwardzonej jest większa w stosunku do poprzedniego przedziału, co jest dowodem na to, iż moc 2,1 kW ma największy wpływ na wzrost mikrotwardości (1313 HV_{0,01}) i jest to wartość optymalna dla przeprowadzonego badania.

PODZIĘKOWANIE

Praca powstała w wyniku realizacji projektu w ramach kształcenia zorientowanego projektowo - PBL, w konkursie VIII w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza, Politechnika Śląska.

LITERATURA

1. Kusiński J.: Technika laserowa w procesach obróbki powierzchniowej i syntezy materiałów, stan obecny i perspektywy rozwoju”, *Inżynieria Materiałowa*, nr 5, 2002, pp. 577-582.
2. Major B., Ebner R., Klimpel A., Bochnowski W., Leitner H.: „Contribution of heat treatment to the stress state in high speed steels subjected to conventional hardening and diode laser modification”, *Inżynieria Materiałowa*, 2001, nr 5, pp. 605-610.
3. Dobrzański L.A., Bonek M., Labisz K.: Effect of laser surface alloying on structure of a commercial tool steel, *International Journal of Microstructure and Materials Properties (IJMMP)*, 2013, Vol. 8, No.1/2, pp. 27-37
4. Bonek M.: Mechanizm tworzenia laserowo modyfikowanej warstwy wierzchniej stali szybko tnącej, *Spajanie Materiałów Konstrukcyjnych*, 3(17)/2012, pp. 54-56
5. Matula G., Bonek M., Dobrzański L.A.: Comparison of Structure and Properties of Hard Coatings on Commercial Tool Materials Manufactured with the Pressureless Forming Method or Laser Treatment, *Materials Science Forum Vols. 638-642*, 2010, pp. 1830-1835
6. Brytan Z., Bonek M., Dobrzański L.A., Ugues D. Actis Grande M.: The Laser Surface Remelting of Austenitic Stainless Steel, *Materials Science Forum Vols. 654-656*, 2010, pp. 2511-2514
7. M. Cimander, E. Jonda: Zastosowanie lasera diodowego dużej mocy do stopowania warstw wierzchnich stali stopowej narzędziowej do pracy na gorąco, *PSKN zeszyt nr 23/2009*, Gliwice 2009
8. Klimpel A.: „High Power Diode Laser Application for Welding and Surfacing”, *JOM-10 International-Jubilee Conference, The Joining of Materials, Helsingor – Denmark*, 2001.
9. PN-EN ISO 4957 - Stale narzędziowe
10. PN-ISO 513 Zastosowanie twardych materiałów skrawających - Oznaczenie głównych grup obróbki wiórowej i grup zastosowania
11. Pakieła W., Tański T., Dobrzański L.A., Labisz K. The Effect of Laser Surface Treatment on Structure and Mechanical Properties Aluminium Alloy ENAC-AlMg9, *Archives of Metallurgy and Materials*, 61 (3) 2011, 997-1004



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Wpływ sposobu degradacji lepiszcza na strukturę spieku Co-Cr-Mo wytworzonego metodą MFDM

M. Gocki^a, G. Matula^a

^a Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych,
email: michal.gocki@polsl.pl, grzegorz.matula@polsl.pl

Streszczenie: Artykuł opisuje badania, w których opracowano filament wysoko napełniony proszkiem stopu Co-Cr-Mo, proces druku 3D oraz etapy degradacji i spiekania wytworzonych próbek. Badania przedstawiają wpływ degradacji na końcową strukturę materiału.

Abstract: The article describes the research in which a filament highly filled with Co-Cr-Mo alloy powder was developed, the 3D printing process and the stages of degradation and sintering of the produced samples. The research shows the influence of debinding on the final structure of the material.

Słowa kluczowe: Druk 3D, stop Co-Cr-Mo, spiekanie, metalurgia proszków.

1. WSTĘP

Technologie addytywne wspierają procesy predykcyjne w wielu branżach. Pierwszym ich zastosowaniem jest prototypowanie i weryfikacja zaprojektowanego elementu na etapie przed produkcyjnym. Przykładowo przed wytworzeniem formy wtryskowej dla konkretnego produktu polegającym na kosztownej obróbce ubytkowej matrycy, technolodzy mogą ocenić czy dany element spełnia założenia projektowe i użytkowe wytwarzając najpierw prototyp technologią przyrostową. Druk 3D pozwala również na wyjątkowo dużą łatwość produkcji wcześniej opracowanych i zaprojektowanych, skomplikowanych geometrycznie modeli gotowych elementów [1-3].

Do wytwarzania elementów metalowych najbardziej nadaje się technologia selektywnego topienia laserem, polegająca na stapianiu przy pomocy wiązki lasera cząstek proszków metali i ich stopów. Największym problemem tej technologii jest wielkość komory i cena urządzeń do druku SLM. Przykładowo drukarka SLM Renishaw 125 kosztuje ok. 125 tysięcy dolarów. Alternatywną metodą jest druk MFDM (Metal Fused Deposition Modeling). Drukarka BCN3D SIGMA D25, która jest dedykowana do technologii MFDM kosztuje ok. 20 tysięcy złotych. Ta metoda druku nawiązuje do popularnej technologii FDM, czyli nakładania materiału warstwa po warstwie w celu utworzenia elementu z wcześniej zaprojektowanego modelu 3D. W metodzie MFDM wykorzystuje się filamenty wysoko napełnione proszkami metali lub

ceramicznymi oraz wykonuje dodatkową obróbkę końcową, polegającą na usunięciu lepiszcza i spiekaniu. Niestety ten sposób drukowania oprócz dodatkowej obróbki cieplnej powoduje, że wydruki nie są całkowicie zagęszczone, co przy elementach obciążonych mechanicznie może stanowić problem. Jest jednak możliwość wypełnienia otwartych porów w wydrukach MFDM po degradacji i spiekaniu przez dodatkową infiltrację ciśnieniową ciekłym metalem [4-5].

Do badań zastosowano proszek sferyczny Co-Cr-Mo. Stop ten znalazł zastosowanie w materiałach biomedycznych stosowanych w stomatologii, protetyce oraz ortopedii. Stopy zawierające kobalt stosuje się do protez kłamrowych i szkieletowych, jako nowoczesne implanty zębowe oraz stałych uzupełnień protetycznych. Idealny materiał do wykonania implantów stomatologicznych powinien charakteryzować się biogodnością, ustalonym składem chemicznym, odpornością korozyjną oraz dużą porowatością powierzchni. Stop Co-Cr-Mo jest materiałem, który spełnia w dużej mierze wymagania dotyczące biogodności, składu chemicznego oraz odporności korozyjnej. Wydaje się, że porowatość elementów wytwarzanych metodą MFDM może być pożądana w produkcji implantów. Pory te mogą być wypełnione uwalniającymi się antybiotykami. Ponadto w otwarte pory powstałe na powierzchni materiału stomatologicznego wzrasta tkanka kostna – zachodzi proces tzw. osteointegracji, co zapewnia trwałe mocowanie implantu i jego stabilizację [6-7].

2. MATERIAŁY ORAZ METODYKA BADAŃ

Poszczególne składniki gęstwy polimerowo-proszkowej zostały tak dobrane aby umożliwić wytłoczenie oraz wydrukowanie próbek z materiału kompozytowego. Ponadto w całym procesie (degradacji i spiekania) próbka powinna zachować swój kształt zadany na etapie projektowania w środowisku SolidWorks. Pierwszym etapem przygotowania materiału było wymieszanie proszku stopu Co-Cr-Mo oraz wybranych materiałów polimerowych takich jak polietylen wysokiej gęstości, kopolimer EVA oraz terpolimer ABS. Proszek stopu badanego metalu został przesiany przez sito posiadające oczka wielkości 45 μm . Gęstość proszku równą 8,33 g/cm^3 określono przy użyciu piknometru helowego AccuPyc II 1340 firmy Micromeritics. Skład chemiczny proszku przedstawiono w tabeli nr 1. W tabeli nr 2 umieszczono udziały procentowe poszczególnych składników gęstwy [7, 8].

Tablica 1. Skład chemiczny badanego proszku stopu Co-Cr-Mo [7]

Table 1. Chemical composition of the tested Co-Cr-Mo alloy powder [7]

Składniki	Co	C	Cr	Mo	Ni	Mn	Si	Fe
Min.,%	reszta		27	5				
Max.,%		0,04	30	7	0,5	1	1	0,75

Tablica 2. Udziały procentowe składników gęstwy

Table 1. Percentages of slurry components

Składnik	Co-Cr-Mo	ABS	EVA	HDPE
Udział objętościowy, %	45	20	20	15

Z tak przygotowanej gęstwy wytłoczono filament o średnicy 2,85mm z wykorzystywaniem wylączarki laboratoryjnej ZAMAK-MERCATOR, o temperaturze 160°C oraz prędkości obrotowej ślimaków wynoszącej 60 obr./min. W badaniach wytworzono próbki o wymiarach 40mm x 10mm x 4mm. Elementy wydrukowano przy pomocy drukarki BCN3D SIGMA D25.

Drukarka dwugłowicowa była wyposażona w dysze o średnicy 0,8 mm. Proces druku został przeprowadzony stosując temperaturę dyszy oraz stołu odpowiednio 230 i 60°C.

Z wydrukowanych próbek wybrano dwie do dalszych badań. Próbkę nr 1 poddano degradacji cieplnej, natomiast próbkę nr 2 poddano degradacji chemicznej, a następnie cieplnej. Degradacja rozpuszczalnikowa w acetonie ma na celu usunięcie części materiału polimerowego, z którego wykonane są próbki. Zredukowanie części polimerowej materiału powinno pozwolić na efektywniejszy proces degradacji cieplnej oraz powstanie porów otwartych w całej objętości materiału. W wyniku degradacji cieplnej bez udziału tlenu, dochodzi do pirolizy substancji wielkocząsteczkowych zawartych w badanym materiale. Produkty gazowe tego procesu tworzą pęcherze sferyczne znajdujące się wewnątrz materiału [3, 9, 10]. Maksymalna temperatura degradacji cieplnej dla obydwu próbek wynosiła 450°C. Jako atmosferę ochronną zastosowano mieszaninę gazów N₂-10%H₂. Spiekanie wykonano w temperaturze 1380°C w piecu rurowym w atmosferze gazu ochronnego Ar-10%H₂. Szczegółowe informacje procesów degradacji cieplnej i spiekania zamieszczono w tablicy nr 3.

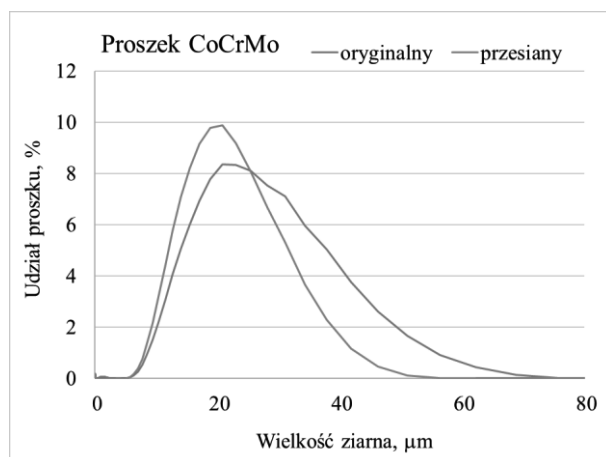
Tablica 3. Etapy procesu degradacji cieplnej i spiekania

Table 3. Stages of the thermal debinding and sintering process

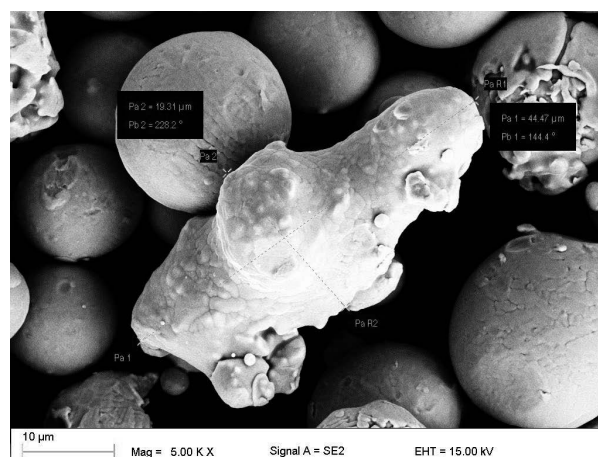
Degradacja Ciepła					
Temperatura [°C]	Czas [h]	Temperatura [°C]	Czas [h]	Temperatura [°C]	Czas [h]
0 - 100	0,5	250 - 300	1	350 - 400	1
100 - 200	1	300	2	400	2
200 - 250	1	300 - 350	1	400 - 450	1
250	2	350	2	450	2
Spiekanie					
Temperatura [°C]	0 - 520	520	520 - 1400	1400	1400 - 40
Czas [h]	2	2	2	0,5	2

3. WYNIKI BADAŃ

Przesianie proszku przez sito miało na celu wyeliminowanie dużych cząstek o wielkości od ok. 50 do 70 μm, które mogłyby sprawić trudności technologiczne podczas wytłaczania filamentu. Ponadto w technologiach formowania wtryskowego, odlewania gęstw, oraz drukowania z filamentów, wielkość proszków powinna być możliwie mała z uwagi na łatwiejsze spiekanie. Nie wszystkie cząstki proszku mają kształt sferyczny. Zdarzają się również cząstki globularne, wydłużone w jednym kierunku. Może to powodować, że cząstki nieregularne o długości powyżej 45 μm i średnicy niższej od tej wartości przesywały się przez sito. Na rys. 2 widoczna jest cząstka o długości 44,5 μm. Wybrany proszek w dalszej kolejności był wstępnie mieszany na gniotowniku z pozostałymi składnikami lepiszcza a następnie, mieszanina była dalej homogenizowana w wytłaczarce dwuślimakowej i wytłoczona w postaci filamentu o średnicy 2,85 mm przez zaprojektowaną i wytworzoną do tego celu w technologii SLM specjalną dyszę. Wysoka elastyczność filamentu umożliwia jego drukowanie bez większych problemów technologicznych. Często komercyjne filamenty zwłaszcza o średnicy 1,75 mm charakteryzują się dużą kruchością. Szczególnie dotyczy to filamentów wypełnionych cząstkami ceramicznymi. Maksymalna temperatura degradacji cieplnej wynosząca 450°C została dobrana celowo z uwagi na konieczność przenoszenia próbek do



Rysunek 1. Rozkład wielkości cząstek proszku oryginalnego oraz po przesianiu.
Figure 1. Particle size distribution of the original powder and after sieving.



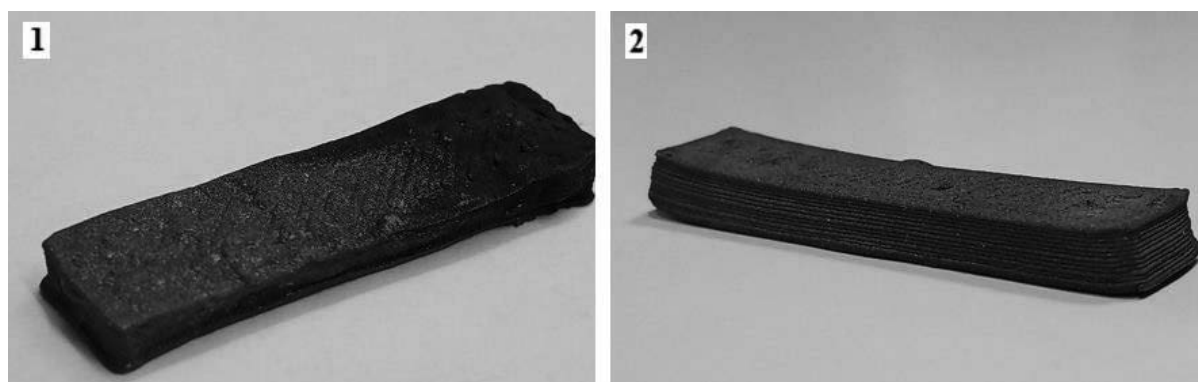
Rysunek 1. Morfologia proszku przesianego.
Figure 2. The morphology of the sieved powder

pieca wysokotemperaturowego. Całkowita degradacja lepszca powodowałaby pękanie próbek. Po spiekaniu obie próbki poddano mikroskopowej analizie powierzchni przy pomocy mikroskopu cyfrowego stereoskopowego oraz analizie struktury wewnętrznej za pomocą mikroskopu świetlnego. Po procesie spiekania zmierzono również wymiary poszczególnych próbek i na ich podstawie obliczono skurcz każdej z nich. Wyniki przedstawiono w tablicy nr 4. W wyniku obserwacji spieków w mikroskopie stereoskopowym, stwierdzono, że zarówno na powierzchni próbki nr 1 jak i próbki nr 2 znajdują się pęcherze, które powstały prawdopodobnie na skutek uwolnienia gazu podczas degradacji cieplnej lepszca. Zjawisko deformacji wierzchniej warstwy spieków jest spowodowane zbyt szybkim wzrostem temperatury próbki podczas degradacji cieplnej. Rysunek nr 4 przedstawia widok powierzchni bocznej badanych próbek. Próbka nr 2 posiada bardziej wyraźny wzór ścieżki drukowanej z lokalnymi porami pomiędzy warstwami i dekohezją. Powierzchnia boczna próbki nr 1 w zasadzie jest bardzo słabo odzwierciedla strukturę wydruku. Jest to lepiej widoczne na przekroju przedstawionym na rys. 5. Z tego względu należy stwierdzić, że dwuetapowa degradacja wpływa negatywnie na proces skurczu i zagęszczenia materiału i trwale zachowuje strukturę warstwową powierzchni bocznej wydruku. Próbka nr 1, poddana jedynie degradacji cieplnej ulega silnej dystorsji w efekcie niekompletnej degradacji lepszca i najprawdopodobniej wzrostu stężenia węgla spowodowanego wzrostem udziału węgla resztkowego. Duży udział sferycznych porów, a raczej pęcherzy gazowych o zróżnicowanej wielkości od 10 do 800 μm oraz litą strukturą która je otacza w zasadzie kompensuje skurcz i dystorsję. Lita struktura warstwy wierzchniej w próbce nr 1, wynika z tego, że lepszce ulega

Tablica 4. Procentowy skurcz próbek po procesie spiekania

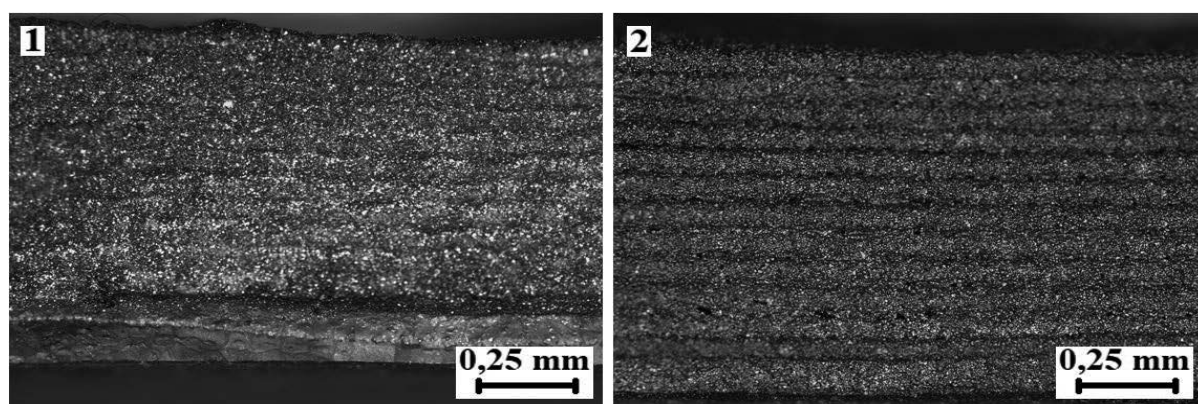
Table 4. Percentage shrinkage of samples after the sintering process

Liniowy skurcz próbek [%]			
Kierunek osi	X	Y	Z
Nr 1	18,25	21,5	8,75
Nr 2	17,5	19	5



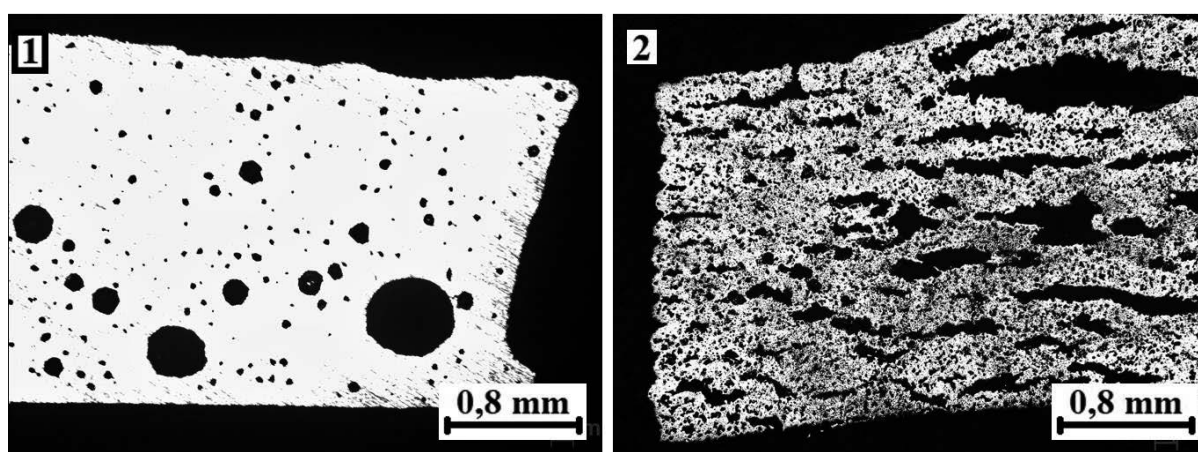
Rysunek 3. Widok badanych próbek po procesie spiekania. 1 - próbka po degradacji cieplnej oraz spiekaniu, 2 - próbka po degradacji chemicznej, cieplnej oraz spiekaniu

Figure 3. View of the tested samples after the sintering process. 1 - sample after thermal degradation and sintering, 2 - sample after chemical and thermal degradation and sintering.



Rysunek 4. Widok powierzchni bocznej badanych próbek, 1 – próbka po degradacji cieplnej oraz spiekaniu, 2 - próbka po degradacji chemicznej, cieplnej oraz spiekaniu

Figure 4. View of the side surface of the tested samples, 1 - sample after thermal degradation and sintering, 2 - sample after chemical and thermal degradation and sintering



Rysunek 5. Struktura badanych próbek, 1 – próbka po degradacji cieplnej oraz spiekaniu, 2 - próbka po degradacji chemicznej, cieplnej oraz spiekaniu.

Figure 5. Structure of the tested samples, 1 - sample after thermal degradation and, 2 - sample after chemical and thermal degradation and sintering.

łatwiejszej i szybszej degradacji w tym obszarze. Zatem w warstwie wierzchniej pęcherze gazowe występują rzadziej niż w rdzeniu materiału. Mimo to należy zauważyć, że próbka nr 1 uległa większemu skurczowi we wszystkich kierunkach w stosunku do próbki nr 2. Próbka nr 2 widoczna na rys. 4.2 posiada liczne pory i rozwarstwienia. Najprawdopodobniej jest to efekt parowania uwiecznionego w porach acetonu podczas degradacji termicznej. Powodem tego są liczne pory i rozwarstwienia o rozmiarach od 5 do 900µm zarówno przy powierzchni jak i w rdzeniu próbki. Aby zapobiec temu zjawisku należy wydłużyć proces suszenia próbki po degradacji chemicznej.

4. WNIOSKI

Przedstawione wyniki badań dowodzą, że składniki lepiszcza polimerowego zostały dobrane poprawnie. Wytworzona gęstwa polimerowo-proszkowa oraz filament nadaje się do drukowania za pomocą niskobudżetowych drukarek przeznaczonych do druku metodą FDM. Niewątpliwie proces usuwania lepiszcza jest technologicznie trudnym. Należy zatem odpowiednio dobrać temperaturę i czas degradacji cieplnej poszczególnych polimerów. W tym celu należy wykonać badania termogravimetryczne, na podstawie których można będzie dobrać temperaturę degradacji polimerów. Innym rozwiązaniem jest zmiana polimerowych składników które będą ulegały łatwiejszej degradacji. Niewątpliwie, przedstawione wstępne wyniki badań wymagają kontynuacji oraz poszerzenia ich o inne techniki badawcze. Technologia MFDm jest niewątpliwie alternatywną i niskobudżetową metodą wytwarzania materiałów metalowych w stosunku do techniki SLM.

LITERATURA

1. A. Jandyal, I. Chaturvedi, I. Wazir (et al.), 3D printing – A review of processes, materials and applications in industry 4.0, *Sustainable Operations and Computers*, Vol. 3, 2022, pp 33-42.
2. S. Park, W. Shou, L. Makatura (et al.), 3D printing of polymer composites: Materials, processes, and applications, Vol. 5, 5 January 2022, pp 43-76.
3. H. Ramazani, A. Kami, Metal FDM, a new extrusion-based additive manufacturing technology for manufacturing of metallic parts: a review, *Progress in Additive Manufacturing* Vol 7, 2022, pp 609–626.
4. Ü. Çevik, M. Kam, A Review Study on Mechanical Properties of Obtained Products by FDM Method and Metal/Polymer Composite Filament Production, *Micro and Nano Sensors from Additive Manufacturing*, 2020.
5. R. R. Colon, V. V. Nayak, P. Parente (et al.), The presence of 3D printing in orthopedics: A clinical and material review, *Journal of Orthopaedic Research*, 2022.
6. B. Surowska, *Biomateriały metalowe oraz połączenia metal-ceramika w zastosowaniach stomatologicznych*, 2009.
7. K. Grzesica, G. Matula, Wpływ warunków prasowania i spiekania proszku stopu Co-Cr-Mo na strukturę i własności spieku, *Sesja Okolicznościowa Sokół, PSKN Zeszyt nr 37/2015, Gliwice 2015*.
8. Michta D., Kaczmarska B., Gierulski W., Uniwersalność druku 3D w technologii FDM.
9. Kosmalska D., Kaczmarek H., Malinowski R., Postępy w badaniach degradacji termicznej materiałów polimerowych, *Polimery*, Issue 5, Vol. 64, 2019, pp. 317-392.
10. Liu Q., Song S. L., Xi G.X., Catalytic effects of sulfates on thermal degradation of waste poly(methyl methacrylate), *Thermochimica acta*, Issue 435, 2005, pp. 64-67.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Struktura i własności napoin wytworzonych techniką LMD

Artur Gonsior^a, Karol Okrajni^b, Aleksandra Rajca^c, Bartosz Rudzki^d, Dawid Ryczko^e,
Dagmara Jankowska^f, Artur Czupryński^g, Waldemar Kwaśny^h

^a Student Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny
email: artugon503@student.polsl.pl

^b Student Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny
email: karookr294@student.polsl.pl

^c Studentka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny
email: alekraj358@student.polsl.pl

^d Student Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny
email: bartrud447@student.polsl.pl

^e Student Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny
email: dawiryc969@student.polsl.pl

^f Studentka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny
email: dagmjn341@student.polsl.pl

^g Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Spawalnictwa
email: artur.czuprynski@polsl.pl

^h Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Spawalnictwa
email: waldemar.kwasny@polsl.pl

Streszczenie: W artykule zaprezentowano wyniki badań napoin wytworzonych na stali konstrukcyjnej S235 metodą napawania laserowego LMD. Celem procesu było otrzymanie powłok wytworzonych z użyciem proszków na osnowie stopu niklu ze zmienną zawartością węgla wolframu (WC). Wykonano badania mikrostruktury, analizę składu chemicznego, analizę składu fazowego, analizę naprężeń własnych metodami rentgenowskimi oraz badania twardości.

Abstract: The article presents the results of research of padding welds made on structural steel S235 using the laser metal deposition method. The aim of the process was to obtain layers made of Ni-alloy matrix with an addition of variable amount of WC. The research consisted of microstructure observations, chemical composition analysis, phase composition analysis, X-ray stress analysis and hardness tests.

Słowa kluczowe: powłoki trudnościeralne, napawanie laserowe, naprężenia, struktura

1. WSTĘP

Napawanie laserowe jest procesem modyfikacji warstwy wierzchniej, którego efektem jest powstanie napoiny- warstwy o składzie chemicznym i własnościach podobnych, lub też znacznie różniących się od materiału podłoża, odpornej na zużycie ściernie lub na korozję. Proces wykorzystuje energię wiązki promieniowania laserowego, która pozwala na nadtopienie materiału podłoża, oraz stopienie materiału dodatkowego podawanego do jeziora w postaci drutu lub proszku. Przy napawaniu laserowym stosowane są gazy osłonowe (np. Ar, Ar+H, CO₂), których obecność umożliwia ochronę obszaru napawania przed oddziaływaniem gazów z powietrza [1-6].

Napawanie laserowe najczęściej stosowane jest w celu prewencyjnym; aby opóźnić proces niszczenia elementów pracujących w wymagających warunkach, lub regeneracyjnym; do naprawy uszkodzonych lub zużytych części maszyn. Do największych zalet procesu zaliczyć można między innymi ograniczony wpływ oddziaływania cieplnego wiązki lasera na przedmiot, czego efektem jest ograniczenie naprężeń i odkształceń [1-3,5-6].

Wśród laserów wykorzystywanych do procesu napawania wykorzystuje się lasery stałe Nd:YAG, lasery gazowe CO₂ oraz lasery diodowe dużej mocy np. HPDL. Wiązka lasera wytwarzana przez lasery stałe i diodowe może być doprowadzona do głowicy spawalniczej za pomocą światłowodu, a w przypadku laserów gazowych za pomocą zwierciadeł, które wymagają intensywnego chłodzenia [3].

Węglik spiekane to materiały składające się z węglików metali trudno topliwych, głównie W, a także Ti, Ta i Nb, o udziale objętościowym ok. 65-95% oraz metalu wiążącego. Wytwarzane są metodami metalurgii proszków. Materiały te wykazują dużą odporność na działanie wysokiej temperatury – do ok. 1000°C nie tracą dużej twardości i odporności na ścieranie. Do podstawowych cech węglików spiekanych należą bardzo dobre własności skrawające, ulegające polepszeniu wraz ze zmniejszeniem stężenia Co oraz ze zwiększeniem udziału węglika. Węglik spiekane stosowane są głównie na nakładki narzędzi używanych do obróbki wiórowej, a także na ostrza świdrów i narzędzi górniczych, narzędzia do obróbki plastycznej i inne narzędzia lub elementy o dużej twardości i odporności na ścieranie [4].

2. BADANIA WŁASNE

2.1 Przebieg badań

Celem badań było określenie wpływu zawartości węglika wolframu w napoinach naniesionych metodą LMD na ich strukturę, własności i rozkład naprężeń własnych. Do badań przygotowano próbki ze stali S235 o grubości 10 mm. Każdą z nich poddano napawaniu laserowemu zgodnie z parametrami przedstawionymi w tabelicy 1. Do napawania wykorzystano następujące proszki: pierwszy zawierał tylko stop niklu bez cząstek węglika, drugi - 35% WC typu FTC, a trzeci - 60% WC typu MTC. W procesie napawania wykorzystano laser TruDisk 3302 firmy TRUMPF.

Obserwacje mikrostruktury wykonano na mikroskopie Nikon ECLIPSE MA100 w technice pola jasnego. Zgłady wytrawiono w wodzie królewskiej. Do obserwacji mikroskopowych i przeprowadzenia analizy składu chemicznego użyto skaningowego mikroskopu elektronowego ZEISS SUPRA 35 wraz z przystawką EDS do analizy składu chemicznego. Badanie składu fazowego przeprowadzono na dyfraktometrze firmy PANalytical X'PERT PRO w geometrii Bragg-Bretano. Analizę naprężeń własnych wykonano metodą $\sin^2\psi$ w dwóch kierunkach: równoległe oraz prostopadle względem kierunku napawania. Pomiar

twierdności przeprowadzone zostały metodą Vickersa na twardościomierzu firmy Wilson Wolpert 401MVD. Zadane obciążenie miało wartość 1000 kG, a czas pomiaru wynosił 10 sekund.

Tab. 1. Parametry procesu napawania laserowego

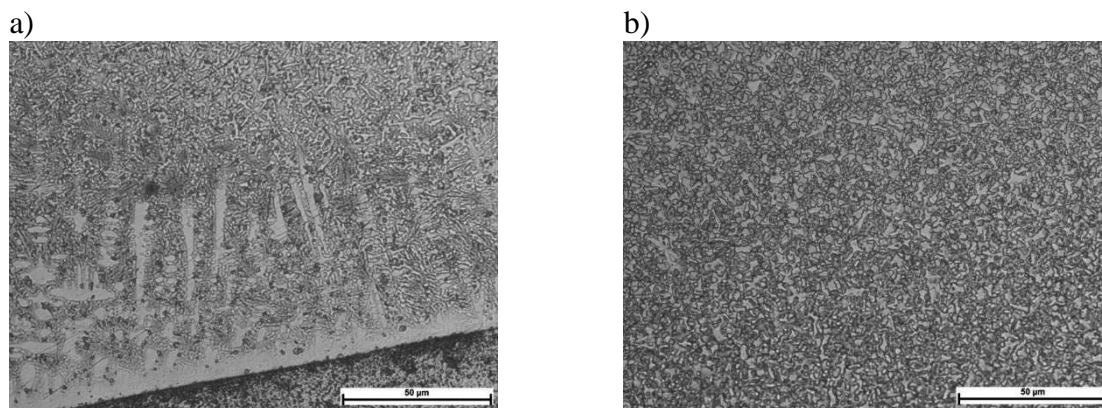
Tab. 1. Parameters of the laser metal deposition process

Moc lasera	1500 W
Prędkość napawania	200 mm/min
Natężenie przepływu proszku	7 g/min
Natężenie przepływu gazu transportującego proszek	3 l/min
Natężenie przepływu gazu ochronnego	25 l/min
Odległość dyszy od jeziorka	15 mm
Kąt padania wiązki	30 °

2.2 Omówienie wyników badań

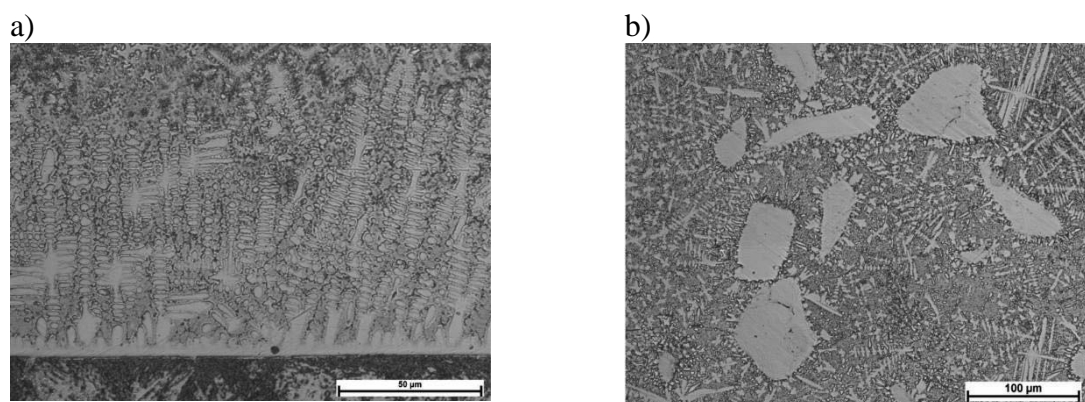
Na rysunkach 1-3 przedstawiono mikrofotografie linii wtopienia i struktury badanych napoin. We wszystkich próbkach w pobliżu linii wtopienia zaobserwowano strefę drobnoziarnistą wraz z dendrytami krystalizacji zorientowanymi zgodnie z kierunkiem odprowadzania ciepła do podłoża. Na podstawie obserwacji mikroskopowych nie stwierdzono obecności pęknięć, ani porowatości w naniesionych powłokach.

Analizę składu chemicznego EDS wykonano w 3 obszarach, po dwa pomiary w każdym (1, 2 – wydzielenia węgla WC, 3, 4 – osnowa powłoki, 5, 6 – podłoże). Na rysunku 4 przedstawiono mikrofotografię granicy wtopienia próbki z mikroskopu SEM z zaznaczonymi obszarami w których analizowano skład chemiczny na przykładzie próbki napawanej proszkiem z 35% WC. Rysunki 5 – 7 przedstawiają wykresy analizy składu chemicznego wraz ze zidentyfikowanymi pierwiastkami. Analiza składu chemicznego potwierdziła występowanie wolframu w cząstkach wzmacniających oraz niklu i wolframu w osnowie. Dodatkowo zidentyfikowano obecność żelaza w osnowie powłoki. W skład podłoża wchodziło jedynie żelazo.

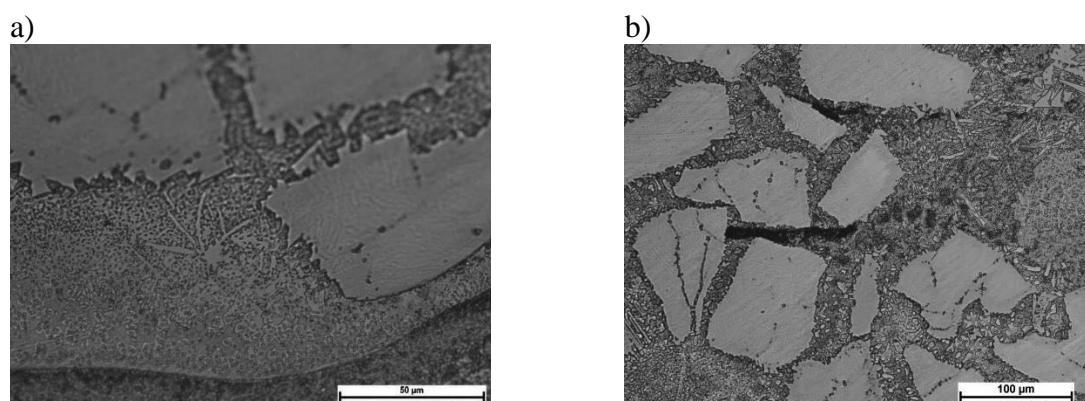


Rys. 1. Mikrofotografie próbki napawanej proszkiem bez dodatku WC: a) linia wtopienia, pow. 500x, b) mikrostruktura napoiny, pow. 500x

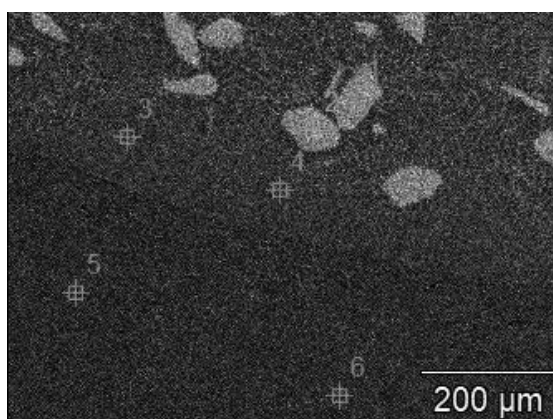
Fig. 1. Micrographs of a sample padded with a powder without the addition of WC: a) fusion line, 500x, b) padding weld microstructure, 500x



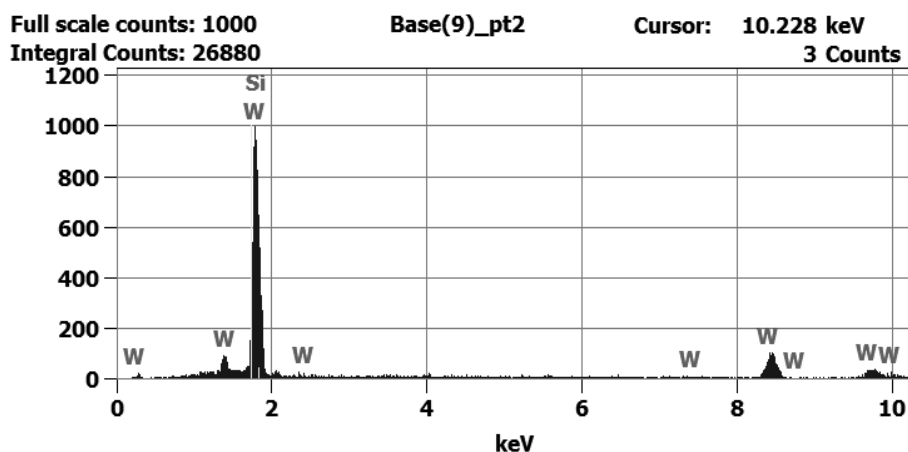
Rys. 2. Mikrofotografie próbki napawanej proszkiem o zawartości 35% WC: a) linia wtopienia, pow. 500x, b) mikrostruktura napoiny, pow. 200x,
 Fig. 2. Micrographs of a sample padded with a powder containing 35% of WC: a) fusion line, 500x, b) padding weld microstructure, 200x



Rys. 3. Mikrofotografie próbki napawanej proszkiem o zawartości 60% WC: a) linia wtopienia, pow. 500x, b) mikrostruktura napoiny, pow. 200x
 Fig. 3. Micrographs of a sample padded with a powder containing 60% of WC: a) fusion line, 500x, b) padding weld microstructure, 200x

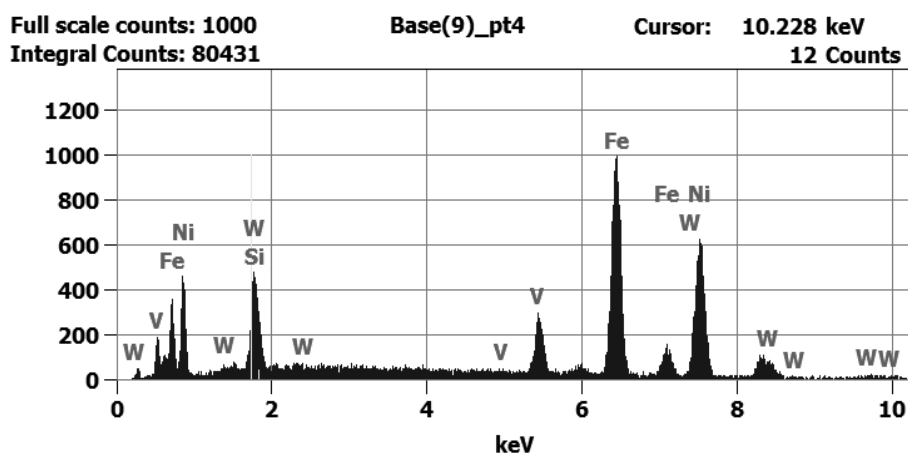


Rys. 4. Obraz mikrostruktury granicy wtopienia próbki napawanej proszkiem z 35% WC wraz z zaznaczonymi obszarami w których wykonano analizę EDS, SEM, pow. x400
 Fig. 4. Microstructure of the fusion boundary of the sample deposited with a powder with 35% of WC, with marked areas where the EDS analysis was made, SEM, x400



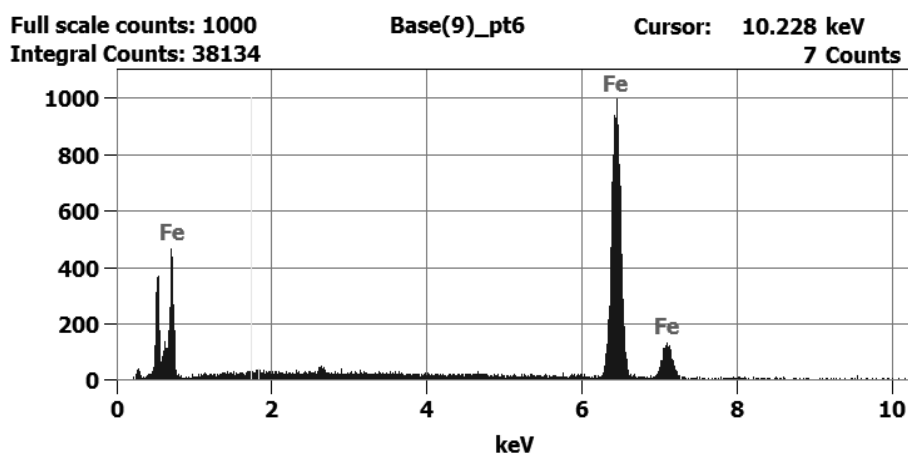
Rys. 5. Analiza składu chemicznego EDS w obszarze 2 (wydzielenia WC)

Fig. 5. Analysis of the chemical composition of the region 2 (WC particles)



Rys. 6. Analiza składu chemicznego EDS w obszarze 4 (osnowa powłoki)

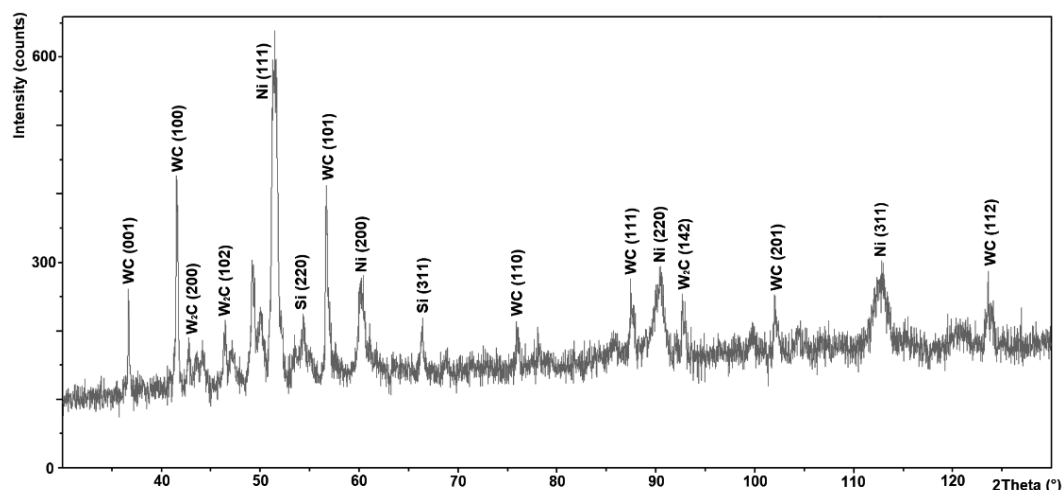
Fig. 6. Analysis of the chemical composition of the region 4 (matrix)



Rys. 7. Analiza składu chemicznego EDS w obszarze 6 (podłoże)

Fig. 7. Analysis of the chemical composition of the region 6 (substrate)

Analiza składu fazowego potwierdziła obecność węgla wolframu WC oraz W_2C w próbkach napawanych proszkami z dodatkiem 35% i 60% WC. Na rysunku 8 przedstawiono przykładowy dyfraktogram rentgenowski wraz z opisem występujących faz dla próbki napawanej proszkiem o zawartości 60% WC.



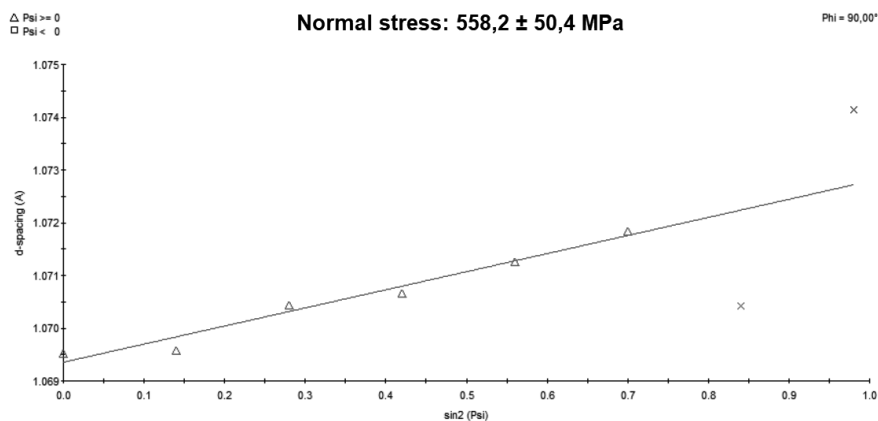
Rys. 8. Dyfraktogram rentgenowski próbki napawanej proszkiem o zawartości 60% WC
Fig. 8. X-ray diffractogram of a sample deposited with a powder containing 60% of WC

Na rysunkach 9 i 10 przedstawiono zmiany wartości odległości międzypłaszczyznowej d w funkcji $\sin^2\Psi$ dla próbek napawanych proszkiem bez dodatku WC (Rys. 9.) i proszkiem o zawartości 60% WC (Rys. 10.). W tabelicy nr 2 zestawiono wartości naprężeń dla wszystkich trzech próbek. Wraz ze wzrostem zawartości WC w powłoce wzrastają naprężenia rozciągające w kierunku równoległym do kierunku napawania. Z kolei w kierunku prostopadłym wartość naprężeń rozciągającym maleje.

Tab. 2. Zestawienie wartości naprężeń analizowanych w kierunku równoległym oraz prostopadłym do kierunku napawania

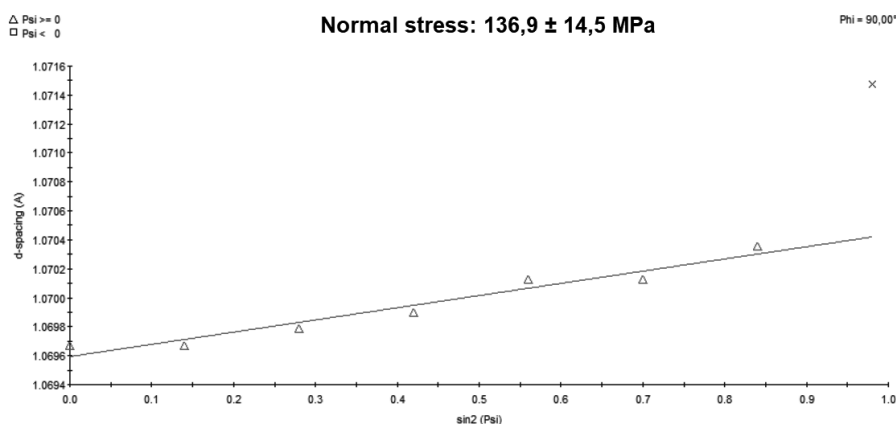
Tab. 2. Summary of stress results analysed in parallel and perpendicular to the direction of the laser metal deposition

Zawartość WC w proszku	Naprężenia w kierunku równoległym do kierunku napawania	Naprężenia w kierunku prostopadłym do kierunku napawania
0%	139,4 MPa	558,2 MPa
35%	212,5 MPa	315,1 MPa
60%	354,9 MPa	136,9 MPa



Rys. 9. Zmiany odległości międzypłaszczyznowej d refleksu Ni (311) w funkcji $\sin^2\Psi$ w próbce napawanej proszkiem bez WC (kierunek prostopadły do kierunku napawania)

Fig. 9. Changes in the interplanar distance d of Ni (311) as a function of $\sin^2\Psi$ in a sample deposited with a powder without WC (direction perpendicular to the direction of the laser metal deposition)



Rys. 10. Zmiany odległości międzypłaszczyznowej d refleksu Ni (311) w funkcji $\sin^2\Psi$ w próbce napawanej proszkiem z 60% WC (kierunek prostopadły do kierunku napawania)

Fig. 10. Changes in the interplanar distance d of Ni (311) as a function of $\sin^2\Psi$ in a sample deposited with a powder containing 60% of WC (direction perpendicular to the direction of the laser metal deposition)

Tab. 3. Zestawienie uśrednionych wyników pomiaru twardości

Tab. 3. Summary of the averaged hardness test results

	Próbka napawana proszkiem bez dodatku WC [HV1]	Próbka napawana proszkiem z 35% WC [HV1]	Próbka napawana proszkiem z 60% WC [HV1]
Napoina – węgliki	-	1409,7	1629,7
Napoina – osnowa	604,2	663,6	732,2
SWC	274,4	262,0	323,3
Podłoże	201,5	214,5	219,0

W tabelicy 3 przedstawiono uśrednione wyniki twardości HV badanej w 4 obszarach w każdej próbce. Wraz ze wzrostem zawartości procentowej WC w napoinach twardości wszystkich badanych obszarów wzrastają. Twardość osnowy powłoki w przypadku próbki napawanej proszkiem z 60% WC jest o blisko 130 HV1 wyższa niż osnowy napawanej proszkiem z samym niklem i o prawie 69HV1 wyższa niż osnowy napawanej proszkiem zawierającym 35% WC.

3. PODSUMOWANIE

Na podstawie badania twardości stwierdzono, że wraz ze wzrostem udziału węgla wolframu w napoinie, jej twardość zwiększa się. Napoina otrzymana w wyniku procesu z użyciem proszku o zawartości 60% WC charakteryzowała się twardością o około 130 HV1 wyższą od tej otrzymanej z proszku bez fazy wzmacniającej.

Analiza naprężeń wykazuje, że wzrost zawartości węgla wolframu w napoinach powoduje wzrost naprężeń rozciągających w kierunku równoległym do kierunku napawania (od 139,4 MPa w przypadku próbki napawanej proszkiem bez dodatku WC do 354,9 MPa w próbce napawanej proszkiem z 60% WC). Z kolei w kierunku prostym do kierunku napawania wartość naprężeń rozciągających spadła z 558,2 MPa do 136,9 MPa.

LITERATURA

- [1] Z. Bogdanowicz, K. Grzelak „Wpływ parametrów laserowego napawania proszkowego stali zaworowej na właściwości napoiny” Wojskowa Akademia Techniczna Warszawa, 2010,
- [2] P. Koruba, P. Jurewicz, J. Reiner, A. Dworak, J. Mądry „Technologia ultraszybkiego napawania laserowego do nakładania powłok funkcjonalnych Stellite 6 w branży lotniczej”, PRZEGLĄD SPAWALNICTWA Vol. 89 6/2017 str. 15-19
- [3] Z. Bogdanowicz, K. Grzelak „Platerowanie laserowe zaworów wylotowych silnika lotniczego wykonanych ze stali X53CrMnNiN 21-9” Wojskowa Akademia Techniczna Warszawa, 2006
- [4] L. A. Dobrzański, G. Matula „Podstawy metalurgii proszków i materiały spiekane”, Gliwice, Volume 8 (14) 2012
- [5] B. Graf, A. Gumenyuk, M. Rethmeier „Laser Metal Deposition as Repair Technology for Stainless Steel and Titanium Alloys” Physics Procedia, Volume 39, 2012, p. 376-381
- [6] B. Dudziak, M. Gościański „Próby technologiczne napawania elementów technicznych metodą Laser Metal Deposition (LMD)” Technika Rolnicza, Ogrodnicza, Leśna 4/2015, str. 24-28

Prace częściowo zrealizowano w ramach projektu PBL „**Rozkład naprężeń w trudnościeralnych powłokach kompozytowych napawanych metodą LMD**” oraz w ramach programu mentorskiego Politechniki Śląskiej „Rozwiń skrzydła” (dr hab. inż. Waldemar Kwaśny prof. P.Ś., Artur Gonsior student kierunku Inżynieria Materiałowa, Wydział Mechaniczny Technologiczny).



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Rodzaje nanonapełniaczy w kompozytach o osnowie polimerowej

M. Gorlicka^a, M. Polok-Rubiniec^b

^a Studentka kierunku Inżynieria i technologie materiałowe, na Wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej, email: magdgor253@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych.

Streszczenie: W artykule opisano napełniacze w postaci nanododatków wprowadzanych do matrycy polimerowej w celu poprawy wybranych własności mechanicznych, fizycznych, elektrycznych i trybologicznych powstałych kompozytów.

Abstract: The article describes nanoadditive fillers introduced into a polymer matrix to improve selected mechanical, physical, electrical and tribological properties of the resulting composites.

Słowa kluczowe: kompozyty polimerowe, napełniacze, nanododatki, nanorurki węglowe, srebro, sadza

1. WSTĘP

Kompozyty polimerowe należą do grupy materiałów inżynierskich o szerokim zastosowaniu. Są one obecnie intensywnie badane i rozwijane z uwagi na ich wyjątkowe własności użytkowe. Stosowane są w wielu sektorach przemysłu, takich jak: budownictwo, lotnictwo, medycyna, rolnictwo oraz motoryzacja [1-3].

Kompozyty polimerowe zbudowane są z osnowy polimerowej oraz napełniaczy. Właściwe zdyspergowanie napełniacza w osnowie polimerowej zapewnia trwałe zespolenie składników mieszaniny, nadaje wyrobom określony kształt oraz kształtuje ich własności fizyczne i chemiczne. Do podstawowych grup osnowy zaliczają się polimery termoplastyczne takie jak np. polipropylen oraz polietylen, a także duroplasty, do których można zaliczyć żywice termoutwardzalne epoksydowe i chemoutwardzalne. Struktura kompozytu zależy ściśle od rodzaju składników mieszaniny polimeru i napełniacza oraz występujących oddziaływań między cząsteczkami mieszaniny kompozytowej [1-3]. Kompozyty polimerowe wpływają na poprawę własności mechanicznych, fizycznych, cieplnych, trybologicznych w porównaniu z własnościami tworzyw polimerowych. Ich zastosowanie pozwala na optymalizację kosztów, a także wiąże się z dużą swobodą w projektowaniu [3,4-7].

Duże znaczenie w modyfikacji tworzyw sztucznych odgrywają napełniacze, są to cząstki stałe, występujące w postaci proszków, włókien lub nanododatków, i stanowią więcej niż 10% części

wagowych matrycy polimerowej. Wyjątkiem są nanonapełniacze, które stosuje się w niewielkich ilościach od 0,3% do 10% wagowych. W przypadku tworzyw otrzymywanych metodą wtryskiwania bądź wytłaczania zawartość napełniacza może wynosić nawet 60%, a w przypadku żywic aż 90% [7-10].

W artykule opisano nanododatki, które są stosowane jako napełniacze w matrycach polimerowych. Wprowadzenie napełniaczy w postaci nanododatków do matrycy polimerowej może wpłynąć na poprawę własności mechanicznych, trybologicznych, reologicznych, cieplnych, dielektrycznych oraz chemicznych i przetwórczych [10,11].

Najczęściej stosowanymi nanododatkami w kompozytach polimerowych są nanocząstki srebra i nanocząstki sadzy, a także odmiany alotropowe węgla takie jak nanorurki węglowe i grafen [7,12].

Kompozyty polimerowe, które z napełniaczami w postaci nanododatków to nanokompozyty. Nanokompozyty polimerowe otrzymywane są metodami in-situ, metodą rozpuszczalnikową oraz poprzez mieszanie w stanie stopionym osnowy polimerowej [7,11-13].

1.1. Nanocząstki srebra jako dodatek w matrycach polimerowych

Nanocząsteczki srebra są obecnie często stosowanym napełniaczem w matrycach polimerowych ze względu na swoje własności bakteriobójczych. Ze względu na swoje odkażające działanie są stosowane między innymi do produkcji materiałów opatrunkowych, odzieży medycznej, sprzętu medycznego i stomatologicznego, a także protez [13,14,15]. Ich dodatek do matrycy polimerowej umożliwia pozyskanie materiałów szeroko stosowanych także w branży okulistycznej, medycznej, elektronice oraz biotechnologii [14,15].

Najczęściej stosowane nanokompozyty z cząstkami srebra w postaci napełniacza to kompozyty o osnowie z polikwasu mlekowego (PLA), polialkoholu winylowego (PVA), polietylenu, polipropylenu oraz poliamidu. Dodanie nanosrebra do matryc polimerowych, nadaje im własności antybakteryjnych oraz wpływa na zwiększenie ich wytrzymałości mechanicznej. Zbadano, że folie na bazie polipropylenu po dodaniu nanocząstek srebra wykazały lepsze własności wytrzymałościowe od czystego polipropylenu. Najlepsze własności przeciwbakteryjne stwierdzono w przypadku nanokompozytów o zawartości 0,5% i 3% nanocząstek srebra [5,14-16].

1.2. Sadza jako nanonapełniacz w matrycach polimerowych

Kompozyty polimerowe zawierające w swojej strukturze sadzę jako nanonapełniacz cechują się zwiększoną odpornością na ścieranie, a także większą twardością. Sadza jako nanonapełniacz kompozytów polimerowych wpływa także na zwiększenie odporności na odkształcenia trwałe elastomerów, jest stosowana przy produkcji opon samochodowych, smarów. A także jako pigment do produkcji farb, do barwienia i fotostabilizacji tworzyw sztucznych oraz tuszów drukarskich. Sadza jest stosowana powszechnie jako napełniacz mieszanek kauczukowych, zwiększając ich wytrzymałość mechaniczną i zmniejszając ścieralność. Zwiększa również odporność na starzenie naturalne wyrobów z gumy w wyniku absorpcji UV. Wykazano również, iż udział sadzy w matrycach polipropylenowych i polietylenowych zwiększa wartość modułu Younga. Materiały elektroprzewodzące na bazie osnowy polipropylenowej wzbogaconej sadzą w 9%, mogą być stosowane przy produkcji np. czujników przemysłowych. Podobne elektroprzewodzące własności materiałów uzyskuje się dodając sadzę do osnowy z

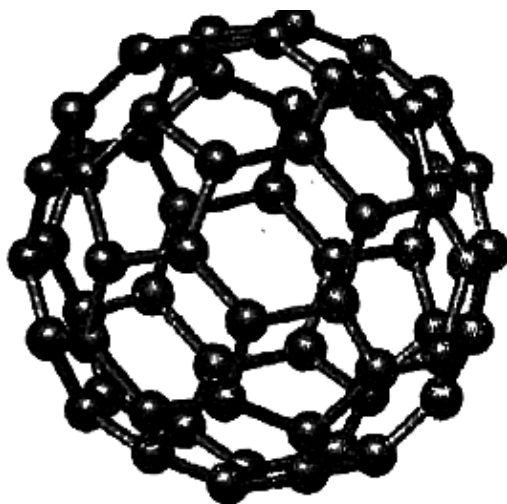
polietylenu w ilości na poziomie 4%. Warto dodać, iż dodatek sadzy w ilości 2% do osnowy polietylenowej, a w przypadku osnowy polipropylenowej 3%, wpływa na zwiększenie lepkości kompozytu w porównaniu do czystego polimeru. Wynika to z tendencji cząsteczek sadzy do tworzenia agregatów. Nie jest to korzystne podczas procesu formowania tworzyw [7,17-19].

Kompozyty z napełniaczem w postaci sadzy, znajdują zastosowanie w elektronice np. w ekranach półprzewodzących znajdujących się bezpośrednio na warstwie izolacyjnej kabla, wynika to z własności elektroprzewodzących, które uzyskujemy dzięki dodatkowi sadzy [7,17-20].

1.3. Fulereny i nanorurki węglowe jako nanododatki w matrycach polimerowych

Odmiany alotropowe węgla stosowane jako nanododatki to fulereny oraz nanorurki węglowe. Fulereny to cząsteczki o parzystej liczbie atomów węgla tworzących zamkniętą strukturę geometryczną. Występują w małych stężeniach w sadzy węglowej oraz pojawiają się w niektórych odmianach węgla kopalnego, np. szungicie. Do cząsteczek fulerenów należą fulereny C_{60} i C_{70} (Rys. 1) cząsteczki zawierające odpowiednio 60 i 70 atomów węgla. Poniżej przedstawiono strukturę przestrzenną fulerenu C_{60} i C_{70} . Fulereny C_{60} i C_{70} jako napełniacze są najczęściej stosowane w osnowach m.in. poliwęglanowych, polisiloksanowych oraz poliestrowych. Najlepsze własności kompozytów z napełniaczem w postaci fulerenów zauważono przy dodatku w ilości od 0,8% do 5% do matrycy polimerowej [20,21,22].

Zastosowanie fulerenów jako napełniacza w matrycy polimerowej nadaje im dobre własności wytrzymałościowe oraz poprawia własności elektryczne. Z tego względu wykorzystuje się je do produkcji półprzewodników, czujników akustycznych oraz baterii wysokoenergetycznych [20,21].

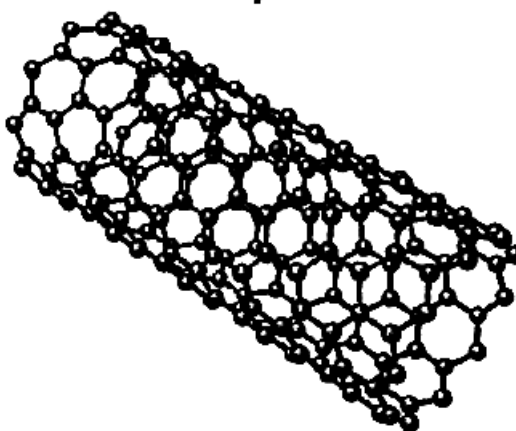


Rysunek 1. Przestrzenna struktura fulerenu C_{60} i C_{70} [22]

Figure 1. Structure of fullerene C_{60} and C_{70} [22]

Podobne własności uzyskuje się dodając nanorurki węglowe (CNTs), które są zbudowane z warstw grafenowych (Rys.2) [22]. Zarówno matryce z żywic termoplastycznych, jak

i termoutwardzalnych są stosowane do tworzenia nanokompozytów wypełnionych nanorurkami węglowymi. Włókna węglowe zawierające nanorurki wykazują znacznie lepszą wytrzymałość na rozciąganie oraz wysokie przewodnictwo elektryczne, jako napełniacz stosowane są najczęściej w osnowach z poliwęglanu, poliestru oraz poliamidu. Dodatek zaledwie 0,35% nanorurek do osnowy poprawia własności wytrzymałościowe kompozytu oraz zwiększa granicę jego plastyczności [7,22,23]. W przemyśle nanorurki stosuje się do produkcji między innymi sensorów chemicznych oraz urządzeń elektrycznych [22,23].



Rysunek 2. Struktura przestrzenna nanorurki węglowej wielościennej [22]
Figure 2. Structure of multi-walled carbon nanotubes [22]

Podsumowanie

Nanokompozyty zyskały dużą popularność ze względu na swoje unikalne własności i możliwość modyfikacji własności poprzez niewielką ilość dodatku nanonapełniacza. Wprowadzenie do kompozytu nanododatków w ilości 1-5% wystarcza, aby osiągnąć wysokie własności nanokompozytów w porównaniu do tradycyjnych kompozytów polimerowych, w których te same własności uzyskujemy dopiero przy 15-30% udziale napełniacza [7,11,24]. Badania nanokompozytów polimerowych, w których dodatki stanowiły nanocząsteczki srebra, sadzy, fulereny i nanorurki węglowe dowiodły, iż mogą one z powodzeniem zastąpić tradycyjne kompozyty polimerowe [24,25].

LITERATURA

1. J.M. Davis, Composite materials in engineering structures, Nova Science Publishers, New York, 2011.
2. A. Boczkowska, J. Kapuściński, Z. Lindemann, D. Witemberg-Perzyk, S. Wojciechowski, Kompozyty, Wyd. 2 zm. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa, 2005.
3. U.S. Congress: Office of Technology Assessment, Advanced Materials by Design. U.S. Government Printing Office, 1988.
4. W. Szlezynier, Z. Brzozowski, Tworzywa sztuczne, Vol. 3, Wydawnictwo Oświatowe FOSZE, Rzeszów, 2012.

5. P. Jakubiak, Z. Foltynowicz, Nanokompozyty polimerowe – nowoczesne rozwiązania na rynku opakowań, *Opakowanie*, 2004, 49, 06, 6-9.
6. M. Jurczyk, Nanomateriały, wybrane zagadnienia, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej 2001, 7–9.
7. M. Polok-Rubiniec, A. Włodarczyk-Fligier, B. Chmielnicki, S. Jurczyk, Konstrukcyjne kompozyty polimerowe z napełniaczami węglowymi, *Przetwórstwo Tworzyw*, 2018, 24, 5, 5-14.
8. A. Mazurkiewicz, Nanonauki i nanotechnologie. Stan i perspektywy rozwoju, Wydawnictwo Instytutu Technologii Eksploatacji – PIB, Radom, 2007.
9. X. Kornmann, Synthesis and Characterization of Thermoset-Layered Silicate Nanocomposites, Doctoral Thesis, Lulea University of Technology, 2001.
10. E. Spasówka, E. Rudnik, J. Kijeński, Biodegradowalne nanokompozyty polimerowe, *Polimery* 2006, 51, 617–626.
11. W. Królikowski, Z. Rosłaniec, Nanokompozyty polimerowe. *Composites*, 2004, 4, 3–16.
12. J. Barton, A. Niemczyk, K. Czaja, Ł. Korach, B. Sacher-Majewska, Kompozyty, biokompozyty i nanokompozyty polimerowe. Otrzymywanie, skład, własności i kierunki zastosowań, *CHEMIK*, 2014, 4, 280–287.
13. A. Pupka, J. Skóra, D. Janczak, S. Pawłowski, G. Kałuża, P. Szyber, *Polimery w Medycynie*, 2006, 36, 3, 540-501.
14. G. Sionkowski, H. Kaczmarek, Polimery z nanocząstkami srebra-wybrane układy-otrzymywanie, właściwości, zastosowanie, *Polimery*, 2010, 55, 7-8, 545-551.
15. A. Peter, L. M. Cozmuta, C. Nicula, A.M. Cozmuta, C.M. Talasman, G. Drazic, S. Silvi, Chemical and organoleptic changes of curd cheese stored in new and reused active packaging systems made of Ag-graphene-TiO₂-PLA, *Food Chemistry*, 2021, 363, 1-9.
16. A.M. Świdwińska-Gajewska, S. Czerczak, Fullerenes: Characteristics of the substance, biological effects and occupational exposure levels, *Medycyna Pracy*, 2016, 67, 3, 397–410.
17. E. K. Sichel, M. Dekker, Carbon black-polymer composites, New York, 1989.
18. J. Koszkuł, Wybrane właściwości fizyczne i struktura kompozytów polipropylenu z sadzą, II Konferencja NT, *Polimery i kompozyty konstrukcyjne*, Ustroń, 1996, 27-32.
19. S. Frąckowiak, M. Kozłowski, Polimerowe kompozyty elektroprzewodzące jako materiał o potencjale sensorycznym, *Polimery*, 2010, 55, 5, 390-398.
20. Z. Majchrzak, J. Lipczyński, Otrzymywanie i charakterystyka kompozytów polipropylenowych, *Polimery*, 2007, 52, 3, 190-194.
21. W. Przygocki, A. Włochowicz, Fulereny i nanorurki, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa, 2001.
22. A. Huczko, M. Kurcz, M. Popławska, Nanorurki węglowe, Wydawnictwa Uniwersytetu Warszawskiego, Warszawa, 2014.
23. J. Stabik, M. Rojek, Ł. Suchoń, M. Chomiak, Badania właściwości reologicznych poliamidu napełnionego węglem kamiennym, *Przetwórstwo Tworzyw*, 2011, 6, 521-524
24. W. Królikowski, Z. Rosłaniec, Nanokompozyty polimerowe, *Kompozyty (Composites)*, 2004, 4, 9, 3-16.
25. M. Kacperski, Nanokompozyty polimerowe, *Kompozyty (Composites)*, 2003, 3, 7, 225-232.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Struktura i własności materiałów ceramicznych wytwarzanych metodą druku 3D

K. Gurdziołek^a, M. Kremzer

^a Silesian University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Engineering Materials and Biomaterials
email: kamigur461@student.polsl.pl

Abstract: The article concerns the manufacturing of ceramic elements using additive technologies. Material of investigation was produced using the FDM (Fused Deposition Modeling) method using a commercial filament filled with alumina. The binder of the printed samples was subjected to chemical degradation in acetone and thermal degradation in the air atmosphere. The developed materials were subjected to strength tests in a static bending test, and their fractures were observed in a scanning electron microscope (SEM).

Keywords: materiały ceramiczne, technologie przyrostowe, druk 3D, Fused Deposition Modeling

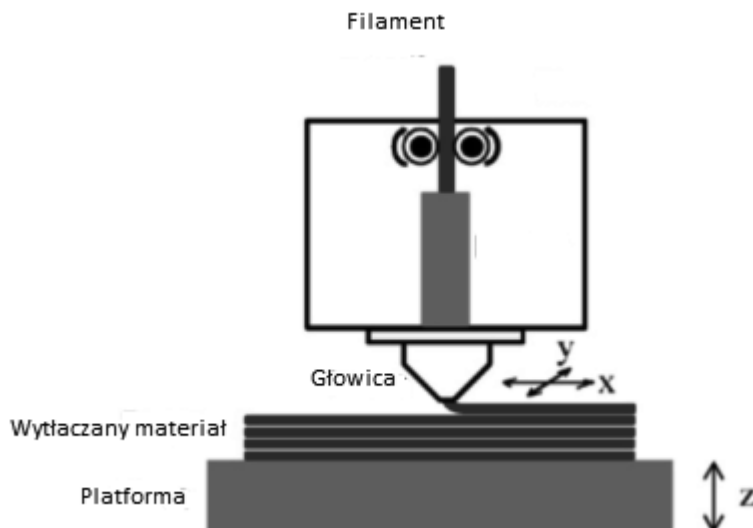
1. WSTĘP

Druk 3D jest jedną z najpopularniejszych technologii przyrostowych a jego początki sięgają drugiej połowy XX wieku, kiedy to po raz pierwszy zaproponowano nową koncepcję wytwarzania polegającą na stopniowym (warstwa po warstwie) wytwarzaniu elementu[1].

Większość technologii przyrostowych, które znamy została opracowana w latach 80-tych XX wieku. W tym okresie C.S. Crump rozwinął technologię (FDM) Fused Deposition Modeling, która polegała na nakładaniu warstwa po warstwie termoplastycznego materiału za pomocą robota. W 1992 roku opatentował tą metodę i założył firmę o nazwie Stratsys Inc. W 2012 roku firma połączyła się ze spółką Objet.Ltd, która aktualnie jest wiodącą marką produkującą drukarki 3D [1,2].

Ze względu na niski koszt drukarek, ich prostą, kompaktową konstrukcję oraz mnogość możliwych do zastosowania materiałów, metoda druku FDM stanowi obecnie najpopularniejszą technologię przyrostową [3].

Urządzenie do druku metodą FDM wyposażone jest w głowicę z której wytłaczany jest uplastyczniony filament na podgrzewaną platformę. Całość często zamknięta jest w komorze z regulowaną temperaturą. Na Rys 1. przedstawiono proces wytwarzania elementu metodą FDM.



Rys.1 Schemat przedstawiający zasadę działania drukarki FDM [4]

Głowica porusza się w dwóch płaszczyznach i podczas pracy wykonuje polecenia programu CAD w którym wcześniej zamodelowano gotowy wyrób, aby warstwa po warstwie go wytworzyć. Platforma przemieszcza się w osi Z, aby następne warstwy były nakładane bez ingerencji głowicy wytłaczającej w materiał. Filament w formie cienkiego drutu jest wciągany i kierowany przez dwie rolki, które obracają się w przeciwnych kierunkach. Następnie materiał jest uplastyczniany i rozprowadzany na platformie roboczej. O szerokości ścieżki decyduje zastosowana dysza drukująca, której średnica waha się zazwyczaj w zakresie do 0,1 do 0,8mm. Po ukończeniu warstwy platforma się obniża o jej grubość. Nałożona warstwa jest utwardzana w wyniku przewodzenia ciepła do wcześniej już nałożonej powłoki[4-7].

Warto podkreślić, że wiele drukarek przemysłowych jest wyposażonych w co najmniej dwie dysze. Druga dysza jest wykorzystywana m.in. do tworzenia różnokolorowych wyrobów bądź do tworzenia konstrukcji, która ma wspierać drukowany obiekt. Konstrukcja wspierająca ma służyć do ochrony elementu podczas procesu wytwarzania i jest ona stosowana najczęściej w otworach lub wgłębieniach [8,9].

Materiały ceramiczne ze względu na szereg ich korzystnych własności do których zaliczyć należy: wysoką twardość, dobrą termiczną jak i chemiczną stabilność, niską gęstość, wysoką odporność na zużycie, odporność na korozję i promieniowanie, wysoką wartość modułu Young'a, korzystny stosunek masy części do jej wytrzymałości, wysoką odporność na pełzanie, są coraz częściej wytwarzane metodami przyrostowymi. W większości metod addytywnych materiał ceramiczny jest dostarczany w postaci proszku. Następnie dzięki technologiom takim jak: (BJ) Binder Jetting czy (SLS) Selective Laser Sintering jest tworzony z niego element. W technologii SLS materiał ceramiczny jest wcześniej nagrzewany, aby uniknąć uszkodzeń wytwarzanego elementu. Obróbka wykańczająca elementów ceramicznych po procesie druku 3D jest bardzo trudna do wykonania ze względu na twardość jak i kruchość materiału. Twardość i kruchość podczas obróbki mogą powodować takie uszkodzenia jak pęknięcia czy nie osiągnięcie odpowiedniego odwzorowania powierzchni elementu. Porównując własności materiałów ceramicznych i elementów metalowych wykonywanych metodami druku 3D możemy zaobserwować znaczącą różnicę m.in. w odporności na pękanie. Przykładowo dla tlenku glinu Al_2O_3 wynosi ona między 3-5 MPa $m^{1/2}$, natomiast dla metali typu nikiel lub

miedź wynosi ona między 100-150 MPa $m^{1/2}$. To wskazuje, że ceramika jest bardziej podatna na uszkodzenia w porównaniu do materiałów metalowych. Różnice są widoczne również w przypadku źródła energii spajającego proszki metalowe w porównaniu do proszków ceramicznych. Źródłem energii spajającym proszek metalowy może być zarówno wiązka laserowa jak i wiązka elektronowa. Natomiast w stosunku do znacznej większości materiałów ceramicznych źródło energii w postaci wiązki elektronowej nie jest używane ze względu na to iż nie posiadają one wystarczającej przewodności elektrycznej, aby cząstki proszku złączyły się w jednolitą warstwę [10-13].

Celem pracy było zbadanie struktury i własności mechanicznych materiałów ceramicznych uzyskanych w procesie druku 3D. Próbki zostały przygotowane za pomocą metody FDM (Fused Deposition Modeling) z użyciem komercyjnego filamentu napełnionego proszkiem tlenku glinu Al_2O_3 .

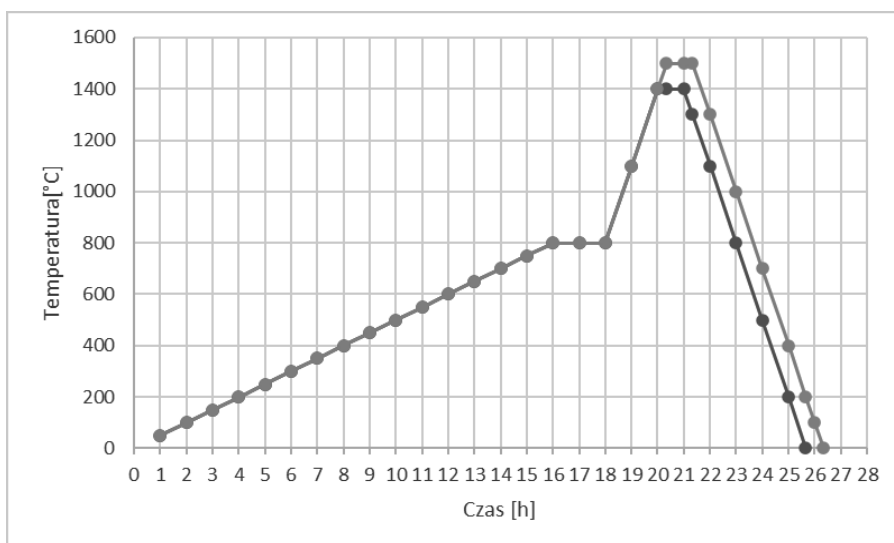
2. PRZEBIEG BADAŃ

Materiał do badań wytworzono metodą FDM z wykorzystaniem drukarki „SIGMA D 25” firmy BCN3D. Temperatura głowicy wynosiła 205 °C natomiast temperatura stołu 60 °C. Próbka miała wymiary 55x10x3 mm, a grubość pojedynczej warstwy ustawiono na 0,2 mm. Na Rys.2 przedstawiono zdjęcie wydrukowanych próbek.



Rys. 2 Zdjęcie próbek do badań

Do druku użyto komercyjnego filamentu o średnicy 2,85mm firmy Spectrumfilaments napełnionego proszkiem tlenku aluminium Al_2O_3 . Zalecane przez producenta temperatura i szybkość druku wynoszą odpowiednio 155-170°C i 5-30 mm/s. Próbki składały się z 4 warstw litych stanowiących ich dolną i górną powierzchnię, natomiast wypełnienie o wzorze „grid” zróżnicowano odpowiednio 20, 50 i 80 %. Opracowane wydruki poddano degradacji chemicznej lepiszcza w acetonie przez 24h. Następnie materiał poddano degradacji chemicznej połączonej ze spiekaniem. Proces realizowano w piecu komorowym w atmosferze powietrza o przepływie 1 l/min. Jego temperaturowy przebieg przedstawiono na Rys.3. Składał się on z wolnego grzania z szybkością 50°C/h do temp 800°C, wytrzymania w tej temperaturze przez 2h, celem całkowitej degradacji termicznej polimerowego lepiszcza, szybkiego grzania do temp. odpowiednio 1400°C lub 1500°C, spiekania przez 1h i chłodzenia z piecem.



Rys. 3 Temperaturowy przebieg procesu spiekania

W celu określenia własności mechanicznych opracowanych materiałów wykonano statyczną próbę zginania trójpunktowego na uniwersalnej maszynie wytrzymałościowej ZWICK Z020 przy szybkości badania 1 mm/min. Siła wstępna wynosiła 0,1 N

Po wykonaniu próby trójpunktowego zginania, przełomy próbek obserwowano w skaningowym mikroskopie elektronowym Zeiss Supra 35.

Na podstawie pomiarów geometrycznych próbek i ich masy przy znanej gęstości Al_2O_3 wyznaczono ich porowatość.

$$V_R = a \cdot b \cdot c$$

Gdzie: V_R - Objętość rzeczywista [cm^3]

a – długość próbki [cm]

b – szerokość próbki [cm]

c – wysokość próbki [cm]

I wartość teoretyczna opisana wzorem:

$$V_{TR} = \frac{m}{\rho}$$

Gdzie: V_{TR} – Objętość teoretyczna [cm^3]

m - Masa próbki

ρ – gęstość $Al_2O_3 = 3.95 \frac{g}{cm^3}$

Do obliczenia porowatości został wykorzystany następujący wzór.

$$\frac{V_R - V_{TR}}{V_R} \cdot 100\%$$

Gdzie: V_R - Objętość rzeczywista [cm^3]

V_{TR} – Objętość teoretyczna [cm^3]

Na podstawie pomiarów oszacowano także skurcz objętościowy próbek.

$$S_V = \frac{V_1 - V_2}{V_1} \cdot 100\%$$

Gdzie: V_1 - objętość próbki przed spiekaniem [cm^3]

V_2 - objętość próbki po spiekaniu [cm^3]

3.OMÓWIENIE WYNIKÓW BADAŃ

W Tabeli 1 zestawiono porowatość opracowanych próbek. Porowatość elementów jest odwrotnie proporcjonalna do ich stopnia wypełnienia zastosowanego podczas druku i temperatury spiekania, gdyż wyższa temperatura sprzyja większemu zagęszczeniu materiału. Zależność tę zaobserwowano także w wynikach policzonego skurczu objętościowego gdzie największy wpływ na niego ma temperatura spiekania (Tab.2)

Tab.1 Porowatość opracowanych materiałów

Stopień wypełnienia i temperatura spiekania	Średnia porowatość [%]
20%-1400°C	0,43
50%-1400°C	0,38
80%-1400°C	0,32
20%-1500°C	0,36
50%-1500°C	0,29
80%-1500°C	0,23

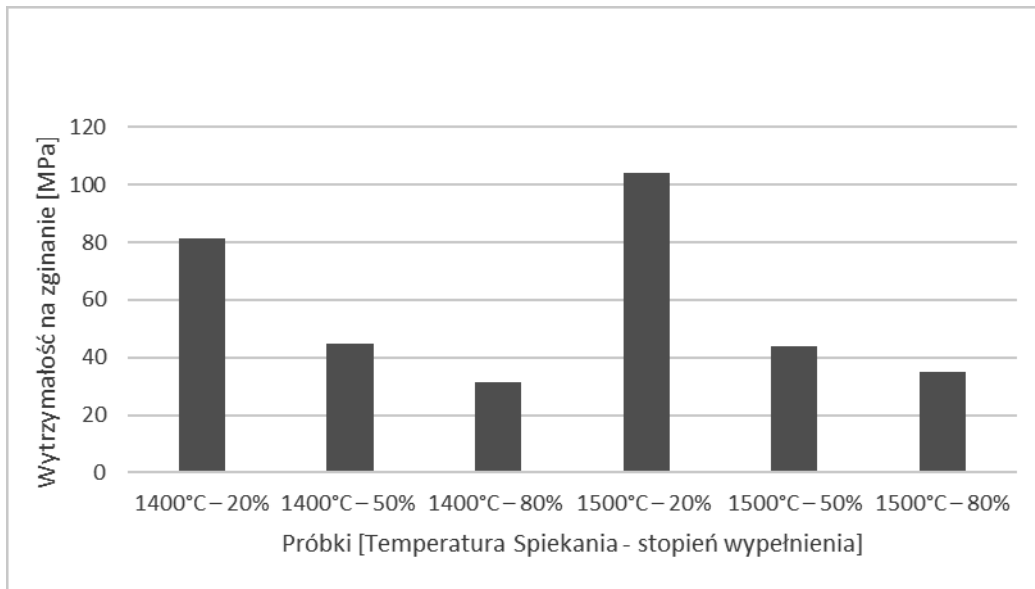
Tab.2 Skurcz objętościowy wytworzonych próbek

Próbka [Temperatura spiekania i stopień wypełnienia]	Skurcz objętościowy [%]
1400°C – 80%	0,32
1400°C – 50%	0,32
1400°C – 20%	0,33
1500°C – 80%	0,39
1500°C – 50%	0,41
1500°C – 20%	0,40

Wyniki statycznej próby zginania przedstawiono w Tab.3 i na Rys.4. Najwyższą wytrzymałością na zginanie wynoszącą 104 MPa charakteryzują się próbki w której zastosowano wypełnienie 20%, spiekana w temp. 1500°C. Materiały spiekane w temp. 1400°C charakteryzują się niższą wytrzymałością niż ich odpowiedniki spiekane w temp. 1500°C. Wraz ze wzrostem stopnia wypełnienia maleje wytrzymałość próbek, gdyż spada liczba pustek i porów w próbce, które stanowią bariery w procesie propagacji pęknięć.

Tab.3 Wytrzymałość na zginanie wytworzonych próbek

Próbki [Temperatura spiekania i stopień wypełnienia]	σ_{fM} [MPa]
1400°C – 20%	81,23
1400°C – 50%	44,60
1400°C – 80%	31,50
1500°C – 20%	104,00
1500°C – 50%	43,71
1500°C – 80%	35,16

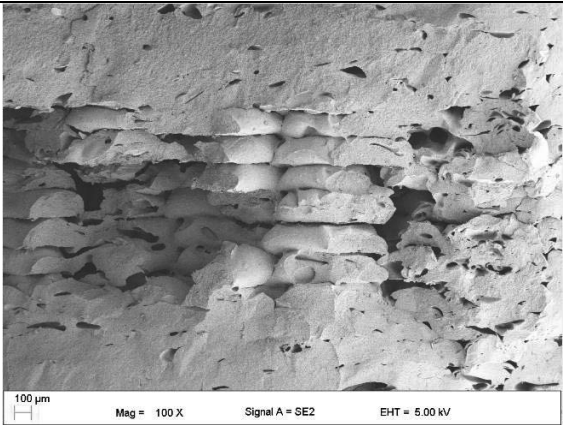
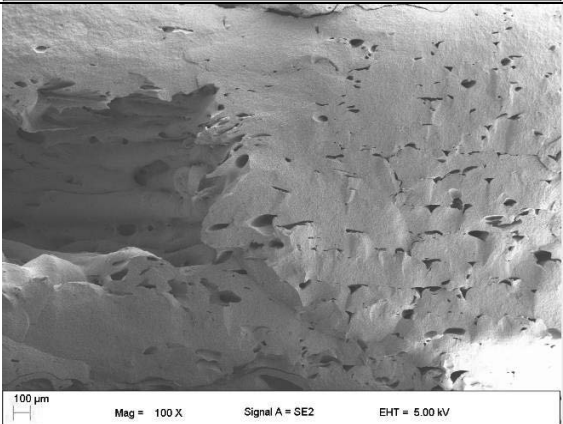
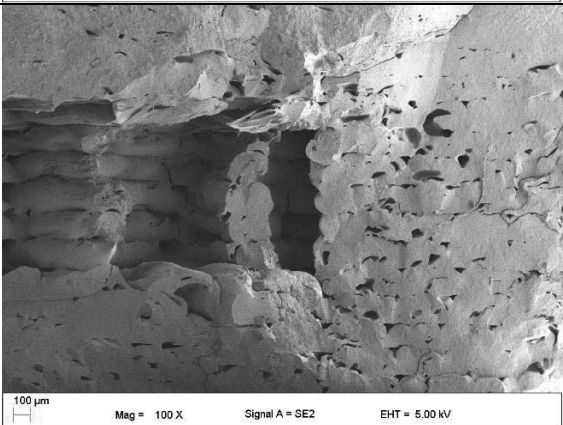
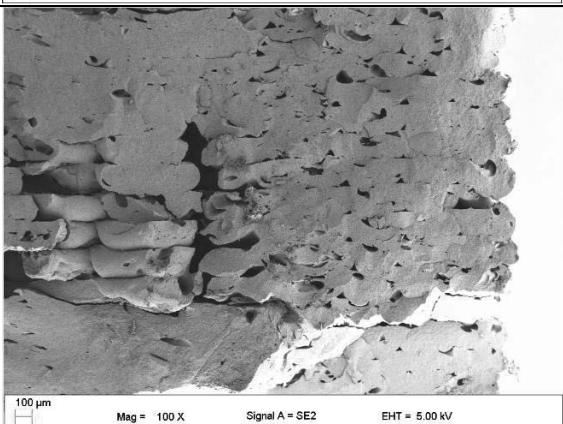


Rys. 4 Porównanie wytrzymałości na zginanie wytworzonych próbek

Przełomy po próbie statycznej próbie zginania poddano obserwacjom w skaningowym mikroskopie elektronowym SEM. Wyniki obserwacji zestawiono w Tab.4.

Tab.4 Przełomy opracowanych materiałów, powiększenie 100x

Temperatura spiekania- Stopień wypełnienia	
1400°C – 20%	
1400°C – 50%	

<p>1400°C – 80%</p>	
<p>1500°C – 20%</p>	
<p>1500°C – 50%</p>	
<p>1500°C – 80%</p>	

Przełomy mają charakterystyczny dla materiałów ceramicznych kruchy charakter. Zaobserwowano dwa rodzaje porowatości. Małe pory rozmieszczone wokół ścieżek druku i duże będące celem zastosowaniem niecałkowitego wypełnienia materiału. Nie zaobserwowano porów w obrębie pojedynczych ścieżek druku.

4. WNIOSKI

Na podstawie wykonanych badań sformułowano następujące wnioski:

- 1 Temperatura spiekania materiałów jest wprost proporcjonalna do wartości skurczu objętościowego i odwrotnie proporcjonalna do porowatości próbki.
- 2 Wraz ze wzrostem stopnia wypełnienia maleje wytrzymałość wytworzonych materiałów, gdyż spada liczba pustek i porów, które stanowią bariery w procesie propagacji pęknięć.
- 3 Przełomy materiałów mają charakter kruchy. Zaobserwowano liczne pory wokół pojedynczych ścieżek druku
- 4 Wytworzone elementy charakteryzują się wymaganą wytrzymałością i dobrym odwzorowaniem powierzchni stąd prezentowana technologia ich wytwarzania może znaleźć zastosowanie praktyczne.

BIBLIOGRAPHY

1. A. Savini, G.G. Savini. A Short History of 3D Printing, a Technological Revolution Just Started, ICOHTEC/IEEE International History of High-Technologies and Their Socio-Cultural Contexts Conference (HISTELCON), 2015
2. J. Horvath, - Mastering of 3d printing, Apress Berkeley, 2014
3. R.H., Awad, S.A. Habash, C.J. Hansen, 3D Printing Applications in Cardiovascular Medicine - 3D Printing Methods., 2018
4. A. Sharma, A. Rai, Fused deposition modelling (FDM) based 3D & 4D Printing: A state of art review, Materials Today Proceedings Volume 62 Part 1, 2022
5. A. Gebhardt, J. Kessler, L. Thurn, L. 3D Printing - Additive Manufacturing Processes/3D Printing. 3D Printing, 2018
6. L. Li, Q. Sun, C. Bellehumeur, P. Gu, Journal of Manufacturing Processes - Composite Modeling and Analysis for Fabrication of FDM Prototypes with Locally Controlled Properties, Vol. 4, 2002
7. M. Taufik, P.K. Jain, Journal of Manufacturing Science and Engineering-A Study of Build Edge Profile for Prediction of Surface Roughness in Fused Deposition Modeling, Volume 138, 2016
8. S. N. Economidou, D. Karalekas, Additive Manufacturing - Characterization of fused deposition modeling polymeric structures using embedded fiber Bragg grating sensors, 2018
9. J.W. Stansbury, M.J. Idacavage, Dental Materials - 3D printing with polymers: Challenges among expanding options and opportunities, Volume 32, 2016
10. N Travitzky, Advances in applied ceramics Processing of ceramic-metal composites, Vol. 111, 2012
11. Z. Chen, Z. Li, J. Li, C. Liu, C. Lao, Y. Fu, C. Liu, Y. Li, P. Wang, Y. He, 3D Printing of ceramics: A review, Journal of the European Ceramic Society 39, 2019
12. B. Ozkan F. Sameni,^aF. Bianchi, H. Zarezadeh, S. Karmel, D.S.Engstrøm, E. Sabet, Journal of the European Ceramic Society-3D printing ceramic cores for investment casting of turbine blades, using LCD screen printers: The mixture design and characterization, Volume 42, 2022
13. D. Owen, J. Hickey, A. Cusson, O.I. Ayeni, J. Rhoades, Y. Deng, Y. Zhang, L. Wu, H-Y Park, N. Hawaldar, P.P. Raikar, Y-G Jung, J. Zhang, Progress in Additive Manufacturing - 3D printing of ceramic components using a customized 3D ceramic printer, Volume 3, 2018



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Zvyšovanie koróznej odolnosti horčíkovej zliatiny AZ31 pomocou procesu plazmovej elektrolytickej oxidácie

Jaroslav Hrbek^a, Milan Štrbák^a, Eva Tillová^a, Mirosław Bonek^b

^a Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra materiálového inžinierstva, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina.

email: hrbek@fstroj.uniza.sk

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18A, 44-100 Gliwice, Poland

Abstrakt: Článok sa zaoberá všeobecným prehľadom horčíka a jeho zliatin, druhmi korózie a metódami hodnotenia korózie a povrchovými úpravami horčíka

Abstract: The article deals with the topic of magnesium and its alloys in general; types of corrosion; methods of evaluations of corrosion and surface treatment of magnesium.

Kľúčové slová: horčíkova zliatina, plazmová elektrolytická oxidácia, korózia.

1. ÚVOD

Horčík a jeho zliatiny sa považujú za široko používané v letectve, doprave, biomedicíne a energetike vďaka svojim vynikajúcim fyzikálnym a chemickým vlastnostiam vďaka nízkej hustote, dobrým tlmiacim vlastnostiam, dobrej biokompatibilite, recyklovateľnosti, veľkej kapacite skladovania vodíka a vysokej teoretickej špecifickosti. Aby však tieto výhody horčíka a jeho zliatin mohli hrať dôležitú úlohu vo veľkých priemyselných aplikáciách, je ešte potrebné prekonať mnohé ťažkosti [1].

Hlavnou nevýhodou, ktorá brzdí širšie použitie horčíkových zliatin, je ich nízka odolnosť proti korózii v rôznych prostrediach. Koróziu podľa odborníkov spôsobuje štruktúra zliatin, ktoré tvoria galvanické články. Nečistoty vstupujú do materiálu počas procesu odlievania, čo sťažuje odstránenie nečistôt [2-3].

Najlepším spôsobom ako zlepšiť odolnosť korózie horčíkových zliatin, sú rôzne povrchové úpravy. Medzi najznámejšiu povrchovú úpravu patrí, plazmová elektrolytická oxidácia (PEO). Cieľom tejto povrchovej úpravy je vytvorenie ochrannej anorganickej vrstvy, ktorá zlepšuje povrchové vlastnosti. Koncept tejto povrchovej úpravy vymyslel pred viac ako štyrmi desaťročiami Markov ako „otec“ PEO povlaku [4].

2. HORČÍK A JEHO ZLIATINY

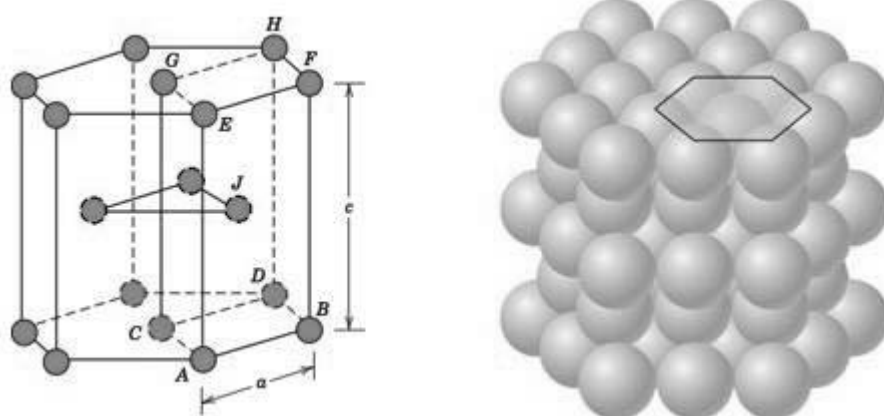
Horčík patri k jedným z najľahších kovov a zliatiny horčíka majú celkom špeciálne vlastnosti. Na zemi je horčík ôsmim najčastejšie sa vyskytujúcim prvkom a tretím najčastejšie používaným prvkom v konštrukčných materiáloch po železe (Fe) a hliníku (Al) [5].

Horčík (Mg) je nepolymorfný kov, ktorý kryštalizuje v hexagonálnej tesne usporiadanej mriežke (H12) (obr. 1). Jeho hustota je veľmi nízka ($1740 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$) a teplotu topenia dosahuje pri $650 \text{ }^\circ\text{C}$ (tab. 1). Mechanické vlastnosti nie sú priaznivé. Pri technicky čistom horčíku je pevnosť v ťahu (v liatom stave max. 110 MPa) veľmi nízka, ale je vyššia ako pri technicky čistom hliníku no pre konštrukčné využitie je aj tak veľmi nízka. Z typu kryštalografickej mriežky vyplýva, že horčík ma relatívne zlú tvárnosť, ale pri teplotách (nad $225 \text{ }^\circ\text{C}$) sa zlepšujú a preto sa tvárni väčšinou za tepla. Pevnosť horčíka môžeme zvýšiť pomocou deformácie na 160 až 220 MPa. Horčík a jeho zliatiny majú zlé korózne vlastnosti a preto sa čistý horčík nevyužíva ako konštrukčný materiál pre bežné aplikácie [6].

Tab. 1. Fyzikálne a mechanické vlastnosti Mg

Table 1. Physical and mechanical properties of Mg

Chemická značka	$\rho \text{ (Kg}\cdot\text{m}^{-3}\text{)}$	$T_t \text{ (}^\circ\text{C)}$	$R_m \text{ (MPa)}$
Mg	1740	650	110

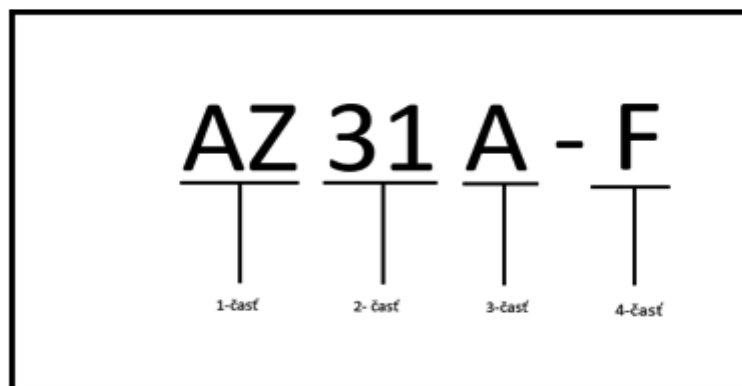


Obr. 1. Hexagonálna štruktúra horčíka (Mg) [7]

Figure 1. The hexagonal structure of magnesium (Mg) [7]

Na svete neexistuje žiadny medzinárodný systém označovania horčíkových zliatin. Najviac zaužívaný je klasifikačný systém ASTM (American Society for Testing and Materials) - obr. 2, tab. 1[8]. Prvé dve písmená označujú hlavné legujúce prvky, a to A = hliník, C = meď, E = vzácne zeminy, K = zirkónium, L = lítium, M = mangán, S = kremík, Z = zinok. Písmeno, zodpovedajúce prvku prítomnému v najväčšom množstve, sa používa ako prvé; ak sú množstvá rovnaké, sú zoradené abecedne. Za písmenami nasledujú číslice, ktoré označujú množstvá hlavných legujúcich prvkov vo váhových percentách, zaokrúhlených na najbližšie celé číslo.

Napr. AZ91 = znamená zliatinu 90 % Mg, 9 % Al a 1 % Zn; LA141 = označuje zliatinu 85 % Mg, 14 % Li a 1 % Al; AZ31 = označuje zliatinu, ktorá obsahuje 3 % Al a 1 % Zn.



Obr. 2. Označenie podľa americkej normy ASTM

Figure 2. Designation according to the American ASTM standard

1. V prvej časti sa nachádzajú hlavné legujúce prvky a to v poradí klesajúceho sa obsahu týchto prvkov alebo podľa abecedy (iba ak je obsah rovnaký) (tab. 1). Označenie legujúcich prvkov: A = hliník, M = mangán, L = Lítium, C = meď, Q = striebro, Z = zinok, E = PVZ, S = kremík, K = zirkónium, H = tórium a W = ytrium.
2. V druhej časti sa nachádza obsah v hmotnostných percentách, ktoré sú zaokrúhlené na celé čísla smerom nahor - (číslo 31, obr. 2).
3. V tretej časti sa nachádza písmeno, ktoré odlišuje zliatiny s rovnakým obsahom hlavných prísadových prvkov - (písmeno A, obr. 1).
4. Štvrtá časť pozostáva z písmena a jednej alebo viacerých číslic, ktoré sa zapisujú za pomlčkou a určujú stav materiálu, prípadne druh tepelného spracovania.

Pre zliatinu bežnej čistoty, ktorá by obsahovala priemerne 9 % hliníka a 1 hm.% zinku a bola tepelne spracovaná rozpúšťacím žiňaním a umelým starnutím by sme použili označenie AZ91C - T6. Podrobnejšie označenie stavu tepelného spracovania je:

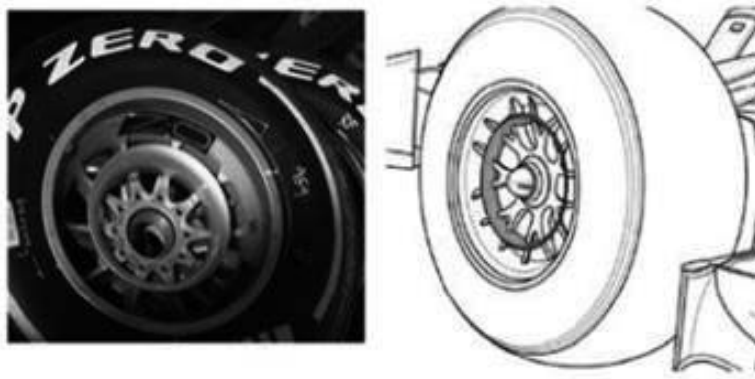
- F = bez tepelného spracovania
- T = iný spôsob tepelného spracovania
- H = deformačné spevnenie
- W = rozpúšťacie žiňanie
- O = rekryštalizačné žiňanie (iba pre výkovky).

Presnejšie určenie tepelného spracovania (T) [9]:

- T1 = ochladenie a prirodzené vystarnutie
- T2 = žiňanie (len pre odliatky)
- T3 = rozpúšťacie žiňanie a deformačné spevnenie
- T4 = rozpúšťacie žiňanie
- T5 = umelé vystarnutie
- T6 = rozpúšťacie žiňanie a umelé vystarnutie
- T7 = rozpúšťacie žiňanie a stabilizácia
- T8 = rozpúšťacie žiňanie, deformácia za studena a umelé vystarnutie
- T9 = rozpúšťacie žiňanie, umelé vystarnutie a deformácia za studena
- T10 = ochladenie, umelé vystarnutie a deformácia za studena

2.1. Použitie horčíkových zliatin

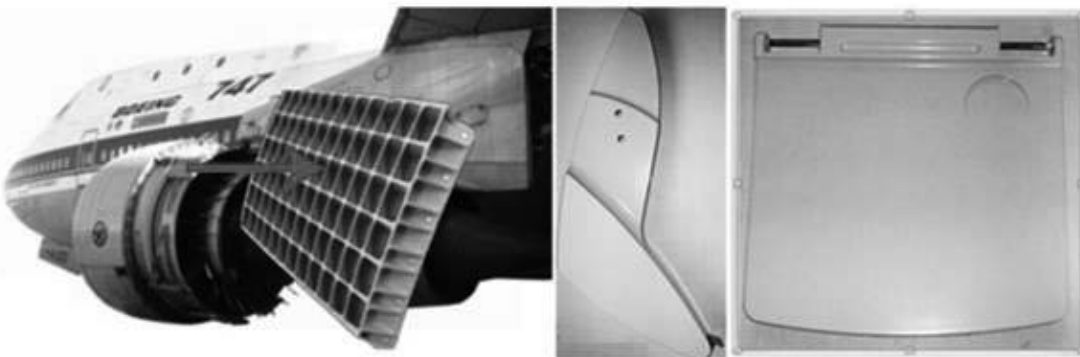
V automobilovom, leteckom a elektronickom priemysle sa od začiatku 90 rokov, venuje veľká pozornosť horčíkovým zliatinám. Je to spôsobené najmä tým, že zliatiny horčíka majú nízku hmotnosť, vynikajúcu schopnosť tlmenia a obrábateľnosť [5].



Obr. 3. Obruč z horčíkovej zliatiny [12]

Figure 3. Magnesium alloy rim [12]

Zliatiny horčíka pre automobilovú výrobu. Zníženie hmotnosti vozidla použitím zliatiny horčíka má veľký potenciál na zlepšenie palivovej spotreby, keďže sú o tretinu ľahšie ako zliatiny hliníka. Výrobcovia v automobilovom priemysle si vzhľadom na environmentálne legislatívy (napr. CAFE), určili cieľ použitia 40 -100 kg horčíkových zliatin v budúcej výrobe. Napr. použitie 70 KG horčíka na najťažšie komponenty auta, ako sú motor, kolesá, skriňa prevodovky a predná náprava, môžu znížiť váhu vozidla o 50 kg v prípade náhrady za oceľ alebo 18kg v prípade náhrady hliníka (obr. 3) [10-11].



Obr. 4. Príklady použitia Mg-zliatin v Boeingu 747 [13]

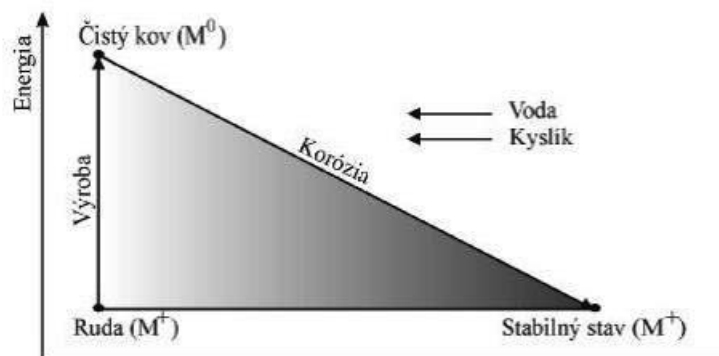
Figure 4. Examples of use Mg-alloys in the Boeing 747 [13]

Zliatiny horčíka pre leteckú výrobu. Najdôležitejšou otázkou v leteckom priemysle je zníženie hmotnosti. Preto sa horčíkové zliatiny považujú ako dobrá voľba. Medzi najznámejšie zliatiny horčíka v leteckom priemysle patria zliatiny ZE41, QE22 a najmä WE43, ktoré sa využívajú v obmedzenej miere v komponentoch lietadiel, leteckých motorov a vrtuľníkov ako sú

napr. kompresorové a filtračné skrine, kryty nad kokpitom a tlačidlá na palubnej doske (obr. 4). Na druhej strane, horčíkové zliatiny majú zlé korózne vlastnosti. Preto prináša do leteckého priemyslu ťažkosti [11].

3. KORÓZIA KOVOV A ICH ZLIATIN

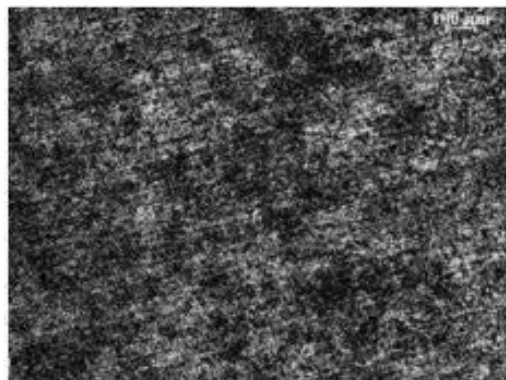
Korózia kovov nastáva spontánne, pretože kovy majú tendenciu dosiahnuť termodynamicky stabilný stav (prirodzený ako v prírode). Pri výrobe čistého kovu sa spotrebuje veľké množstvo energie, ktorej časť sa stáva elektrickým prúdom čistého kovu. Tento energeticky bohatý stav čistého kovu sa nazýva metastabilný stav, takže za normálnych podmienok má tendenciu vrátiť sa do stabilného stavu - obr. 5 [3, 14].



Obr. 5. Energetická bilancia prechodu kovu [3]

Figure 5. Energy balance of transition metal [3]

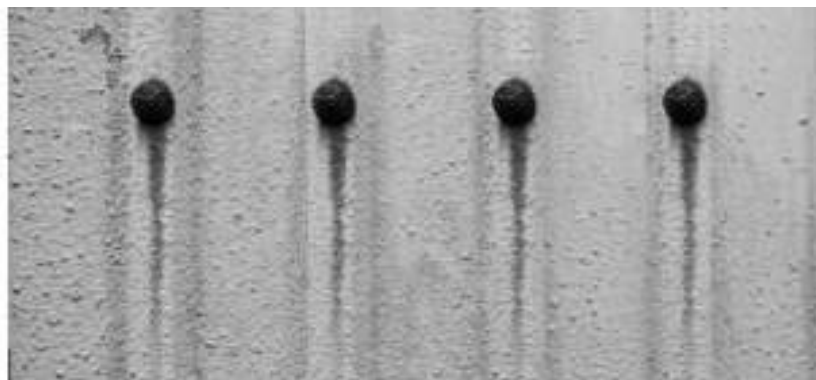
Všeobecná korózia. Všeobecná korózia napáda viac kovov, ktoré v danom prostredí nevykazujú pasiváciu. Táto korózia sa prejavuje rovnomerným rozpúšťaním po celom povrchu (obr. 6). Produkty korózie sú rozpustné alebo nerozpustné. Ak majú nerozpustné korózne produkty zlú príľnavosť, sú porézne a poskytujú len obmedzenú ochranu. Priebeh korózií horčíka vo vodnom prostredí vo všeobecnosti prebieha elektrochemickou reakciou s vodou za vzniku hydroxidu horečnatého a plynného vodíka, čo je mechanizmus, ktorý je relatívne necitlivý na koncentráciu kyslíka [3, 15].



Obr. 6. Všeobecná korózia

Figure 6. General corrosion

Galvanická korózia. Galvanická korózia je jednou z hlavných prekážok používania horčikových komponentov v automobilovom priemysle a bola identifikovaná ako kritický problém pri používaní horčíka na vonkajšie komponenty vozidiel. Horčík je totiž najaktívnejší kov v galvanických článkoch a komponenty horčíkovej zliatiny sú vždy aktívnymi anódami, keď sú v kontakte s inými kovmi (obr. 7). Teoreticky možno galvanickú koróziu eliminovať izoláciou alebo blokovaním priameho elektrického kontaktu medzi zliatinami horčíka a inými kovmi. Žiaľ, v praxi je priamy kontakt nevyhnutný alebo nevyhnutný pri konštrukcii vozidla kvôli mechanickým a elektrickým požiadavkám [16].



Obr. 7. Galvanická korózia
Figure 7. Galvanic corrosion

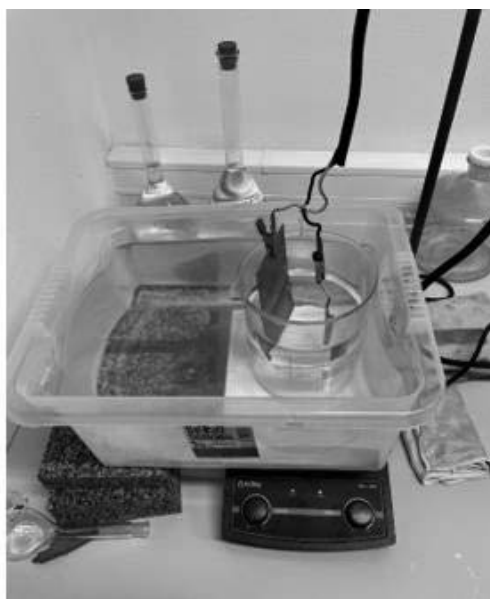
4. POVRCHOVÉ ÚPRAVY HORČÍKA

Jedným z najbežnejších spôsobov prevencie korózie je úprava horčíkového povrchu. Povrchové úpravy môžu chrániť materiály vytvorením povlaku medzi kovom a jeho prostredím alebo prítomnosťou chemikálií inhibujúcich koróziu na povrchu kovu. Na zabezpečenie primeranej ochrany proti korózii musí byť povlak rovnomerný, musí mať dobrú priľnavosť a musí byť bez pórov [17].

Plazmová elektrolytická oxidácia (PEO), niekedy označovaná ako micro arc oxidation (MAO), je sľubnou technikou na prípravu povrchových vrstiev s vlastnosťami podobnými keramike. Jedná sa o vysokonapäťový (400 až 600 V), finančne nenáročný proces, ktorý je navyše ekologický, keďže k príprave elektrolytov sa používajú chemické látky prijateľné pre životné prostredie. Okrem dobrej koróznej odolnosti vykazujú tieto vrstvy aj dobrú odolnosť voči opotrebeniu.

PEO je určená pre zliatiny ľahkých kovov. Takto upravené povrchy zvyšujú odolnosť proti opotrebovaniu, majú vysokú odolnosť proti korózii a tepelnú stabilitu. Pri PEO dochádza k plazmovému výboju na povrchu upravovanej časti ponorenej do elektrolytu, čo spôsobí čiastočné roztavenie vytvoreného oxidového filmu. Vytvorí sa adhézna vrstva na báze polárneho oxidu. Kvalita výslednej vrstvy je ovplyvnená mnohými faktormi, ako je použitý zdroj energie, čas prípravy, zloženie elektrolytu a veľkosť hustoty napätia a prúdu. Schéma zariadenia používaného na vytváranie PEA vrstiev na Mg-zliatinách na KMI SjF UNIZA je dokumentovaná na obr. 8.

Vývoj technológie PEO za posledné desaťročie poskytol povlaky s tvrdosťou, odolnosťou proti korózii a ďalšími mechanickými a fyzikálnymi vlastnosťami v širokom spektre priemyselných odvetví [2, 18].



Obr. 8. Plazmová elektrolytická oxidácia
Figure 8. Plasma electrolytic oxidation

5. ZÁVER

Predkladaná práca je zameraná na zhrnutie základných poznatkov o horčíku a jeho zliatinách, označovaní Mg-zliatin, o korózii obecné, korózii horčíka a jeho zliatin a perspektívnej modernej povrchovej úpravy horčíkových zliatin.

Vrstvy vytvorené metódou PEO výrazne zvyšujú aplikačné možnosti horčíkových zliatin v technologických prostrediach obsahujúcich chloridy. Potenciálny výrobca alebo zákazník môže následné experimentálne práce zamerané na hodnotenie koróznej odolnosti PEO vrstiev využiť pri rozhodovaní o tom, do akej miery je možné chrániť jeho výrobok konkrétnou kombináciou povrchových úprav a ktorá úprava je pre neho ekonomicky výhodnejšia.

POĎAKOVANIE

Príspevok vznikol v rámci riešenia spoločného slovensko-poľského projektovo orientovaného vzdelávania - PBL, v súťaži VIII v rámci programu Iniciatíva excelentnosti – Politechnika Śląska, Gliwice ako výsledok spolupráce medzi Politechnikou Slaskou (Poľsko) a Žilinskou univerzitou v Žiline a projektu KEGA č. 004ŽU-4/2023.

LITERATÚRA

1. J. Song, et al., Latest research advances on magnesium and magnesium alloys worldwide. pp. 1-41, 2020.
2. D. Kajánek, Štúdium mechanizmov korózneho napadnutia povrchovo upravených: dizertačná práca, Žilina, 2019.
3. B. Hadzima, Korózia zliatin Mg-Al-Zn, dizertačná práca, Žilina, 2003.

4. M. Kaseem, et all. Recent progress in surface modification of metals coated by plasma electrolytic oxidation: Principle, structure, and performance, 2021.
5. G. L. Song, A. Atrens, Corrosion mechanisms of magnesium alloys. Wiley Online Library, pp. 11-33, 1999.
6. O. Bokůvka, a kol., Náuka o materialoch. EDIS, Žilina, 2015.
7. H. D. Noor, Materials science and engineering, International Energy and Environment Foundation, pp. 41-42, 2019.
8. M. Avedesian, H. Baker, ASM specialty handbook: magnesium and magnesium alloys, ASM international, pp. 15-16, 1999.
9. P. Oslanec, www.materialing.com. https://www.materialing.com/zliatiny_horcika
10. A. Němcová, Únavové charakteristiky modifikovaných hořčkových slitin po korozní degradaci, dizertačná práce. Brno, 2013.
11. B. Bronfin, Magnesium Alloys Development towards the 21st Century, Trans Tech Publications, pp. 19-30, 2000.
12. P. Orendáč, A. Panda, <https://www.sjf.tuke.sk/transferinovacii/pages/archiv/transfer/33-2016/pdf/012-015.pdf>
13. A. Dziubińska, et all., The forming of magnesium alloy forgings for aircraft and automotive applications. pp. 158-168. 2016.
14. F. Pettit, Hot Corrosion of Metals and Alloys, pp. 1–21, 2011.
15. G. Makar, J. Kruger, Corrosion of magnesium, Taylor & Francis, pp. 138-153, 1993.
16. G. Song, et. All., Galvanic corrosion of magnesium alloy AZ91D in contact with an aluminium alloy, steel and zinc, pp. 955-977, Elsevier, 2004.
17. E. E. Stansbury, R. A. Buchanan, Handbook of Environmental Degradation of Materials. 2005.
18. F. C. Ryder, C. T. Walch, J. Low, R. J. K. Wood, K. T. Stevens, J. Archer, A. R. Poeton, A. Plasma electrolytic oxidation (PEO) for production of anodised coatings on lightweight metal (Al, Mg, Ti) alloys, Taylor & Francis, 2009.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Najčastejšie druhy korózneho napadnutia kovov

Matúš Hrubý^a, Viera Zatkáliková^a, Eva Tillová^a, Mirosław Bonek^b

^a Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra materiálového inžinierstva, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina

email: hruby6@stud.uniza.sk

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18A, 44-100 Gliwice, Poland

Abstrakt: Článok sa zaoberá teoretickým prehľadom najčastejších druhov korózneho napadnutia kovov.

Abstract: The article deals with a theoretical overview of the most common types of corrosion attack on metals.

Kľúčové slová: korózia, kovy, druhy korózneho napadnutia

1. ÚVOD

Podľa termodynamických zákonov je jasné, že nedokážeme zabrániť korózii technických kovov, pretože ide o prirodzený, samovoľný dej. Tento dej je ale možné účinne spomaliť a to odborným prístupom. Musíme brať do úvahy fakt, že tu platí 1. zákon cyklistiky: „Nech urobíš, čo urobíš, je to vždy do kopca a proti vetru“ [1].

Odhady, ktoré boli uskutočnené v niektorých krajinách sa väčšinou zhodujú v tom, že celkové straty spôsobené koróziou sú asi 3 až 5 % hrubého domáceho produktu. Taktiež je potrebné spomenúť, že účinnosť protikorózneho ochrany strojárnských výrobkov sa v obchodných vzťahoch stále viac a viac uplatňuje ako jeden z rozhodujúcich ukazovateľov kvality výrobkov [2].

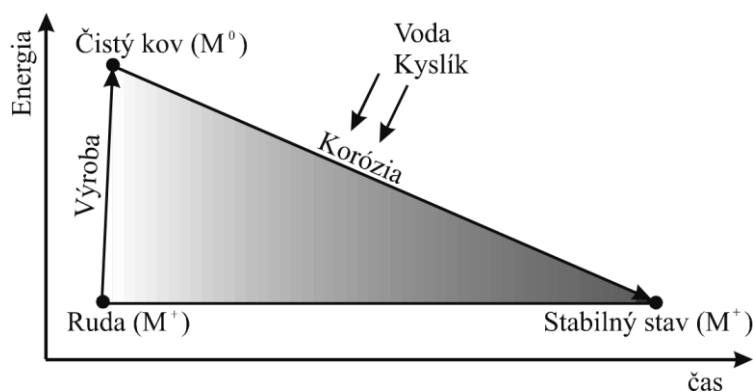
2. KORÓZIA KOVOV

Korózia je fyzikálnochemická interakcia prostredia s kovom, ktorej výsledkom je trvalá chemická zmena kovu, ktorý tým zásadne mení svoje fyzikálne, chemické aj mechanické vlastnosti. Podľa Fontanu a Staehleho význam samotného výrazu "korózia" zahŕňa reakcie nielen kovov, ale aj iných látok, napríklad skla, kompozitov a polymérov s prostredím [2].

Pri chemickom pôsobení korózneho prostredia dochádza k chemickej reakcii materiálu s prostredím. Pri fyzikálnom pôsobení dochádza k fyzikálnemu pôsobeniu prostredia, napr.

korózia roztavenými kovmi, odparovanie. Rozrušovanie fyzikálnymi dejmi nazývame erózia, opotrebovanie, atď. [3].

Korózia podstatnej väčšiny kovov (Fe, Zn, Pb, Cr, Al, Sn a iné) prebieha samovoľne, pretože kov sa tak dostáva do termodynamicky stabilného stavu, prirodzeného, v akom sa nachádza v prírode, kde je viazaný v mineráloch. Na získanie čistého kovu z minerálov je potrebné vynaložiť veľké množstvo energie, ktorej časť sa stáva ich súčasťou. Tento energetický bohatší stav čistého kovu sa označuje ako metastabilný, preto má snahu za normálnych podmienok vrátiť do stavu stabilného, ako to vyjadruje Obr. 1. Kovy sú nenahraditeľné pre svoje určité vlastnosti ako je pevnosť, ťažnosť, tepelná, elektrická vodivosť a iné [1].



Obr. 1. Energetická bilancia prechodu kovu M^0 do stavu oxidovaného M^{n+} a opačne [2]

Figure 1. Energy balance of the transition of metal M^0 to the oxidized state M^{n+} and vice versa [2]

1.1. Chemická korózia

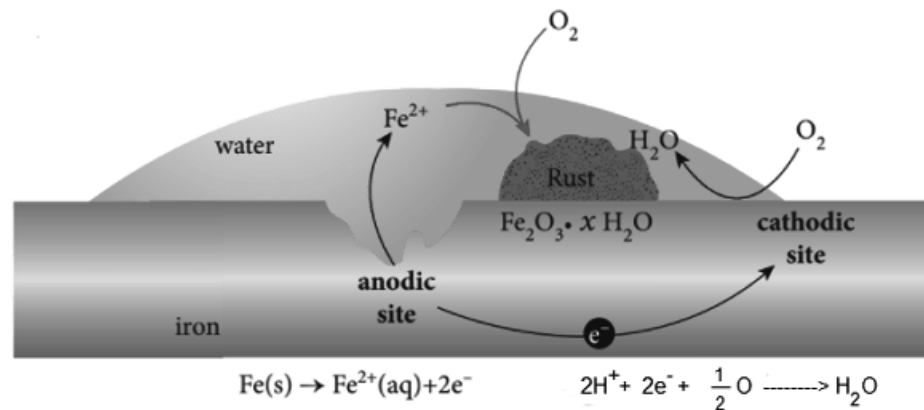
Chemická korózia je znehodnotenie materiálu, ktorá nastáva priamym vplyvom chemického pôsobenia kovu a prostredia, ktorým sú nevodivé plyny a kvapaliny. V praxi je to hlavne korózia ocele v prostredí prehriatej pary, v kvapalných neelektrolytoch (nafta, benzín a pod.) a chemická korózia pri ohreve ocele. Chemická korózia pri ohreve spôsobuje okrem straty materiálu aj rôzne technologické problémy, ako zavalcovanie a zakovanie okují do povrchu, tvrdý povrch, ktorý sťažuje obrábanie a iné. Chemická reakcia medzi kovom a plynným, alebo kvapalným prostredím je heterogénna [4].

1.2. Elektrochemická korózia

Elektrochemická korózia prebieha iba v elektricky vodivých prostrediach (elektrolytoch), ktorých je samozrejme oveľa viac ako nevodivých prostredí. Preto sú elektrochemické korózne reakcie najrozšírenejším typom korózie. Tento typ korózie prebieha najčastejšie v prostrediach ako je napr. atmosféra, voda, vodné roztoky chemických látok a pod. Elektrochemická korózia je najrozšírenejším typom korózie a preto jej budeme venovať viacej pozornosti [5].

Elektrochemická korózia sa riadi zákonmi elektrochemickej kinetiky. Pri korózne reakcii vzniká el. prúd, ktorého podstatná časť sa mení na teplo. Príkladom elektrochemickej korózie môže byť korózny proces vo vodnej kvapke na povrchu železa (Obr. 2). V krajných vrstvách kvapky prebieha katódová reakcia, a to redukcia rozpúšťaného kyslíka z atmosféry. Anódová

reakcia zodpovedá oxidácii Fe, čiže jeho korózii. Korózne spodiny (hrdza $\text{Fe}(\text{OH})_3$) vznikajú reakciami uvedenými na (Obr. 2) [6].



Obr. 2. Priebeh korózných reakcií vo vodnej kvapke [7]

Figure 2. The course of corrosion reactions in a drop of water [7]

3. DRUHY KORÓZNEHO NAPADNUTIA

Skoro všetky kovy bežne používané v praxi korodujú. Prejav korózneho napadnutia býva veľmi pestrý a závisí od charakteru kovov, prostredia a všetkých vnútorných a vonkajších faktorov, ktoré na kov pôsobia. K najčastejšie sa vyskytujúcim formám korózie (elektrochemickej) v praxi patria nasledovné druhy korózie [2].

3.1. Celková korózia

Celková korózia (Obr. 3) je charakterizovaná koróznym pôsobením, ktoré prebieha rovnomerne po celej ploche alebo veľkej časti celkovej plochy. Všeobecné stenčovanie prebieha až do úplného zničenia. Na základe znižovania nosnosti ide o najdôležitejšiu formu korózie. Rovnomerná korózia je však relatívne ľahko merateľná a predvídateľná, takže katastrofálne poruchy sú pomerne zriedkavé. V mnohých prípadoch je to nežiadúce len z hľadiska vzhľadu. Rozpad ochranných náterov na konštrukciách často vedie k tejto forme korózie. Zmatnenie lesklého alebo lešteného povrchu, leptanie kyslými čistiacimi prostriedkami alebo oxidácia (zmena farby) ocele sú príklady povrchovej korózie. Povrchová korózia môže naznačovať poruchu ochranného náteru a mala by byť dôkladne preskúmaná kvôli ďalšiemu koróznemu napadnutiu. Ak sa nezabráni pokračovaniu povrchovej korózie povrch môže zdrsniť a povrchová korózia môže viesť k závažnejším typom korózie [8].

Celková korózia sa najčastejšie prejavuje u kovov ktoré nemajú schopnosť sa pasivovať, sú termodynamicky nestabilné v danom prostredí a korózne produkty majú nízku ochrannú účinnosť. Celková korózia môže byť rovnomerná alebo nerovnomerná. Rovnomerná korózia sa objavuje zriedkavo a to v silno agresívnych podmienkach, v ktorých sa tvorí dobre rozpustný korózný produkt, ktorý nebráni prístupu agresívnych zložiek prostredia k ďalším vrstvám kovu a ani ich nespomaľuje. V praxi sa väčšinou stretávame s nerovnomernou koróziou ktorá preniká do rôznej hĺbky materiálu. Je to zapríčinené najmä nehomogenitou kovu alebo zliatiny, charakterom korózných spodín, prostredia, stavom povrchu a pod. Korózne produkty miestami spomaľujú korózne reakcie a nebránia prístupu prostredia k jeho povrchu, majú slabú

prilnavosť ku kovu. Takýto priebeh korózie má napríklad nelegovaná oceľ vo vode, atmosfére, pôde, v elektrolyte, kde sa vytvárajú pórovité, nerozpustné korózne produkty s odlišnou prilnavosťou k povrchu kovu [2].

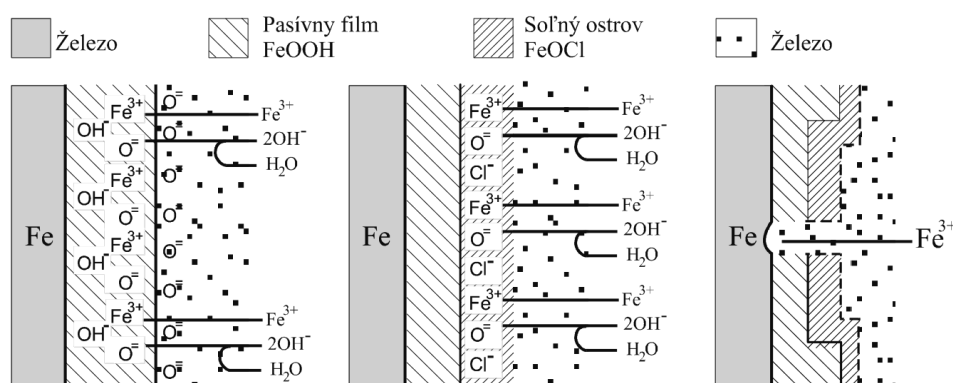


Obr. 3. Celková korózia [9]

Figure 3. General corrosion [9]

3.2. Bodová korózia

Bodová korózia je v praxi veľmi nebezpečná, pretože postihuje len malú plochu kovu, a preto sa často zistí neskoro. Pri vhodných podmienkach sa dokáže v krátkom čase rozšíriť do hĺbky, čo spôsobí úplné prekorodovanie materiálu aj pri hrúbke niekoľkých milimetrov. Takéto poškodenie často vedie k havarijným situáciám, keď sa pracovné médium dostáva na rôzne miesta zariadenia cez korózne body, čo vedie k vyvolaniu nežiadúcich procesov, často s vážnymi environmentálnymi a ekonomickými dôsledkami [10].



Obr. 3. Schéma mechanizmu vzniku korózneho bodu [2]

Figure 4. Diagram of the corrosion point formation mechanism [2]

Bodová korózia je lokálne napadnutie inak odolného pasívneho povrchu pasivovateľných kovov, alebo zliatin (napr. nehrdzavejúcich ocelí alebo hliníka a jeho zliatin), vznikajúce za prítomnosti látok, ktoré lokálne porušujú pasívnu vrstvu. Táto forma korózie vytvára na povrchu rôzne hlboké jamky často s veľmi úzkym hrdlom. K bodovému napadnutiu dochádza lokálnym porušením pasívnej vrstvy. Mechanizmus bodovej korózie (Obr. 4) je v podstate

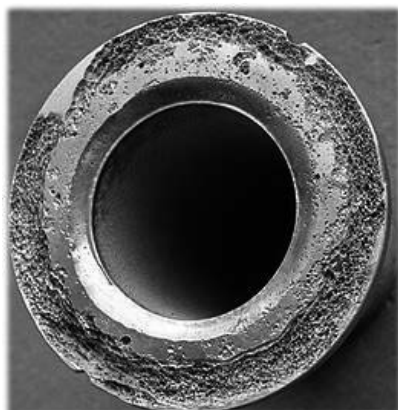
rovnaký, ako pri štrbinovej korózii. Rozdiel je v tom, že na voľnom povrchu pasivovaných kovov samovoľne vzniká zárodok „štrbiny“. Najčastejšou príčinou je konkurenčný účinok hydroxylových (pasivačný účinok) a chloridových (depassivačný účinok) iónov [11].

3.3. Štrbinová korózia

Štrbinová korózia (Obr. 5) je bežnou formou korózie, na ktorú sú pasivujúce sa kovy a zliatiny obzvlášť citlivé. Štrbinová korózia sa vo všeobecnosti pozoruje tam, kde sa vyskytujú malé množstvá stojaceho roztoku (elektrolytu), napríklad medzi prírubami, skrutkami, maticami, pod tesneniami atď. Štrbinová korózia sa môže vyskytovať aj pod produktmi korózie a inými usadeninami, tá sa potom označuje ako korózia pod vrstvou. Prítomnosť chloridových iónov veľmi prispieva k štrbinovej korózii. Štrbina musí byť dostatočne široká, aby prepúšťala vlhkosť a dostatočne úzka, aby zabezpečila stojace médium [12].

Vo vnútri štrbiny je rozpustený kyslík spotrebovaný katódovou reakciou v neutrálnom vodnom elektrolyte a prísun ďalšieho je obmedzený tým, že je ťažšie vymieňaný roztok vo vnútri štrbiny. Vzhľadom na nedostatok oxidačného činidla sa anódou stáva vnútorný povrch štrbiny, na ktorej prevláda oxidácia zložiek kovu. Touto reakciou uvoľňované elektróny sú odvádzané kovom na miesto mimo štrbiny kde je neobmedzený prístup rozpusteného kyslíka k rozhraniu elektrolyt/kov. Priebeh katódovej reakcie sa sústreďuje na okolie ústia štrbiny, ktorá sa stáva katódou. V štrbine je obvykle náboj kovových katiónov kompenzovaný migráciou chloridových aniónov z objemu roztoku do štrbiny a hydrolyzou iónov kovu sa vo vnútri štrbiny roztok ďalej okysľuje. Vo vnútri roztoku vzrastá agresivita ktorá vedie k poškodeniu pôvodnej pasívnej vrstvy a tým aj k aktivácii kovu na vnútornom povrchu a vzniku korózneho článku [11].

Štrbinová korózia sa môže vyskytnúť aj pri nepasivujúcich sa materiáloch, ktoré sú chránené povlakmi, prípadne pod nánosmi nečistôt [2].



Obr. 5. Štrbinová korózia nehrdzavejúcej ocele [13]

Figure 5. Crevice corrosion of stainless steel [13]

3.4. Korózne praskanie

Korózne praskanie (Obr. 6) je mechanicko-chemický proces, ktorý vedie k praskaniu určitých zliatin pri napätiach pod ich pevnosťou v ťahu. Vyžaduje sa citlivá zliatina, vhodné

chemické prostredie a trvalé namáhanie v ťahu. Je pravdepodobné, že neexistujú žiadne zliatiny, ktoré by boli úplne imúnne voči koróznemu praskaniu vo všetkých prostrediach [14].

Tvar koróznej trhliny sa väčšinou podobná rieke, t.j. pozorujeme tzv. primárnu trhlinu a jej prítoky [15].

Tlakové napätia na rozdiel od ťahových, majú ochranný vplyv. Korózne praskanie sa často vyskytuje v médiách, ktoré sú málo agresívne, alebo neagresívne voči príslušnému kovu alebo zliatine pri absencii zaťaženia v ťahu (napr. austenitické nehrdzavejúce ocele vo vode a pare s vysokou teplotou). S tým spojené straty hmotnosti sú vo všeobecnosti veľmi malé a dokonca nevýznamné v porovnaní s rozsahom celkových vzniknutých škôd. Táto forma korózie má veľký praktický význam a predstavuje trvalé riziko v mnohých priemyselných zariadeniach z ekonomického hľadiska, ako aj z hľadiska bezpečnosti (personál, spoľahlivosť zariadení, ohľaduplnosť k životnému prostrediu). Čas potrebný na to, aby sa materiál úplne poškodil v dôsledku korózneho praskania, sa môže pohybovať od niekoľkých minút až po niekoľko rokov [16].

Kovy ktoré sú homogénne, majú najvyššiu odolnosť voči koróznemu praskaniu. Náchylnejšie sú materiály s vysokou pevnosťou v ťahu. Trhliny sa šíria najmä v smere kolmom na ťahové napätie. Prevencia proti koróznemu praskaniu zahŕňa: zníženie ťahových napätí, zmenu kovového materiálu, odstránenie špecifických zložiek z prostredia, elektrickú ochranu, prídavok inhibítora, odstránenie vnútorných pnutí žíhaním, odstránenie amoniaku z prostredia [17].



Obr. 6. Korózne praskanie nehrdzavejúcej ocele AISI 316L [2]

Figure 6. Corrosion cracking of stainless steel AISI 316L [2]

3.5. Medzikryštálová korózia

Medzikryštálová korózia (Obr. 7) prebieha za určitých podmienok prednostne medzi zrnami pozdĺž ich rozhrania. Najmä zliatiny sú citlivé na tento typ korózneho poškodenia napr. pri ohreve, starnutí, spracovaní alebo tepelnom ovplyvnení v ktorých dochádza na hraniciach zŕn k zmenám štruktúry. Ohrozuje hlavne nehrdzavejúce ocele, niklové a hliníkové zliatiny, v závislosti od ich štruktúry, chemického zloženia a tepelného spracovania. Medzikryštálová korózia na rozdiel od iných typov korózie nenapáda celý povrch zliatiny. Prebieha len pozdĺž hraníc zŕn alebo hraníc dvojčiat a je ovplyvnená len veľmi úzkou oblasťou, kde sa výrazne mení korózna odolnosť v dôsledku štrukturálnych zmien. Tento druh korózie preniká do značnej hĺbky, ničí súdržnosť zŕn a zliatina postupne stráca pevnosť a húževnatosť [18].

K medzikryštálovej korózii dochádza najrýchlejšie tam, kde ochudobnená časť kovu koroduje v aktívnom stave, zatiaľ čo ostatný povrch je v pasívnom stave [17].



Obr. 7. Medzikryštálová korózia [19]
Figure 7. Intercrystalline corrosion [19]

4. ZÁVER

Rastúce ekonomické tlaky na efektívnejšie využívanie kovov, surovín a energie vyvolávajú zvýšené požiadavky na použitie súčastí s dostatočnou koróznou odolnosťou. Životnosť každej časti konštrukcie by mala pritom byť rovnaká ako požadovaná životnosť celej konštrukcie. Získané poznatky o príčinách, kinetike a mechanizme korózie umožňujú vytvoriť predstavu o možnostiach ako koróziu zabrániť, alebo ju aspoň spomaliť. Korózne deje sú lokalizované na medzifázové rozhranie kov - korózne prostredie, korózne napadnutie začína skoro vždy na povrchu kovu [20].

Z charakteristiky korózie vyplýva niekoľko spôsobov ochrany, prípadne ich kombinácie:

- Vhodná voľba materiálu a konštrukcie;
- Úprava prostredia;
- Elektrochemická ochrana;
- Vytvorenie ochranných povlakov [4].

POĎAKOVANIE

Príspevok vznikol v rámci riešenia spoločného slovensko-poľského projektovo orientovaného vzdelávania - PBL, v súťaži VIII v rámci programu Iniciatíva excelentnosti – Politechnika Śląska, Gliwice ako výsledok spolupráce medzi Politechnikou Slaskou (Poľsko) a Žilinskou univerzitou v Žiline a projektu KEGA č. 004ŽU-4/2023.

LITERATÚRA

1. T. Liptáková, I. Šestina, I., Základy korózie a ochrany kovov v plynárenstve. Žilina: Edičné stredisko ŽU. 1997.
2. B. Hadzima, T. Liptáková, Základy elektrochemickej korózie kovov. Žilina: EDIS. 2008.

3. Korózne napadnutie. [online]. http://kmi2.uniza.sk/wp-content/uploads/2010/02/Korozne-napadnutie_teoria.pdf
4. P. Skočovský, O. Bokůvka, R. Konečná, E. Tillová, *Náuka o materiáli*. Žilina: EDIS. 2015.
5. J. Červený, *Koroze a protikorozi ochrana automobilů*. Praha: NDS, 1987.
6. Korózia a opotrebenie. [online]. <http://kmi2.uniza.sk/wp-content/uploads/2010/12/Kor%C3%B3zia-a-opotrebenie-teoria.doc>
7. Gk Scientist, *Electrochemical Theory of Rusting and Prevention of Corrosion*. [online]. 2021. <https://gkscientist.com/electrochemical-theory-of-rusting/>
8. P.R. Roberge, *Handbook of Corrosion Engineering*. McGraw-Hill Education – Europe, 2000.
9. Ignite Industrial technologies, *What creates rust?* [online]. 2022 <https://ignitecleaners.com/what-creates-rust/>
10. T. Liptáková, *Bodová korózia nehrdzavejúcich ocelí*. Žilina: EDIS. 2009.
11. P. Novák, *Druhy koroze kovů*, 2005, [online]. http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady_kmt_magistri/KPU/koroze%20druhy%20vscht.PDF
12. F. Khoshnaw, R. Gubner, *Corrosion Atlas Case Studies*. Elsevier Science. 2021.
13. Ampco Metal, *Corrosion can destroy metals - but how does it work?* [online]. 2019. <https://academy.ampcometal.com/corrosion-can-destroy-metals-but-how-does-it-work>
14. P. R. Roberge, *Corrosion Engineering*. McGraw-Hill Education - Europe. 2008. I
15. A. MAHMOOD, *Developments in Corrosion Protection*. 2014.
16. *The Multimedia Corrosion Guide, Stress corrosion cracking*. 2022. [online]. https://www.cdcorrosion.com/mode_corrosion/stress_corrosion_cracking.htm
17. P. Novák, *Koroze kovů*. [online]. <https://ukmki.vscht.cz/files/uzel/0016736/Koroze%20kov%C5%AF.pdf?redirected>
18. *Úvod do korózie*. [online]. 2022. <https://docplayer.net/44583247-15-uvod-do-korozie-podstata-korozie.html>
19. *Hodnotenie korózneho poškodenia*. [online]. <http://kmi2.uniza.sk/wp-content/uploads/2010/12/Prezent%C3%A1cia-korozia-podklad.pdf>
20. J. Kocich, S. Tuleja, *Korózia a ochrana kovov*. Košice: Hutnícka fakulta Technickej univerzity v Košiciach. 1998.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Innowacyjne technologie laserowe w aspekcie technologicznym zaawansowanych metod obróbki materiałów metalowych

P. Janiak^a, J. Kierepka^a, P. Cincio^a, K. Gawęda^a, K. Samek^a, M. Bonek^b, E. Tillova^c

^a Student/ka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

^c Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra materiálového inžinierstva, Žilina, Slovak Republic

Streszczenie: W niniejszej publikacji przedstawiono kluczową rolę nowoczesnych technologii laserowych w tworzeniu połączeń nierozłącznych metali i ich stopów. Scharakteryzowano dotychczasową ewolucję laserów i jej wpływ na rozwój technik obróbki metali. Omówiono budowę i cechy charakterystyczne laserów stosowanych w technologiach spawania i napawania laserowego, a także przybliżono najistotniejsze parametry tych procesów. W ramach podsumowania przedstawiono predykcje rozwoju nowoczesnych technik laserowych w kontekście spawalnictwa, skupiając się również na nieodłącznie towarzyszących wyzwaniach technologicznych.

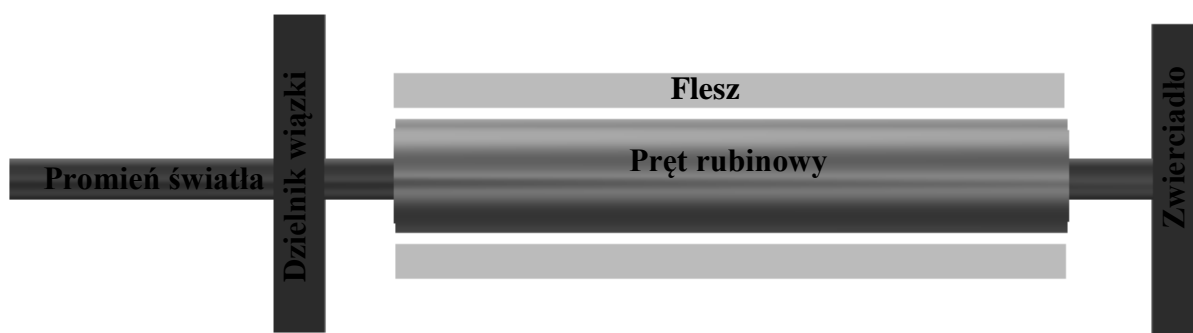
Abstract: This publication presents the key role of modern laser technologies in the creation of permanent joints between metals and their alloys. The current evolution of lasers and its impact on the development of metalworking techniques have been characterized. The construction and characteristics of lasers used in welding and laser cladding technologies are discussed, and the most important parameters of these processes are approximated. As part of the summary, predictions for the development of modern laser techniques in the context of welding are presented, focusing also on the inherent technological challenges.

Słowa kluczowe: spawanie laserowe, napawanie laserowe, połączenia nierozłączne, nowoczesne technologie laserowe.

1. WSTĘP

Od pierwszego rozbłysku koherentnej i monochromatycznej wiązki światła z cylindra wykonanego z rubinu minęło ponad pół wieku. Wydarzenie to zmieniło oblicze światowego przemysłu, kierując jego rozwój na nowe, obiecujące tory. W ciągu niecałych 70 lat ewolucja technologii laserowych cechowała się na tyle znacznym dynamizmem, że postęp ten można określić jako geometryczny. Jako pierwszy skonstruowano wyżej wspomniany laser rubinowy (Rysunek 1). W ciągu tej samej dekady powstały lasery gazowe oraz lasery na ciałach stałych,

które do dziś są szeroko stosowane w wielu gałęziach przemysłu i medycyny, takie jak laser helowo-neonowy, laser na dwutlenku węgla, laser neodymowy, czy pierwszy laser z granatem aluminiowo-ityrowym – YAG. Szybko zauważono korzyści płynące z synergistycznego działania już opracowanych technologii laserowych, co doprowadziło do syntezy i powstania laseru Nd:YAG. W kolejnych latach udoskonalono pionierskie lasery półprzewodnikowe, które do dziś stanowią jedno z najbardziej perspektywicznych zastosowań we współczesnej fotonice, dzięki szczególnie korzystnemu stosunkowi mocy do gabarytów [1,2].



Rysunek 1. Schemat budowy lasera rubinowego.

Figure 1. Scheme of a ruby laser.

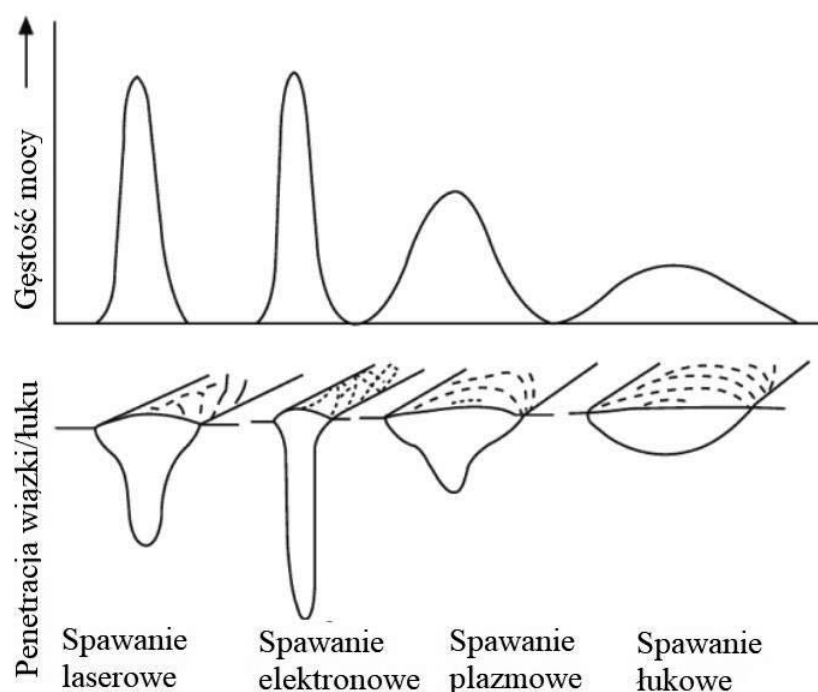
Nieustannym modyfikacjom strukturalnym laserów towarzyszyło stałe poszerzanie spektrum potencjalnych zastosowań, nie tylko poprzez znajdowanie pionierskich rozwiązań, ale także udoskonalenie metod dobrze znanych. Dowodzi tego mnogość przykładów obróbki metali i ich stopów, które w aspekcie technik laserowych zostały wyniesione na inny poziom jakości obrabianych detali. Z wykorzystaniem technik laserowych przeprowadzane są przede wszystkim procesy cięcia, ale także szeroka gama procesów obróbki powierzchniowej – powlekanie, czyszczenie, strukturyzowanie, znakowanie. Z powodzeniem realizowane są również zabiegi obróbki cieplnej, szczególnie hartowania powierzchniowego. Jednakże szczególną uwagę należy zwrócić na wyjątkową rolę technik laserowych w aspekcie tworzenia połączeń nierozłącznych między metalami i ich stopami, którym szczegółowo poświęcono uwagę w następujących rozdziałach publikacji [3].

2. SPAWANIE LASEROWE

Znakomita większość współcześnie wytwarzanych konstrukcji bazuje na nierozłącznych połączeniach materiałów, uzyskiwanych na drodze spawania. Na przestrzeni lat, wraz z rozwojem nowoczesnych metod nieniszczącej diagnostyki połączeń spawanych, wymagania jakościowe w stosunku do połączeń spawanych stale rosną. Wysoko wyspecjalizowane sektory przemysłowe lotnictwa lub kolei, wytwarzające wyroby o szczególnie odpowiedzialnych funkcjach obciążone są obowiązkiem respektowania ściśle określonych zasad i normatywów jakościowych zamieszczonych w odpowiednich dla sektora dokumentach. Nacisk ten spowodował zwrócenie uwagi zarówno badaczy, jak i przedstawicieli przemysłu w stronę technik laserowych.

2.1 Wprowadzenie do technologii spawania laserowego

Branżowa literatura spawalnicza omawia wiele kryteriów, jakimi musi cechować się złącze spawane określane jako poprawne, jednakże najistotniejszym aspektem jest jak najmniejsza negatywna ingerencja w materiał rodzimy w toku procesu spawania. Wymaga się, aby własności uzyskanej spoiny były zbieżne w najwyższym stopniu z własnościami prezentowanymi przez materiał rodziny, a strefa wpływu ciepła była ograniczona do niezbędnego minimum. Tak ukształtowane złącze będzie zatem poddane możliwie najmniejszej ilości naprężeń i wynikających z nich odkształceń. Jediną drogą prowadzącą do spełnienia powyższych kryteriów jest zastosowanie technik spawania o jak najniższej energii liniowej, co umożliwi wygenerowanie silnie skoncentrowanego ciepła, na które eksponowany będzie materiał. Metody charakteryzujące się wysoką koncentracją ciepła to przede wszystkim metody spawania wykorzystujące źródła energii alternatywne w stosunku do klasycznego spawania łukowego, czyli łuk plazmy, a także wiązka laserowa oraz wiązka elektronowa. Na Rysunku 2 przedstawiono zależność gęstości mocy powyższych źródeł energii od głębokości penetracji ciepła podczas spawania, uwzględniając prócz wyżej wymienionych metod tradycyjne spawanie łukowe [3,4].



Rysunek 2. Gęstości mocy źródeł energii wykorzystywanych w procesach spawalniczych [3].
 Figure 2. Power densities of energy sources used in welding processes [3].

Aby złącze spawane laserowo prezentowało poprawną morfologię zewnętrzną i wewnętrzną kluczowe jest prawidłowe dobranie parametrów spawania. W Tabeli 1. zebrano najistotniejsze parametry. Kluczową rolę dla przetopienia złącza odgrywa moc wiązki światła laserowego. Jak podaje A. Klimpel wraz ze wzrostem gęstości mocy wiązki głębokość przetopienia zwiększa się. Spoina traci łagodny kształt półokręgu, charakterystyczny dla spawania łukowego, przyjmując kształt wydłużonego i wąskiego kanału. Równie istotnym parametrem dla kształtu

spoiny jest prędkość spawania – zachowanie stałej mocy wiązki przy zwiększeniu prędkości spawania prowadzi do zmniejszenia głębokości wtopienia i poszerzenie spoiny od strony lica [5]. Zarówno zbyt mała jak i zbyt duża prędkość spawania prowadzi do licznych niezgodności, takich jak niepełny przetop, nierówność lica, wycieki czy porowatość spoiny [6].

Tablica 1. Podstawowe parametry spawania laserowego [3,5].

Table 1. Basic parameters of laser welding [3,5].

Parametr	Jednostka
Moc wiązki światła laserowego ciągłego	kW
Energia impulsu światła laserowego	kJ
Czas trwania impulsu światła laserowego	ms
Częstotliwość powtarzania impulsu	Hz
Prędkość spawania	m/min
Długość ogniskowa wiązki laserowej	mm
Średnica wiązki laserowej	mm
Położenie ogniska wiązki laserowej względem złącza	mm
Rodzaj i natężenie przepływu gazu ochronnego	l/min

2.2 Lasery stosowane w procesach spawania i napawania laserowego

Producenci osprzętu spawalniczego współpracującego z technologiami laserowymi oferują bardzo wiele interesujących rozwiązań, począwszy od prostych spawarek laserowych po skomplikowane, w pełni zautomatyzowane stanowiska obróbki laserowej. Podstawowe rodzaje laserów wykorzystywanych obecnie w przemyśle spawalniczym (zarówno do procesów spawania, jak i procesów napawania, które zostaną omówione w Rozdziale 3) można podzielić na dwie grupy: lasery gazowe, których medium aktywnym jest dwutlenek węgla, emitujący promieniowanie o długości fali 10,6 μ m oraz lasery na ciałach stałych, głównie zawierające trójwartościowe jony neodymu lub iterbu, domieszkowane w szkle lub kryształach. Charakterystykę wyżej omówionych laserów przedstawiono w Tabeli 2 [3,5,7].

Najczęściej spotykane lasery w praktyce przemysłowej to molekularne lasery CO₂ o ciągłym trybie pracy, służące do wykonywania długich liniowych spoin oraz lasery impulsowe z krystalicznym elementem czynnym typu Nd:YAG, przeznaczone do wykonywania spoin punktowych dla sektorów wyrobów precyzyjnych, jak układy półprzewodnikowe lub mikrozespoły elektryczne [5,8]. Urządzenia te są cenione i mają ugruntowaną pozycję w przemyśle spawalniczym, jednakże w ostatnich latach obserwowana jest tendencja coraz bardziej ekspansywnego wejścia na rynek osprzętu wyposażonego w lasery o dużej mocy – dyskowe i włóknowe. Szczególnie lasery dyskowe stanowią obiecującą alternatywę w konstrukcji stanowisk zrobotyzowanych dla klasycznych laserów Nd:YAG. Ośrodkiem czynnym jest również YAG, czyli kryształ granatu itrowo-aluminiowego, jednakże jest on domieszkowany iterbem, występujący w laserze w postaci bardzo cienkich dysków. Wzbudzenie optyczne następuje poprzez oświetlenie promieniowaniem laserów diodowych, co jest zgoła odmienne od pompowania lampowego znanego w Nd:YAG. Większość wiązki zostaje niezaabsorbowana przez dysk, ale nie ulega ona bezproduktywnemu rozproszeniu. Dzięki mechanizmowi wielokrotnego obrazowania energii z każdego dysku (do 32 przejść każdej wiązki) oraz możliwości kaskadowania dysków w urządzeniu uzyskiwana jest efektywność optyczna rzędu 50%, co przekłada się na około 25% sprawność urządzenia [9]. Powyższe imponujące własności sprawiają, że lasery dyskowe podlegają ciągłym próbom pełnej automatyzacji i robotyzacji, co stanowi niezwykle obiecującą technologię przyszłości.

Tablica 2. Charakterystyka laserów stosowanych podczas spawania i napawania laserowego [3,5,7].

Table 2. Characteristics of lasers used in laser welding and laser welding deposition [3,5,7].

Rodzaj lasera	Charakterystyka
Laser gazowy CO ₂	Długość fali [μm]: 10,6 Medium: CO ₂ -N ₂ -He Moc [kW]: ≤ 50
Laser Nd:YAG	Długość fali [μm]: 1,06 Medium: Nd ³⁺ :Y ₃ Al ₅ O ₁₂ Moc [kW]: ≤ 10
Laser diodowy	Długość fali [μm]: 0,8-1,1 Medium: InGaAsP Moc [kW]: ≤ 15
Laser włóknowy	Długość fali [μm]: 1,07 Medium: Yb ³⁺ :SiO ₂ Moc [kW]: ≤ 100
Laser dyskowy	Długość fali [μm]: 1,03 Medium: Yb ³⁺ :YAG Moc [kW]: ≤ 16

2.3 Obszar zastosowań i ocena funkcjonalności spawania laserowego

Spawanie laserowe rozpatrywane jest jako nowoczesna technologia przyszłości ze względu na niezwykle szeroki obszar modyfikacji i zastosowań. Może ono odbywać się w sposób imitujący klasyczne metody, czyli techniką z jeziorkiem spoiny, lub z pełnym przetopieniem złącza, z jednym przejściem lub wieloma warstwami. Zwykle stosowane jest bez materiału dodatkowego, ale istnieje możliwość wprowadzenia go (tzw. technika z oczkiem spoiny). Dzięki silnie zogniskowanej wiązce i generowanej niskiej energii liniowej strefa wpływu ciepła jest niezwykle wąska. Stwarza to również możliwość spawania elementów niewymagających dalszej obróbki wykańczającej. Techniki laserowe umożliwiają wykonanie połączeń spawanych w dowolnej pozycji, wszystkich typowych złączy konstrukcji spawanych w bardzo szerokim zakresie grubości – od cienkich blach o grubości 0,0025mm do kształtowników o grubości 25-32mm [5,8].

Zestawiając ze sobą parametry procesu spawania łukowego i parametry spawania laserowego nie sposób zauważyć, jaki duży progres technologiczny prezentują technologie laserowe. Z tego powodu przyjmuje się, że spawanie laserowe stanowi konkurencję dla spawania elektronowego, przewyższając je w następujących kwestiach [5,7]:

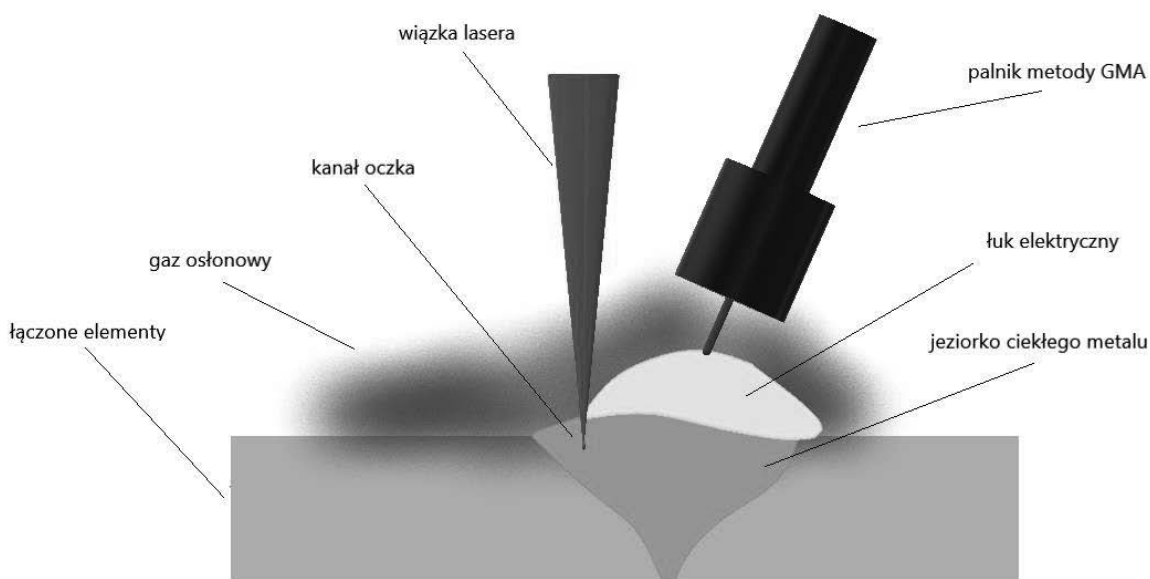
- Przebieg procesu nie jest zakłócony wpływem zewnętrznych pól magnetycznych.
- Własności elektryczne materiałów są nieistotne dla prowadzenia procesu.
- Większa łatwość spawania w pozycjach przymusowych.
- Promieniowanie laserowe może być transmitowane na duże odległości, co umożliwia spawanie złączy trudno dostępnych.
- Do przebiegu procesu nie jest wymagana próżnia.
- Operator nie jest narażony na szkodliwy wpływ promieniowania rentgenowskiego.

2.4 Spawanie laserowe metodą hybrydową

Spawanie laserowe mimo szerokiego wachlarza zalet nie jest jednak pozbawione wad. Podstawowym problemem jest czas procesu – najpierw zachodzi gwałtowne, krótkotrwałe

lokalne nagrzewanie, a następnie równie szybkie chłodzenie. Gradient temperaturowy obu procesów przekracza 10000°C/s , co przekłada się na powstawanie wielu niekorzystnych zjawisk jak porowatość spoiny. W wielu przypadkach pojawiają się niezgodności krytyczne w postaci pęknięć, które dyskwalifikują złącze spawane. Należy również zwrócić uwagę na restrykcyjne wymagania co do przygotowania złączy przed spawaniem. Duże prędkości spawania i krótki czas przebywania materiału w stanie ciekłym eliminują możliwość usunięcia zanieczyszczeń w postaci gazu, zatem powierzchnia powinna być starannie odtłuszczona, oczyszczona i osuszona. Równie istotnym czynnikiem jest zachowanie jak najmniejszej szczeliny między spawanymi elementami. Jeżeli szczelina będzie zbyt duża (przekraczająca 3-5% grubości materiału) lub w toku procesu zostanie zmieniona jej geometria ryzyko braku połączenia między materiałami znacznie wzrasta [5,7,10].

W celu zniwelowania powyższych mankamentów technik laserowych w latach 70 XX wieku rozpoczęto prace nad połączeniem spawania laserowego z metodami spawania łukowego. Obecnie połączenie tych dwóch źródeł ciepła określa się spawaniem hybrydowym HLAW (z ang. *Hybrid Laser Arc Welding*). Najpopularniejszym rozwiązaniem jest obecnie zastosowanie opisanego w powyższych rozdziałach lasera dyskowego, z kolei najczęściej stosowaną techniką łukową jest spawanie w osłonie gazu aktywnego lub obojętnego (MIG/MAG). Fuzja dwóch odległych technologicznie od siebie metod szybko ujawniła ich synergistyczne działanie, które znacząco zmniejszyło wady obu procesów realizowanych oddzielnie. Jednoczesne oddziaływanie zarówno łuku elektrycznego, jak i wiązki laserowej umożliwiło spawanie elementów, które nie spełniają rygorystycznych zasad przygotowania brzegów w spawaniu laserowym, a także tworzenie złączy na elementach o dużej grubości przy znacząco mniejszych odkształceniach, czego samodzielnie stosowana metoda MIG/MAG nie może zapewnić. Zastosowanie procesu GMA w toku procesu spawania laserowego umożliwia wprowadzenie materiału dodatkowego, co bezpośrednio przekłada się na modyfikację składu chemicznego spoiny, a także wyglądu jej lica [10,11].



Rysunek 3. Schemat spawania hybrydowego HLAW (wiązka laserowa-GMA).

Figure 3. Hybrid laser arc welding HLAW scheme (laser-GMA).

3. NAPAWANIE LASEROWE

Napawanie laserowe należy do grupy metod addytywnej obróbki powierzchni. W wyniku oddziaływania silnie skoncentrowaną wiązką laserową o niskiej energii liniowej na materiał dodatkowy w postaci proszku/drutu oraz na materiał rodziny powstaje warstwa wierzchnia zwana napoiną. Cechy wiązki laserowej stosowanej podczas napawania są zbliżone z prezentowanymi podczas spawania, zatem uzyskana napoina ma najniższe z możliwych udziałów materiału podłoża w porównaniu z innymi metodami, a także strefa wpływu ciepła jest wąska, co świadczy o znikomej ekspozycji materiału rodzimego na wysoką temperaturę. Uzyskiwana struktura jest drobnoziarnista, o wysokich własnościach wytrzymałościowych. Wynika to z osiągania olbrzymich gradientów temperaturowych w toku procesu, zarówno dla nagrzewania jak i chłodzenia [10,12].

Analogicznie do procesu spawania jednym z kluczowych parametrów napawania laserowego jest moc wiązki, która decyduje o głębokości i szerokości penetracji w materiał rodzimy, jego udziału w uzyskanej napoinie, a także o jej morfologii. Równie istotnym parametrem jest prędkość napawania, wraz ze wzrostem której głębokość przetopienia maleje. Przy zbyt wysokich prędkościach dochodzi do przyklejenia warstwy napawanej, z kolei przy zbyt niskich prędkościach pojawia się nadmierny rozrost ściegu napoiny, która ma strukturę porowatą i skłonną do pęknięć. Podobny wpływ prezentuje zbyt duża moc wiązki lasera. Podstawowe parametry napawania laserowego zestawiono w Tabeli 3 [11].

Tablica 3. Podstawowe parametry napawania laserowego [10,12].

Table 3. Basic parameters of laser deposition welding [10,12].

Parametr	Jednostka
Moc wiązki światła laserowego ciągłego	kW
Energia impulsu światła laserowego	kJ
Czas trwania impulsu światła laserowego	ms
Częstotliwość powtarzania impulsu	Hz
Prędkość napawania	m/min
Długość ogniskowa wiązki laserowej	mm
Trajektoria ruchu wiązki laserowej (amplituda)	mm
Położenie ogniska wiązki laserowej względem górnej powierzchni napawanego przedmiotu	mm
Prędkość podawania drutu/natężenie podawania proszku	mm/min
Rodzaj i natężenie przepływu gazu ochronnego	l/min

Prócz wyżej omówionych pozytywnych efektów cieplnych na strukturę i własności napoin tworzonych technikami laserowymi rosnąca popularność tej metody wynika również z jej elastyczności. Umożliwia ona wykonywanie napoin z materiałów znacznie różniących się składem od materiału podłoża, przy jednoczesnym uzyskiwaniu bardzo cienkich warstw o grubości od 0,1 mm do nawet 8,0 mm. Podobnie jak w przypadku spawania laserowego dla tej metody istnieje również duży potencjał robotyzacji i automatyzacji.

4. PODSUMOWANIE

Omówione w powyższej publikacji innowacyjne technologie laserowe wykorzystywane w procesach spawania i napawania podlegają stałemu udoskonalaniu, dostosowując się w ten sposób do nieustannie rosnących wymagań. Techniki laserowe stanowią nowy, obiecujący kierunek rozwoju współczesnego oblicza nauki i przemysłu.

PODZIĘKOWANIE

Praca powstała w wyniku realizacji projektu w ramach kształcenia zorientowanego projektowo - PBL, w konkursie VIII w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza, Politechnika Śląska.

LITERATURA

1. J. Hecht, A short history of laser development, *Applied Optics*, 49 (2010), 99-120.
2. M. I. Nathan, W. P. Dumke, G. Burns, F. Jr. H. Dill i inni. Stimulated Emission of Radiation from GaAs p-n Junctions, *Applied Physics Letters*, 1.3 (1962), 62-64.
3. S. Katayama (ed.), *Handbook of laser welding technologies Vol 41, Developments in established laser welding technologies*, Woodhead Publishing Limited, 2013.
4. J. Pilarczyk, S. Stano, M. Banasik, J. Dworak, Wykorzystanie technik laserowych do spawania elementów o małych wymiarach w Centrum Laserowym Instytutu Spawalnictwa, *Problemy Eksploatacji*, 4 (2011), 207-216.
5. A. Klimpel, *Spawanie, zgrzewanie i cięcie metali*, WNT Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 2010.
6. PN-EN ISO 5817 Spawanie - Złącza spawane ze stali, niklu, tytanu i ich stopów (z wyjątkiem spawanych wiązką) - Poziomy jakości według niezgodności spawalniczych
7. J. Pilarczyk (ed.), *Poradnik inżyniera. Spawalnictwo. Tom 2*. Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 2022.
8. A. Twardowska, Lasery technologiczne przeznaczone do spawania, *Studia Technica III*, 74 (2010), 203-211.
9. M. Banasik, S. Stano, Lasery dyskowe – źródło ciepła dla procesów spawalniczych, *Przegląd spawalnictwa*, (7) 2011, 17-21.
10. A. Klimpel, *Technologie laserowe w spawalnictwie*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2011.
11. J. Górka, S. Stano, Spawanie hybrydowe HLAW (wiązka laserowa-MAG) złączy teowych blach o grubości 10mm ze stali S700MC, *Przegląd spawalnictwa*, 5 (2017), 28-33.
12. A. Klimpel, *Napawanie i natryskiwanie cieplne. Technologie*. WNT Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa 2000.
13. L.A. Dobrzański, A.D. Dobrzańska-Danikiewicz, *Obróbka powierzchni materiałów inżynierskich*. OPEN ACCESS LIBRARY, Gliwice 2011.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Austenitické nehrdzavejúce ocele

Filip Janiš^a, Denisa Medvecká^a, František Nový^a, Mirosław Bonek^b

^a Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra materiálového inžinierstva, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina.

email: janis5@stud.uniza.sk

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18A, 44-100 Gliwice, Poland

Abstrakt: Článok popisuje súčasný stav poznatkov v oblasti austenitických nehrdzavejúcich ocelí. Rozoberá rozdelenie austenitických nehrdzavejúcich ocelí, definuje ich základné mechanické vlastnosti a mikroštruktúru.

Abstract: The article describes the current state of knowledge in the field of austenitic stainless steel. It discusses the classification of austenitic stainless steels and defines their basic mechanical properties and microstructure.

Kľúčové slová: austenitická nehrdzavejúca oceľ, mikroštruktúra, žihanie

1. ÚVOD

Austenitické nehrdzavejúce ocele sa odlišujú od iných vysoko legovaných ocelí a feritických ocelí svojou kryštálovou štruktúrou: austenitické nehrdzavejúce ocele majú kryštálovú štruktúru FCC (plošne centrovaná kubická mriežka) v porovnaní so štruktúrou BCC (priestorovo centrovaná kubická mriežka) feritických ocelí. Ďalším znakom austenitických nehrdzavejúcich ocelí je vysoký obsah legujúcich prvkov pozostávajúci z viac ako 25 hmot. % niklu, chrómu a molybdénu. Túto triedu zliatin možno rozdeliť do niekoľkých podtried: stabilné, metastabilné, precipitačne vytvrdené a duplexné nehrdzavejúce ocele [1].

2. AUSTENITICKÉ NEHRDZAVEJÚCE OCELE

2.1. Metastabilné austenitické nehrdzavejúce ocele

Len veľmi málo komerčných materiálov sa však používa v ich rovnovážnom stave. Veľmi dôležitou skupinou ocelí sú takzvané metastabilné austenitické nehrdzavejúce ocele (MASS), ktoré využívajú vlastnosti deformáciou indukovaného α' -martenzitu vznikajúceho pri tvárnení za studena. Patria medzi typy nehrdzavejúcich ocelí AISI 301 (EN 1.4310) a AISI 302 (EN

1.4310NS). Podobajú sa austenitickej nehrdzavejúcej oceli AISI 304, ale sú bohatšie na uhlík. Využívajú sa pri výrobe nehrdzavejúcich pružín alebo súčiastok vyžadujúce vysoké hodnoty pevnosti. V dôsledku tvorby α' -martenzitu je možné v týchto oceliach dosiahnuť medzu klzu ($R_{p0,2}$) vysoko nad 2000 MPa u za studena valcovaných plechov alebo drôtov. V porovnaní s medzou klzu žihanej austenitickej nehrdzavejúcej ocele typu 304, ktorá je zvyčajne 250 MPa, je rozdiel výrazný [2].

V Tab.1 sú uvedené hodnoty pevnosti v ťahu za studena valcovaných metastabilných austenitických nehrdzavejúcich ocelí a ich použitie.

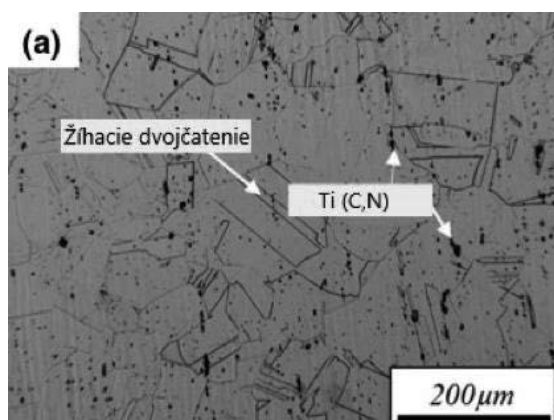
Tab. 1. Pevnostné vlastnosti a použitie MASS [2]

Table 1. Mechanical properties and usage of MASS [2]

Normy	Pevnosť v ťahu (MPa)	Použitie
AISI 302	≤ 2400	Drôtové pružiny
AISI 301	≤ 2000	Pásové pružiny. Tvarované diely pre napr. g. membrány, elektrické konektory a navíjače bezpečnostných pásov
AISI 302 mod	1700-2300 (pás)	Rôzne druhy pružín, zubné výstružníky, chirurgické ihly, vodiace drôty
	1500-2500 (drôt)	
AISI 201	1100-1300*	Dištančné expandéry v motoroch automobilov

2.2. Stabilizované austenitické nehrdzavejúce ocele

Austenitické ocele odolné voči tečeniu patria medzi takzvané stabilizované ocele, čo znamená, že obsahujú silný karbidotvorný prvok - niób [3].



Obr. 1. Oceľ AISI 321 tvárnená pri 1100°C

Figure 1. Steel AISI 321 formed at the 1100°C

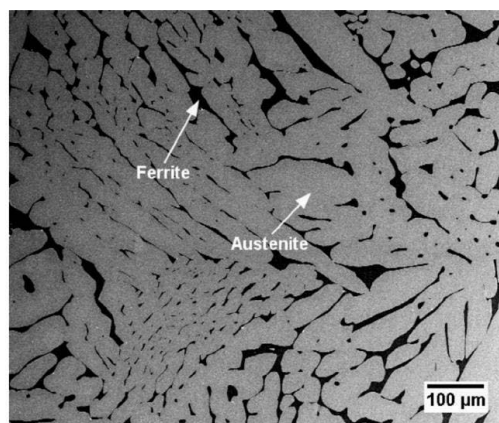
Titán a niób tvoria stabilnejšie karbidy ako chróm a pridávajú sa do nehrdzavejúcich ocelí, aby vytvorili stabilné karbidy, ktoré zabráňujú precipitácií karbidov chrómu. Najbežnejšie z týchto stabilizovaných druhov sú typy 321 a 347. Typ 321 (obr. 1) obsahuje minimálne $5 \times$

(C + N) titánu a typ 347 minimálne $8 \times$ (C) nióbu. Dusík sa musí brať do úvahy, keď sa titán používa ako stabilizátor, nie preto, že precipitovanie nitrídu chrómu je problémom v austenitických oceliach, ale preto, že nitríd titánu je veľmi stabilný a tiež ochudobňuje pridaný titán [4].

Titán sa spojí s akýmkoľvek dostupným dusíkom; preto sa táto reakcia musí brať do úvahy pri určovaní celkového množstva titánu potrebného na spojenie s uhlíkom. Stabilizované druhy austenitických nehrdzavejúcich ocelí sú odolnejšie voči senzibilizácii pri dlhodobej expozícii pri 425 až 815 °C ako nízkouhlíkové druhy, stabilizované druhy sú preferované materiály, ak prevádzka zahŕňa vystavenie týmto teplotám [4].

2.3. Duplexne nehrdzavejúce ocele

Duplexné nehrdzavejúce ocele obsahujú množstvo Cr 22 - 25 % s prídavkom Mo, W a N. Mikroštruktúra pozostáva z austenitu a feritu v pomere 1:1. Hoci duplexné nehrdzavejúce ocele majú vysokú odolnosť voči SCC (korózne praskanie pod napätím), citlivosť SSC (sulfidové praskanie pod napätím) je vysoká kvôli prítomnosti feritu. Duplexné nehrdzavejúce ocele sa používajú pri teplote 300°C alebo nižšej. Pevnosť je možné zvýšiť deformáciou za studena zo 450 MPa až 1100 MPa. Typickým príkladom duplexných nehrdzavejúcich ocelí sú S39274, S31803, S2205 a Z3CN20.09M (obr. 2) [5].



Obr. 2. Mikroštruktúra duplexnej ocele Z3CN20.09M [6]

Figure 2. Micrograph of austenitic stainless steel Z3CN20.09M [6]

2.4. Precipitáciou vytvrdené austenitické ocele

Austenitické nehrdzavejúcich ocele sú náchylné ku koróznemu praskaniu pod napätím. Keď však koncentrácia niklu presiahne 20 %, pozoruje sa značné zlepšenie odolnosti voči korózii pod napätím. V skutočnosti je pri koncentráciách niklu nad 30 % odolnosť voči korózii pod napätím porovnateľná s odolnosťou duplexných a feritických nehrdzavejúcich ocelí. Akýkoľvek precipitát, ktorý bráni pohybu dislokácie, zvyšuje pevnosť kovových materiálov. Výhodou PHSS oproti martenzitickým nehrdzavejúcim oceliam je vyššia odolnosť proti korózii. Zatiaľ čo značné množstvo chrómu v martenzitických nehrdzavejúcich oceliach je viazané na karbidy, a preto je neefektívne z hľadiska odolnosti voči korózii, PHSS sa spolieha na tvorbu intermetalických precipitátov bez chrómu. Tieto ocele sa tiež používajú vo veľmi špecifických leteckých aplikáciách, kde sa vyžaduje kombinácia pevnosti, odolnosti proti

korózii a tvárnosti. V lekárskom priemysle existuje množstvo aplikácií, kde sa vyžadujú podobné vlastnosti. PHSS našli uplatnenie v chirurgických nástrojoch, ako sú chirurgické ihly a zubné výstružníky (obr. 3) [7].

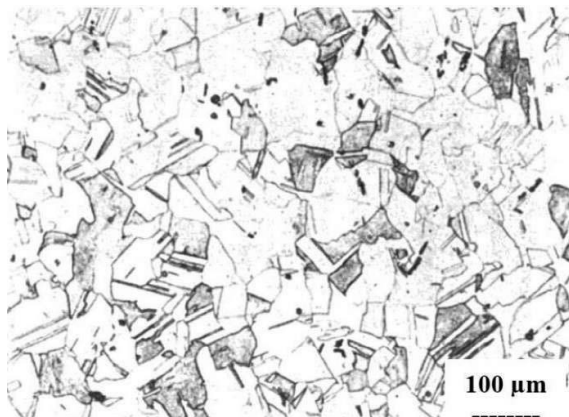


Obr. 3. Výstružníky používané zubnými lekármi v dentálnych aplikáciách [7]

Figure 3. Reamers used by dentists in dental applications [7]

3. TEPELNÉ SPRACOVANIE AUSTENITICKÝCH NEHRDZAVEJÚCICH OCELÍ

Tepelné spracovanie pozostáva z rozpúšťacieho žihania na teplotu 950 až 1150°C, záleží od konkrétneho typu ocele. Po rozpúšťacom žihaní nasleduje rýchle ochladenie do vody, aby sa zabránilo precipitácii karbidov. Pre stabilizované austenitické nehrdzavejúcej ocele je rozpúšťacie žihanie doplnené o stabilizačné žihanie pri teplote 850 až 950°C počas 2 až 4 hodín. Počas stabilizačného žihania dochádza k precipitácii karbidov nióbu a titánu, čím sa zníži podiel voľného uhlíka v matrici. Matrica nie je ochudobňovaná o rozpustený chróm precipitáciou karbidov chrómu. Pre jednotlivé druhy týchto ocelí môžu ešte nasledovať špeciálne techniky tepelného spracovania pri nižších teplotách z dôvodu dosiahnutia optimálnych antikoročných vlastností austenitickej matrice.



Obr. 4. Mikroštruktúra austenitickej nehrdzavejúcej ocele po žihaní [8]

Figure 4. Micrograph of austenitic stainless steel after annealing [8]

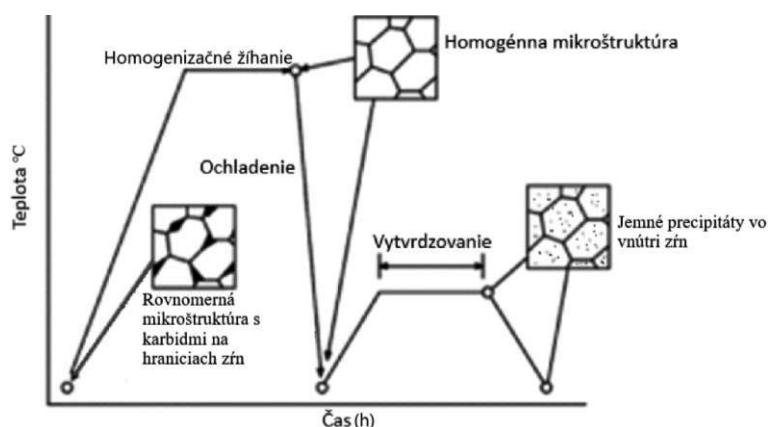
Na obr. 4 je zobrazená mikroštruktúra austenitickej nehrdzavejúcej ocele po rozpúšťacom žihaní. Cieľom tepelného spracovania je získať homogénny tuhý roztok a optimálne antikoročné vlastnosti s vhodným rozmiestnením karbidov alebo iných fáz v austenitickej matrici. Ďalším z dôvodov je odstránenie napätí zapríčinené tvárnením za studena aj za tepla a zviazať čo najväčší podiel stabilizačných prvkov a voľného uhlíka, resp. dusíka na stabilné

karbidy a nitridy. Týmto je zaistená vysoká stabilita štruktúry a korózna odolnosť pri dlhodobom tepelnom pôsobení [8].

3.1. Precipitačné vytvrdzovanie

Austenitické precipitačne vytvrdené ocele si zachovávajú svoju austenitickú štruktúru po žíhaní a vytvrdzovaní a zostávajú nemagnetické. Pri teplote žíhania 1095 až 1120 °C je precipitačná vytvrdzovacia fáza rozpustná, počas rýchleho ochladzovania zostáva tekutá, pri opätovnom zahriatí na 650 až 760 °C dochádza k precipitácií. Tým sa zvyšuje tvrdosť a pevnosť materiálu. Tvrdosť zostáva nižšia ako u martenzitických alebo semiaustenitických precipitačne vytvrdených ocelí [9].

Schematický znázornenie procesu precipitačného vytvrdzovania austenitických nehrdzavejúcich ocelí je na obr. 5.



Obr. 5. Schematicky vyobrazený proces precipitačného vytvrdzovania austenitických nehrdzavejúcich ocelí [10]

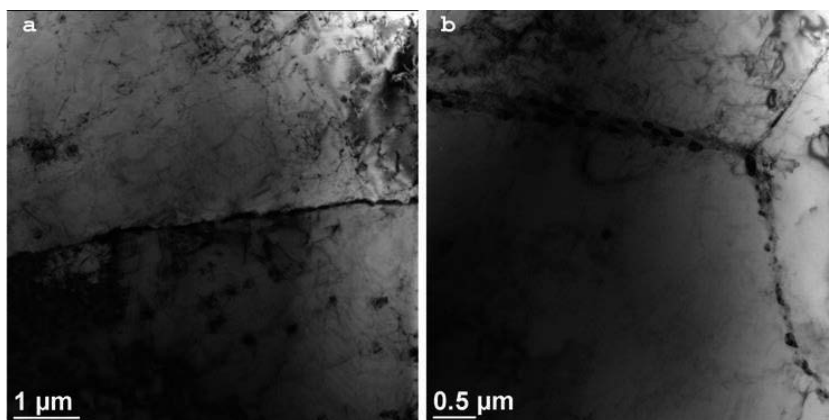
Figure 5. Schematically depicted process of precipitation hardening of austenitic stainless steels [10]

Austenitické druhy sú stabilné až do izbovej teploty, zlepšenie pevnosti je spôsobené precipitátmi vytvorenými vytvrdzovaním pri 650 až 750°C. Tieto plne austenitické druhy môžu vykazovať dobrú húževnatosť a niektoré možno použiť pri kryogénnych teplotách [11].

Vo väčšine austenitických ocelí je karbid M₂₃C₆ bohatý na chróm prvým sekundárnym precipitátom, ktorý sa objavuje v mikroštruktúre týchto ocelí. Karbidy M₂₃C₆ sa vylučujú najmä po hraniciach zŕn (obr. 6) a na ďalšom mieste inkoherentné a koherentné hranice dvojčiat. Precipitácia karbidov M₂₃C₆ po hraniciach austenitických zŕn závisí od charakteru hranice zrna [3].

Jemne rozptýlené karbidy M₂₃C₆ vylúčené po hraniciach zŕn v počiatočnom procese precipitačného vytvrdzovania bránia sklzu na hraniciach zŕn a tým prispievajú k zvýšeniu odolnosti proti tečeniu. Tieto karbidy tiež inhibujú migráciu hraníc zŕn, čo prispieva k oneskoreniu procesu odpevneniu matrice. Vytváranie súvislej siete karbidov M₂₃C₆ po hraniciach zŕn a zväčšenie ich veľkosti počas tepelného spracovania má za následok vznik mikrooblastí so zníženým obsahom chrómu v blízkosti hraníc zŕn. To môže viesť k scitliveniu ocele, teda k jej zvýšenej náchylnosti na medzikryštalickú koróziu.

Sekundárne precipitáty typu MX v austenitických oceliach sú vyvinuté karbidotvornými prvkami, ako je titán, niób alebo hafnium. Precipitáty typu MX v austenitických oceliach sú jednou z najvýhodnejších sekundárnych fáz. V austenitických oceliach majú precipitáty typu MX dve hlavné úlohy: viazanie atómov uhlíka a zabránenie precipitácií karbidov bohatých na chróm na hraniciach zŕn a precipitačne vytvrdiť austenitické nehrdzavejúce ocele. Sekundárne precipitáty typu MX sa vyznačujú aj vysokou tepelnou stabilitou až do cca. 700°C, čo má za následok veľmi pomalý nárast veľkosti týchto precipitátov počas dlhodobej prevádzky [3].



Obr. 6. Karbid M23C6 vylúčený po hranici zrna [3]

Figure 6. Carbide M23C6 precipitated along grain boundary [3]

4. MECHANICKÉ VLASTNOSTI AUSTENITICKÝCH NEHRDZAVEJÚCICH OCELÍ

Základné mechanické vlastnosti najpoužívanějších ocelí tried AISI vo vyžíhanom stave sú uvedené v Tab. 2.

Tab. 2 Mechanické vlastnosti austenitických nehrdzavejúcich ocelí

Tabela 2. Mechanical properties of austenitických stainless steels

Pri 20°C	AISI 201 žíhaná	AISI 205 žíhaná	AISI 301L žíhaná	AISI 303 žíhaná	AISI 304L žíhaná	AISI 316 žíhaná	AISI 316L žíhaná
Modul pružnosti [GPa]	200	220	220	200	200	200	193
Medza klzu [MPa]	310	460	250	240	200	240	205
Pomerné predĺženie [%]	46	46	52	52	42	42	60
Pevnosť v ťahu [MPa]	660	810	630	600	550	580	515
HRB	85	100	90	96	92	79	80

Austenitické nehrdzavejúce ocele môžu byť vyrobené ako veľmi mäkké s medzou klzu okolo 200 MPa a môžu byť spevnené tvárnením za studena, čo môže zvýšiť medzu klzu až desať násobne. Na rozdiel od feritických zliatin si môžu zachovať svoju ťažnosť pri kryogénnych teplotách a pevnosť pri vysokých teplotách. Napriek svojej preferovateľnosti medzi nehrdzavejúcimi ocelami majú austenitické ocele horšiu odolnosť voči cyklickej oxidácii v porovnaní s feritickými zliatinami a sú tiež náchylné na praskanie koróziou pod

napätím. Hranica únavy austenitických ocelí je nižšia (~ 30 % ich pevnosti v ťahu) ako u feritických ocelí (50 - 60 % ich pevnosti v ťahu), čo znamená, že sú náchylnejšie na únavové zlyhanie [12].

5. POUŽITIE AUSTENITICKÝCH NEHRDZAVEJÚCICH OCELÍ

Okrem odolnosti proti korózii, ktorá je jednou z hlavných vlastností austenitických nehrdzavejúcich ocelí, sú dôležité aj mechanické, tepelné a elektrické vlastnosti. Povaha požiadaviek kladených na ocele, či už vo forme maximálneho zaťaženia, tuhosti, deformácie, medze klzu atď., sa musí starostlivo a dôkladne preštudovať. Vďaka vysokej prispôsobiteľnosti austenitických nehrdzavejúcich ocelí sa používajú pre širokú škálu aplikácií, od lekárskeho sektora až po automobilový priemysel. V Tab. 3 sú uvedené niektoré bežné druhy austenitickej ocele s typickými aplikáciami [12].

Tab. 3. Použitie austenitických nehrdzavejúcich ocelí

Tabela 3. Usage of austenitic stainless steels

ocel'	Použitie
304 a 304L	Nádrže, skladovacie nádoby a potrubia na korozívne kvapaliny; ťažobné, chemické, kryogénne a farmaceutické zariadenia; kuchynské vybavenie a príbory; architektúra
309 (↑ hm. % Cr a Ni)	Komponenty pecí, sporákov a výfukových katalyzátorov
310 (↑ hm. % Cr a Ni)	
316L (↑ hm. % Mo)	Nádrže na skladovanie chemikálií, tlakové nádoby a potrubia
318L (↑ hm. % Mo)	
316Ti (stabilizovaný stupeň)	Prídavne spaľovanie prúdových motorov; prehrievače; úst'ové brzdy zbraní
321 (stabilizovaný stupeň)	Dilatačný vlnovec
Trieda 200 (↓ hm. % Ni)	Umývačky riadu a práčky; príbory a riad; vnútorné nádrže na vodu; vnútorná a neštruktúrna architektúra; vybavenie na potraviny a nápoje

Mikroštrúrnú analýzu ocele je potrebné chápať s ohľadom na jej konkrétne aplikácie. Poznatky o mechanizmoch lomu, nukleácii, šírení mikro a makrotrhlín v podmienkach nízkokycklovej únavy sú kľúčové najmä pre vysoko rizikové systémy, akými sú jadrové aplikácie [12].

6. ZÁVER

Nehrdzavejúce ocele patria v dnešnej dobe najpreskúmanejším a najpoužívanejším materiál v technickej praxi. V príspevku je popísané základné rozdelenie austenitických nehrdzavejúcich ocelí a ich charakteristické vlastnosti. Vysvetlené je používané tepelné spracovanie, mechanické vlastnosti a použitie.

Nehrdzavejúce ocele budú aj naďalej veľmi používané a žiadané vďaka ich výbornej kombinácii mechanických vlastností, chemickej odolnosti. Energetický priemysel je jedno z mnohých uplatnení týchto ocelí, zároveň sú však v tomto odvetví komponenty z austenitických nehrdzavejúcich ocelí vystavované koróznym vplyvom, vysokým zaťaženiam

a degradáciou počas prevádzky. Preto treba naďalej skúmať tieto ocele, zaoberať sa vhodnými kombináciami chemického zloženia, následného tepelného spracovania, aby sme docieli čo najvhodnejšiu kombináciu požadovaným vlastností a zaručili tým maximálnu spoľahlivosť komponentu a následnej prevádzky.

POĎAKOVANIE

Príspevok vznikol v rámci riešenia spoločného slovensko-poľského projektovo orientovaného vzdelávania - PBL, v súťaži VIII v rámci programu Iniciatíva excelentnosti – Politechnika Śląska, Gliwice ako výsledok spolupráce medzi Politechnikou Slaskou (Poľsko) a Žilinskou univerzitou v Žiline a projektu KEGA č. 004ŽU-4/2023.

LITERATÚRA

1. B.P. Somerday, C. San Marchi, Solid-State Hydrogen Storage: Woodhead Publishing, 2008.
2. J.O. Nilsson, <https://www.materials.sandvik/en/materials-center/expert-columns/archive/2018/02/precipitation-hardened-stainless-steels/>
3. W. Borek, T. Tanski, Z. Brytan, Austenitic Stainless Steels - New Aspects, London: IntechOpen, 2017.
4. Stabilized Austenitic Stainless Steels: Type 321 & Type 347. <http://www.pipingpipeline.com/stabilized-aus-ss-tp-321-347.html>
5. T. Hara, H. Amaya, Encyclopedia of Materials: Metals and Alloys: Amsterdam: Elsevier, 2021.
6. M. Zhang, S. Ma, T. Jing, Mechanical Properties of a Thermally-aged Cast Duplex Stainless Steel by in Situ Tensile Test at the Service Temperature. Metals, 9, 3: 317, <https://doi.org/10.3390/met9030317>
7. J.O. Nilsson, <https://www.materials.sandvik/en/materials-center/expert-columns/archive/2018/02/metastable-austenitic-stainless-steels/>
8. E. Mazancová, Technické materiály 1: učebný text. OstravaVŠB, 2012.
9. AALCO, Precipitation Hardening Stainless Steels - Alloys, Properties, Fabrication Processes, 2005. <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=2819>
10. Stainless steel 316. <https://www.iqsdirectory.com/articles/stainless-steel/stainless-steel-316.html>
11. G. Mathers, Precipitation hardening stainless steels, 2015, <https://www.twi-global.com/technical-knowledge/job-knowledge/precipitation-hardening-stainless-steels-102>
12. S. Jaber, Austenitic Stainless Steel: Properties, Applications and Grades, 2022, <https://matmatch.com/learn/material/austenitic-stainless-steel>



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Modyfikacja fotoanody barwnikowego ogniwa fotowoltaicznego

A. Januła^a, A. Drygała^b, W. Pakieła^b, E. Tillová^c, P. Palček^c

^a student, Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, ul. Konarskiego 18a, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, 44-100 Gliwice,

^c Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra materiálového inžinierstva, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina, Slovak Republic

email: aleksandra.drygala@polsl.pl

Streszczenie:

W ramach niniejszej pracy przedstawiono zastosowanie materiałów węglowych na elektrodę barwnikowego ogniwa fotowoltaicznego (DSSC). Wytworzono fotoogniwa z fotoanodą o różnej zawartości włókien węglowych. Wykonano badania topografii powierzchni fotoaktywnej elektrody oraz własności elektrycznych barwnikowych ogniw fotowoltaicznych. Najlepsze własności elektryczne uzyskano dla DSSC z fotoanodą o zawartości 0,1% włókien węglowych, dla którego wydajność wynosi 5,16%.

Abstract:

This work presents the application of carbon materials in dye-sensitized solar cell (DSSCs) electrode. Dye-sensitized solar cell photoanodes with different content of carbon fibers were manufactured. The surface topography of the photoactive electrodes as well as the electrical properties of the dye-sensitized solar cells were analysed. The best electrical properties were obtained for DSSC with a photoanode containing 0.1% of carbon fibers. Its efficiency is 5.16%.

Słowa kluczowe: fotowoltaika, barwnikowe ogniwa fotowoltaiczne, fotoanoda, tlenek tytanu, barwnik, włókna węglowe

1. WSTĘP

Ilość energii dostarczanej w postaci promieniowania słonecznego docierającego do Ziemi znacznie przewyższa zapotrzebowanie energetyczne ludzkości, więc można uznać je za praktycznie niewyczerpalne. Zalety technologii fotowoltaicznych wraz z zapotrzebowaniem na duże ilości energii przyczyniają się do prężnego ich rozwoju. W związku z powyższym niezwykle istotne jest podejmowanie tematyki związanej z przetwarzaniem promieniowania słonecznego na energię elektryczną [1].

Pierwsze barwnikowe ogniwo fotowoltaiczne (DSSC, ang. Dye-Sensitized Solar Cell) zostało wytworzone przez Michaela Grätzela i Briana O'Regana w 1991 roku, chociaż pierwsze testy

wykonywano już w 1988 pod kierunkiem Grätzela [9]. Zasada działania DSSCs imituje proces fotosyntezy zachodzący w roślinach, dlatego próby wytworzenia takich ogniw PV zaczęto od testów nad dwutlenkiem tytanu o strukturze krystalicznej pokrytym warstwą chlorofilu. Ich sprawność wyniosła zaledwie 0,01% [2,3].

Typowe barwnikowe ogniwo fotowoltaiczne charakteryzuje się budową warstwową. Składa się ono z dwóch szklanych płyt z warstwą przewodzącą (TCO, ang. Transparent Conductive Oxide), półprzewodnika najczęściej wykonanego z TiO_2 , barwnika, elektrolitu i warstwy katalitycznej naniesionej na konstrukcję nośną z TCO [4-6].

Fotoanoda DSSC składa się z podłoża (najczęściej szklanej płyty) z warstwą przewodzącą, półprzewodnika i barwnika. Elektroda półprzewodnikowa wystawiona jest na działanie promieni słonecznych, dlatego też nazywa się ją fotoanodą. Rolą półprzewodnika jest przyjmowanie elektronów z barwnika. Zdolność do zbierania światła, mechanizm transportu ładunku oraz stopień rekombinacji nośników ładunku jest ściśle związany z wielkością, kształtem i morfologią warstwy półprzewodnikowej. Parametry te mają znaczący wpływ na wydajność całego fotoogniwa (PCE, ang. Power Conversion Efficiency) [7,8].

Materiałami stosowanymi na fotoanodę są tlenki metali zaliczane do półprzewodników. Dobiera się je pod względem szerokości przerwy energetycznej, która powinna wynosić powyżej 3eV. W związku z tym często stosowanymi są TiO_2 , ZnO , SnO , SrTiO_3 , Zn_2SnO_4 , WO_3 oraz Nb_2O_5 [9,10]. Innymi własnościami, jakimi powinien cechować się półprzewodnik na fotoanodę DSSC są [10,11]:

- rozwinięta powierzchnia, umożliwiająca absorpcję jak największej ilości barwnika,
- mechanizm szybkiego transportu elektronów z barwnika do obwodu zewnętrznego,
- zapewnienie szybkiego wyłapywania elektronu z barwnika,
- wielkość porów zapewniająca optymalną ilość zaabsorbowanego barwnika i elektrolitu,
- wysoka odporność na fotokorozję,
- zdolność absorbowania promieniowania,
- charakter akceptorowy,
- dobre połączenie z barwnikiem, jak i podłożem.

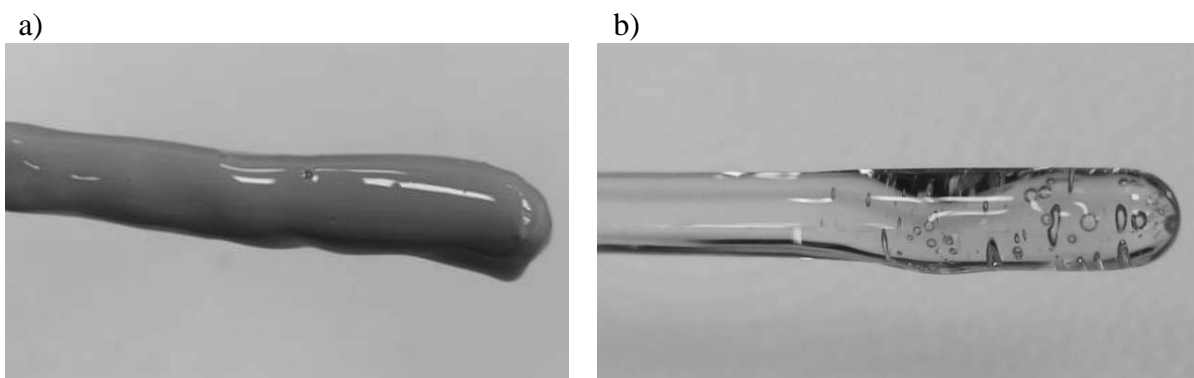
Najczęściej stosowanym jest TiO_2 w postaci anatazu, który charakteryzuje się pasmem wzbronionym o wartości 3,2 eV [8]. Barwnikowe ogniwa fotowoltaiczne z fotoanodą wykonaną z tego materiału osiągają wydajność nawet 14%. TiO_2 jest ekonomiczny, cechuje się dobrą stabilnością, łatwą dostępnością, kompatybilnością optyczną, dobrymi własnościami elektrycznymi oraz brakiem toksyczności. Wadą dwutlenku tytanu jest niska absorpcyjność (absorpcja zachodzi tylko w zakresie promieniowania UV) i niska mobilność elektronowa. Z tego powodu prowadzi się badania nad domieszkowaniem TiO_2 innymi materiałami, na przykład anionami lub kationami, które modulują jego własności elektryczne i optyczne [12]. W ramach niniejszej pracy przedstawiono zastosowanie materiałów węglowych w DSSCs. Wytworzono barwnikowe ogniwa fotowoltaiczne z fotoanodą o różnej zawartości włókien węglowych.

2. MATERIAŁ DO BADAŃ

Do wytworzenia fotoogniwa wykorzystano następujące materiały:

- płytką szklaną z jednostronnie osadzoną warstwą tlenku cyny domieszkowego fluorem FTO (ang. fluoride tin oxide) o rezystywności $7 \Omega/\square$, Sigma-Aldrich,
- półprzewodnik: dwutlenek tytanu w postaci pasty – 18NR-T Titania Paste (rys. 1a), Greatcell Solar,
- warstwa katalityczna: pasta platynowa – Platinum Paste (rys. 1b), Sigma-Aldrich,
- barwnik: N719 (Di-tetrabutylamoniowy cis-bis (izotiocyjanato) bis (2,2'-bipirydylo-4,4'-dikarboksyloato) ruten (II)), Greatcell Solar,
- elektrolit: EL-HPE, Sigma-Aldrich,
- materiał węglowy: włókna węglowe, Velox.

Wytworzono DSSCs na bazie fotoanody z zastosowaniem włókien węglowych o zawartości w zakresie 0÷5%, a następnie wykonano badania topografii powierzchni fotoanody oraz własności elektrycznych fotoogniw.



Rysunek 1. Pasta a) TiO_2 , b) Pt na bagietce szklanej

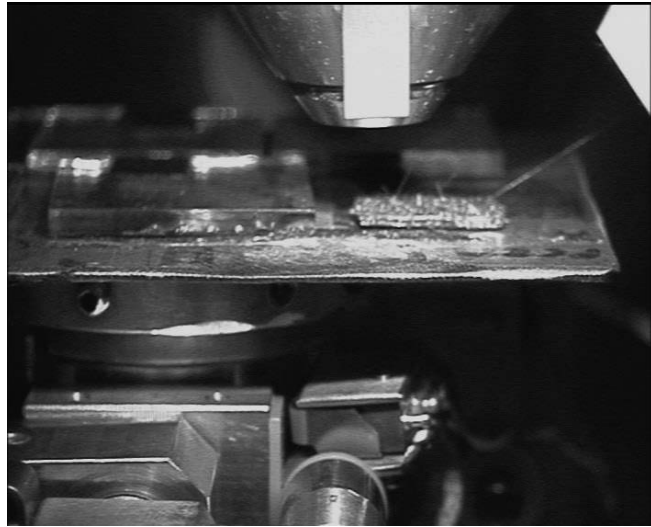
2. METODYKA BADAŃ

Wykonano badania topografii powierzchni fotoaktywnej elektrody oraz własności elektrycznych barwnikowych ogniw fotowoltaicznych. Badanie topografii powierzchni fotoanod wykonano metodą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM, ang. Scanning Electron Microscopy) Supra 25 firmy Zeiss (rys. 2, 3).

Własności elektryczne wytworzonych barwnikowych ogniw fotowoltaicznych wyznaczono na podstawie pomiarów charakterystyk prądowo-napięciowych wykonanych przy użyciu systemu SS IV CT 02 firmy PV Test Solutions Tadeusz Żdanowicz wyposażonego w symulator promieniowania słonecznego firmy Photo Emission. Badania prowadzono dla natężenia światła $1000W/m^2$ oraz widma promieniowania AM 1,5. W związku z tym, że badania wykonano bezpośrednio po złożeniu fotoogniw, DSSCs wytworzono w układzie otwartym (bez uszczelnienia). Wyznaczono prąd zwarcia I_{sc} , napięcie obwodu otwartego U_{oc} , współczynnik wypełnienia FF, sprawność fotoogniw η .



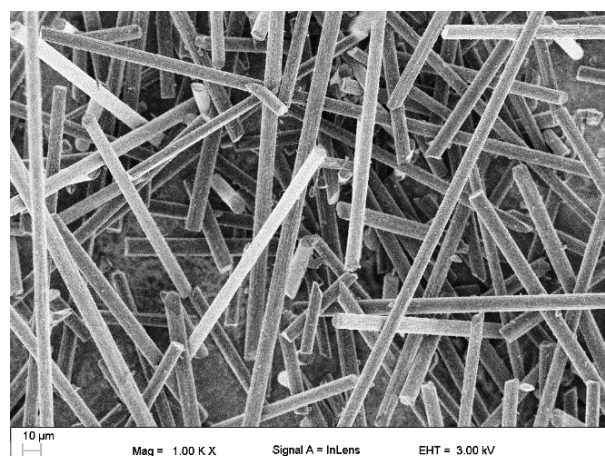
Rysunek 2. Skaningowy mikroskop elektronowy Supra 25



Rysunek 1. Fotoanody DSSC umieszczone na stoliku badawczym w skaningowym mikroskopie elektronowym

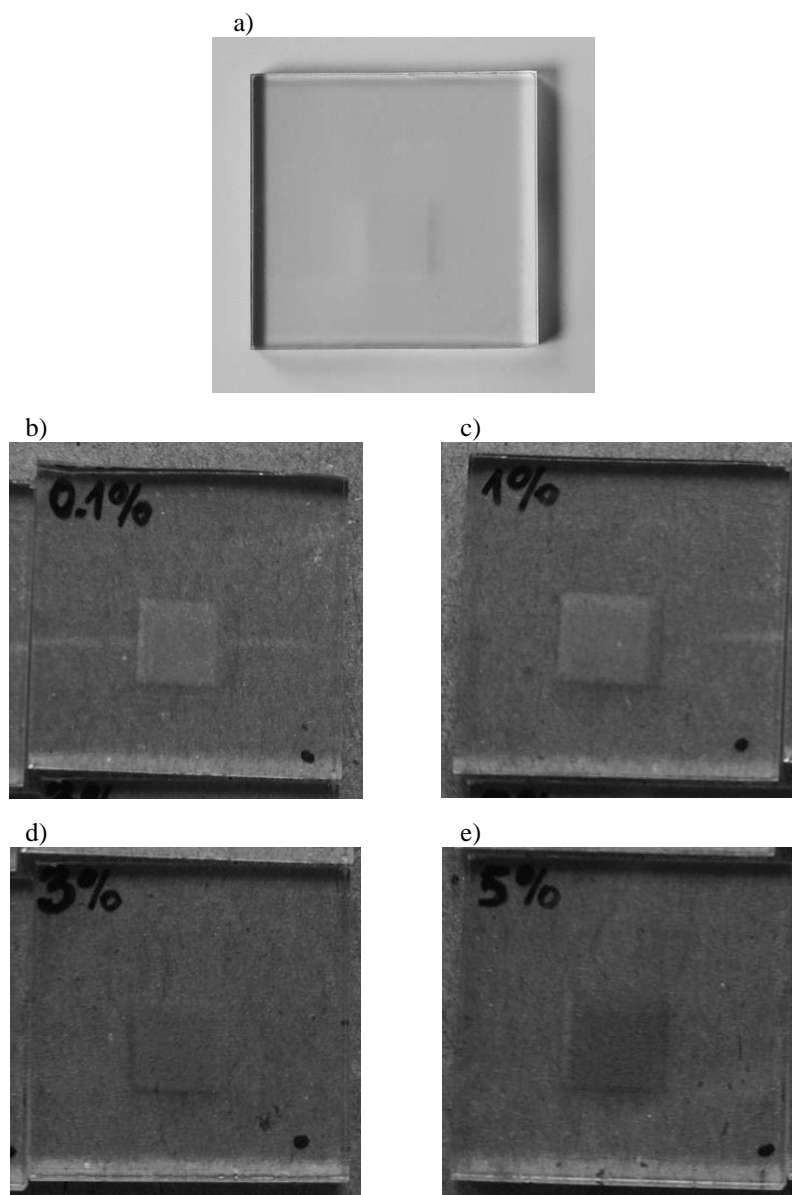
4. WYNIKI BADAŃ

Na rysunku 4 przedstawiono morfologię włókien węglowych zastosowanych w fotoanodzie DSSCs. Są one zróżnicowane pod względem długości natomiast ich średnica wynosi ok. 7 μm .



Rysunek 4. Morfologia włókien węglowych

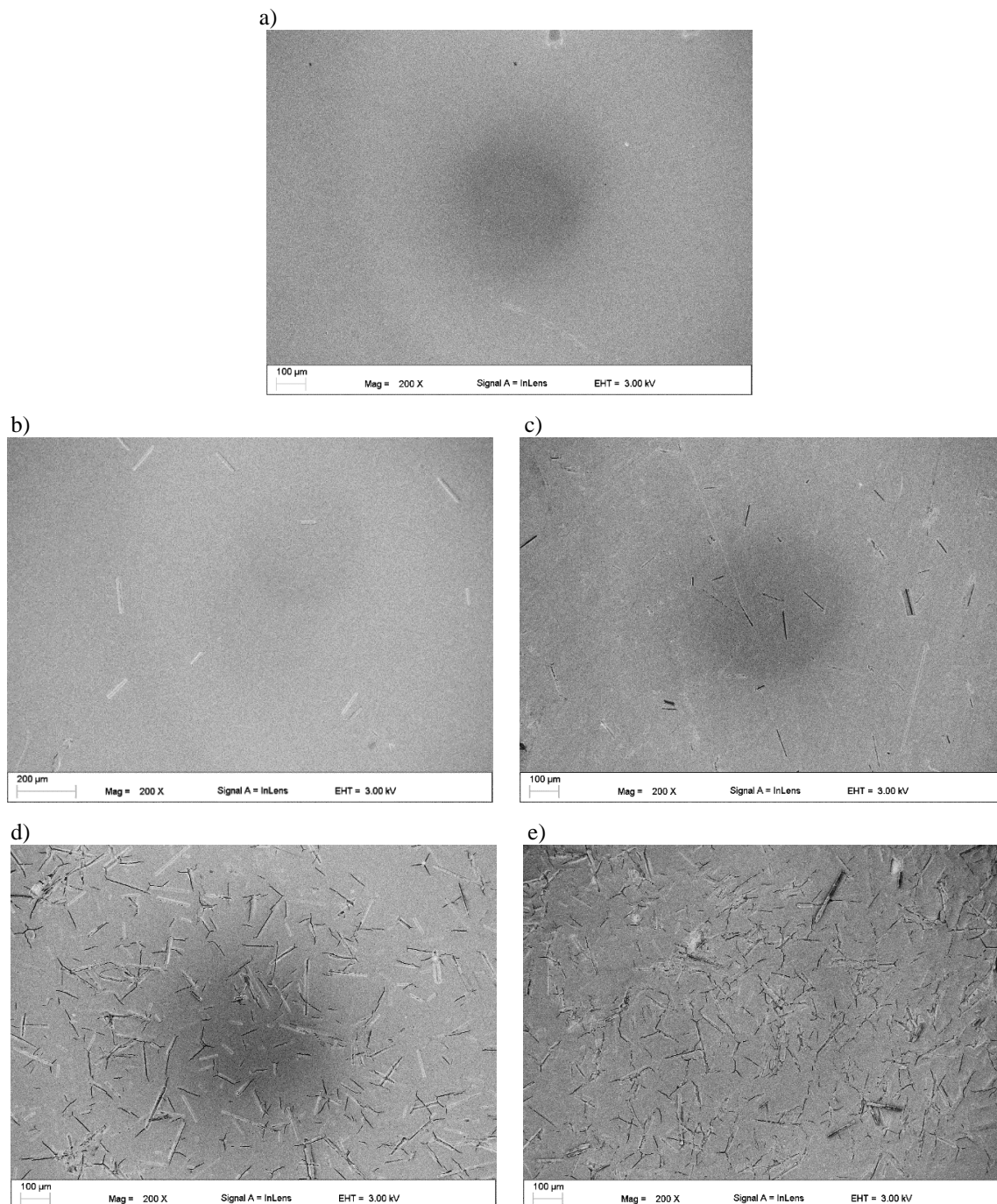
Na rysunku 5 w skali makroskopowej przedstawiono wytworzone fotoanody o zawartości włókien węglowych: 0%, 0,1%, 1%, 3%, 5%. Stwierdzono, że dodatek węgla wpływa na barwę fotoanody. Wraz ze wzrostem zawartości materiału węglowego barwa elektrody zmienia się z półprzezroczystej (0%) na ciemnoszary (5%).



Rysunek 5. Podłoże z podwójną warstwą TiO_2 z dodatkiem węgla:
a) 0%, b) 0,1%, c) 1%, d) 3%, e) 5%.

Na rysunku 6 przedstawiono topografię powierzchni fotoanody barwnikowego ogniwa fotowoltaicznego ze zróżnicowaną zawartością węgla przy powiększeniu 200x. Zaobserwowano, że włókna węglowe są równomiernie rozmieszczone na powierzchni fotoanody, niezależnie od ilości węgla.

Wraz ze zwiększeniem zawartości materiału węglowego wzrasta ilość defektów w postaci pęknięć, które powstają wzdłuż i w obrębie włókien. Propagacja pęknięć na granicy tlenku tytanu i włókien węglowych może być spowodowana zbyt szybkim skurczem materiału półprzewodnikowego podczas nagrzewania i/lub wygrzewania fotoanody, co prawdopodobnie jest wynikiem różnego przewodnictwa cieplnego tych materiałów.



Rysunek 6. Topografia powierzchni fotoanody barwnikowego ogniwa fotowoltaicznego o zawartości włókien węglowych: a) 0%, b) 0,1%, c) 1%, d) 3%, e) 5%

W tabelicy 1 zestawiono własności elektryczne wytworzonych barwnikowych ogniw fotowoltaicznych na bazie fotoanody z różną zawartością węgla. Stwierdzono, że dodatek niewielkiej ilości (0,1%) włókien węglowych wpływa korzystnie na pracę fotoogniwa. Dla DSSC o tej zawartości węgla uzyskano najlepsze własności elektryczne m.in.: $\eta = 5,2\%$, $I_{sc} = 5,3 \text{ mA}$, $U_{oc} = 695,2 \text{ mV}$ oraz $FF=0,6$.

Zwiększenie materiału węglowego w fotoanodzie powyżej 0,1% wpływa negatywnie na pracę DSSCs, przy czym, największy spadek własności elektrycznych uzyskano dla urządzenia o zawartości 3% i 5% C.

Tablica 1. Własności elektryczne DSSCs wykonanych na bazie fotoanody z różną zawartością włókien węglowych

zawartość węgla [%]	własności elektryczne			
	I_{sc} [mA]	U_{oc} [mV]	FF	η [%]
0	5,1	694,2	0,58	4,9
0,1	5,3	695,2	0,60	5,2
1	5,1	663,6	0,57	4,6
3	4,6	610,8	0,47	3,2
5	3,5	565,7	0,40	1,9

5. WNIOSKI

Zastosowanie materiałów węglowych w fotoanodzie ma istotny wpływ na topografię powierzchni fotoanody oraz własności elektryczne fotowoltaiczne barwnikowych ogniw słonecznych. Stwierdzono, że włókna węglowe są równomiernie rozmieszczone na powierzchni fotoanody, niezależnie od ilości materiału organicznego. Wraz ze zwiększeniem zawartości włókien węglowych wzrasta liczba i wielkość defektów na powierzchni fotoanody DSSCs. Propagacja pęknięć na granicy tlenku tytanu i włókien węglowych może być spowodowana zbyt szybkim skurczem materiału półprzewodnikowego podczas nagrzewania i/lub wygrzewania fotoanody.

Najlepsze własności elektryczne uzyskano dla barwnikowego ogniwa fotowoltaicznego z fotoanodą o zawartości 0,1% włókien węglowych, dla którego wydajność wynosi 5,2% i jest o 0,3 punktu procentowego większa w porównaniu do standardowego fotoogniwa. Dodatek materiału węglowego 1% i więcej powoduje spadek własności użytkowych DSSCs. Dalsze badania należy prowadzić dla zawartości włókien węglowych w warstwie dwutlenku tytanu w zakresie 0,01÷1%.

LITERATURA

1. B. Akinoglu, B. Tuncel, V. Badescu, Beyond 3rd generation solar cells and the full spectrum project. Recent advances and new emerging solar cells, *Sustainable Energy Technologies and Assessments* 46 (2021) 101287
2. F. Karim, A. Sikder, W. Ghann, K. Green, B. Ozturk, M. Ali, J. Uddin, Nanostructured Dye Sensitized Solar Cells with Different Counter Electrodes, *American Journal of Physical Chemistry* 9(1) (2020) 1-8
3. S.M.A.-A. Zumahi, N. Arobi, M.M. Rahman, M.K. Hossain, M. Rozy, A. Amri, H. Jaburm M.A. Hossain, F. Ahmed, Understanding the optical behaviours and the power conversion efficiency of novel organic dye and nanostructured TiO₂ based integrated DSSCs, *Solar Energy* 225 (2021) 129–147
4. A. Zdyb, *Badania nad zwiększeniem wydajności barwnikowych ogniw słonecznych.*, Politechnika Lubelska, Lublin, 2012
5. A. Drygała, L.A. Dobrzański, M. Szindler, M. Prokopiuk vel Prokopowicz, M. Pawlyta, K. Lukaszewicz, Carbon nanotubes counter electrode for dye-sensitized solar cells application, *Archives of Metallurgy and Materials* 61(2) (2015) 803-806
6. A. Walter, *Nanokrystaliczne ogniwa fotowoltaiczne – budowa i właściwości elektrody pomocniczej.* Wydawnictwo Politechniki Krakowskiej PK, Kraków, 2014
7. A. Fasolini, N. Sangiorgi, E. Tosi Brandi, A. Sangiorgi, F. Mariani, E. Scavetta, A. Sanson, F. Basile, Increased efficiency and stability of Dye-Sensitized Solar Cells (DSSC) photoanode by intercalation of Eosin Y into Zn/Al layered double hydroxide, *Applied Clay Science* 212 (2021) 106219
8. H. Esgin, Y. Caglar, M. Caglar, Photovoltaic performance and physical characterization of Cu doped ZnO nanopowders as photoanode for DSSC, *Journal of Alloys and Compounds* 890 (2022) 161848
9. N.A. Karim, U. Mehmood, H.F. Zahid, T. Asif, Nanostructured photoanode and counter electrode materials for efficient Dye-Sensitized Solar Cells (DSSCs), *Solar Energy* 185 (2019) 165–188
10. S. Arora Abrol, C. Bhargava, P.K. Sharma, Material and its selection attributes for improved DSSC, *Materials Today: Proceedings* 42 (2021) 1477–1484
11. N. Ullah, S.M. Shah, R. Ansir, S. Erten-Ela, S. Mushtaq, S. Zafar, Pyrocatechol violet sensitized cadmium and barium doped TiO₂/ZnO nanostructures: As photoanode in DSSC, *Materials Science in Semiconductor Processing* 135 (2021) 106119
12. M. Shakeel Ahmad, A.K. Pandey, N. Abd Rahim, Advancements in the development of TiO₂ photoanodes and its fabrication methods for dye sensitized solar cell (DSSC) applications. A review, *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 77 (2017) 89–108



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Struktura i odporność korozyjna stali Lean Duplex zgrzewanej oporowo na symulatorze Gleeble 3800

K. Kalaga^a, W. Borek^b, Z. Brytan^c

^a Studentka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych.

email: katakal871@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych.

email: wojciech.borek@polsl.pl

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych.

email: zbigniew.brytan@polsl.pl

Streszczenie: W ramach pracy zbadano wpływ warunków zgrzewania oporowego na symulatorze Gleeble 3800 na strukturę i własności stali nierdzewnej typu lean duplex LDX 2101. W ramach niniejszej pracy omówiono różnice mikrostrukturalne oraz odporność korozyjną zgrzeiny w porównaniu z materiałem rodzimym. W ramach badań strukturalnych zastosowano metody mikroskopii świetlnej i skaningowej oraz rentgenowską analizę fazową. Odporność korozyjną porównano na bazie badań potencjodynamicznych, wyznaczono prąd i potencjał korozyjny metodą Tafela oraz z zastosowaniem elektrochemicznej spektroskopii impedancyjnej.

Abstract: In this work the influence of resistance welding parameters on properties of lean duplex stainless steel LDX 2101 was examined. Differences in structure and corrosion resistance of the weld and base material were discussed. Light and scanning microscopy as well as X-ray phase analysis were used in microstructural studies. The corrosion resistance was compared on the basis of potentiodynamic tests, the corrosion current and corrosion potential were determined by the Tafel method and with the use of electrochemical impedance spectroscopy.

Słowa kluczowe: stal lean dupleks, stal ferrytyczno-austenityczna, korozja, odporność korozyjna, zgrzewanie oporowe, Gleeble

1. WSTĘP

Stale nierdzewne to ceniona przez wiele gałęzi przemysłu grupa materiałów, które posiadają zdolność do pracy w środowiskach agresywnych oraz pod różnymi obciążeniami cieplnymi. W roku 2021 wartość globalnego rynku stali nierdzewnych wyniosła 104,23 biliony dolarów amerykańskich [1]. Stale ferrytyczno-austenityczne stanowiły 4,32% tej wartości. Prognozuje się, że w ciągu obecnej dekady nastąpi zarówno dalszy wzrost wartości rynku stali nierdzewnych, jak i dojdzie do zwiększenia się w nim udziału stali duplex. Zgodnie z prognozami, już w 2026 roku udział ten ma wynosić 6,3%, co jest związane z obserwowanym na świecie prężnym rozwojem infrastruktury. Materiały te są chętnie wykorzystywane w branży budowlanej ze względu na ich bardzo dobre własności mechaniczne oraz odporność korozyjną. Stale duplex znajdują również zastosowanie w wielu innych dziedzinach przemysłu, w tym w przemyśle petrochemicznym, chemicznym oraz stoczniowym [2]. Konstrukcje ze stali nierdzewnych są wytwarzane z zastosowaniem rozmaitych procesów spawalniczych. Jednak spawalniczy cykl cieplny może znacznie pogorszyć zarówno własności mechaniczne, jak i odporność korozyjną materiału. W związku z tym konieczne jest zastosowanie odpowiednich technologii oraz parametrów procesu dla danego gatunku stali [3].

2. MATERIAŁ DO BADAŃ I PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

Materiał do badań stanowiła walcowana na gorąco stal nierdzewna typu lean duplex, gatunek LDX 2101, której skład chemiczny przedstawiono w tabelicy 1. Z materiału w postaci blach o grubości 12 mm przygotowano dwie próbki osiowosymetryczne o długości 45 mm i średnicy 10 mm.

Tablica 1. Skład chemiczny stali LDX 2101

Table 1. Chemical composition of the LDX 2101 stainless steel

Nazwa handlowa	Zawartość pierwiastka, [%wag.]						
	C max	Cr	Ni	Mo	N	Mn	Cu
LDX 2101	0,04	21,0-22,0	1,35-1,70	0,1-0,8	0,20-0,25	4,0-6,0	0,1-0,8

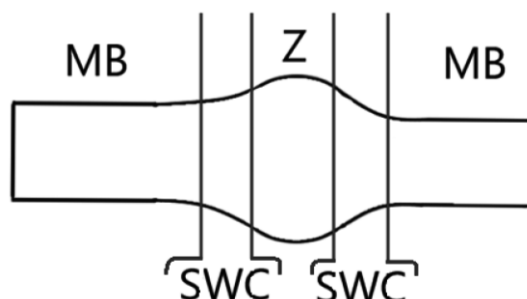
W celu umożliwienia pomiaru i kontroli temperatury w trakcie procesu zgrzewania, tuż przy jednej z łączonych powierzchni zgrzano druty termoparowe typu B firmy Mennica - Metale Sp. z o.o.. Druty wykonane były ze stopów PtRh30 oraz PtRh6 pozwalały na pomiar temperatury w zakresie do 1873 K. Następnie próbki zgrzewano doczołowo z wykorzystaniem symulatora termomechanicznego Gleeble 3800 w atmosferze argonu. Zastosowane parametry procesu zgrzewania przedstawiono w tabelicy 2.

Tablica 2. Parametry zgrzewania

Table 2. Welding parameters

Prędkość nagrzewania, [°C/s]	Temperatura maksymalna T_{max} , [°C]	Czas wygrzewania, [s]	Prędkość chłodzenia od T_{max} do 800°C, [°C/s]	Siła docisku, [kgF]
500	1350	5	50	200

Po zgrzaniu próbka została pocięta wzdłużnie przy użyciu piły precyzyjnej Secotom-50 firmy Struers. Badaniom poddano trzy charakterystyczne obszary przekroju (rys. 1): materiał bazowy (oznaczany jako MB), strefę wpływu ciepła (SWC) oraz obszar zgrzeiny (Z).



Rysunek 1. Przekroju próbki wraz z zaznaczonymi charakterystycznymi obszarami
Figure 1. Cross-section of the sample with marked characteristic areas

Zgrzaną próbkę zainkludowano na gorąco w mineralnej, przewodzącej żywicy akrylowej z wykorzystaniem urządzenia CitoPress 200 firmy Struers. Następnie zgląd metalograficzny szlifowano na szlifierko-polerce Tegramin-30, z wykorzystaniem papierów ściernych o gradacji kolejno 120, 250, 1500 oraz 4000. Polerowanie przeprowadzono na tym samym urządzeniu z wykorzystaniem tarczy polerskiej MD-Nap oraz zawiesziny diamentowej o wielkości ziarna odpowiednio 3 μm , 1 μm i lubrykantu na bazie alkoholu. Następnie próbkę poddano trawieniu elektrolitycznemu w kwasie szczawiowym o stężeniu 10%, natężeniu prądu 2 A i napięciu 8 V, które przeprowadzono za pomocą urządzenia LectroPol-5 również firmy Struers. Na podstawie danych literaturowych jak również testów wstępnych czas trawienia ustalono na 30 s.

Fragment próbki przeznaczony do badań elektrochemicznych szlifowano z wykorzystaniem szlifierki automatycznej LaboPol-25 firmy Struers na papierze o gradacji 500 i 1200. Następnie poddano go manualnemu polerowaniu przy użyciu porowatego tworzywa neoprenowego Mag-Chemal 4110 i lubrykantu na bazie alkoholu. Następnie powierzchnię próbki zabezpieczono lakierem, z wyłączeniem obszaru, który w trakcie badań korozyjnych miał nie być zanurzony w elektrolicie oraz trzech kwadratowych pól o wymiarach około 2 mm x 2 mm, znajdujących się w obrębie obszaru zgrzanego, strefy wpływu ciepła oraz materiału bazowego.

3. METODYKA BADAŃ

3.1. Mikroskopia stereoskopowa i wyznaczenie wymiarów oraz pól wypływek

Trójwymiarową obserwację próbki przeprowadzono za pomocą mikroskopu stereoskopowego Discovery.V12 SteREO. Badania makroskopowe wykonano przy powiększeniu x8. Na podstawie zdjęć wyznaczono grubości oraz pola wypływek. Pomiaru średniej grubości dokonano z wykorzystaniem oprogramowania AxioVision. Pola powierzchni przekroju wypływek wyznaczono za pomocą programu ImageJ. Uzyskane wartości uśredniano.

3.2. Mikroskopia optyczna i wyznaczanie zawartości ferrytu i austenitu w strukturze stali

Do obserwacji mikrostruktury próbek wykorzystano mikroskop optyczny AX10 firmy Zeiss. Wykonano zdjęcia struktury materiału bazowego, stref wpływu ciepła oraz obszarów zgrzanych przy powiększeniach x100, x200 oraz x500.

Do wyznaczenia zawartości ferrytu i austenitu w strukturze stali zastosowano komputerową analizę obrazu. Dla każdego badanego obszaru analizowano po 3 zdjęcia wykonane przy powiększeniu x500. Z uzyskanych wyników wyznaczono wartość średnią ferrytu i austenitu w strukturze stali oraz odchylenie standardowe.

3.3. Skaningowa mikroskopia elektronowa i analiza EDS

Do badań strukturalnych wykorzystano mikroskop skaningowy firmy Zeiss Supra25 z analizatorem składu chemicznego EDS/EDX. Skład chemiczny analizowano punktowo wewnątrz ziarn ferrytu i austenitu w celu ich porównania.

3.4. Rentgenografia strukturalna

Rentgenowską jakościową analizę fazową badanych materiałów wykonano na dyfraktometrze XRD 7 firmy Seifert-FPM.

3.5. Badania elektrochemiczne

Badania elektrochemiczne zostały wykonane za pomocą potencjostatu Atlas 0531 EUNIA. Rolę elektrolitu pełnił roztwór NaCl o stężeniu 3,5%. Elektroda odniesienia była elektroda chlorosrebrowa (Ag/AgCl), elektroda pomocnicza była wykonana z platyny.

Rejestracja krzywych potencjału otwartego OCP dla badanych próbek trwała godzinę. Badanie potencjodynamiczne prowadzono następnie z prędkością skanowania wynoszącą 0,001 V/s. Elektrochemiczną spektroskopię impedancyjną przeprowadzono w zakresie częstotliwości 100 kHz to 100 mHz w temperaturze pokojowej. Dopasowania modelu oraz wyznaczenia parametrów elementów obwodu zastępczego dokonano przy użyciu programu EIS Spectrum Analyser, wykorzystując algorytm „NM Simp” oraz funkcję „Amplitude”.

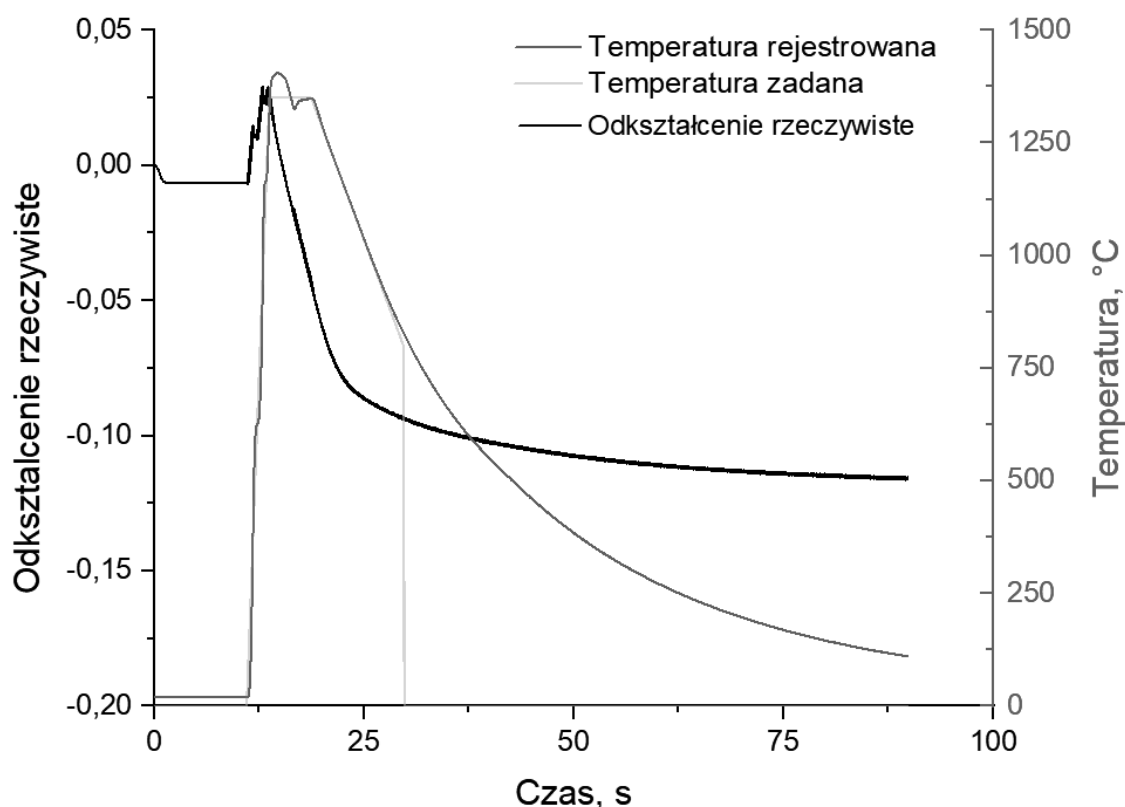
4. WYNIKI BADAŃ

4.1. Wyniki symulacji zgrzewania na urządzeniu Gleeble 3800

W trakcie symulacji zgrzewania zarejestrowane zostały parametry procesu, w tym odkształcenie rzeczywiste elementów, czas trwania procesu oraz temperatura na powierzchni próbki. W czasie wygrzewania i chłodzenia dochodziło do płynięcia materiału, przez co próbka posiadała wypływkę. Przyjęto założenie, że kontrolowane chłodzenie próbek powinno odbywać się w zakresie temperatury 1350°C – 800°C. Wobec tego w trakcie procesu szybkość chłodzenia była kontrolowana aż do osiągnięcia przez próbkę temperatury 800°C. Poniżej tej temperatury próbka była chłodzona swobodnie w powietrzu.

Początkowy odcinek krzywej odkształcenia rzeczywistego posiada niewielki pik w kierunku dodatnim, którego obecność wskazuje na wystąpienie odkształcenia rozciągającego, mającego

związek z rozszerzalnością cieplną materiału. W okolicach temperatury 1250°C miał miejsce nagły spadek wartości odkształcenia rzeczywistego, związany z odkształceniem ściskającym próbki. Odkształcenie rzeczywiste nie przekroczyło wartości -0,13 (rys. 2).



Rysunek 2. Wykres zmian temperatury oraz odkształcenia rzeczywistego w funkcji czasu zgrzewania próbki

Figure 2. Diagram of change of temperature and deformation in time

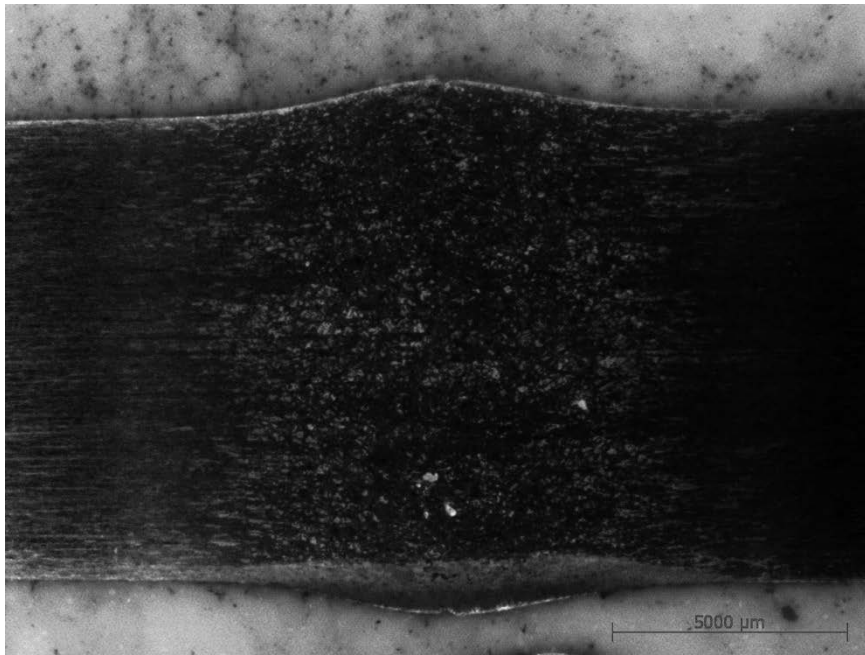
4.2. Mikroskopia stereoskopowa i wyznaczenie wymiarów oraz pól wypływek

Na rysunku 3 przedstawiono obraz makroskopowy próbki w powiększeniu x8. W obszarze materiału bazowego zauważalna jest pasmowość struktury, co związane jest z kierunkiem walcowania blachy, barwa tej strefy jest brunatna. W obszarze zgrzanym występują ciemne i jasne obszary o niewielkich rozmiarach i nieregularnych kształtach. W tablicy 3 przedstawiono wymiary powstałej w trakcie zgrzewania wypływki.

Tablica 3. Wymiary wypływki

Table 3. Dimensions of the flash

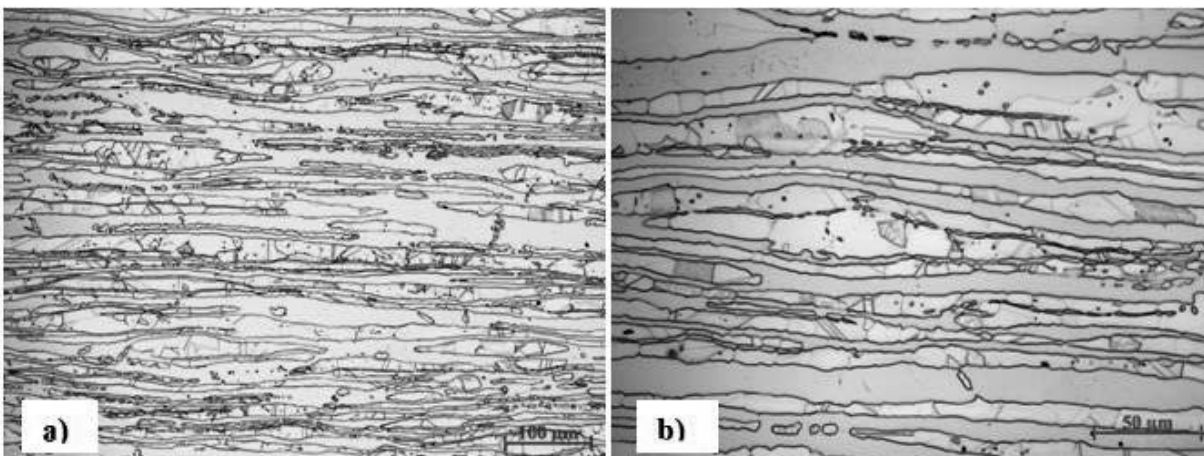
Średnia wysokość wypływki, [mm]	Średnia powierzchnia wypływki, [mm ²]
0,92	4,05



Rysunek 3. Struktura próbki w powiększeniu x8
Figure 3. Structure of the sample (x8 magnification)

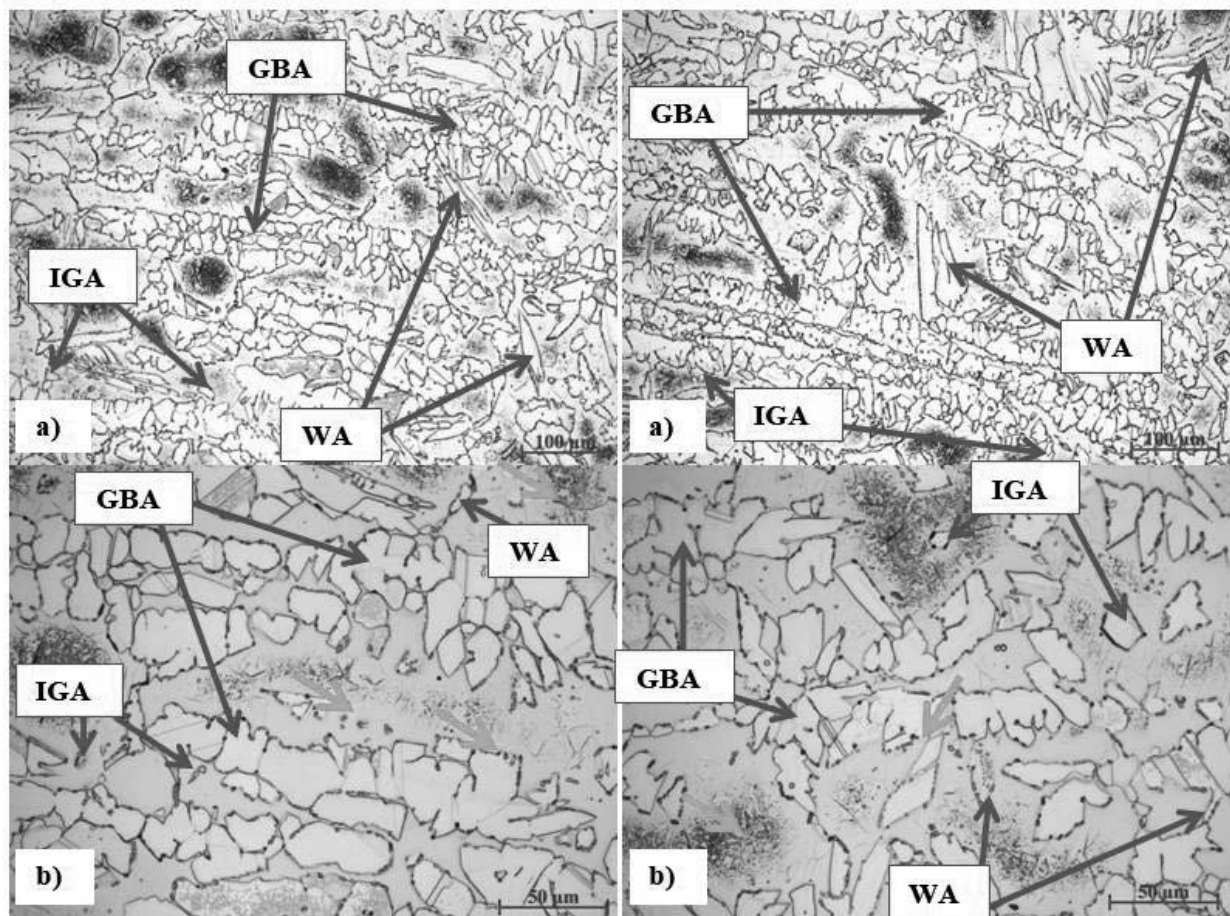
4.3 Mikroskopia optyczna i wyznaczanie zawartości ferrytu i austenitu w strukturze stali

Struktura materiału bazowego jest dwufazowa i składa się z osnowy ferrytycznej, w której widoczne są wydłużone ziarna austenitu. Na przekroju wzdłużnym jest ona pasmowa. Ziarna austenitu są różnej wielkości, przeważają wąskie pasma, jednak miejscami występują również pasma szerokie oraz austenit mający postać niewielkich płytek. Austenit wytrawiono na kolor jaśniejszy, niż ferryt. W obszarze fazy austenitycznej widoczne są zbliżnione ziarna austenitu. Ziarna obu faz są wydłużone w kierunku walcowania blach (rys. 4).



Rysunek 4. Struktura materiału bazowego; powiększenie: a) x200; b) x500
Figure 4. Structure of the base material; magnification a) x200; b) x500

W strefie wpływu ciepła (rys. 5) nastąpiła częściowa utrata ciągłości pasmowej struktury stali. Ziarna austenitu są mniejsze i mniej regularne, większość z nich jest zorientowana zgodnie z kierunkiem walcowania. Dominującą w tym obszarze morfologią austenitu jest austenit pierwotny, który znajduje się na granicach ziarn. Na zdjęciach strukturalnych oznaczany jest on jako GBA. Ma on postać przylegających do siebie struktur różnej wielkości o nieregularnych kształtach, które otaczają ziarna ferrytu. W obszarze strefy wpływu ciepła widoczny jest również austenit Widmanstättena, mający postać wydłużonych płytek (oznaczenie WA – rys. 5). Zazwyczaj jest on zorientowany prostopadłe lub skośnie do kierunku walcowania blach. Zauważalna jest również obecność drobnoziarnistego austenitu znajdującego się wewnątrz ziarn ferrytu, na rysunkach oznaczanego jako IGA.

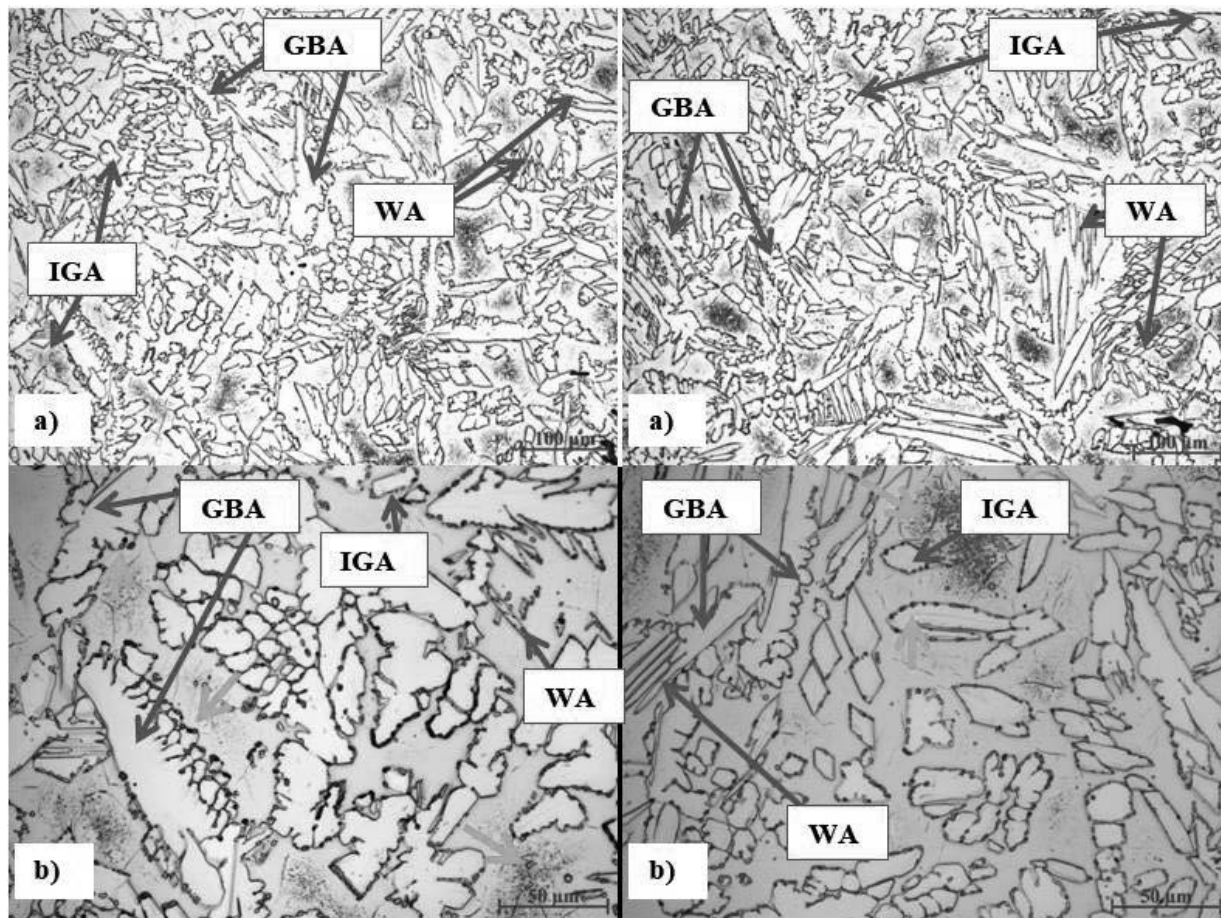


Rysunek 5. Struktura strefy wpływu ciepła; powiększenie: a) x200; b) x500
Figure 5. Structure of the heat affected zone; magnification a) x200; b) x500

W obszarze zgrzanym (rys. 6) doszło do całkowitej utraty ciągłości pasm, a orientacja ziarn nie jest już zgodna z kierunkiem walcowania. Dominującą morfologią austenitu stanowi austenit Widmanstättena o znacznie różniących się rozmiarami ziarnach. Widoczne są również struktury soczewkowate i drobne płytki austenitu wewnątrz ziarn ferrytu, jak i również występujący na ich granicach drobnoziarnisty austenit pierwotny.

W wyniku procesu zgrzewania doszło do zmiany składu chemicznego austenitu oraz ferrytu w obrębie strefy wpływu ciepła i obszaru zgrzanego. Chrom oraz nikiel wykazywały tendencję

do zmniejszenia różnicy w ich zawartości w ferrycie i austenicie. Udział manganu pozostawał preferencyjny w stosunku do austenitu.



Rysunek 6. Struktura obszaru zgrzanego; powiększenie: a) x200; b) x500

Figure 6. Structure of the welded zone; magnification a) x200; b) x500

Zarówno w strefie wpływu ciepła, jak i obszarze zgrzanym, widoczne są ciemne obszary, które przy większym powiększeniu okazują się być skupiskami drobnych wydzielin lub pozostałościami po wydzieleniach, które wypadły w trakcie procesu przygotowania próbki. Pojedyncze punkty obserwowano również na granicach ziarn. Zostały one oznaczone na zdjęciach zielonymi strzałkami. Ze względu na ograniczoną zawartość węgla w stalach duplex i wynikające z niej zmniejszone ryzyko wydzielenia się węglików [4], przypuszcza się, że na zdjęciu widoczne są przestrzenie pozostałe po usuniętych w wyniku trawienia azotkach chromu. Obszar w ich pobliżu trawił się szybciej, co może być efektem zmniejszenia odporności korozyjnej materiału wokół nich.

W tabelicy 4 zestawiono wyniki pomiarów zawartości ferrytu i austenitu w badanych obszarach wyznaczone z wykorzystaniem komputerowej analizy obrazu. Zarówno w obszarze zgrzanym, jak i strefie wpływu ciepła, doszło do zwiększenia się udziału ferrytu w strukturze stali, a tym samym zmniejszenia ilości austenitu. W strefie wpływu ciepła występuje o około 2 % więcej ferrytu, niż w obszarze zgrzanym.

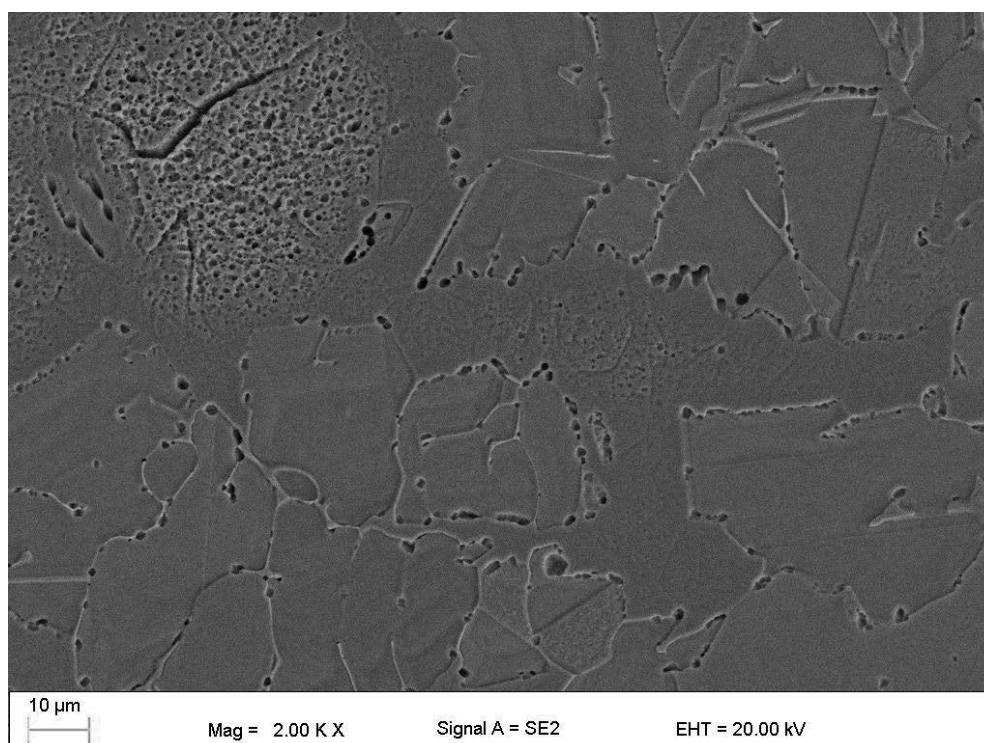
Tablica 4. Zawartość ferrytu i austenitu w badanych obszarach
 Table 4. Ferrite and austenite content in examined zones

Obszar	% α , [%]	% γ , [%]	$\overline{\% \alpha}$, [%]	SD(% α), [%]	$\overline{\% \gamma}$, [%]	SD(% γ), [%]
MB	52,82	47,19	51,0	1,7	49,0	1,7
	50,72	49,28				
	49,46	50,54				
SWC	57,61	42,39	55,2	2,1	44,8	2,1
	54,31	45,69				
	53,72	46,28				
Z	52,66	47,34	53,8	2,6	46,2	2,6
	52,06	47,94				
	56,79	43,21				

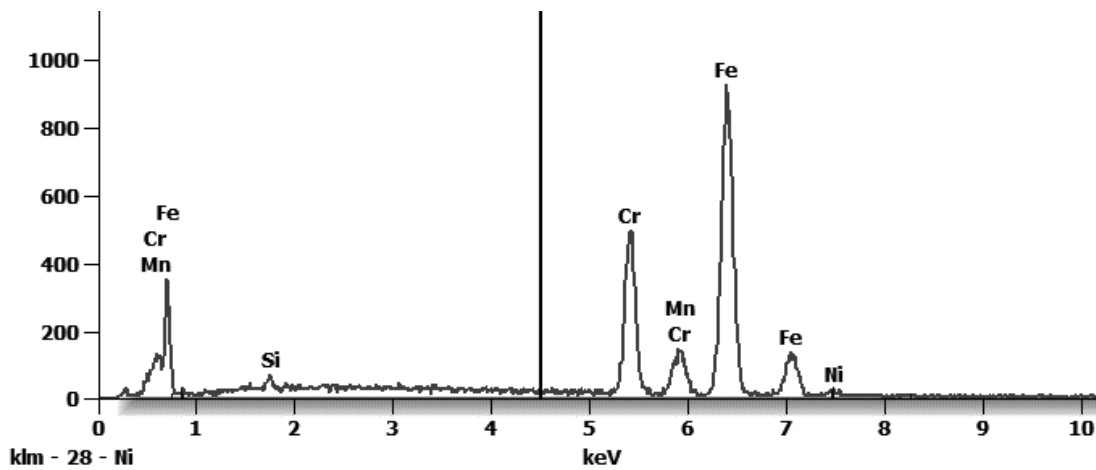
Oznaczenia: % α - zawartość ferrytu; % γ - zawartość austenitu; $\overline{\% \alpha}$ - średnia zawartość ferrytu; $\overline{\% \gamma}$ - średnia zawartość austenitu; SD(% α) - odchylenie standardowe od średniej zawartości ferrytu; SD(% γ) - odchylenie standardowe od średniej zawartości austenitu; MB – materiał bazowy; SWC – strefa wpływu ciepła; Z – obszar zgrzany.

4.4 Skaningowa mikroskopia elektronowa i analiza EDS

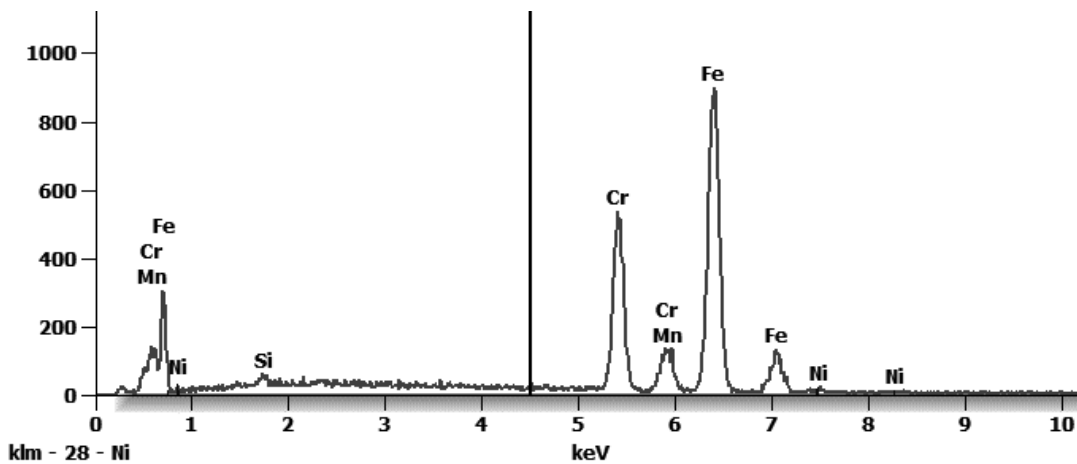
Obserwacja struktury próbek w większym powiększeniu potwierdza obecność drobnych, okrągłych wydzielań na granicach ziarn oraz wewnątrz ziarn ferrytu (rys. 7), które można interpretować jako obszary wydzielenia się azotków chromu.



Rysunek 7. Struktura obszaru zgrzanego
 Figure 7. Structure of the welded zone



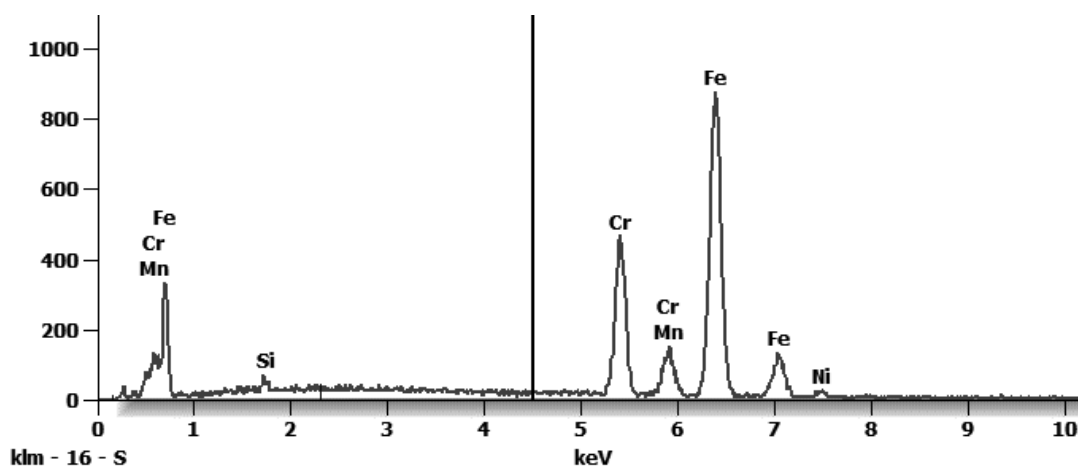
Rysunek 8. Widmo EDS austenitu wykonane dla materiału bazowego
 Figure 8. EDS spectrum of the austenite in the base material



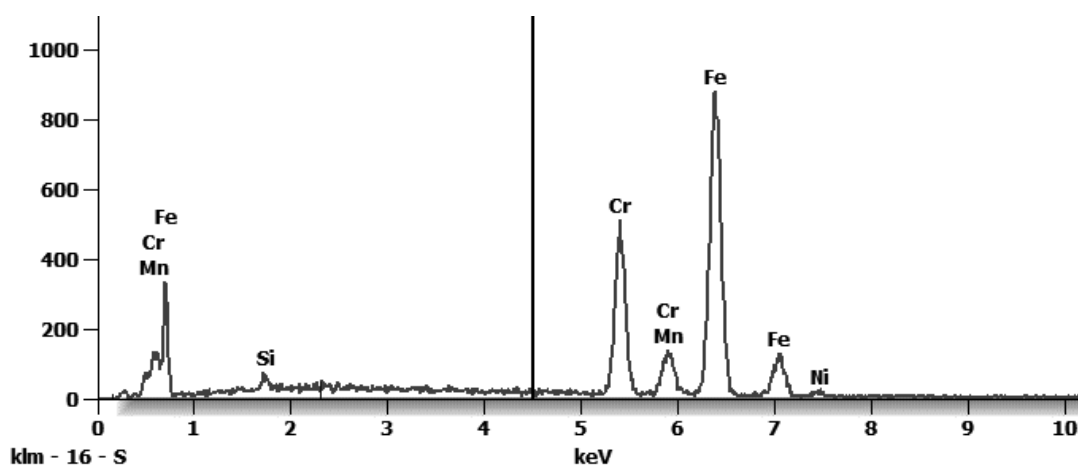
Rysunek 9. Widmo EDS ferrytu wykonane dla materiału bazowego
 Figure 9. EDS spectrum of the ferrite in the base material

Tablica 5. Skład chemiczny ferrytu i austenitu w materiale bazowym
 Table 5. Chemical composition of austenite and ferrite in the base material

	Skład chemiczny fazy, [%wag.]				
	Si	Cr	Mn	Fe	Ni
Austenit	0,7	20,8	6,8	69,6	2,1
Ferryt	0,7	23,3	6,3	68,8	0,9
Różnica	0,0	2,5	0,5	0,8	1,2



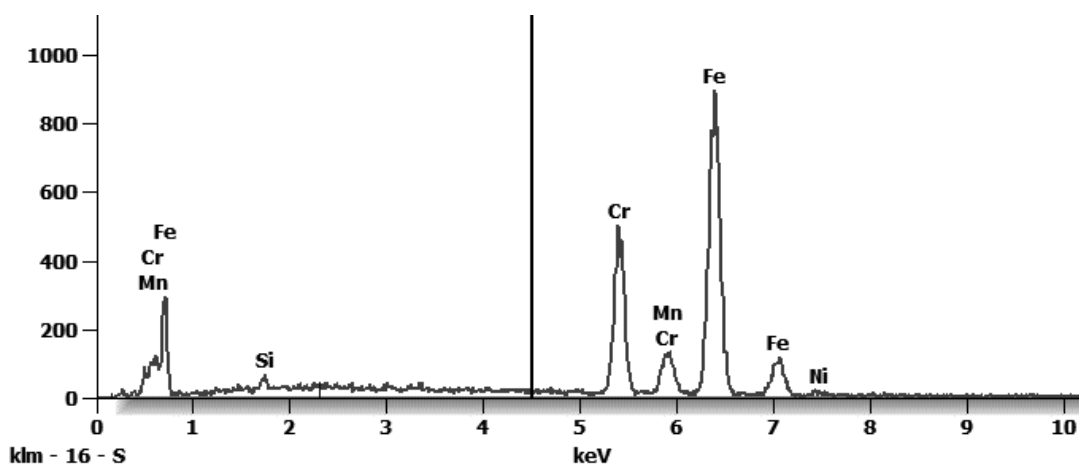
Rysunek 10. Widmo EDS austenitu wykonane dla strefy wpływu ciepła
 Figure 10. EDS spectrum of the austenite in the heat-affected zone



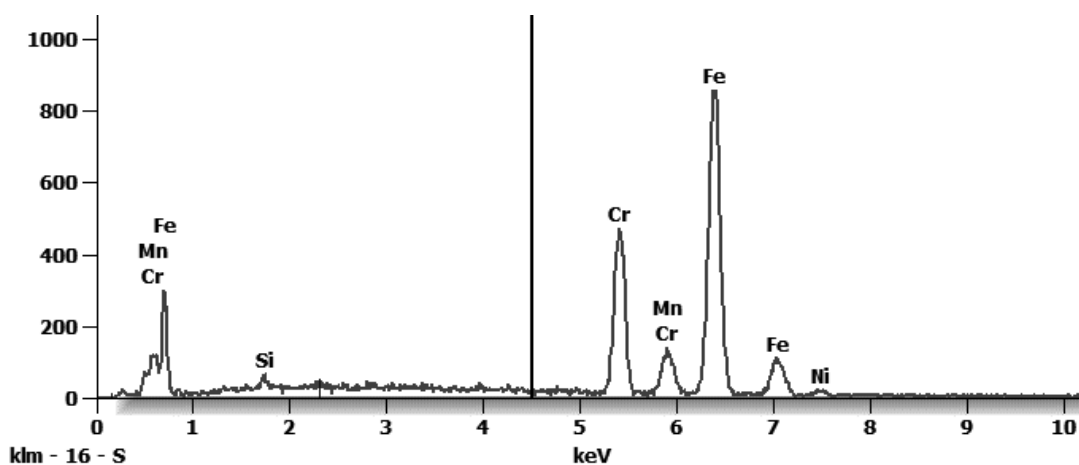
Rysunek 11. Widmo EDS ferrytu wykonane dla strefy wpływu ciepła
 Figure 11. EDS spectrum of the ferrite in the heat-affected zone

Tablica 6. Skład chemiczny ferrytu i austenitu w strefie wpływu ciepła
 Table 6. Chemical composition of austenite and ferrite in the heat-affected zone

	Skład chemiczny fazy, [%wag.]				
	Si	Cr	Mn	Fe	Ni
Austenit	0,7	21,2	4,7	70,8	2,6
Ferryt	0,8	22,5	4,4	70,6	1,7
Różnica	0,1	1,3	0,3	0,2	0,9



Rysunek 12. Widmo EDS austenitu wykonane dla obszaru zgrzanego
 Figure 12. EDS spectrum of the austenite in the welded zone



Rysunek 13. Widmo EDS ferrytu wykonane dla obszaru zgrzanego
 Figure 13. EDS spectrum of the ferrite in the welded zone

Tablica 7. Skład chemiczny ferrytu i austenitu w obszarze zgrzanym
 Table 7. Chemical composition of austenite and ferrite in the welded zone

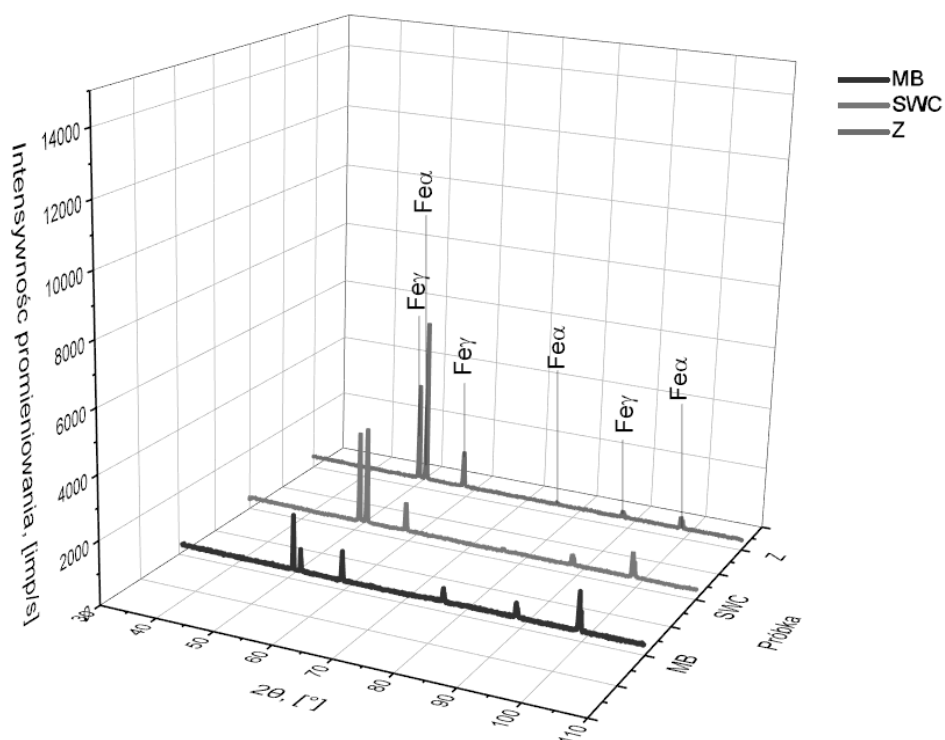
	Skład chemiczny fazy, [%wag.]				
	Si	Cr	Mn	Fe	Ni
Austenit	0,7	21,6	5,1	70,8	1,8
Ferryt	0,6	22,7	4,2	70,3	2,2
Różnica	0,1	0,9	0,9	0,5	0,3

W tablicy 5 przedstawiono skład chemiczny ferrytu i austenitu w materiale bazowym, natomiast w tablicach 6 i 7 – kolejno w strefie wpływu ciepła i obszarze zgrzanym. W tablicach przedstawiono również wyrażoną w punktach procentowych różnicę zawartości poszczególnych pierwiastków w obu fazach.

Podsumowując, w strefie zgrzeiny skład chemiczny obu faz jest bardziej zbliżony do siebie, natomiast w SWC i w materiale rodzimym austenit jest bardziej przesycony pierwiastkami austenitotwórczymi (nikiel, mangan), natomiast w ferrytyce przeważa ferrytotwórczy chrom.

4.5. Rentgenografia strukturalna

Rentgenografia strukturalna pozwoliła na potwierdzenie obecności fazy ferrytycznej oraz austenitycznej w badanych obszarach. Ponadto, analiza dyfraktogramów (rys. 14) wskazuje, że zarówno w strefie wpływu ciepła, jak i obszarze zgrzanym, doszło do zmniejszenia się intensywności pików pochodzących od austenitu i zwiększenia się intensywności promieniowania rentgenowskiego odbitego od fazy ferrytycznej (w stosunku do materiału bazowego).

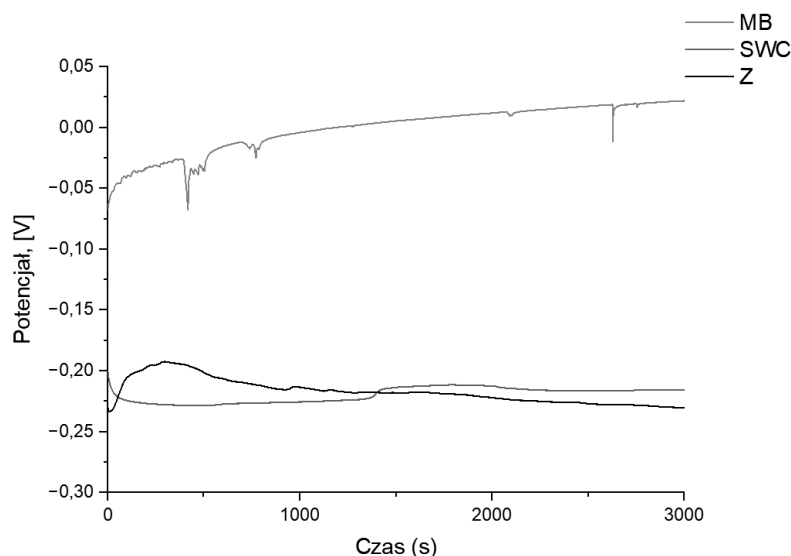


Rysunek 14. Dyfraktogramy rentgenowskie dla różnych obszarów próbki
Figure 14. XRD spectra of various sample's zones

4.6. Badania elektrochemiczne

Na rysunku 15 przedstawiono wykres potencjału otwartego OCP w funkcji czasu dla materiału bazowego, strefy wpływu ciepła oraz obszaru zgrzanego. Krzywa OCP materiału bazowego wykazuje największą niestabilność spośród badanych obszarów próbki. Na wykresie pojawiają się liczne piki. Przebieg krzywej zachodzi w wyższym zakresie potencjałów, niż w przypadku wszystkich pozostałych badanych obszarów. Do stabilizacji potencjału OCP materiału bazowego doszło przy wartości 0,02 V.

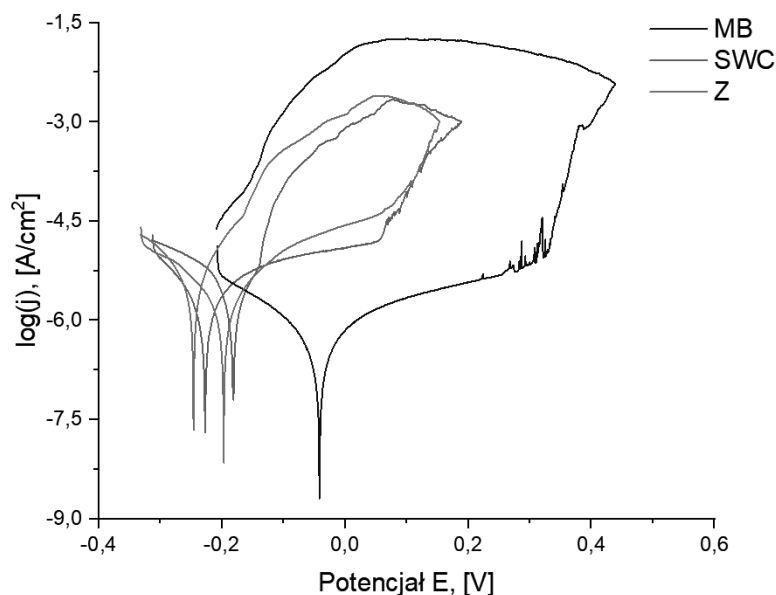
Krzywe OCP strefy wpływu ciepła i materiału bazowego ustabilizowały się przy zbliżonych do siebie wartościach potencjałów, wynoszących kolejno – 0,22 V i – 0,23 V.



Rysunek 15. Krzywa OCP

Figure 15. OCP plot

W tablicy 8 zamieszczono wyniki badania potencjodynamicznego, które wyznaczono na podstawie krzywych polaryzacji przedstawionych na rysunku 16. Repasywacji uległa jedynie strefa wpływu ciepła, wobec czego w jej przypadku możliwe jest odczytanie potencjału repasywacji E_{rep} . Dla obszaru zgrzanego krzywa polaryzacji katodowej przecina krzywą polaryzacji katodowej za obszarem pasywnym, więc uformowane wcześniej wżery nie ulegną repasywacji i zachodzi dalsza ich propagacja. Dla materiału bazowego krzywe te nie przecinają się w żadnym punkcie.



Rysunek 16. Krzywe polaryzacyjne dla poszczególnych obszarów próbki

Figure 16. Polarization curves of sample's zones

Materiał bazowy charakteryzował się największym obszarem odporności korozyjnej. Świadczy o tym największa wartość prądu korozyjnego E_{cor} , wynosząca -0,07 V. Posiadał on

również najniższą spośród badanych obszarów gęstość prądu korozji j_{cor} , wynoszącą $0,9 \mu A/cm^2$, na podstawie czego można wnioskować, że roztwarzanie metalu zachodzi w jego przypadku najwolniej. Świadczy o tym również fakt, że dla materiału bazowego uzyskano najwyższą wartość oporu polaryzacji R_p , która wyniosła $29 k\Omega/cm^2$. Również potencjał E_{pit} , przy którym dochodzi do inicjacji korozji wżerowej, jest najwyższy dla materiału bazowego.

Obszar zgrzany posiada drugi najwyższy potencjał korozyjny, wynoszący $-0,20 V$, a jego gęstość prądu korozji wynosi $1,7 \mu A/cm^2$. Charakteryzuje się on również drugim najwyższym oporem polaryzacji, który wynosi dla niego $16 k\Omega/cm^2$. Wobec tego można przypuszczać, że będzie on korodował wolniej, niż strefa wpływu ciepła.

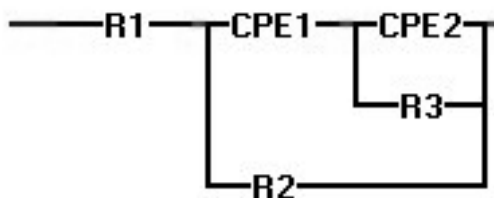
Tablica 8. Wyniki badania potencjodynamicznego

Table 8. Results of potentiodynamic analysis

Obszar	OCP, [V]	E_{cor} , [V]	j_{cor} , [$\mu A/cm^2$]	E_{pit} , [V]	R_p , [$k\Omega/cm^2$]
MB	0,02	-0,07	0,9	0,25	29
SWC	-0,22	-0,24	2,2	0,05	12
Z	-0,23	-0,20	1,7	0,06	16

Na rysunkach 17-19 przedstawiono układy zastępcze dopasowane do rozpatrywanego układu korozyjnego w badaniach metodą elektrochemicznej impedancji spektroskopowej. Znajdujące się pod poszczególnymi układami równania (1) - (5) przedstawiają wzory na ich impedancję zastępczą.

W każdym z przypadków opór R_1 jest związany z rezystancją roztworu elektrolitu. Element stałofazowy CPE1 modeluje pojemność warstwy pasywnej, który związany jest z jej porowatością, natomiast opór R_2 – rezystancję znajdującego się w porach materiału elektrolitu. Element stałofazowy CPE2 odpowiada pojemności podwójnej warstwy elektrycznej znajdującej się przy aktywnych obszarach próbki. Opór R_3 modeluje rezystancję wymiany ładunku na granicy faz elektrolit-materiał, który jest odwrotnie proporcjonalny do szybkości korozji i pola powierzchni ulegającej korozji [5].



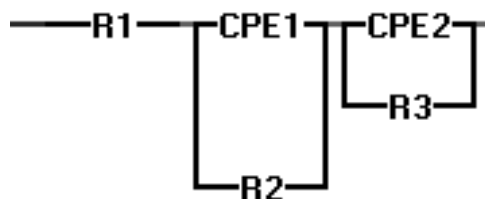
Rysunek 17. Obwód zastępczy reprezentujący układ pomiarowy dla materiału bazowego

Figure 17. Electric circuit model for base material

$$Z(\omega) = R_1 + \frac{1}{\frac{1}{R_3 + Z_3} + Q_1(j\omega)^{n_1}} \quad (1)$$

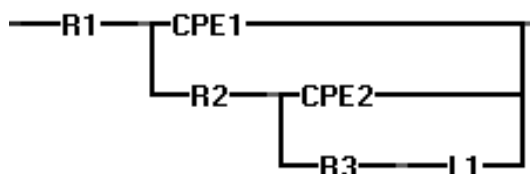
gdzie:

$$Z_3 = \frac{1}{\frac{1}{R_3} + Q_2(j\omega)^{n_2}} \quad (2)$$



Rysunek 18. Obwód zastępczy reprezentujący układ pomiarowy dla strefy wpływu ciepła
 Figure 18. Electric circuit model for heat-affected zone

$$Z(\omega) = R_1 + \frac{1}{\frac{1}{R_2} + Q_1(j\omega)^{n_1}} + \frac{1}{\frac{1}{R_3} + Q_2(j\omega)^{n_2}} \quad (3)$$

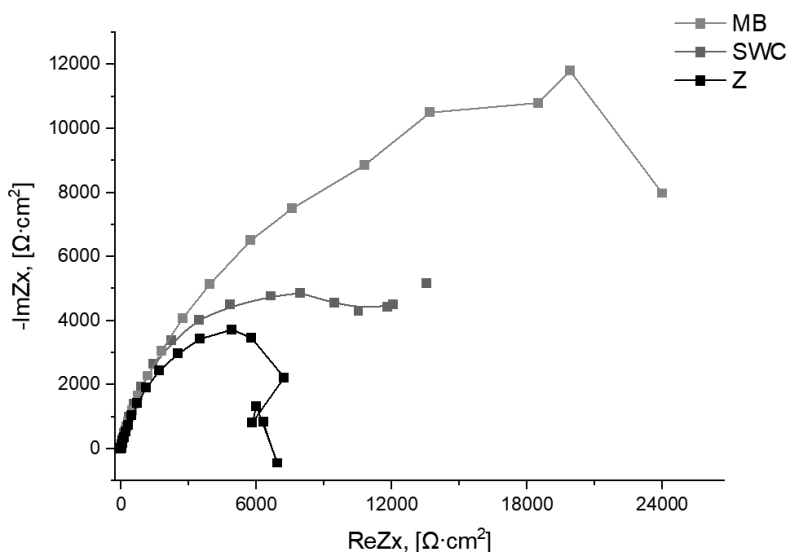


Rysunek 19. Obwód zastępczy reprezentujący układ pomiarowy dla obszaru zgrzanego
 Figure 19. Electric circuit model for welded zone

$$Z(\omega) = R_1 + \frac{1}{\frac{1}{R_3 + Z_3} + Q_1(j\omega)^{n_1}} \quad (4)$$

gdzie:

$$Z_3 = \frac{1}{\frac{1}{R_3} + Q_2(j\omega)^{n_2} + j\omega L_1} \quad (5)$$



Rysunek 20. Wykresy Nyquista dla poszczególnych obszarów próbki
 Figure 20. Nyquist plots of sample's zones

Przedstawione na wykresach Nyquista (rys. 20) krzywe mają kształt półokręgów o różnych średnicach. Analizując wartości n , które w większości zbliżone są do 1, (tablica 9), można

wywnioskować, że modelowane elementy CPE w znacznej przewadze przypominają kondensatory. Świadczy to o większej homogeniczności zachodzących na powierzchni procesów korozyjnych, ponieważ im mniejszą wartość ma n , tym bardziej heterogeniczny jest układ [5].

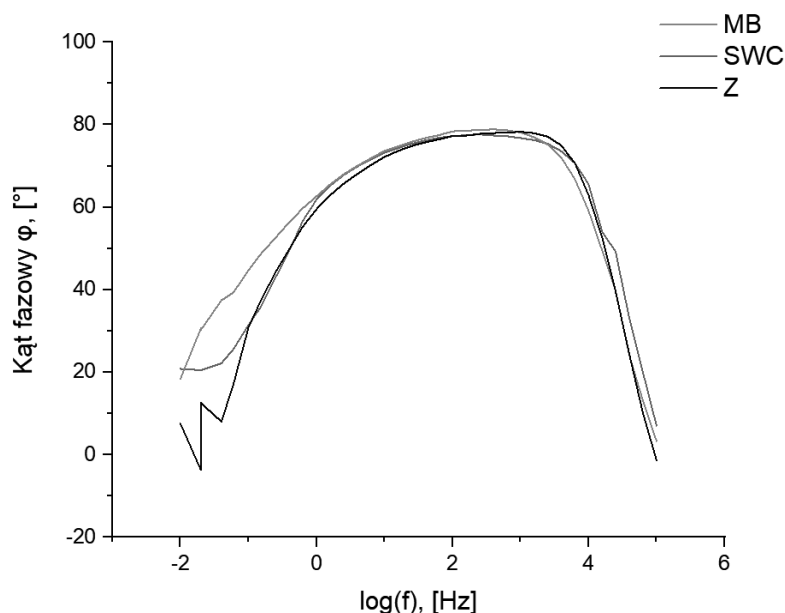
Krzywa odpowiadająca materiałowi bazowemu charakteryzuje się największą średnicą, w związku z tym można wnioskować, że proces zgrzewania spowodował obniżenie odporności korozyjnej materiału znajdującego się w strefie wpływu ciepła oraz obszarze zgrzanym. Potwierdza to uzyskana dla materiału bazowego najwyższa wartość oporu wymiany ładunku na granicy faz R3, wynosząca $39174 \Omega \cdot \text{cm}^2$.

Drugim najwyższym oporem R3 charakteryzowała się strefa wpływu ciepła. Widoczne jest to również na wykresie Nyquista, na którym odpowiadające jej krzywa ma zauważalnie większe rozmiary, niż ta dla obszaru zgrzanego. Najmniejszą krzywą, a także najniższym oporem R3, charakteryzował się obszar zgrzany, na podstawie czego można przypuszczać, że wykazuje on najniższą odporność korozyjną.

Tablica 9. Parametry elementów obwodu zastępczego

Table 9. Parameters of the equivalent circuit elements

Próbka	R1, [$\Omega \cdot \text{cm}^2$]	CPE1		R2, [$\Omega \cdot \text{cm}^2$]	CPE2		R3, [$\Omega \cdot \text{cm}^2$]	L1, [μH]
		Q1, [$\mu\text{F}/\text{cm}^2$]	n_1		Q2, [$\mu\text{F}/\text{cm}^2$]	n_2		
MB	0,45	35	0,94	81	74	0,56	39174	-
SWC	0,42	84	0,90	1445	107	0,90	12676	-
Z	0,39	25	0,98	71	68	0,72	7325	0,8



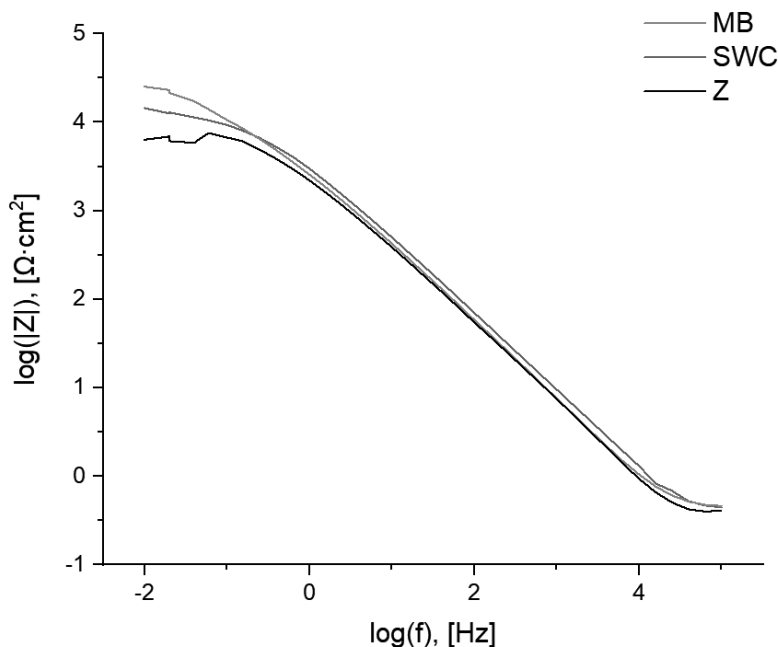
Rysunek 21. Wykres fazowy Bodego dla poszczególnych obszarów próbek
Figure 21. Bode phase plots of sample's zones

Na wykresach fazowych Bodego (rys. 21) widoczne są krzywe o zbliżonych do siebie kształtach. Dla wszystkich badanych obszarów, wartości kąta przesunięcia fazowego są wysokie w szerokim na około 1/3 skali zakresie częstotliwości. Jest to typowa cecha

materiałów skłonnych do pasywacji i stanowi podstawę do przypuszczeń, że na ich powierzchni występuje warstwa pasywna. Wielkość kąta nachylenia jest również odwrotnie proporcjonalna do szybkości przebiegu korozji [5].

Dla wszystkich trzech obszarów zakresy częstotliwości, w jakich kąt fazowy miał wysokie wartości, były podobne. Najszerszym zakresem charakteryzował się materiał bazowy, drugi w kolejności był zakres odpowiadający strefie wpływu ciepła.

W przypadku wszystkich badanych obszarów, moduł impedancji zmniejsza się wraz ze zwiększaniem się częstotliwości sygnału pobudzającego (rys. 22). Można na tej podstawie stwierdzić, że wykazują one mniejszą odporność korozyjną przy wyższych częstotliwościach [6]. Wartości modułu impedancji wszystkich obszarów są do siebie bardzo zbliżone. Obszar zgrzany wykazywał najniższą wartość modułu impedancji w całym badanym zakresie częstotliwości. Natomiast najwyższą wartość do $\log(f)$ równego około -1,5 posiadał materiał bazowy, a w pozostałym badanym zakresie – strefa wpływu ciepła.



Rysunek 22. Wykresy modułowe Bodego dla poszczególnych obszarów próbki
 Figure 22. Bode magnitude plots of sample's zones

5. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych testów zgrzewania z wykorzystaniem symulatora Gleeble i otrzymanych wyników badań sformułowano następujące wnioski:

- w wyniku zgrzewania w strefie wpływu ciepła doszło do częściowej utraty pasmowej struktury stali, ziarna w większości są zorientowane zgodnie z kierunkiem walcowania, a dominującą morfologią austenitu jest austenit pierwotny. W obszarze zgrzanym pasmowa struktura została w pełni zatracona, ziarna nie są zorientowane zgodnie z kierunkiem walcowania, a dominującą morfologią austenitu jest austenit Widmanstättena;

- zarówno wyniki rentgenografii strukturalnej, jak i komputerowej analizy obrazu, wskazują, że proces cieplny spowodował zmniejszenie się udziału austenitu oraz zwiększenie udziału ferrytu w strukturze badanej stali;
- obserwacja struktury próbek w większym powiększeniu wykazuje obecność drobnych, okrągłych wydzielen na granicach ziarn oraz wewnątrz ziarn ferrytu, które można interpretować jako obszary wydzielenia się azotków chromu;
- w obszarze zgrzanym skład chemiczny obu faz jest bardziej zbliżony do siebie, natomiast w strefie wpływu ciepła i w materiale rodzimym austenit jest bardziej przesycony przez pierwiastki austenitotwórcze, a ferryt – ferrytotwórcze;
- zarówno wyniki badania potencjodynamicznego, jak i elektrochemicznej spektroskopii impedancyjnej wskazują, że w wyniku procesu doszło do pogorszenia się odporności korozyjnej stali, przy czym strefa wpływu ciepła odznacza się lepszą odpornością korozyjną, niż obszar zgrzany.

LITERATURA

1. Stainless Steel Market Size, Share & Trends Analysis Report By Grade (200 Series, 300 Series, 400 Series, Duplex Series), By Product (Flat, Long), By Application, By Region, And Segment Forecasts, 2022 - 2030. Grand View Research.
2. Duplex Stainless Steel Market - Growth, Trends, COVID-19 Impact, and Forecasts (2022 - 2027). Mordor Intelligence.
3. J. Łabanowski, Stale Odporne Na Korozję i Ich Spawalność, Politechnika Gdańska, Gdańsk, 2018.
4. L. Karlsson, Welding Duplex Stainless Steels - A Review of Current Recommendations, Weld. World, Vol. 56, No. 5, 2012, str. 65–76.
5. Z. Brytan, J. Niagaj, Corrosion Studies Using Potentiodynamic and EIS Electrochemical Techniques of Welded Lean Duplex Stainless Steel UNS S82441, Applied Surface Science, Vol. 388, 2016, str. 160–168.
6. P. Dhaiveegan, N. Elangovan, T. Nishimura, N. Rajendran, Corrosion Behavior of 316L and 304 Stainless Steels Exposed to Industrial-Marine-Urban Environment: Field Study, *Rsc Advances*, Vol. 6, No. 53, 2016, str. 47314–47324.

PODZIĘKOWANIE

Praca zrealizowana częściowo w ramach projektu finansowanego przez Horizon 2020 RISE Integration of advanced experiments, computation and data for Duplex Stainless Steel joining innovation, i-Weld, nr 823786 oraz projektu międzynarodowego współfinansowanego ze środków programu Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego pn. „PMW” w latach 2020 - 2023; umowa nr 5107/H2020/2020/2.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Analiza numeryczna naprężeń i przemieszczeń powstałych w misie olejowej pod wpływem działania siły

K. Kojm^a, Ł. Lomania^a, C. Zach^a, D. Lazaj^b, G. Piekarski^b, Mateusz Szojda^c, W. Mikołajko^d, A. Dziwis^d, A. Śliwa^d, M. Sroka^d

^a Student - Politechnika Śląska, Wydział Elektryczny,
e-mail: kajekoj367@student.polsl.pl, lukalom979@student.polsl.pl,
cezazac076@student.polsl.pl

^b Student - Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,
e-mail: grzepie926@student.polsl.pl, dawilaz301@student.polsl.pl

^c Uczeń – Akademickie Liceum Ogólnokształcące Politechniki Śląskiej w Gliwicach,
e-mail: matiszoida@icloud.com

^d Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,
e-mail: wojciech.mikolajko@polsl.pl, agata.sliwa@polsl.pl, amadeusz.dziwis@polsl.pl, marek.sroka@polsl.pl

Streszczenie: Artykuł przedstawia wyniki symulacji komputerowej naprężeń, przemieszczeń oraz odkształceń powstałych w misie olejowej, która montowana jest poniżej wału korbowego, na skutek uderzenia samochodu osobowego w krawężnik. W analizie numerycznej wzięto pod uwagę misę olejową bez wzmocnienia oraz z wzmocnieniem w postaci żeber, ponadto porównano dwa różne materiały inżynierskie stosowane do jej wykonania. Symulacja komputerowa została wykonana w programie Solidworks.

Abstract: This article presents the results of a computer simulation of the stresses, displacements and deformations occurring in an oil sump, which is mounted below the crankshaft, as a result of a passenger car hitting a kerb. The numerical analysis considered an oil sump without reinforcement and with reinforcement in the form of ribs, in addition to comparing two different engineering materials used for its construction. The computer simulation was performed in Solidworks.

Słowa kluczowe: MES, CAD, Solidworks, symulacja komputerowa, automotive.

1. WSTĘP

Inżynieria wspomagana komputerowo to wykorzystanie oprogramowania komputerowego do symulacji różnych zjawisk fizycznych w celu poprawy wydajności lub jakości produktu. Używane przez wiele branż w celu rozwiązywania problemów inżynierskich, obejmujących symulację, walidację i optymalizację produktów, procesów i narzędzi produkcyjnych.

Uwzględnia analizę elementów skończonych, obliczeniową dynamikę płynów, dynamikę wielu ciał, trwałość i optymalizację. Jest on połączony z komputerowo wspomaganym projektowaniem (CAD) i komputerowo wspomaganym wytwarzaniem (CAM) w skrócie "CAx" [1]. Przy pomocy komputerowego wspomagania, współcześni inżynierowie dążą do tworzenia elementów, które będą cechowały się lepszymi własnościami i lepszą odpornością na wszelakie naprężenia oraz odkształcenia, przy zminimalizowanych kosztach produkcji. W przemyśle samochodowym, który obejmuje bardzo szeroki zakres przedsiębiorstw i organizacji zaangażowanych w projektowanie, produkcję, marketing i sprzedaż samochodów, również wykorzystuje się komputerowe wspomaganie inżynierskie. Dzięki nim można zbadać różne elementy samochodu począwszy od karoserii po samo serce jakim jest silnik [2]. Jednak aby silnik spełniał swoje funkcje, musi być odpowiednio smarowany. Jednym z elementów układu smarowania jest misa olejowa, montowana zwykle w najniższym punkcie silnika, poniżej mechanizmu korbowego na skrzyni korbowej. Posiada korek spustowy oleju, którego otwarcie w misce olejowej umożliwia spuszczenie oleju podczas wymiany. Element ten zawiera olej silnikowy wymagany do smarowania. Gdy olej trafia do miski zostaje zasysany przez smok, wstępnie oczyszczony i trafia do pompy ciśnienia. Następnie olej przepływa z powrotem do miski olejowej z punktów smarowania [3]. Na rysunku pierwszym oznaczono umiejscowienie miski olejowej w samochodzie osobowym. W samochodach osobowych miski olejowe przeważnie wykonane są z aluminium, aby były odporne na ewentualne siły zewnętrzne czy też korozję. Wykonanie miski olejowej głównie z aluminium czyni ją również lekką oraz dobrze przewodzącą ciepło ponieważ sam materiał z którego wykonana jest misa olejowa nie chłodzi cieczy, lecz odpowiada za to chłodnica olejowa, niemniej tworzywo jakim jest aluminium ułatwia ten proces. Ewentualne uszkodzenie miski olejowej niesie za sobą bardzo poważne konsekwencje, ponieważ zbyt duży ubytek oleju silnikowego może doprowadzić nawet do zatarcia silnika.

Misę olejową możemy podzielić na dwie kategorie:

Mokra misa olejowa- jest to najczęściej stosowane rozwiązanie w samochodach osobowych. Jej konstrukcja opiera się na typowej misce składującej olej. Jej prosta konstrukcja oraz nie wielka masa sprawia że jest ona w zasadzie bezawaryjna. Mokra misa olejowa stanowi integralną część jednostki napędowej (Rys. 2).

Sucha misa olejowa- stosuje się ją najczęściej w samochodach sportowych. Jej konstrukcja różni się znacznie od mokrej miski olejowej, ponieważ nie gromadzi się w niej oleju, lecz w specjalnie wąskim i wysokim zbiorniku montowanym zazwyczaj z boku silnika. Miska ta ma o wiele mniejszy gabaryty niż mokra.[5]



Rys. 1. Położenie miski olejowej [4].
Fig. 1. Position of the oil pan [4].

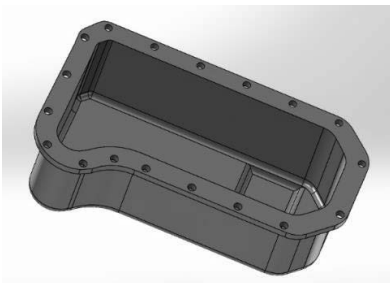


Rys. 2. Mokra misa olejowa [6].
Fig. 2. Wet oil pan [6].

2. SYMULACJA KOMPUTEROWA

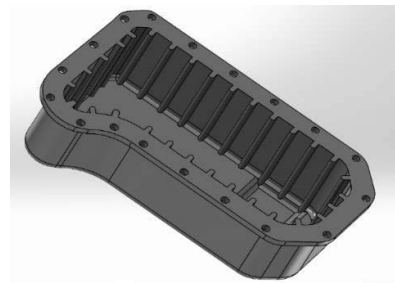
Pierwszym etapem pracy było zamodelowanie dwóch mis olejowych w programie Solidworks (Rys. 3, 4). Jedna z mis została wzmocniona za pomocą żeber znajdujących się na ścianach bocznych misy (Rys. 4). W celu zbadania wpływu rodzaju materiału na wytrzymałość zastosowano dwa różne materiały stosowane na miski olejowe – stal konstrukcyjną S235JR oraz stop aluminium 3.1355 (EN – AW 2024), właściwości wybranych materiałów zestawiono w tabelach nr 1 oraz 2. Ostatnim etapem prac, które miały na celu przygotować modele do symulacji było nałożenie siatki elementów skończonych co zostało ukazane na rysunkach 7 i 8. W celu przeprowadzenia symulacji uszkodzenia misy w wyniku uderzenia o krawężnik zastosowano warunki brzegowe takie jak:

- umocowanie nieruchome w miejscu otworów na śruby montażowe,
- przyłożono siłę – 5000 N.



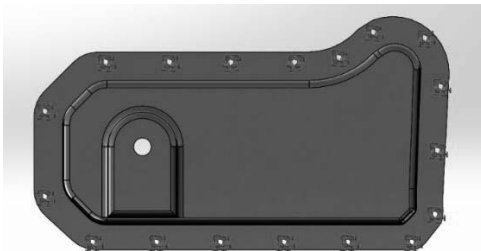
Rys. 3. Zaprojektowany pierwszy model miski olejowej – model A.

Fig. 3. The designed first model of the oil sump - model A.

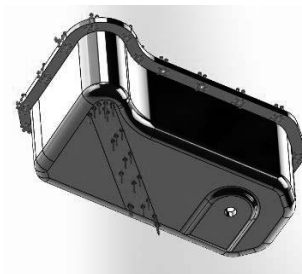


Rys. 4. Zaprojektowany drugi model miski olejowej – model B.

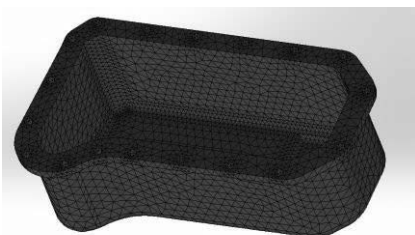
Fig. 4. The designed second model of the oil pan - model B.



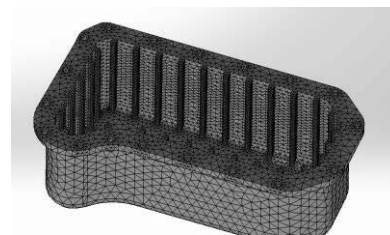
Rys. 5. Umocowanie nieruchome.
Fig. 5. Stationary fixation.



Rys. 6. Miejsce przyłożenia siły.
Fig. 6. Place of force application.



Rys. 7. Nałożona siatka na model A.
Fig. 7. Superimposed mesh on model A.



Rys. 8. Nałożona siatka na model B.
Fig. 8. Superimposed mesh on model B.

Tab. 1. Własności wytrzymałościowe stali konstrukcyjnej S235JR [7].

Tab. 1. Strength properties of the construction steel S235JR [7].

Własność	Wartość	Jednostka
Współczynnik sprężystości	2.1e+11	N/m ²
Współczynnik Poissona	0.28	n.d.
Współczynnik naprężenia ścinającego	7.9e+10	N/m ²
Masa właściwa	7800	kg/m ³
Wytrzymałość na rozciąganie	360000000	N/m ²
Granica plastyczności	235000000	N/m ²
Współczynnik rozszerzalności cieplnej	1.1e-05	/K
Współczynnik przewodzenia ciepła	14	W/(m·K)
Ciepło właściwe	440	J/(kg·K)

Tab. 2. Własności wytrzymałościowe stopu aluminium 3.1355 (EN-AW 2024) [7].

Tab. 2 Strength properties of aluminium alloy 3.1355 (EN-AW 2024) [7].

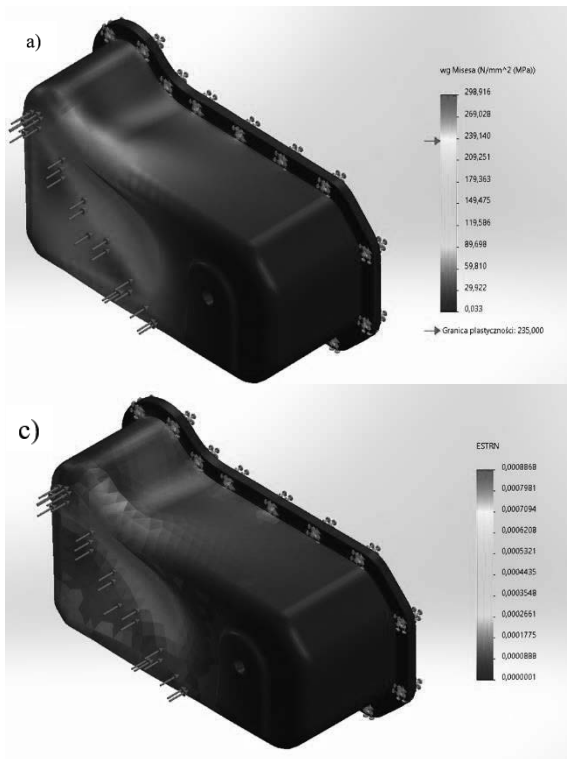
Własność	Wartość	Jednostka
Współczynnik sprężystości	7e+10	N/m ²
Współczynnik Poissona	0.3897	n.d.
Współczynnik naprężenia ścinającego	2.7e+10	N/m ²
Masa właściwa	2780	kg/m ³
Wytrzymałość na rozciąganie	440000000	N/m ²
Granica plastyczności	290000000	N/m ²
Współczynnik rozszerzalności cieplnej	2.4e-05	/K
Współczynnik przewodzenia ciepła	204	W/(m·K)
Ciepło właściwe	940	J/(kg·K)

3. WYNIKI SYMULACJI KOMPUTEROWEJ

Wyniki symulacji komputerowej pozwoliły zaobserwować wpływ rodzaju materiału, z którego wykonana jest misa olejowa na rozkład naprężeń, przemieszczeń i odkształceń pod wpływem działania siły. Wyniki zostały pogrupowane według typu materiału użytego w symulacji – stal konstrukcyjna S235JR i stop aluminium 3.1355 (EN-AW 2024) oraz według geometrii zastosowanego modelu – z wzmocnieniem oraz bez wzmocnienia w postaci żeber.

- a) stal konstrukcyjna bez wzmocnień,
- b) stal konstrukcyjna wzmocniona żebrami na ścianach bocznych,
- c) aluminium bez wzmocnień,
- d) aluminium wzmocnione żebrami na ścianach bocznych.

Symulacje pozwoliły również zaobserwować, jaki wpływ na naprężenia i przemieszczenia miało wzmocnienie ścian bocznych elementu za pomocą żeber. Rysunki 9a, 10a, 11a i 12a przedstawiają wyniki naprężeń dla poszczególnych symulacji. Kolejne rysunki 9b, 10b, 11b oraz 12b ukazują wyniki przemieszczeń. Ponadto na rysunkach 9c, 10c, 11c i 12c przedstawiono wyniki odkształceń.



Rys. 9. Stal konstrukcyjna bez wzmocnień
Fig. 9. Structural steel without reinforcements:

a) Rozkład naprężenia.

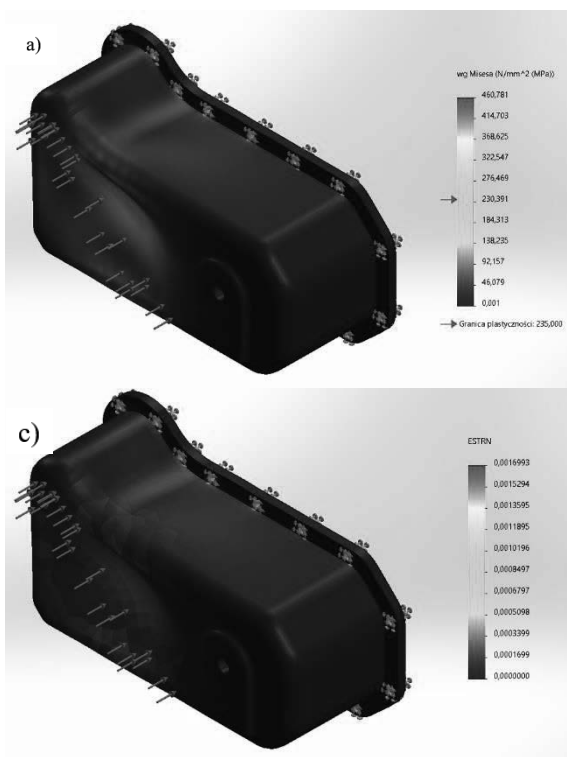
The result of the stress.

b) Rozkład przemieszczenia.

The result of the displacement.

c) Rozkład odkształcenia.

The result of the deformation.



Rys. 10. Stal konstrukcyjna wzmocniona
żebrowaniem na ścianach bocznych:

Fig. 10. Structural steel reinforcements:

a) Rozkład naprężenia.

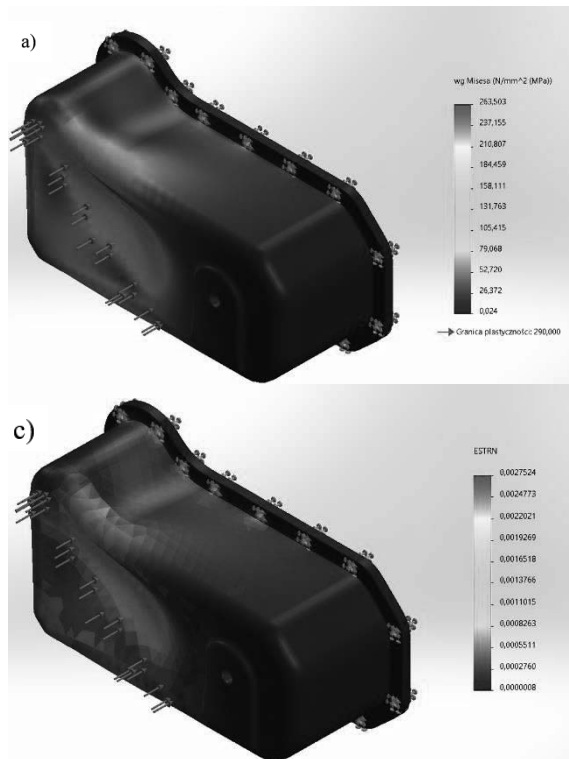
The result of the stress.

b) Rozkład przemieszczenia.

The result of the displacement.

c) Rozkład odkształcenia.

The result of the deformation.



Rys. 11. Aluminium bez wzmocnień
Fig. 11. Aluminium without reinforcements:

a) Rozkład naprężenia.

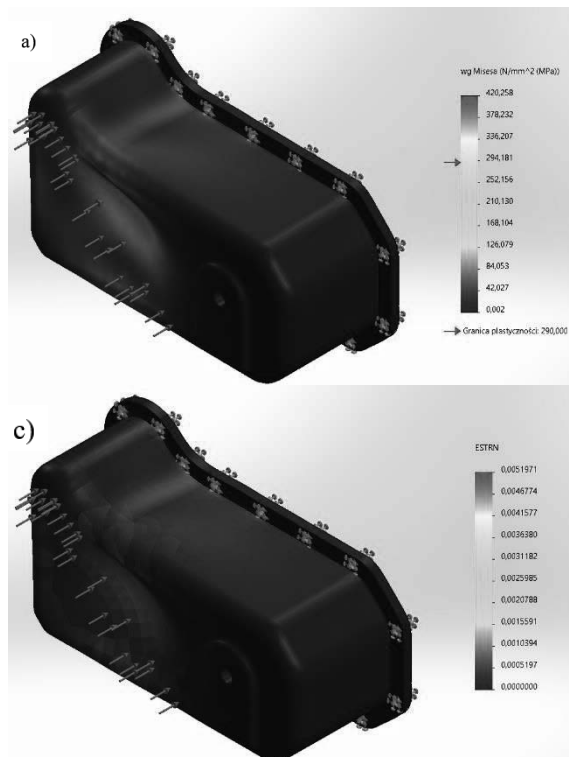
The result of the stress.

b) Rozkład przemieszczenia.

The result of the displacement.

c) Rozkład odkształcenia.

The result of the deformation.



Rys. 12. Aluminium wzmocnione żebrami na ścianach bocznych:
Fig. 12. Aluminium with reinforcements:

a) Rozkład naprężenia.

The result of the stress.

b) Rozkład przemieszczenia.

The result of the displacement.

c) Rozkład odkształcenia.

The result of the deformation.

W tabeli trzeciej zestawiono wyniki symulacji komputerowej naprężeń, przemieszczeń oraz odkształceń dla stali konstrukcyjnej wykonanej dla obu modeli z wzmocnieniem oraz bez wzmocnienia. Z kolei tabela czwarta zawiera te same własności dla stopu aluminium.

Tab. 3. Maksymalne wyniki symulacji dla stali konstrukcyjnej S235JR.

Tab. 3 Results of maximum stresses, displacements and deformations recorded for construction steel S235JR.

Wynik Model	Wynik		
	Naprężenia [MPa]	Przemieszczenia [mm]	Odkształcenia
A	298,916	0,079	0,0009
B	460,781	0,058	0,0017

Tab. 4. Maksymalne wyniki symulacji dla stopu aluminium 3.1355 (EN-AW 2024).

Tab. 3 Results of maximum stresses, displacements and deformations recorded for aluminium alloy 3.1355 (EN-AW 2024).

Wynik Model	Wynik		
	Naprężenia [MPa]	Przemieszczenia [mm]	Odkształcenia
A	263,503	0,218	0,0028
B	420,258	0,163	0,0052

WNIOSKI

Przeprowadzone symulacje pozwoliły na odwzorowanie zachowania się misy olejowej pod wpływem działania na nią przyłożonej siły o wartości stałej w czasie. Stal konstrukcyjna wykazała się bardziej odporna na przyłożony nacisk. Dla misy olejowej wykonanej z tego materiału wszystkie największe przemieszczenia i odkształcenia były mniejsze niż dla konstrukcji wykonanej ze stopu aluminium.

W przypadku obu materiałów zaobserwowano podobne tendencje zachodzące po wzmocnieniu modelu misy olejowej dodatkowymi żebrami. W obu przypadkach dodanie żeber doprowadziło do znacznego wzrostu naprężeń (54% w przypadku stali; 59% w przypadku aluminium) oraz odkształceń (89% dla stali i 86% dla aluminium). Jednocześnie zmniejszeniu uległy przemieszczenia w tych modelach (27% w stali, 25% w aluminium).

Celem wykorzystania wzmocnienia w tego typu konstrukcjach jest minimalizacja przemieszczeń, na skutek wgnieceń. Uzyskane wyniki świadczą o tym, że cel ten został osiągnięty. Większe naprężenia oraz odkształcenia w modelach B względem modeli A występują na skutek tworzenia się strefy zgniotu w żebrach konstrukcji.

Na podstawie wykonanych symulacji stwierdzono:

- Najniższe maksymalne naprężenia zaobserwowano dla konstrukcji pozbawionej żeber, wykonanej ze stopu aluminium – 263,503 MPa.
- Najwyższe maksymalne naprężenia zaobserwowano dla konstrukcji wzmocnionej żebrami, wykonanej ze stali konstrukcyjnej – 460,781 Mpa.
- Najniższe maksymalne przemieszczenia uzyskano dla konstrukcji wzmocnionej żebrami, wykonanej ze stali konstrukcyjnej – 0,058 mm.
- Najwyższe maksymalne przemieszczenia uzyskano dla konstrukcji pozbawionej żeber, wykonanej ze stopu aluminium – 0,218 mm.
- Najniższe maksymalne odkształcenia stwierdzono dla konstrukcji pozbawionej żeber, wykonanej ze stali konstrukcyjnej – 0,0009.
- Najwyższe maksymalne odkształcenia stwierdzono dla konstrukcji wzmocnionej żebrami, wykonanej ze stopu aluminium – 0,0052.

LITERATURA

- [1]. https://en.wikipedia.org/wiki/Computer-aided_engineering
- [2]. “The global automotive industry” Paul Nieuwenhuis, Peter Wells – Cardiff University
- [3]. <https://motoklub.pl/>
- [4]. <https://www.savree.com/en/encyclopedia/engine-oil-sump>
- [5]. <https://www.iparts.pl/artykuly/jakie-sa-podstawowe-roznice-pomiedzy-sucha-a-mokra-miska-olejowa,259.html>
- [6]. “Experimental modal analysis of passenger car engine oil pan using fem and fft analyzer” Ramesh S, Maruthi Prashanth B H, Department of Mechanical Engineering, Beary’s Institute of Technology, Manglore, India
- [7]. Baza danych programu Solidworks.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Charakterystyka diamentopodobnych powłok DLC o niskim współczynniku tarcia do zastosowań w węzłach trybologicznych konstrukcji silnie obciążonych

A. Kołkowska^a, M. Sucharowska^a, M. Orłowski^a, J. Polis^b, P. Mazur^b, M. Mikulski^b,
A. Wieczorek^c, M. Staszuk^d, K. Lukaszewicz^d

^a Politechnika Śląska, Wydział Chemiczny

email: agatkol653@student.polsl.pl; magdsuc620@student.polsl.pl; ateorl638@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny

email: jakupol064@student.polsl.pl; piotmaz475@student.polsl.pl; michmik744@student.polsl.pl

^c Politechnika Śląska, Wydział Górnictwa i Inżynierii Bezpieczeństwa i Automatyki Przemysłowej, Katedra Mechanizacji i Robotyzacji Górnictwa

email: andrzej.n.wieczorek@polsl.pl

^d Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

email: marcin.staszuk@polsl.pl; krzysztof.lukaszewicz@polsl.pl

Streszczenie: W artykule przedstawiono podsumowanie aktualnego stanu wiedzy na temat niskotarciowych powłok diamentopodobnych na bazie amorficznego węgla DLC (diamond-like carbon). Szczególną uwagę poświęcono zagadnieniom dotyczącym własności powłok DLC, metodą i urządzeniami do ich wytwarzania oraz zastosowaniu powłok DLC w przemyśle.

Abstract: The article presents a summary of the current state of knowledge on low-friction diamond-like coatings based on amorphous DLC (diamond-like carbon). Particular attention was paid to the issues related to the properties of DLC coatings, the method and equipment for their production and the use of DLC coatings in industry.

Słowa kluczowe: np.: DLC, CVD, PVD, PLD.

1. WSTĘP

Problematyka badawcza dotycząca wytwarzania i zastosowania cienkich powłok przeciwwzrostowych stanowi jeden z ważniejszych kierunków rozwoju inżynierii powierzchni, gwarantujących otrzymanie powłok o wysokich własnościach użytkowych w zakresie własności mechanicznych oraz odporności na zużycie trybologiczne. Bardzo istotną rolę w redukcji oporów tarcia, szczególnie w warunkach tarcia technicznie suchego wykazują niskotarciowe warstwy diamentopodobne typu DLC lub dwusiarczku molibdenu MoS₂ [1, 2]. Szczególnie korzystne własności trybologiczne wykazują warstwy DLC. Pierwsze powłoki

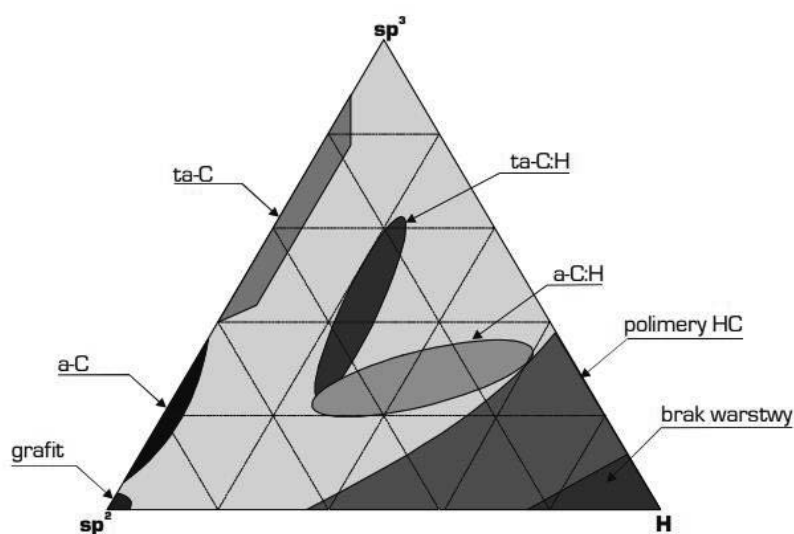
diamentopodobne DLC zostały wytworzone w roku 1969 przez S. Aisenberga i R. Chabota, w wyniku osadzania materiału powłokowego z wykorzystaniem wiązki jonów IBD (ion-beam deposition [3].

2. PODZIAŁ I WŁASNOŚĆ POWŁOK DLC

Nazwa DLC nie jest określeniem do końca jednoznacznym, ponieważ obejmuje szeroką grupę materiałów. Ogólnie, w grupie powłok DLC występuje 7 różnych form [4]:

- a-C, bezwodnorodny amorficzny węgiel (hydrogen-free amorphous carbon),
- ta-C, bezwodnorodny tetraedryczny amorficzny węgiel (tetrahedral hydrogen-free amorphous carbon),
- a-C:Me (Me = Ti, W, ...), bezwodnorodny amorficzny węgiel domieszkowany metalem (metal-doped hydrogen-free amorphous carbon),
- a-C:H, uwodorniony amorficzny węgiel (amorphous carbon with hydrogen),
- ta-C:H, uwodorniony tetraedryczny amorficzny węgiel (tetrahedrally bound amorphous carbon with hydrogen),
- a-C:H:Si, uwodorniony amorficzny węgiel domieszkowany Si (Si-doped amorphous carbon with hydrogen),
- a-C:H:Me (Me = W, Ti, ...), uwodorniony amorficzny węgiel domieszkowany metalem (metal-doped amorphous carbon with hydrogen).

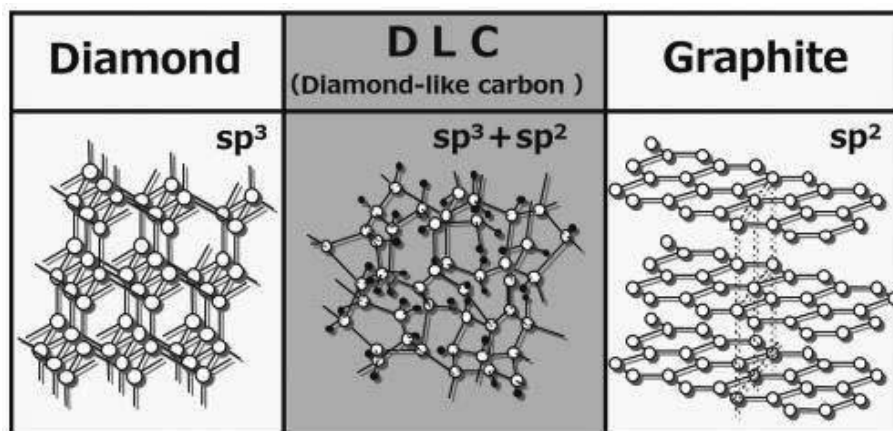
Zazwyczaj terminem DLC określa się wszystkie powłoki na bazie amorficznego lub drobnokrystalicznego węgla o hybrydyzacji elektronów sp^3 , sp^2 , sp^1 . O własnościach powłok DLC decyduje udział poszczególnych faz charakteryzujących się różnymi typami wiązań między atomami o różnej hybrydyzacji oraz stężenie wodoru (rys. 1).



Rysunek 1. Trójskładnikowy układ równowagi fazowej klasyfikujący powłoki węglowe w zależności od udziału wiązań oraz stężenia wodoru [1].

Figure 1. Ternary phase diagram of bonding in amorphous carbon-hydrogen alloys [1].

Hybrydyzacja polega na mieszaniu się orbitali ze sobą. Takie zhybrydyzowane orbitale będą lepiej się ze sobą nakładać, w efekcie czego wiązanie, które się utworzy będzie bardziej efektywne. Powłoki DLC stanowią mieszaninę węgla o różnej hybrydyzacji elektronów, a w zależności od udziału poszczególnych hybrydyzacji różnią się strukturą, a więc i właściwościami. Zmiany w strukturze są spowodowane różnym udziałem poszczególnych hybrydyzacji – hybrydyzacja sp^2 nadaje powłokom cechy grafitu, natomiast sp^3 diamentu (rys. 2). To pozwala im na bardzo dużą twardość i wytrzymałość, jak diament oraz niski współczynnik tarcia, jak grafit.



Rysunek 2. Porównanie struktur materiałów zawierających węgiel [5, 6].

Figure 2. Comparison of carbon-containing materials structures [5, 6].

Stosunek udziału faz sp^3/sp^2 stanowi o klasyfikacji powłok węglowych. Faza sp^2 (właściwa dla układu atomów węgla w płaszczyźnie grafenowej grafitu) zapewnia powłokom niski współczynnik tarcia i dobre przewodnictwo elektryczne, natomiast o obojętności chemicznej, wysokiej twardości i odporności na zużycie trybologiczne decyduje udział fazy sp^3 . Dlatego też cienkie diamentopodobne powłoki węglowe DLC wykazują wysoką twardość, dużą odporność korozyjną i na zużycie trybologiczne, a także cechują się dużą rezystywnością, szeroką przerwą energetyczną i szerokim pasmem transmisji promieniowania świetlnego i w zakresie podczerwieni (tablica 1).

Tablica 1. Właściwości wybranych rodzajów powłok DLC w porównaniu do diamentu i grafitu [1, 7].

Table 1. Properties of selected types of DLC coating compared to diamond and graphite [1, 7].

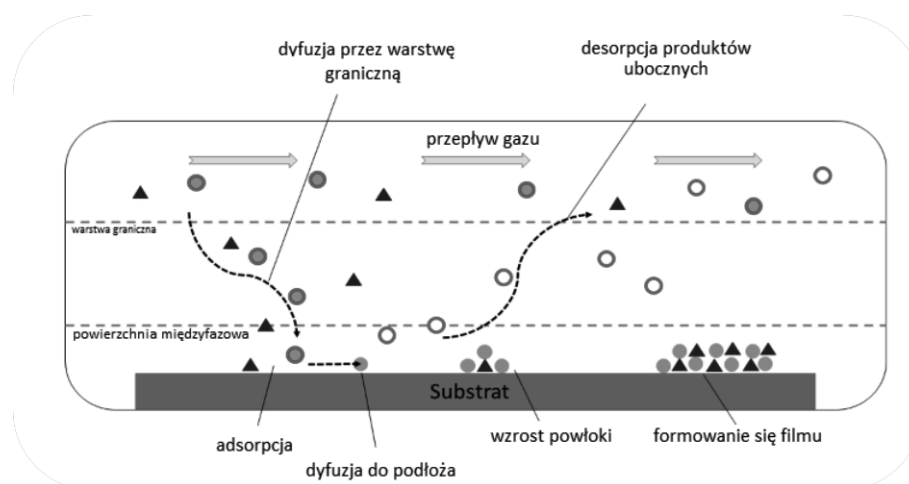
Nazwa	Udział fazy sp^3 , %	Udział wodoru w warstwie, %	Gęstość, g/cm^3	Przerwa energetyczna, eV	Twardość, GPa
Diament	100	0	3,515	5,5	100
Grafit	0	0	2,267	0	-
ta-C	80-88	0	3,1	2,5	80
a-C:H (twardy)	40	30-40	1,6-2,2	1,1-1,7	10-20
a-C:H (miękki)	60	40-50	1,2-1,6	1,7-4	<10
ta-C:H	80	30	2,4	2,0-2,5	50

3. METODY I URZĄDZENIA DO WYTWARZANIA POWŁOK DLC

Powłoki DLC mogą być wytwarzane wieloma technikami osadzania warstw, umożliwiając szerokiej gamie elementów zwiększenie ich własności eksploatacyjnych. Do najczęściej stosowanych technik wytwarzania powłok DLC możemy zaliczyć:

- chemiczne osadzanie z fazy gazowej CVD (chemical vapour deposition),
- fizyczne osadzanie z fazy gazowej PVD (physical vapour deposition),
- osadzanie laserem impulsowym PLD (pulsed laser deposition),
- osadzanie wspomagane wiązką jonów IBAD (ion beam assisted deposition).

Metoda chemicznego osadzania powłok z fazy gazowej CVD polega na tworzeniu warstw węglików i azotków metali, np. chromu, wanadu, tytanu, tantalu lub cyrkonu, ze składników atmosfery gazowej, na powierzchni obrabianego przedmiotu [8, 9]. Wytwarzanie warstw metodą CVD następuje w szczelnym reaktorze w wyniku niejednorodnych katalizowanych chemicznie i fizycznie reakcji na powierzchni stali, w temperaturze $900 \div 1100^\circ\text{C}$ (koniecznej do rozkładu gazowych reagentów) i przy ciśnieniu $1 \cdot 10^5 \div 1,35 \cdot 10^3$ Pa. Niezależnie od różnych metod CVD, podstawowy proces jest podobny i składa się z wspólnych elementarnych etapów. W pierwszej kolejności gazy reagujące są transportowane do reaktora. Następnie reagenty te albo przechodzą reakcje w fazie gazowej, tworząc pośrednie reagenty i gazowe produkty uboczne poprzez jednorodne reakcje, albo dyfundują bezpośrednio przez warstwę graniczną do podłoża. W obu przypadkach reagenty gazowe i reagenty pośrednie adsorbują się na ogrzanej powierzchni podłoża i dyfundują na powierzchni. Kolejne heterogeniczne reakcje na granicy faz gaz – ciało stałe prowadzą do ciągłego tworzenia cienkiej warstwy poprzez zarodkowanie, wzrost i koalescencję, a także tworzenie produktów ubocznych reakcji. Wreszcie wszelkie produkty gazowe i nieprzereagowane związki ulegają desorpcji z powierzchni i są usuwane ze strefy reakcji. Reakcje w fazie gazowej zachodzą wówczas, gdy temperatura jest wystarczająco wysoka lub gdy zostanie dostarczona dodatkowa energia, np. w postaci plazmy. Ponadto heterogeniczna reakcja jest niezbędna, jeśli reakcja osadzania opiera się na katalizie powierzchniowej podłoża, na przykład w przypadku katalitycznego wzrostu grafenu na powierzchni metalu [10].



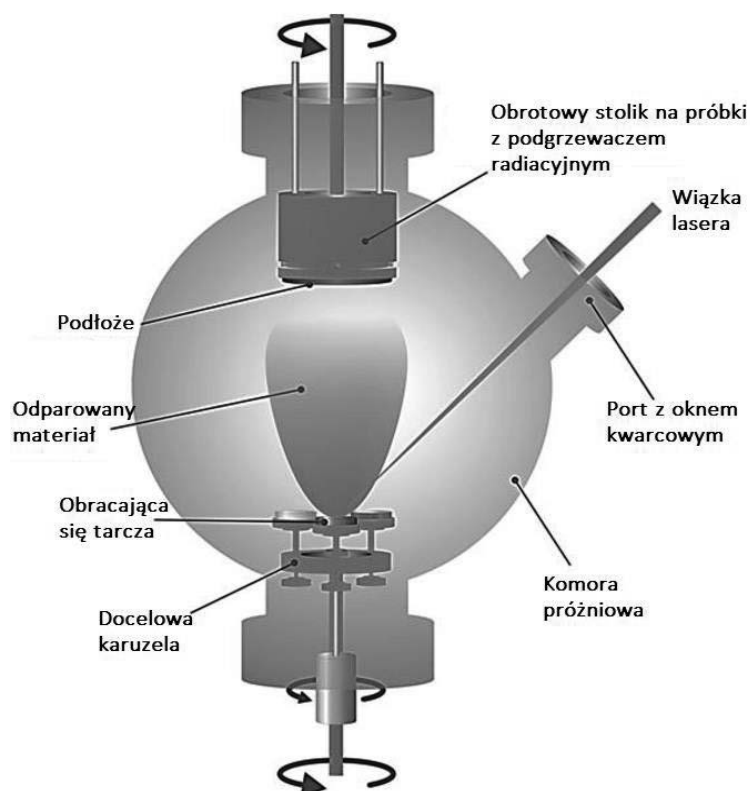
Rysunek 3. Schemat procesu CVD [11].

Figure 3. Scheme of the CVD process [11].

Do przeprowadzenia procesu nakładania powłoki DLC metodą CVD potrzebna jest dość skomplikowana aparatura. Każdy z parametrów procesu (jak ciśnienie, temperatura, natężenie przepływu itp.) może mieć wpływ na jakość nałożonej warstwy, dlatego należy parametry te jak najlepiej kontrolować. Urządzenia do wytwarzania powłok techniką CVD muszą zapewniać prawidłowe dostarczanie reagentów w fazie gazowej w kontrolowany sposób, szczelną komorę reakcyjną, odprowadzanie gazów i kontrolę ciśnienia reakcji, dostarczenie źródła energii dla reakcji chemicznych, oczyszczanie gazów spalinowych w celu uzyskania bezpiecznych i nieszkodliwych poziomów zanieczyszczeń, jak również automatyczne sterowanie procesem w celu poprawy stabilności procesu osadzania [10].

Metoda fizycznego osadzania powłok z fazy gazowej PVD wykorzystuje zjawiska fizyczne, takie jak odparowanie metali albo stopów lub rozpylanie katodowe w próżni i jonizację gazów i par metali z wykorzystaniem różnych procesów fizycznych. Wspólną ich cechą jest krystalizacja par metali lub faz z plazmy. Nanoszenie powłok jest dokonywane na podłożu zimnym lub podgrzanym do $200\div 500^{\circ}\text{C}$, co umożliwia pokrywanie podłoża zahartowanych i odpuszczonych, bez obawy o spadek ich twardości, lecz jednocześnie prowadzi do wytworzenia powłok bardzo cienkich i słabo związanych z podłożem [12].

Metoda PLD, wykorzystująca zjawisko ablacji laserowej, umożliwia nanoszenie cienkich warstw węgla amorficznego o różnej zawartości wiązań typu sp^2 i sp^3 . Parametry termodynamiczne procesu osadzania warstw stanowią kluczowy element, od którego zależy mikrostruktura powstałych warstw oraz ich właściwości użytkowe [13].



Rysunek 4. Schemat urządzenie do osadzania powłok techniką PLD [14]

Figure 4. Scheme of the PLD coating deposition device [14].

Metoda IBAD wykorzystująca wiązkę jonową, polega na reaktywnym rozpylaniu jonowym materiału tarczy wiązką jonów wytworzonych w źródle o dowolnej konstrukcji. Wybite z tarczy atomy reagują z jonami wiązki i w postaci powłoki osadzają się na pokrywającym elemencie. Modyfikacje tej techniki polegają na: wprowadzeniu do układu gazu reaktywnego, zastosowaniu dwóch źródeł jonów (jednego rozpylającego tarczę i jonizującego jony, drugiego reagującego chemicznie z rozpylonym materiałem). Metoda ta jest wykorzystywana często do nakładania powłok na bazie węgla, a w szczególności powłoki typu DLC. Powłokę wytwarza się z pojedynczych atomów źródła, które są odparowywane przy pomocy wysokoenergetycznej wiązki elektronów. Jednocześnie wysokoenergetyczne jony o energii od 100 do 2000 eV są kierowane na podłoże. Próbką znajduje się na przecięciu par materiału osadzanego i wiązki jonów [12].

4. ZASTOSOWANIE POWŁOK DLC W PRZEMYSŁE

Własności diamentopodobnych powłok węglowych DLC decydują o ich szerokich możliwościach aplikacyjnych. Powłoki DLC bardzo często wykorzystuje się w przemyśle narzędziowym przy produkcji takich narzędzi jak wiertła, frezy, matryce i formy, noży do tokarek, itp. Warstwy te nanosi się na narzędzia w celu zmniejszenia współczynnika tarcia w trakcie pracy, co z kolei powoduje poprawę odporności na zużycie ściernie, które skutkuje dłuższym czasem użytkowania narzędzi oraz zwiększa ich twardość.

Powłoki DLC jest bardzo popularne w przemyśle automotive w zastosowaniach na elementy silników w celu poprawy ich własności mechanicznych i zmniejszenia zużycia części ślizgowych (rys. 5).



Rysunek 5. Powłoka DLC osadzona na tłokach silników samochodowych [15]

Figure 5. DLC coating deposited on the of car engines [15].

W przemyśle medycznym powłoki DLC są często stosowane jako warstwy ochronne sprzętu medycznego wykorzystywanego przy zabiegach medycznych. Jedną z metod modyfikacji

narzędzi jest osadzenie na ich powierzchni powłoki DLC w formie a-C:H z wykorzystaniem techniki PECVD. Powłoki zawierające węgiel amorficzny z wodorem stanowią matową nieprzeźroczystą warstwę, która nie odbija światła, co pozwala pracować przy jego dużym natężeniu (rys. 6). Dodatek krzemu i tlenu w tych powłok skutkuje również obojętnością chemiczną oraz silnym oporem elektrycznym [16].



Rysunek 6. Powłoka DLC osadzona na elementach sprzętu medycznego [16]
Figure 6. DLC coating deposited on elements of medical equipment [16].

PODZIĘKOWANIE

Praca powstała w wyniku realizacji projektu w ramach kształcenia zorientowanego projektowo – PBL, w konkursie VIII w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza, Politechnika Śląska.

LITERATURA

1. J. Robertson, Diamond-like amorphous carbon, *Materials Science and Engineering R* 37 (2002) 129-281.
2. K. Holmberg, H. Ronkainen, A. Laukkanen, K. Wallin, S. Hogmark, S. Jacobson, U. Wiklund, R.M. Souza, P. Stahle, Residual stresses in TiN, DLC and MoS₂ coated surfaces with regard to their tribological fracture behaviour, *Wear* 267 (2009) 2142-2156.
3. S. Aisenberg, R. Chabot, Ion-beam deposition of thin film of diamond-like carbon, *Journal of Applied Physics* 42 (1971) 2953.
4. <https://web.archive.org/web/20070120054517/http://www.ist.fraunhofer.de/english/c-products/tab/complete.html>

5. T. Nakahigashi, Y. Tanaka, K. Miyake, H. Oohara, Properties of flexible DLC film deposited by amplitude-modulated RF P-CVD, *Tribology International* 37 (2004) 907-912.
6. <https://pcs-instruments.com/articles/the-science-behind-diamond-like-coatings-dlcs/>
7. P. Niedzielski, Wytwarzanie i zastosowanie proszków diamentowych, Wydawnictwo Politechniki Łódzkiej, Łódź, 2011.
8. J. Mikuła, L.A. Dobrzański, Structure and properties of PVD and CVD coated Al₂O₃+TiC mixed oxide tool ceramics for dry on high speed cutting processes, *Journal of Materials Processing Technology* 164-165 (2005) 816-821.
9. L.A. Dobrzański, S. Skrzypek, D. Pakuła, J. Mikuła, A. Křiž, Influence of the PVD and CVD technologies on the residual macro-stresses and functional properties of the coated tool ceramics, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 35 (2009) 162-168.
10. L. Sun, G. Yuan, L. Gao, J. Yang, M. Chhowalla, M.H. Gharahcheshmeh, K.K. Gleason, Y.S. Choi, B.H. Hong, Z. Liu, Chemical vapour deposition, *Nature Reviews Methods Primers* 1 (2021) 5.
11. <https://imc.ruhr-uni-bochum.de/fieldsoffresearch/cvd/>
12. L.A. Dobrzański, A.D. Dobrzańska-Danikiewicz, Obróbka powierzchni materiałów inżynierskich, *Open Access Library* 5 (2011) 1-480.
13. B. Major, Nanokrystaliczne warstwy uzyskiwane z wykorzystaniem ablacji laserowej, *Inżynieria materiałowa* 26 (2005) 320-323.
14. M. Solecka, A. Radziszewska, K. Kowalski, T. Moskalewicz, Characterization of Ti/TiN multilayer coating deposited using PLD technique, *Inżynieria Materiałowa* 34 (2013) 374-377.
15. <https://blog.diamondracing.net/icing-on-the-cake-exploring-diamonds-piston-coating-options>
16. <https://www.todaysmedicaldevelopments.com/article/diamond-like-carbon-dlc-coatings-medical-devices-implants/>



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Wpływ warunków druku 3D, degradacji lepiszcza i spiekania na strukturę i własności ceramicznych biomateriałów

J. Kozioł^a, K. Cholewa^b, M. Brzóska^b, K. Krutyło^b, G. Matula^c

^a Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Mechanika i budowa maszyn
email: julikoz430@polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Biomedycznej, Inżynieria Wyrobów Medycznych,
email: klaucho789@student.polsl.pl
email: klaukru641@student.polsl.pl
email: maribrz744@student.polsl.pl

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i technologii Materiałowych,
email: grzegorz.matula@polsl.pl

Streszczenie: W artykule przedstawiono badania wpływu druku 3D metodą FDM (Fused Deposition Modeling) z filamentów wysoko wypełnionych cząstkami ceramicznymi na strukturę i własności tlenku cyrkonu. W trakcie pracy zaprojektowano geometrię próbek z wykorzystaniem środowiska CAM, dobrano parametry druku 3D, degradacji lepiszcza oraz procesu spiekania próbek. Wykonano także badania termogravimetryczne, by określić cykl degradacji cieplnej. Porównano strukturę i własności materiałów otrzymanych technologią druku 3D oraz metodą formowania wtryskowego proszków.

Abstract: The article presents the study of the impact of 3D printing using FDM (Fused Deposition Modeling) method from filaments highly filled with ceramic particles on the structure and properties of zirconium oxide. During the work, the geometry of the samples was designed using the CAM environment, the parameters of 3D printing, binder degradation, and the sample sintering process were optimized. Thermogravimetric studies were also performed to determine the thermal degradation cycle. The structure and properties of materials obtained by 3D printing technology and by the method of powder injection molding were compared.

Słowa kluczowe: Druk 3D, spiekanie, Biomateriały, Materiały ceramiczne

1. WSTĘP

Metoda FDM (Fused Deposition Modeling) stała się jedną z popularniejszych metod wytwarzania w ramach technologii przyrostowych używanych w druku 3D. Dzięki nim możliwe jest tworzenie złożonych struktur oraz kształtów przy odpowiednim zarządzaniu materiałami, co skutkuje mniejszą ilością odpadów. Technologie addytywne mają zasadniczą

zaletę - podczas procesu konstrukcyjnego możliwy jest wpływ na właściwości wytwarzanych części, co pozytywnie oddziałuje zarówno na właściwości mechaniczne, jak i estetyczne elementu [1]. Metoda FDM może być stosowana do produkcji gęstych elementów jedno-, a zwłaszcza wielomateriałowych. W aspekcie technicznym, metoda ta pełni taką samą rolę co formowanie wtryskowe.

Tlenek cyrkonu – ZrO_2 o wysokiej czystości jest materiałem często wykorzystywanym w stomatologii, ponieważ jest biomateriałem o naturalnej bieli, charakteryzuje się wysoką twardością oraz wytrzymałością mechaniczną. Dzięki tym własnościom materiał jest używany do produkcji biokompatybilnych implantów stomatologicznych koron, mostów, oraz licówek [2, 3]. Spośród wielu materiałów na podbudowy pełnoceramiczne, tlenek cyrkonu ma najlepsze właściwości mechaniczne w porównaniu ze wszystkimi innymi materiałami pełnoceramicznymi ze względu na transformację wzmacniającą [1, 4, 5]. Określany jest jako materiał „samonaprawiający się” z uwagi na zjawisko transformacji zachodzącej w strukturze tetragonalnej. Mikropęknięcia, powstające przez naprężenia zewnętrzne, powodują niewielkie rozciągnięcie materiału i prowadzą do lokalnej przemiany ziaren tetragonalnych w jednoskośne. Skutkuje to wzrostem objętości ziaren 3-5% i prowadzi do zahamowania rozrostu mikropęknięć w strukturze materiału przez zamknięcie szczeliny. Właściwości tlenku cyrkonu w dużej mierze zależą zarówno od proszku wyjściowego, jak i techniki wytwarzania. Sproszkowany tlenek cyrkonu musi być tak czysty, jak to możliwe, a wielkość cząstek wystarczająco mała, aby zapewnić optymalne właściwości mechaniczne. Oprócz medycznego zastosowania w stomatologii, ZrO_2 wykorzystywany jest do produkcji implantów chirurgicznych [1], a w przemyśle, dzięki własnościom takim jak m.in. niemagnetyczność, dobra izolacja elektryczna, niska przewodność cieplna, odporność na korozję, stosowany jest do wytwarzania m.in. narzędzi skrawających, uszczelnień, zaworów, wirników pomp [3]. Ceramika cyrkonowa używana jest także do produkcji części w przemyśle nuklearnym. W niektórych zastosowaniach wydajność części z tlenku cyrkonu wytworzonych technologiami przyrostowymi przewyższa wydajność części produkowanych w sposób tradycyjny, jednak nadal występują problemy dotyczące pęknięć i porowatości [3].

Wytwarzanie przyrostowe uzupełnień wykonanych z tlenku cyrkonu pozwala na otrzymanie elementów o rozbudowanej powierzchni, których kształty są prawie identyczne z geometriami końcowymi, a zatem nie wymagają już większej obróbki końcowej [1].

2. MATERIAŁY ORAZ METODYKA BADAŃ

Celem badań było porównanie struktury oraz własności materiałów otrzymanych technologią przyrostową 3D oraz metodą formowania wtryskowego proszku do wykorzystania ich w późniejszym etapie do wytwarzania koron zębowych. W tym celu wymagane było wytworzenie 3 rodzajów próbek:

- próbki drukowane z filamentu wysokowypełnionego proszkiem tlenku cyrkonu firmy Zetamix w kształcie belek oraz koron zębowych,
- próbki formowane wtryskowo z użyciem proszku tlenku cyrkonu stabilizowanego tlenkiem itru 8% YSZ,

Pierwszym etapem było zamodelowanie geometrii belki w programie do projektowania 3D CAD – Inventor. W przypadku modeli koron zębowych, geometrię pozyskano za pomocą skanera. Do badań zamodelowano belkę o wymiarach 40x10x5 mm. Po wykonaniu projektów, modele zostały otwarte w programie 3D Gence Slicer 4.0, w celu podzielenia ich na warstwy oraz nadania wszystkich parametrów druku, takich jak prędkość druku, temperatura stolika,

skala i rozmieszczenie modelu, typ wypełnienia i adhezji czy temperatura głowicy. Proces drukowania próbek odbywał się z wykorzystaniem drukarki 3DGence ONE.

Modele wytworzone zostały z filamentu wysokowypełnionego proszkiem tlenku cyrkonu firmy Zetamix. Parametry procesu druku przedstawiono w tabelicy, a wydrukowany model korony zębowej przedstawiono na rysunku 1.

Tablica 1. Parametry procesu drukowania próbek z tlenku cyrkonu

Table 1. Parameters of the process of printing zirconia samples

Prędkość druku	Temperatura drukowania	Temperatura stołu	Typ adhezji	Typ wypełnienia
30 mm/s	170 °C	60 °C	Skirt	Zigzag



Rysunek 1. Wydrukowany model korony zębowej.

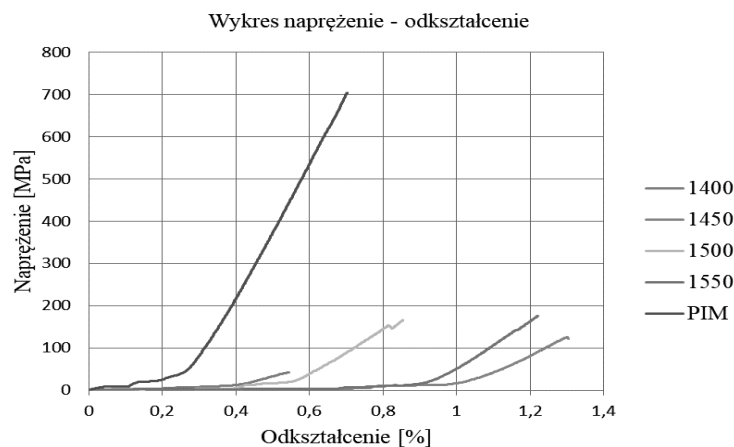
Figure 2. A printed model of a tooth crown.

Proces formowania wtryskowego wykonano na wtryskarkce firmy Zamak Mercator. Proces wtryskiwania odbywał się w temperaturze 180 °C przy ciśnieniu wynoszącym 5 bar. Za pomocą metody PIM wytworzono próbki wykorzystując proszek tlenku cyrkonu stabilizowany itrem YSZ i dobierając odpowiednie lepiszcze polimerowe. Po uformowaniu, próbki poddano procesom degradacji w celu usunięcia lepiszcza. Proces degradacji chemicznej przeprowadzony był w acetonie przez 48 godzin. Następnie przeprowadzona została degradacja termiczna, która odbywała się w atmosferze powietrza w temperaturze do 450 °C. Po degradacji lepiszcza, przeprowadzono proces spiekania. W celu zbadania wpływu temperatury spiekania na własności oraz strukturę, wszystkie rodzaje próbek poddano spiekaniu w 4 różnych temperaturach – 1400, 1450, 1500 oraz 1550°C w atmosferze powietrza. Następnie belki do zginania poddano badaniu statycznej wytrzymałości na trójpunktowe zginanie. Badanie wykonano na maszynie wytrzymałościowej firmy Zwick wyposażoną w przystawkę do zginania. Na przelomach oraz przygotowanych zglądach materiałograficznych wykonano badania strukturalne spieków z użyciem skaningowego mikroskopu elektronowego Supra 35 firmy Zeiss wyposażonego w moduł EDS do rentgenowskiej analizy w mikroobszarach.

3. WYNIKI BADAŃ

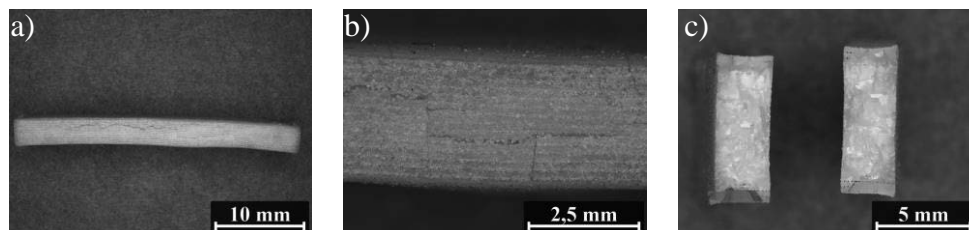
Wyniki badań wytrzymałości na zginanie w postaci krzywych przedstawionych na rys. 2 celowo zostały przesunięte aby nie zachodziły na siebie. Niewątpliwie wzrost temperatury spiekania belek drukowanych z filamentu firmy Zetamix powoduje wzrost wytrzymałości na zginanie. Niestety maksymalna wartość jaką osiąga ten materiał spiekany w temperaturze 1550°C to jedynie 175 MPa. Tak niska wartość jest najprawdopodobniej spowodowana

licznymi pęknięciami widocznymi na powierzchni bocznej spieków przedstawionych na rys. 3 a i b. Pęknięcia te mogą wynikać z zastosowanej degradacji rozpuszczalnikowej, polegającej na zanurzeniu próbek w acetonie. Niestety próbki poddane degradacji rozpuszczalnikowej często ulegają delaminacji. Ponadto powinny być podane wolnemu suszeniu w temperaturze niższej od wrzenia acetonu tj. 56°C , aby zapobiec pękaniu. Wszystkie te warunki zostały zachowane. Mimo to, nie udało się uniknąć pęknięć w materiałach po degradacji i spiekaniu.



Rysunek 2. Wykres przedstawiający zależność naprężenie - odkształcenie próbek tlenku cyrkonu drukowanych metodą FDM, a następnie spiekanych w różnej temperaturze.

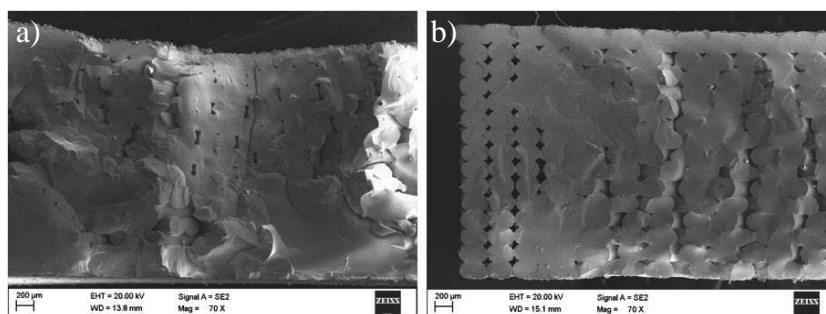
Figure 2. Graph showing the stress - strain relationship of zirconia samples printed by FDM and then sintered at different temperature



Rysunek 3. Widok próbek tlenku cyrkonu spiekanych w temperaturze 1500°C , a i b widok powierzchni bocznej, c) przelomu próbki.

Figure 3. View of zirconium oxide samples sintered at 1500°C , a and b view of the side surface, c) fracture of the sample.

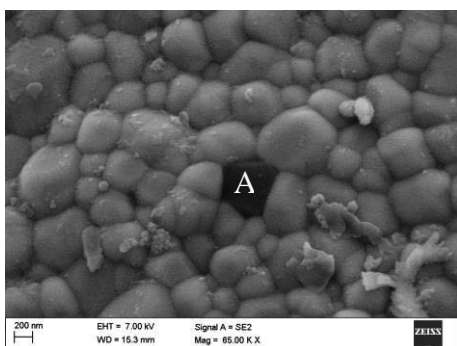
Ponadto w wydrukach zawsze pozostają pewne nieciągłości wynikające z technologii drukowania. Kanały te można zmniejszyć stosując głowicę drukarki o mniejszym otworze. Utrudnia to jednak wydruk. Kanały te nie ulegają w większości przypadków zagęszczeniu i zawsze pozostają w materiale. Można je zaobserwować na rysunkach 4 a i b przedstawiających przelomy materiałów spiekanych w temperaturach odpowiednio 1400 i 1500°C oraz na rysunku 7, przedstawiającym zgląd spieku z temperatury 1550°C . Na rys. 7 widać, że wysoka temperatura może częściowo doprowadzić do zanikania tych nieciągłości. Przekątne tych kanałów wynoszą ok. $100\mu\text{m}$. Największą wytrzymałość na zginanie osiągają materiały formowane wtryskowo. Wartość ta wynosi 701MPa . W przypadku materiałów formowanych wtryskowo struktura jest bardziej jednorodna i nie wykazuje nieciągłości stąd wytrzymałość na zginanie jest znacznie większa. Szczegółowe badania spieków wykonanych z filamentów firmy Zetamix wykazały, że w strukturze materiału występują ciemne ziarna



Rysunek 4. Struktura wydrukowanych próbek spiekanych w temperaturze: a) 1400°C, b) 1500°C,

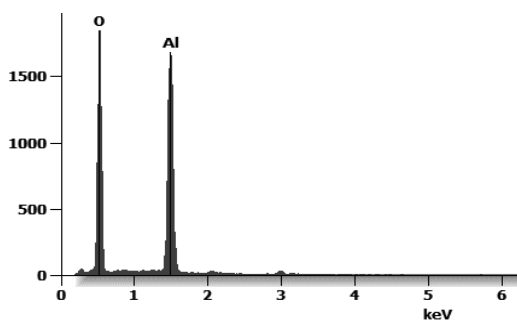
Figure 4. Printed samples sintered at temperature: a) 1400°C, b) 1500°C,

widoczne na rysunku 5. Analiza chemiczna metodą EDS tego obszaru wykazała, że są to cząstki tlenku aluminium, co przedstawia wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego na rysunku 6. Ziarna tlenku aluminium otoczone są ściśle ziarnami tlenku cyrkonu, stąd nie jest to zanieczyszczenie mogące powstać podczas preparatyki zwłaszcza, że



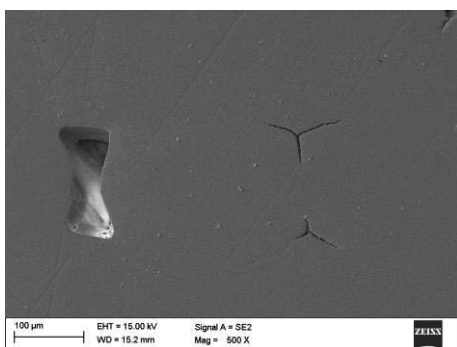
Rysunek 5. Widoczna cząstka tlenku aluminium

Figure 5. Visible particle of alumina



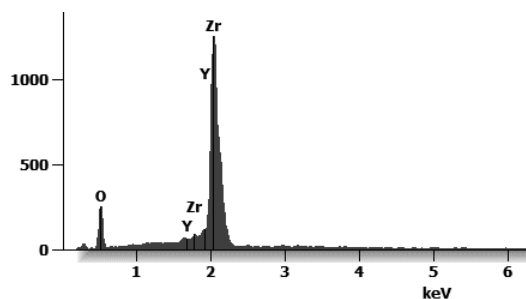
Rysunek 6. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego dla obszaru A

Figure 6. Diagram of scattered X-ray energy for area A



Rysunek 7. Struktura spieku z temperatury 1550°C

Figure 7. Structure of sinter from temperature of 1550°C



Rysunek 8. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego dla obszaru z rys. 7

Figure 8. Diagram of scattered X-ray energy for area from fig. 7

tlenek aluminium nie był stosowany do polerowania. Ponadto potwierdzono również, że w strukturze spieków występuje itr (rys. 7 i 8). Zatem nie jest to czysty ZrO_2 ale podobnie jak proszek zastosowany do formowania wtryskowego, jest to tlenek cyrkonu stabilizowany itrem. Niewątpliwie struktura spieku jest drobnoziarnista. Wielkość ziaren widocznych na rysunku 5 nie przekracza 500nm. Mimo tak drobnoziarnistej struktury własności mechaniczne są niskie.

WNIOSKI

Zastosowanie druku 3D metodą FDM do komercyjnych filamentów wypełnionych cząstkami ceramicznymi z tlenku cyrkonu jest interesującym rozwiązaniem mogącym mieć zastosowanie w inżynierii stomatologicznej. Niestety mimo zastosowania wolniejszego nagrzewania materiału do temperatury spiekania, wynoszącego $5^\circ C/min$, a nie jak proponuje producent czyli $8^\circ C/min$, spieki charakteryzują się pęknięciami, które najprawdopodobniej są przyczyną niskiej wytrzymałości na zginanie. Dodatkowo własności mechaniczne obniżają puste kanały znajdujące się w spiekach, wynikające z procesu drukowania i nie ulegające całkowicie anihilacji podczas spiekania. Materiał porównawczy jakim był proszek YSZ, który zmieszano z odpowiednio dobranym lepiszczem i formowano wtryskowo, a następnie poddano degradacji i spiekaniu charakteryzuje się znacznie wyższą wytrzymałością na zginanie. Jest to niewątpliwie spowodowane brakiem nieciągłości spieków. Lokalnie występujące cząstki tlenku aluminium w spiekach z filamentu firmy Zetamix nie stanowią raczej wzmocnienia materiału, a jedynie jego zanieczyszczenie.

PODZIĘKOWANIA

Badania wykonano w ramach realizacji projektu PBL pt. „Wpływ warunków druku 3D, degradacji lepiszcza i spiekania na strukturę i własności ceramicznych biomateriałów” realizowanego w ramach projektu: "Politechnika Śląska jako Centrum Nowoczesnego Kształcenia opartego o badania i innowacje" (VII edycja)

LITERATURA

1. Schweiger, J., Bomze, D. & Schwentenwein, M. 3D Printing of Zirconia—What is the Future?. *Curr Oral Health Rep* 6, 339–343 (2019)
2. Hu, Cheng, Sun, Jianxun, Long, Cheng, Wu, Lina, Zhou, Changchun and Zhang, Xingdong. "Synthesis of nano zirconium oxide and its application in dentistry" *Nanotechnology Reviews*, vol. 8, no. 1, 2019, pp. 396-404.
3. Xiuping Zhang, Xin Wu, Jing Shi, Additive manufacturing of zirconia ceramics: a state-of-the-art review, *Journal of Materials Research and Technology*, Volume 9, Issue 4, 2020,
4. A. Prylińska – Czyżewska. Wpływ sposobów przygotowania podbudowy cyrkonowej na siłę wiązania ze szkliwem i zębina przy zastosowaniu różnych cementów, Rozprawa na stopień Doktora Nauk Medycznych, Klinika Rehabilitacji Narządu Żucia Uniwersytetu Medycznego Im. Karola Marcinkowskiego w Poznaniu, Poznań 2012
5. C. Piconi, G. Maccauro, Zirconia as a ceramic biomaterial, *Biomaterials*, Volume 20, Issue 1, 1999,
6. K. Lasek, P. Okoński, E. Mierzwińska-Nastalska, Zirconium oxide: its physico-mechanical properties and clinical application, *Protetyka Stomatologiczna.*, 2009, LIX, 6, 415-422



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Zastosowanie zaawansowanych metod spiekania do wytwarzania elementów narzędzi skrawających

I. Kredowska^a, W. Pilarczyk^b

^a studentka, Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny
email: inezkre227@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
email: wirgina.pilarczyk@polsl.pl

Streszczenie: Artykuł przedstawia przegląd literatury w temacie wytwarzania węglików niekonwencjonalnymi metodami spiekania związanymi z metalurgią proszków do wytwarzania elementów na narzędzia skrawające. Istniejące i rozwijające się metody pozwalają na rozważenie, w jakim kierunku zmierza proces spiekania oraz jakie występują pomiędzy nimi podobieństwa.

Abstract: The article shows a literature review in the case of manufacturing cemented carbides connected with powder metallurgy to produce elements of machine tools. Already existing and developing methods allow considering in which way the sintering process is evolving and what similarities are between them.

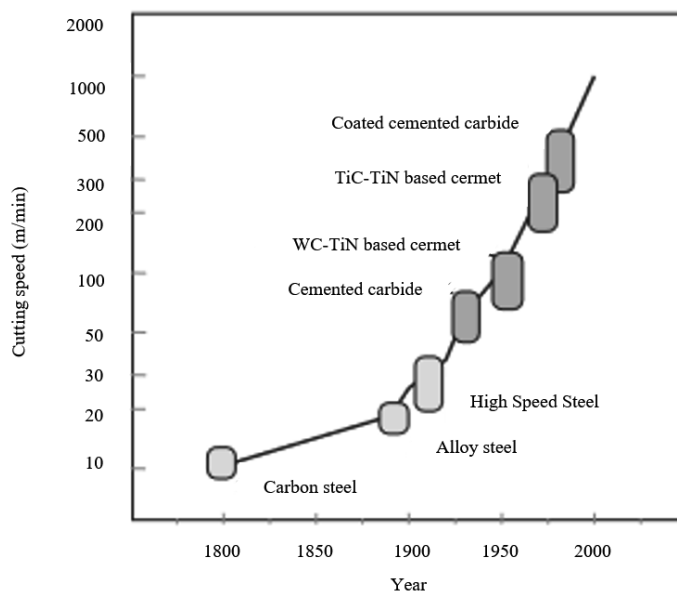
Słowa kluczowe: węgliki spiekane, spiekanie, spiekanie niekonwencjonalne, spark plasma sintering, pulse plasma sintering, electric discharge compaction, flash sintering, obróbka materiałów, obróbka skrawaniem, węglik wolframu, metalurgia proszków

1. WSTĘP

Obróbka skrawaniem to jedna z najważniejszych metod kształtowania elementów w inżynierii. Pozwala ona na uzyskanie odpowiednich wymiarów geometryczno-kształtowych oraz właściwości powierzchni na większości dostępnych na rynku materiałów, szczególnie tych najpopularniejszych w produkcji, jak chociażby stal węglowa. Stosowanie tej metody zapewnia również jedną z największych zgodności, jeśli chodzi o uzyskanie założonych przez konstruktora tolerancji. Obróbka ta jest dokonywana za pomocą narzędzi skrawających, których dobór zależy od wykonywanych operacji i czynności.

Wraz z rozwojem technologii oraz przemysłu rozwijała się również branża narzędziowa. Początkowo produkowano narzędzia ze stali węglowych, przechodząc do stopowych aż do stali szybko tnących. Pomimo ich dobrych parametrów pracy, to nadal wymagano, aby podczas procesu skrawania uzyskiwać coraz to lepsze wartości związane z prędkością, ale również z

wytrzymałością w wyższych temperaturach. Materiały obrabiane stawały się coraz twardsze, właśnie dlatego poszukiwano nowych rozwiązań na rynku narzędziowym. Poskutkowało to tym, że w XX w. w Niemczech opracowano materiał, który dzisiaj jest znany jako węgiel spiekany lub żargonowo *widia*, który jest jako materiał rozwijany cały czas, choć rozwój ten skupia się aktualnie na uzyskiwaniu jak najlepszych powłok, aby wydłużyć czas jego pracy. Narzędzia wykonane z węgla nie służą jednak do obróbki najtwardszych materiałów dostępnych na rynku, te obrabiane są za pomocą diamentu lub azotku boru.



Rysunek 1. Oś czasu przedstawiająca rozwój materiałów na narzędzia skrawające [1]
 Figure 1. Timeline showing the development of cutting tool materials [1]

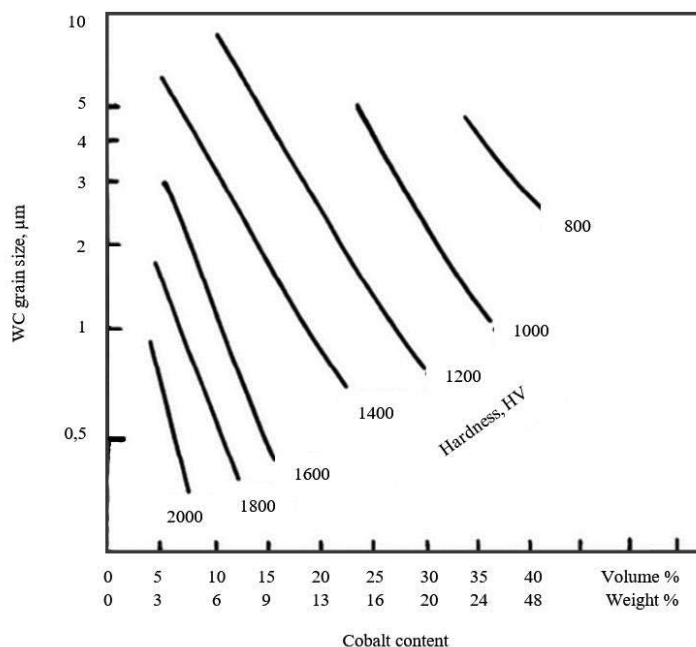
Węgliki spiekane, które aktualnie zajmują jeden z największych segmentów procentowych dla przemysłu związanego z produkcją narzędzi skrawających, to rodzaj materiału, który powstaje ze zmieszania odpowiednich proszków wybranych metali na wybranej osnowie. W przypadku narzędzi skrawających najpopularniejszym wyborem jest mieszanina proszków wolframu (również z dodatkami stopowymi takimi jak proszek tytanu, niklu, molibdenu lub ich mieszaniny podwyższające wybrane własności) na osnowie — najczęściej — kobaltowej, w rzadszych przypadkach molibdenowej czy niklowej. [2]

2. WĘGLIKI SPIEKANE JAKO MATERIAŁ NA ELEMENTY NARZĘDZI SKRAWAJĄCYCH

Użycie węgla jako materiał na narzędzia skrawające ma swoje uzasadnienie. Zapewnia on wysoką twardość oraz odporność na ścieranie czy ściskanie. Wytrzymałość na zginanie zaś uzyskuje się za pomocą dobrania do głównego materiału jakim jest węgiel wolframu odpowiedniej ilości kobaltu, węgla tytanu, węgla tantalum i węgla niobu. Jego wadą, która znacznie może ograniczyć zastosowanie, jest jednak kruchość i związana z tym słabość na obciążenia dynamiczne. [3]

Aby ograniczyć problem związany z kruchością podczas spiekania używa się odpowiedniej osnowy — w tym wypadku jest to kobalt. Zastosowanie właśnie tego metalu ma swoje powody.

Pierwszym z nich jest jego właściwość związana ze zwilżaniem węgliku wolframu, drugą zaś zdolność do rozpuszczania go zarówno w stanie ciekłym jak i stałym. Jego obecność w węgliku ma również wpływ na twardość, co można zauważyć na Rysunku 2.



Rysunek 2. Schemat przedstawiający zależność wielkości ziaren i twardości od zawartości kobaltu w spieku [4]

Figure 2. Scheme showing dependency of grain size and hardness from the cobalt content in sinter [4]

Węgliki w obróbce skrawaniem, dokładnie wiórowej, pojawiają się w postaci nasadzanych na oprawki wkładów, ale stosuje się je również jako narzędzia czy ostrza w branży górniczej. Pomimo że niewielka płytka wynika niejako z wady węglików związanych z ich kruchością, to zapewnia to również łatwą i taną wymianę po przekroczeniu czasu trwania narzędzia. [3]

Prawie 65% produkcji węglików związana jest z narzędziami do obróbki wiórowej materiałów metalowych, 15% zajmują elementy związane z górnictwem (np. ostrza lub wiertła), 10% do obróbki związanej z drewnem, pozostałe procenty zajmują pomniejsze branże. Jeżeli zaś spojrzeć na rynek materiałów twardych, to węgliki zajmują połowę światowego rynku, przewyższając stale szybkołnące, których udział to już 45%, ceramika 4%, a narzędzia z materiałów supertwardych (PCD i CBN) tylko 1%. Jak widać więc węgiel spiekany jest bardzo istotnym elementem w obecnych czasach dla tej gałęzi przemysłu. [5]

3. NIEKONWENCJONALNE METODY SPIEKANIA WĘGLIKÓW

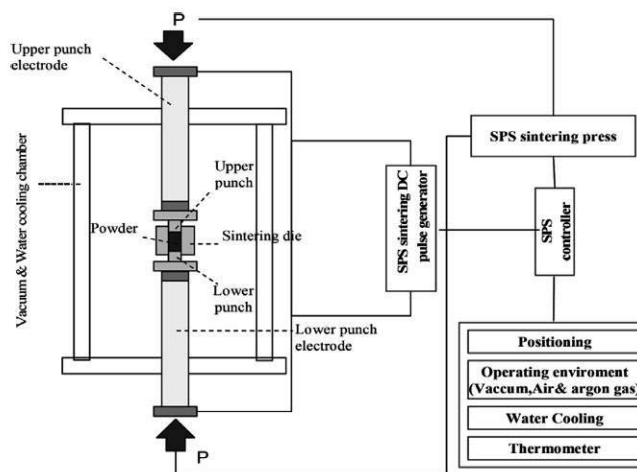
3.1 Spark plasma sintering

Spark Plasma Sintering (SPS) to jedna z najpopularniejszych metod pozwalająca na spiekanie oraz spajanie w niższych temperaturach niż w wypadku spiekania konwencjonalnego (obniżenie to może wynosić nawet do 30%), w krótkich okresach czasowych. Wysokotemperaturowa

plazma iskrowa jest generowana pomiędzy interwałami trwającymi od kilku do kilkuset milisekund o niskim napięciu, lecz dużym natężeniu.

Główną zaletą tego procesu jest krótki czas samego spiekania, który trwa od kilku do kilkunastu minut, co w połączeniu z niższą temperaturą procesu pozwala na zabezpieczenie ziarna przed niechcianym, nadmiernym rozrostem. Zaleta ta jest szczególnie ważna, jeżeli spieki mają charakteryzować się strukturą o drobnych ziarnach. Poza tym można również wymienić niewielkie straty energii cieplnej oraz dużą szybkość nagrzewania (do 1000°C/min) i chłodzenia jako zalety SPS. [6]

Nie jest to metoda bez wad. Jedną z nich są trudności związane z uniknięciem nawęglania na powierzchni spieków, które szczególnie mają miejsce w przypadku stopów na bazie żelaza oraz węglików spiekanych. Jest to wada do uniknięcia, choć jest równie często odnajdywana. Kolejnym ograniczeniem jest trudność związana z rejestracją dokładnej temperatury spieku. Aby uzyskać powtarzalne wyniki należy zastosować te same warunki spiekania, ale również i układ w komorze — grafitowe wsporniki muszą być tego samego rozmiaru oraz ilości. [7]



Rysunek 3. Schemat urządzenia wykorzystywanego w metodzie SPS [8]

Figure 3. Scheme of device used in SPS method [8]

Metoda ta polega na umieszczeniu proszku w matrycy, która najczęściej wykonana jest z grafitu i grzaniu prądem impulsowym, który przebiega przez matrycę z wsadem. Jednocześnie stosuje się odpowiednie obciążenie, w tym wypadku ciśnienie związane z prasowaniem (zwykle do 100MPa). Proces rozpoczyna się od oczyszczenia powierzchni proszku z tlenków czy gazów, kolejnym krokiem jest formowanie się szyjek pomiędzy cząstkami proszku oraz ich wzrost. W wyniku deformacji plastycznych zachodzących w matrycy materiał zagęszcza się, aby finalnie otrzymać spiek.

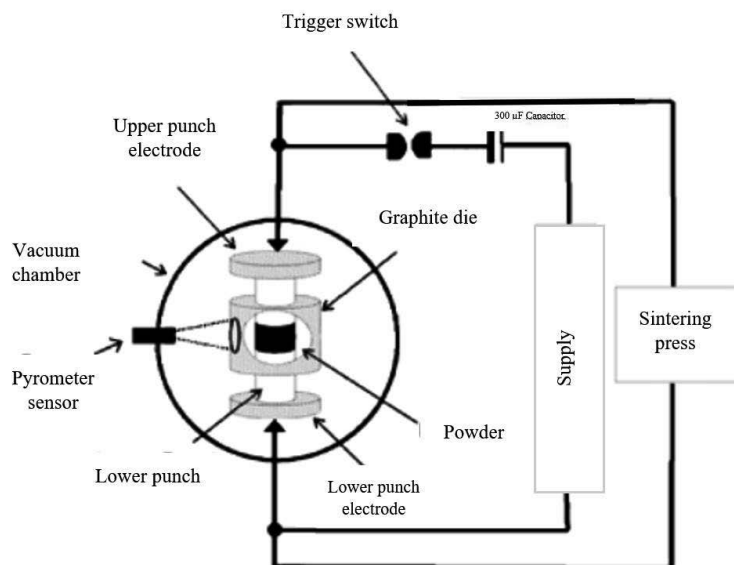
Metoda ta służy do spiekania materiałów takich jak proszki metali, ceramiki (tlenki, węgliki, azotki, borki i fluorki), cermetale, związki międzymetaliczne oraz innych materiałów, np. poliamidu. [7]

3.2 Pulse plasma sintering

Pulse plasma sintering (PPS) to metoda, w której proszek jest podgrzewany przez okresowo powtarzalne silnoprądowe impulsy generowane przez rozładowywanie baterii kondensatorów,

podczas gdy sam proszek jest prasowany. Impuls taki trwa jedynie kilkaset mikrosekund i jest to czas znacząco krótszy wobec przerw pomiędzy kolejnymi wyładowaniami (0,6ms do 1ms), co stwarza specyficzne warunki podczas grzania oraz chłodzenia spieku. Wykorzystywane baterie kondensatorów mają pojemność wynoszącą 300uF i może być maksymalnie ładowana do napięcia wynoszącego 10kV. Metoda ta pozwala na spiekanie materiałów takich jak: diament/węgiel spiekany, diament/miedź, nanokrystaliczne fazy międzymetaliczne, ale także i do wytwarzania stopów ogniotrwałych. [9]

Proszek, który ma zostać poddany spiekaniu, umieszczany jest w matrycy grafitowej pomiędzy dwoma stemplami wykonanymi z tego samego materiału. Stemple te poza przenoszeniem obciążenia wynikającego z prasy hydraulicznej, działają również jako elektrody, aby możliwy był przepływ prądu impulsowego. Podczas tego przepływu przez sam proszek, pojawiają się wyładowania, które pozwalają na usunięcie tlenków oraz gazów z powierzchni wsadu. W rejonach kontaktu następuje lokalny wzrost temperatury związany z lokalnym wzrostem gęstości prądu. To powoduje powstawanie szyjek i ich wzrost, zaś zastosowane naciski generują odkształcenia plastyczne oraz przemieszczanie cząstek, usprawniające ich konsolidację.



Rysunek 4. Schemat urządzenia wykorzystywanego w metodzie PPS [10]

Figure 4. Scheme of device used in PPS method [10]

Metoda ta ma bardzo wysoką efektywność cieplną, a także pozwala na wytwarzanie spieków o gęstości porównywalnej do wartości teoretycznych, co wynika z otrzymanej specyfiki spiekania.

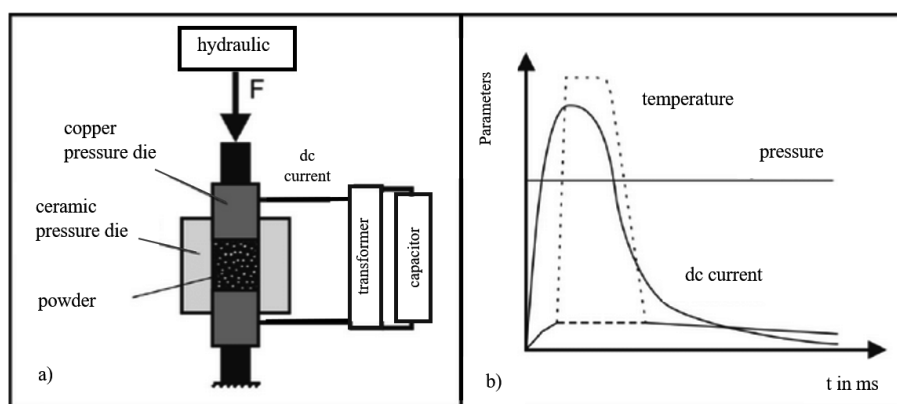
3.3 Electric Discharge Compaction

Electric Discharge Compaction (EDC) to metoda związana z rozładowywaniem kondensatorów. Składa się ona z izolowanej rury, która wypełniana jest proszkiem. Konsolidacja wsadu odbywa się za pomocą ciśnienia uzyskiwanego za pomocą impulsów prądowych o wysokim napięciu i dużej gęstości. Metoda ta, podobnie jak poprzednie, również odbywa się w bardzo krótkim odcinku czasu, co pozwala na ograniczenie rozrostu ziaren, ale jest na tyle długa, że dochodzi do konsolidacji. Opór elektryczny wsadu w głównej mierze zależy od grubości i

rodzaju warstw tlenku, którymi jest pokryty, dlatego nie powinno przekraczać się pewnej granicy, aby umożliwić prądowi przepływ z odpowiednim natężeniem. [11]

W tej metodzie matryca nie jest wykonana z grafitu jak w poprzednich przypadkach. W EDC materiały na te elementy nie powinny przewodzić prądu tak, aby impuls mógł przepłynąć jedynie przez proszek oraz stemple, które służą do zadawania obciążenia na wsadzie. Matryce wykonane mogą być z, np. azotku krzemu.

Początkowo proszek jest ściskany ze stałym obciążeniem, przez miedziane stemple, przez które przepuszcza się impuls prądu zmiennego. Temperatura oraz gęstość prądu największe są na początku, tuż przy wyładowaniu, aby szybko zostać obniżonymi. Dla temperatury wzrost i spadek są skokowe. Proces odbywa się w atmosferze otoczenia, bez użycia gazów osłonowych czy próżni. [12]



Rysunek 5. a) schemat metody EDC, b) wykres przedstawiający zależność parametrów od czasu [12]

Figure 5. a) scheme of EDC method, b) figure showing dependencies of parameters from the time [12]

W głównej mierze metoda ta służy do zagęszczania proszków metalowych i międzymetalowych w pokrywające się z nimi odpowiedniki nanokrystaliczne, ale możliwym jest również wykonanie dzięki niej spieków z materiałów takich jak proszki wolframu czy tytanu. [13]

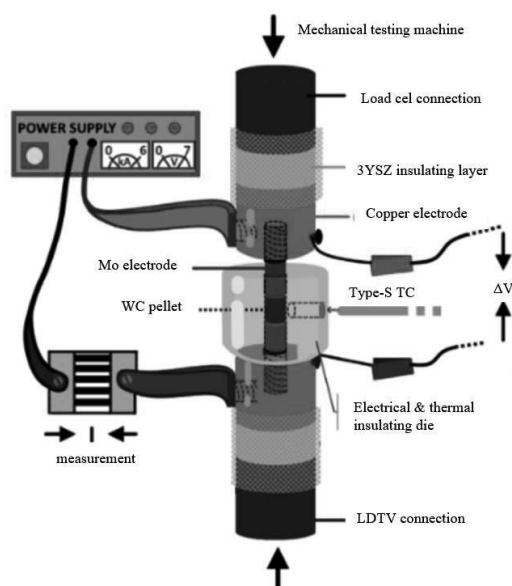
Metoda ta wykazuje również kilka znaczących wad. Jedną z nich jest fakt, że stosuje się ją jedynie do materiałów przewodzących prąd, jest kosztowna i dopiero w fazie rozwoju do zastosowań przemysłowych i nie istnieją dokładne ustalone parametry procesu dla poszczególnych mieszanek proszków, co oznacza, że każdorazowe badanie wymaga dobrania optymalnego rozwiązania. [14]

3.4. Flash sintering

Flash sintering (FS) to metoda wspomagana prądem elektrycznym, charakteryzująca się radykalnym obniżeniem czasu spiekania — stąd też nazwa „flash”, ponieważ w niektórych wypadkach szybkość grzania osiąga nawet wartości sięgające 10^4 °C/min — oraz temperatury całego procesu. Jest to dosyć nowa metoda, opracowana w 2010 roku i od tamtej pory jest szeroko badana. Ostatnie wyniki badań potwierdziły, że temperatura spiekania maleje wraz z wielkością przyłożonego pola elektrycznego; w przypadku niektórych ceramiki temperaturę

spiekania można obniżyć nawet do temperatury pokojowej. Niewątpliwymi zaletami tej metody jest niższe zużycie energii, wysoka kontrolowalność mikrostruktury, a wraz z tym możliwość wytworzenia nowych struktur oraz wymagania dotyczące samego sprzętu. [15-16]

Metoda ta służy do spiekania materiałów ceramicznych, jednak są to jedynie próbki do badań. FS nadal jest metodą rozwijającą się, pozostawiająca wiele kwestii, które wymagają dalszych prób, np. dokładny pomiar temperatury w spieku. Pomimo to można znaleźć informacje o implementowaniu tej metody w przemyśle, ponieważ od początku wzbudziła zainteresowanie swoimi cechami. [17]



Rysunek 5. Schemat urządzenia FS [16]

Figure 5. Scheme of device for FS method [16]

Początkowo metoda ta służyła niemal wyłącznie do badań tlenku cyrkonu, jednak wraz z jej rozwojem zaczęto stosować również inne materiały. Teoria mówi, że procesy występujące w tej metodzie nie występują w materiałach charakteryzujących się dodatnim współczynnikiem temperaturowym (PTC), a taki przypadek ma miejsce w wypadku węgliku wolframu, jednak dokonuje się badań, które pokazują, że możliwe jest aktywowanie go w proszkach aluminium czy ultradrobnych spiekach ceramicznych o współczynniku temperaturowym podobnym do WC. Powstają więc badania, które sprawdzają, czy przy określonych warunkach istnieje możliwość aktywowania tego procesu dla tego materiału. Badania pokazują, że przy umiarkowanym napięciu możliwe jest, aby wypraski z wolframu indukowały się w podobny sposób. [16]

4. PODSUMOWANIE

Rozważając niekonwencjonalne metody związane ze spiekaniem węglików można zauważyć, że wszystkie sposoby łączą się ze sobą w związku z użyciem prądu elektrycznego, ale również i bardzo szybkiego procesu. Dodatkowo zakłada się w nich użycie niższych temperatur niż w przypadku spiekania konwencjonalnego.

Część nowoczesnych metod spiekania nie jest jeszcze jednak na tyle rozwinięta, aby mogła zostać zaimplementowana w przemyśle. Nadal stoi przed nimi wiele wyzwań, zanim osiągną

docelowy poziom. Węglik spiekane jednak jeszcze przez wiele lat będą dominować na rynku związanym z wytwarzaniem elementów na narzędzia skrawające, więc w nadchodzących latach zapewne można spodziewać się dalszego powstawania nowych metod.

LITERATURA

1. Topic, F., & Tsuda, K. (2016). History of Development of Cemented Carbides and Cermet Keiichi.
2. H.E. Exner: Physical and chemical nature of cemented carbides, *Inter Mater Rev* 4 (1979), 149–173
3. L.A Dobrzański, G. Matula: Podstawy metalurgii proszków i materiały spiekane, *Open Access Library*, 5 (2012)
4. G.S Upadhyaya: 7 –Mechanical Behavior of Cemented Carbides. *Cemented Tungsten Carbides*. (1998) 193–226
5. J. García, V. Collado Ciprés, A. Blomqvist, B. Kaplan, Cemented carbide microstructures: a review, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Volume 80 (2019) 40-68,
6. D. Garbiec: Iskrowe spiekanie plazmowe (SPS): teoria i praktyka, (2015)
7. Nygren, Mats & Z.J Shen: Spark Plasma Sintering: Possibilities and Limitations. *Key Engineering Materials - KEY ENG MAT*. (2004) 264–268. 719-724.
8. M. Tokita.: Spark Plasma Sintering (SPS) Method, Systems, and Applications (Chapter 11.2.3). In *Handbook of Advanced Ceramics (Second Ed.)*. Ed. Shigeyuki Somiya, Academic Press. (2013) 1149-1177
9. A. Michalski, M. Rosiński: Pulse Plasma Sintering and Applications, in *Advances in Sintering science and Technology*, Willey, (2010) 219-226
10. Michalski, A. and Rosiński, M. (2008), Sintering Diamond/Cemented Carbides by the Pulse Plasma Sintering Method. *Journal of the American Ceramic Society*, 91: 3560-3565.
11. Xiyong Wu, Jingdong Guo, Electric-discharge compaction of graded WC–Co composites, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Volume 26, Issue 1, (2008), Pages 28-32
12. Schütte, P & García, José & Theisen, W. (2009). Electro Discharge Sintering as a Process for Rapid Compaction in PM-Technology. *Proceedings of the Euro International Powder Metallurgy Congress and Exhibition, Euro PM 2009*. 3.
13. E. Grigoryev, Chapter 17: High Voltage Electric Discharge Consolidation of Tungsten Carbide-Cobalt Powder, in: J. Cuppoletti (Ed.), *Nano-Composites with Unique Properties and Applications in Medicine and Industry*, IntechOpen Limited, London, UK, (2011), 345-360
14. R. M. Aranda, F. Ternero. S. Lozano-Perez, J.M. Montes, F.G. Cueavas, Capacitor electrical discharge consolidation of metallic powders—a review, *Metals* 11 (4) (2021) 616,
15. Min Yu, Salvatore Grasso, Ruth Mckinnon, Theo Saunders & Michael J. Reece (2017) Review of flash sintering: materials, mechanisms and modelling, *Advances in Applied Ceramics*, 116:1, 24-60,
16. I. Mazo, A. Molinari, V.M Sglabo, Electrical resistance flash sintering of tungsten carbide, *Mater. Des.* 213 (2022)
17. Dancer, C. E. J. (2016). *Flash sintering of ceramic materials. Materials Research Express*, 3(10),



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Spôsohy stanovenia dynamického modulu pružnosti ultrazvukom

Matúš Kucbel^a, Milan Uhrčík^a, Lenka Kuchariková^a, Mirosław Bonek^b

^a Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra materiálového inžinierstva, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina.

email: kucbel3@stud.uniza.sk

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18A, 44-100 Gliwice, Poland

Abstrakt: Článok popisuje súčasný stav poznatkov v oblasti merania dynamického modulu pružnosti nedeštruktívnymi metódami, ako je ultrazvuk. Rozoberá rôzne ultrazvukové metódy, ktorými možno stanoviť modul pružnosti skúmaných materiálov.

Abstract: The article presents the current state of knowledge in the field of dynamic modulus of elasticity measurement by non-destructive methods such as ultrasound. It discusses the different ultrasonic methods that can be used to determine the elastic modulus of the materials under investigation.

Kľúčové slová: modul pružnosti, ultrazvuk, nedeštruktívne skúšanie

1. ÚVOD

Dynamický modul pružnosti môžeme stanoviť viacerými metódami. Najčastejšie využívané metódy sú ultrazvuková, impulzová a rezonančná metóda. Jedná sa o nedeštruktívne a jednoduché metódy, z nich ultrazvuková sa veľmi často využíva priamo na konštrukcii. Pri nedeštruktívnom skúšaní nie je materiál vystavený reálnemu zaťaženiu a nevznikajú teda žiadne napätia, vďaka ktorým by dochádzalo ku vzniku trhlín [1].

Dynamický modul, ktorý je zisťovaný nedeštruktívnymi metódami, býva o 20-30% vyšší ako statický modul. Statický modul pružnosti sa správa ako sečnicový modul a dynamický modul sa správa ako dotyčnicový modul. Pokiaľ závislosť medzi napätím a predĺžením nie je lineárna, tieto dva moduly sa líšia [2].

2. ULTRAZVUK

Ultrazvuk sú mechanické kmity častíc prostredia alebo pružné vlnenie, ktorých frekvencie sú vyššie ako frekvenčná hranica počuteľnosti ľudského ucha, ktorú predstavuje hodnota 20

kHz. Jednou z najväčších výhod ultrazvukového vlnenia je jeho schopnosť prejsť cez hrubé vrstvy materiálov, cez ktoré by počuteľné vlnenie neprešlo.

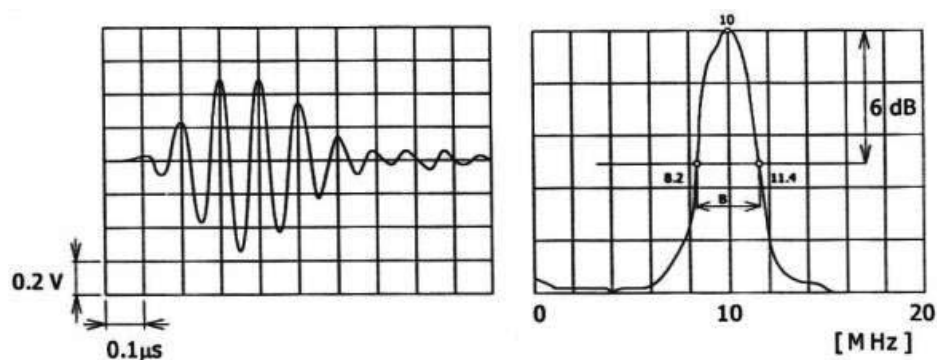
Ultrazvuk je možné definovať ako zvukové vlny s frekvenciou vyššou ako je medza počuteľnosti, ktoré sa šíria prostredím, ktoré je aspoň sčasti elastické. Takto definované vlnenie nie je principiálne nič iné, ako kmitavý pohyb hmotných častíc prostredia okolo ich rovnovážnych polôh. Tento pohyb sa postupne prenáša z jednej častice na druhú v dôsledku pôsobenia súdržných síl medzi časticami a navonok sa prejavuje tým, že vzruch sa v danom prostredí šíri určitou rýchlosťou [3].

Pri skúšaní materiálov sa často využíva ultrazvuková meracia technika, ktorá pracuje s pasívnym ultrazvukom, ktorý nemá na materiál žiadne fyzikálne ani chemické účinky, pretože jeho intenzita je nízka, najviac do $10^{-3} \text{ W} \cdot \text{mm}^{-2}$. Vysielanie ultrazvukových kmitov sa realizuje vo forme krátkych impulzov alebo sa vysielajú spojitاً, resp. nepretržite [4].

2.1. Ultrazvukové impulzy

Metódy skúšania materiálov ultrazvukom využívajú zvyčajne periodické impulzové vysielanie. Časový priebeh impulzu je tvorený tlmeným kmitom a ten obsahuje celé spektrum harmonických zložiek rôznych amplitúd a frekvencií. Impulz vzniká zložením veľkého počtu spojitého harmonických kmitov. Fourierova transformácia nám vyjadruje vzťah medzi tvarom impulzu a jeho spektrom.

Ultrazvukový impulz (obr. 1) ale obsahuje aj elementy s vyššou alebo nižšou frekvenciou, ako je menovitá frekvencia a tvar spektra ultrazvukového impulzu je popísaný ďalším znakom tzv. šírkou pásma. Spektrum nám udáva závislosť amplitúd jednotlivých zložiek od frekvencie [3].



Obr. 1. Ultrazvukový impulz a jeho spektrum [3]

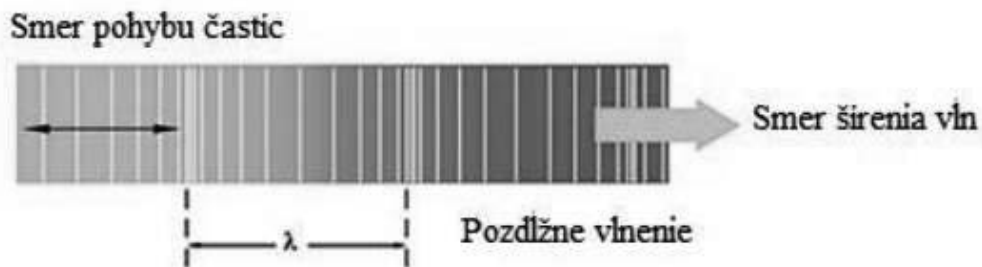
Figure 1. Ultrasonic pulse and its spectrum [3]

2.2. Druhy vln

Ultrazvukové vlnenie postupuje prostredím, ktorého častice môžu kmitať rôznymi spôsobmi. Prvým spôsobom kmitania ultrazvukových vln je pozdĺžne alebo longitunálne vlnenie (obr. 2), kde častice prostredia kmitajú priamočiario v smere šírenia vlny.

Pri pozdĺžnom šírení vln sa častice k sebe opakovaně približujú a oddiaľujú, čo vedie k vzniku tlakových a ťahových síl. Tento typ vlnenia sa dokáže dobre šíriť v kvapalnom,

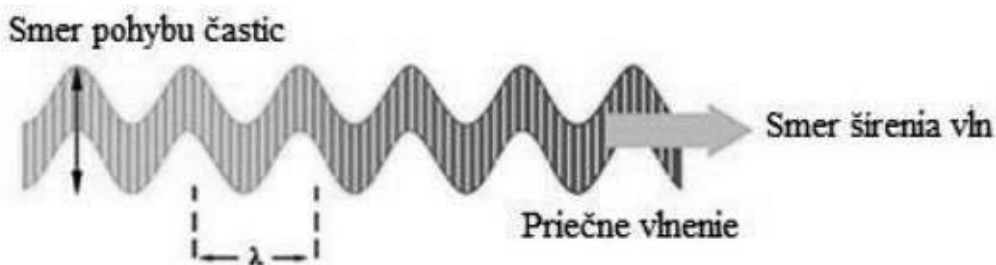
dostatočne pružnom, tuhom, ale aj v plynnom prostredí. Rýchlosť šírenia pozdĺžnej vlny sa označuje c_L [4].



Obr. 2. Pozdĺžne vlnenie [5]

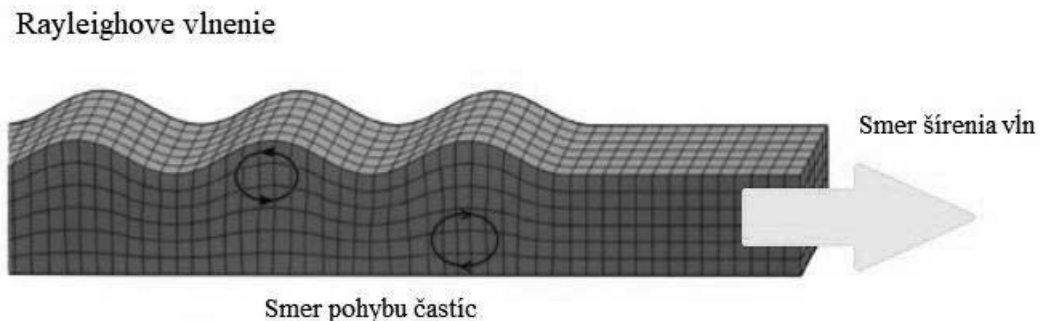
Figure 2 Longitudinal waves [5]

Druhým príkladom druhu vlnenia je priečne (transverzálne) vlnenie (obr. 3), kde častice kmitajú kolmo na smer pohybu vlny, pričom v rovine kmitania si zachovávajú stále rovnaký smer. Tento druh vlnenia sa však šíri len v prostredí schopnom prenášať šmykové sily, čo znamená, že sa nešíri v plynch, ani v kvapalinách, ale iba v tuhých látkach. Rýchlosť šírenia priečných vln v rovnakom materiáli je vždy nižšia ako rýchlosť šírenia pozdĺžnych vln a označuje sa značkou c_T [4].



Obr. 3. Priečne vlnenie [6]

Figure 3. Transverse waves [6]



Obr. 4. Rayleighove vlnenie [7]

Figure 4. Rayleigh waves [7]

Tretím druhom vlnenia je povrchové (Rayleighove) vlnenie (obr. 4). Jedná sa o špeciálny prípad priečných vln a šíria sa po voľnom povrchu pevného prostredia vo vrstve s hrúbkou rovnajúcou sa približne polovici vlnovej dĺžky. Sú vhodné na zisťovanie povrchových chýb. Pri Rayleighovom vlnení sa častice pohybujú po elipse, ale len do určitej hĺbky. Rýchlosť Rayleighových vln je v heterogénnom prostredí závislá od frekvencie [6].

2.3. Rýchlosť šírenia ultrazvuku

Šírenie ultrazvuku v tuhých látkach je možné len vtedy, ak sú tieto materiály dostatočne elastické (pružné). Mieru elasticity nám vyjadruje materiálová konštanta - modul pružnosti E , od ktorého je rýchlosť šírenia ultrazvuku najviac závislá. Je všeobecne známe, že modul pružnosti materiálov v šmyku je menší ako modul pružnosti v ťahu, resp. v tlaku a tým pádom je aj rýchlosť šírenia priečných vln v ultrazvuku menšia ako je rýchlosť šírenia vln pozdĺžnych. Okrem modulu pružnosti E je rýchlosť šírenia ultrazvuku závislá taktiež od mernej hmotnosti ρ a Poissonovho čísla μ .

V tab. 1 sú uvedené experimentálne určené rýchlosti šírenia pozdĺžnych a priečných vln v ultrazvuku pre rôzne materiály v m.s^{-1} . Akustické vlastnosti materiálu sú okrem rýchlosti šírenia ultrazvuku definované aj prostredníctvom tzv. akustickej impedancie (akustického vlnového odporu). Jedná sa o veličinu výrazne ovplyvňujúcu prechod ultrazvuku rozhraním dvoch materiálov, pretože od nej závisí akustický tlak odrazeného, resp. prechádzajúceho vlnenia z jedného prostredia do druhého [8].

Tab. 1. Rýchlosti šírenia pozdĺžnych a priečných ultrazvukových vln [3]
Table 1. Propagation velocities of longitudinal and transverse ultrasonic waves [3]

Látka	Merná hustota [ρ]	Poissonovo číslo [μ]	Rýchlosť pozdĺžnych vln c_L [m.s^{-1}]	Rýchlosť priečných vln c_T [m.s^{-1}]
Oceľ feritická	7 800	0,28	5920	3250
Oceľ austenitická	8030	0,27	5200 - 5800	3000 - 3150
Hliník	2700	0,34	6320	3130
Liatina	7200	0,18 - 0,26	3500 - 5600	2200 - 3200
Meď	8900	0,35	4700	2260
Zinok	7100	0,25	4170	2410
Mosadz	8100	0,35	3830	2123
Nikel	8800	0,31	5630	2960
Olovo	11400	0,44	2160	700
Plexisklo	1 180	0,17	2 680 - 2 740	1 390
Zlato	19 300	0,42	3 240	1 200

3. ULTRAZVUKOVÁ ODRAZOVÁ METÓDA

Ultrazvuková odrazová metóda je založená na detekcii odrazov tzv. ech, ktoré sú spôsobené chybami v skúšanom materiáli. Pri tejto metóde sa príjem impulzov a vysielanie ultrazvuku do materiálu zvyčajne realizuje jedným a tým istým meničom (sondou). Vďaka tomu je na skúšanie potrebný len jeden voľný povrch. Z doby príchodu echa po vyslaní ultrazvukového

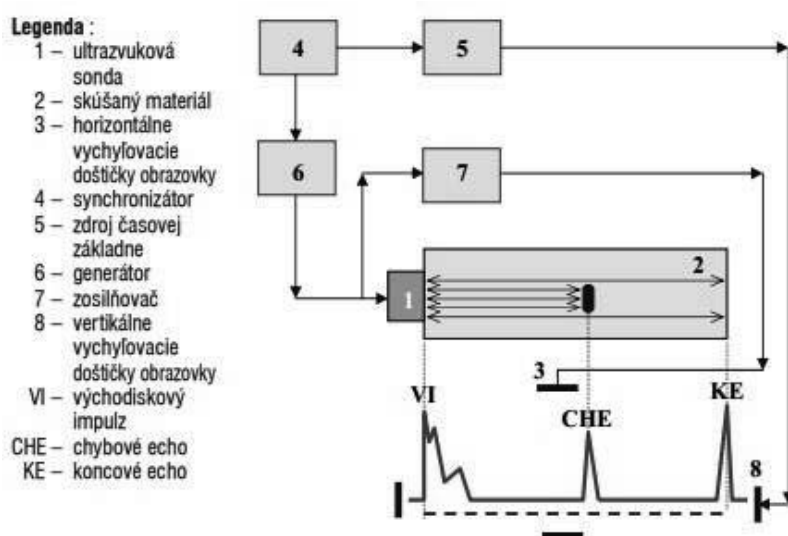
impulzu je možné určiť dráhu (vzdialenosť k chybe) a z veľkosti amplitúdy echa zas môžeme určiť veľkosť chyby. Nevýhodou tejto metódy je, že ultrazvuk musí prekonať dvojnásobnú dráhu oproti reálnej vzdialenosti k chybe čo vedie k vzniku tzv. mŕtveho pásma [3]. Zlepšenie zistiteľnosti chýb v blízkosti skúšaného povrchu pomocou ultrazvukovej odrazovej metódy je možné dosiahnuť použitím dvojitej sondy, kde teoreticky neexistuje mŕtve pásmo, ktoré je zapríčinené vysielacím impulzom. Avšak použitie dvojitej sondy to môže ovplyvniť len do určitej miery, nakoľko v oblasti prieniku vyžarovacích diagramov oboch meničov dvojitej sondy sa zaznamenáva pokles citlivosti [4].

Ultrazvuková odrazová metóda sa rozdeľuje na ultrazvukovú impulzovú metódu a ultrazvukovú rezonančnú metódu. Každá z týchto metód má svoje výhody a nevýhody a taktiež rôzne účely použitia [3].

3.1. Ultrazvuková odrazová impulzová metóda

Impulzová metóda je jednou z najrozšírenejších metód skúšania materiálov pomocou ultrazvuku. Jej výhodou je všestrannosť použitia. Poskytuje najviac informácií o skúšanom materiáli, ako je napríklad štruktúra materiálu, jeho celistvosť, ale aj rozmery. Jej podstatou je meranie rýchlosti šírenia ultrazvukového vlnenia, z ktorej je následne možné stanoviť mechanické vlastnosti materiálu a takisto modul pružnosti v ťahu [4].

Na obr. 5 sa nachádza schéma ultrazvukového odrazového impulzového defektoskopu, z ktorého je zrejмый princíp jej činnosti.



Obr. 5. Ultrazvuková odrazová impulzová metóda [3]

Figure 5. Ultrasonic pulse reflection method [3]

Na generátor a zdroj časovej základne sú súčasne privádzané impulzy zo synchronizátora. Kmity pochádzajúce zo zdroja časovej základne sú privádzané na horizontálne vychyľovacie dosťičky obrazovky a reguluje sa prezvučovaná vzdialenosť zobrazená na obrazovke pomocou ovládacích prvkov zdroja. Elektrické impulzy z generátora sú privádzané na ultrazvukovú sondu, kde prebieha ich premena na ultrazvukové kmity, ktoré sú následne vysielané do skúšaného materiálu. Akustický tlak, ktorý je odrazený od chyby alebo od konca materiálu je

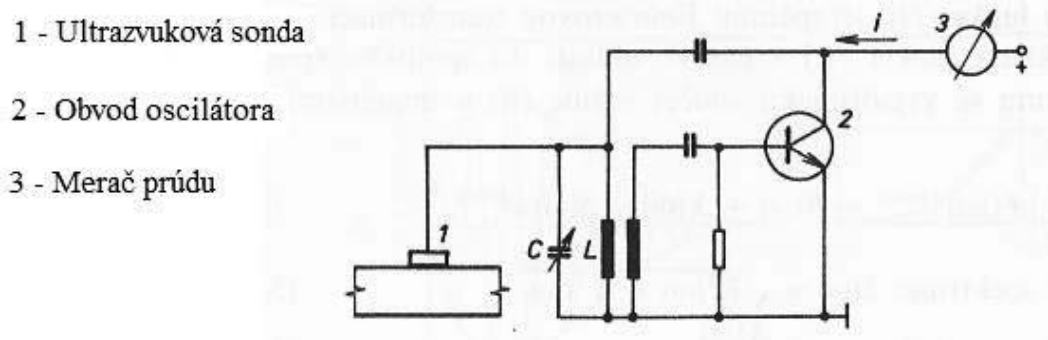
opäť prijatý sondou a následne premenený na elektrické impulzy. Impulzy sú potom cez zosilňovač privedené na vertikálne vychyľovacie doštičky obrazovky. Tým je na obrazovke spôsobené vyvolanie ech, ktorých veľkosť závisí od veľkosti odrazenej energie späť do ultrazvukovej sondy [3].

3.2. Ultrazvuková odrazová rezonančná metóda

Ultrazvuková odrazová rezonančná metóda spočíva v meraní niektorej z vlastných frekvencií skúšaného materiálu (obr. 6), z ktorej je následne možné stanoviť fyzikálne a chemické vlastnosti materiálu. Vlastná frekvencia materiálu je okrem modulu pružnosti závislá od veľkosti vzorky, mernej hmotnosti a tvare skúšanej vzorky [9].

Táto metóda sa vo veľkej miere využíva na skúšanie materiálov homogénnou štruktúrou. Čím je látka homogénnejšia a obsahuje menej vnútorných trhlin alebo väd tým sú výsledky skúšky presnejšie. Využívanie tejto metódy je už v dnešnej dobe zriedkavé, nakoľko sa nahradzuje ultrazvukovou impulzovou metódou [4].

Pri ultrazvukovej rezonančnej metóde sa využívajú stojaté vlny, ktoré vznikajú pri spojitom vysielaní na meranie hrúbky materiálu, pričom frekvencia ultrazvuku sa nastavuje tak, aby sa merná hrúbka materiálu rovnala celému násobku polovičnej dĺžky vlny.



Obr. 6. Ultrazvuková odrazová rezonančná metóda [7]

Figure 6. Ultrasonic reflection resonance method [7]

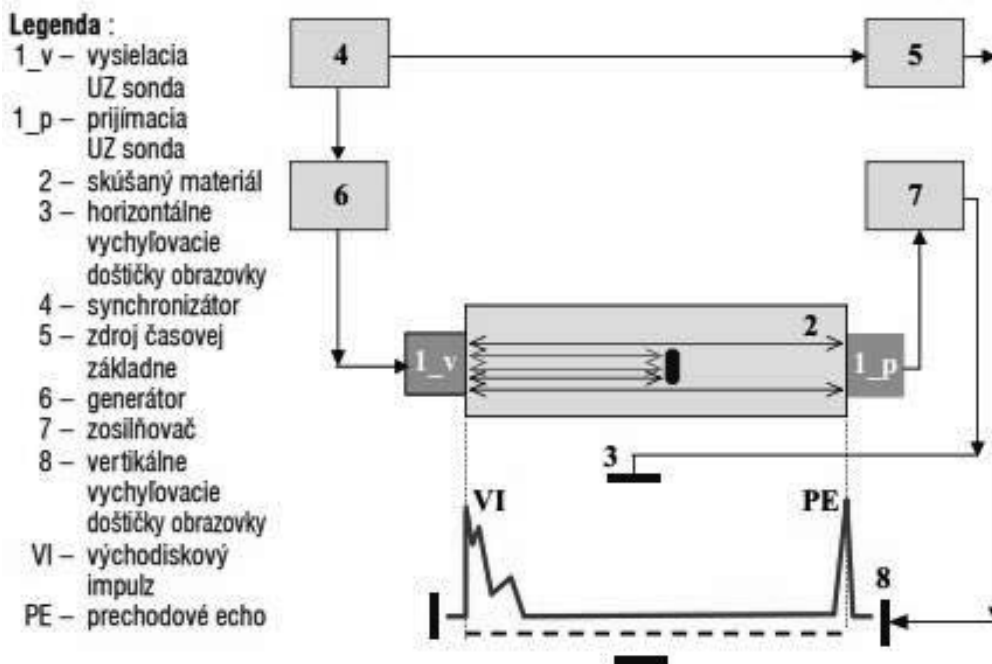
4. ULTRAZVUKOVÁ PRECHODOVÁ METÓDA

Prechodová ultrazvuková metóda (obr. 7) je jednou z najjednoduchších metód skúšania materiálov ultrazvukom. Táto metóda je založená na zoslabení ultrazvuku pri prechode miestom, kde sa v materiáli vyskytuje chyba. Realizuje sa umiestnením vysielajúcej a prijímacej sondy na dva protíahlé povrchy skúšaného materiálu s tým, že vysielajúca sonda vlnenia iba vysiela a prijímajúca sonda prijíma len časť vlnenia ktoré prešlo skúšaným materiálom [3].

Použitie tejto metódy je preto obmedzené iba na súčiastky s vhodnými protíahlými povrchmi. Prítomnosť chýb v materiáli sa prejavuje znížením akustického tlaku, ktorý dopadá na prijímajúcu sondu, čo vedie k zníženiu úrovne prechodového echa. Nevýhodou tejto metódy je nemožnosť rozlíšiť či je pokles akustického tlaku spôsobený zlým akustickým naviazaním, zmenou štruktúry alebo prítomnosťou necelistvostí [10].

Výhodou tejto metódy je neuplatňovanie tzv. mŕtveho pásma, ktoré sa vyskytuje pri odrazovej ultrazvukovej metóde a ovplyvňuje možnosti použitia tejto metódy. Pri tejto metóde

sa využíva spojité ale aj impulzové vysielanie ultrazvuku, pričom prístrojová technika pri použití spojitého vysielania je veľmi jednoduchá a na indikáciu prijímaného signálu postačí ručičkový prístroj. Napriek jednoduchosti prevedenia sa ultrazvukové prechodové prístroje so spojitým vysielaním v súčasnosti už nepoužívajú nakoľko prístroje s impulzovým vysielaním sú vhodnejšie z hľadiska poskytnutia informácií o skúšanom materiáli a oveľa praktickejšie [4].



Obr. 7. Ultrazvuková prechodová metóda [3]

Figure 7. Ultrasonic transient method [3]

5. ZÁVER

Modul pružnosti je jednou zo základných charakteristík všetkých materiálov. V praxi býva modul pružnosti najčastejšie zisťovaný prostredníctvom statických a dynamických skúšok.

Príspevok je zameraný na nedeštruktívne zisťovanie modulu pružnosti za použitia rôznych ultrazvukových metód. Predstavený a definovaný bol ultrazvuk a základné pojmy, ktoré je potrebné poznať pre úplné pochopenie princípu jeho činnosti. Popísané boli rôzne ultrazvukové metódy, vysvetlený ich princíp vrátane schémy jednotlivých ultrazvukových aparátúr daných metód.

V súčasnosti neexistuje veľa prác a odborných článkov zaoberajúcich sa touto problematikou v strojárskom obore. Z tohto dôvodu je preto veľmi dôležité sa tejto problematike viac venovať a zavádzať ju do praxe, nakoľko nám poskytuje možnosť nedeštruktívneho skúmania materiálov ktorá je v dnešnej dobe veľmi žiadaná a je veľký predpoklad, že by mohla nahradiť klasické statické deštruktívne skúšky, ktoré sa dnes na zisťovanie modulu pružnosti využívajú. V praxi by to znamenalo menej odpadu zo skúšobných teliesok statických skúšok, nakoľko ultrazvukové metódy nám poskytujú možnosť zisťovania dynamického modulu pružnosti priamo na konštrukcii.

POĎAKOVANIE

Príspevok vznikol v rámci riešenia spoločného slovensko-poľského projektovo orientovaného vzdelávania - PBL, v súťaži VIII v rámci programu Iniciatíva excelentnosti – Politechnika Śląska, Gliwice ako výsledok spolupráce medzi Politechnikou Slaskou (Poľsko) a Žilinskou univerzitou v Žiline a projektu KEGA č. 004ŽU-4/2023.

LITERATÚRA

1. P. Veles, *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov*. Bratislava: ALFA, 1989.
2. S. Unčák, P. Ševčík, *Modul pružnosti betónu*. Trnava: Betón Racio, s.r.o., 2008.
3. B. Leitner, *Nedeštruktívne skúšanie materiálov - kontrola ultrazvukom*. Slovgas. 2006.
4. J. Obraz, *Zkoušení materiálu ultrazvukem*. Praha: SNTL, 1989.
5. *Phased Array Testing Basic Theory for Industrial Applications*. Waltham: MA: Olympus NDT, 2012.
6. K. Macek, P. Zuna, *Strojárske materiály*. Praha: ČVUT, 2003.
7. R. Klanica, *Geofyzika*. 2013. <http://geofyzika.webz.cz/vlnseism.php>
8. P. Cirkle, D. Kocáb, *Tzbinfo*. 2014. <https://stavba.tzb-info.cz/beton-malty-omitky/10746-dynamicke-a-staticke-moduly-pruznosti-betonu>
9. J. Brozovsky, L. Bodnarova, *Rebound Hammer Tests of High-Strength Concrete: Effects of Internal Stress and the Shape of the Impact Area of the Test Specimens on the Measurement Results*. *Periodica Polytechnica Civil Engineering*. 2019.
10. J. Kukučka, Š. Švehla, *Ultrazvuk a jeho použitie v priemysle*. Bratislava: Slovenské vydavateľstvo technickej literatúry, 1962.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Charakterystyka ortez AFO stosowanych w postaci spastycznej mózgowego porażenia dziecięcego

P. Lacheta^a, A.J. Nowak^b

^a Absolwentka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Inżynieria Materiałowa; e-mail: paulyna.ink@gmail.com

^b Politechnika Śląska Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych, ul Towarowa 7a, 44-100 Gliwice; e-mail: agnieszka.j.nowak@polsl.pl

Streszczenie: Ortezy stawu skokowego (AFO) są powszechnie przepisywane w celu poprawy chodu u dzieci z MPD. Zastosowanie ortozy wśród tej grupy pacjentów wymaga indywidualnego podejścia do procesu projektowania i konstruowania urządzenia ortotycznego. W pracy scharakteryzowano komercyjnie dostępne ortozy. Zbadano także trzy profilowane ortozy AFO z litego arkusza polipropylenu. Ortezy otrzymano od osób trzecich w ramach darowizny na potrzeby realizacji niniejszej pracy. W toku badań oznaczono ich moduł Younga, wytrzymałość na rozciąganie i twardość, ustalono rozkład grubości z wyróżnieniem części spodniej ortozy. Omówiono i przedstawiono wnioski.

Abstract: Ankle braces (AFOs) are commonly prescribed to improve gait in children with MPD. The use of orthosis among this group of patients requires an individual approach to designing and constructing an orthotic device. The paper characterizes commercially available orthoses. Three profiled AFO orthoses of a solid sheet of polypropylene were also tested. The orthoses were received from third parties as a donation for this work. During the tests, Young's modulus, tensile strength and hardness were determined, and the thickness distribution was determined, highlighting the bottom part of the orthosis. The results were discussed, and conclusions were presented.

Słowa kluczowe: orteza, AFO, materiały inżynierski, badania twardości.

1. WSTĘP

Mózgowe porażenie dziecięce (MPD) jest spowodowane zaburzoną działaniem centralnego układu nerwowego. Objawia się to utratą selektywnej kontroli motorycznej i nieprawidłowym napięciem mięśniowym. W wyniku wzrostu, te pierwotne cechy, prowadzą do wtórnych deficytów, tj. trwałe przykurcze mięśni, deformacje kości i zaburzenia chodu. Postępowanie ortotyczne jest znaczącą opcją leczenia wielu schorzeń, które wpływają na chód i postawę. Stanowi ono zwykle część ogólnego programu rehabilitacji, ustalonego dla pacjentów z mózgowym porażeniem dziecięcym. Usprawnianie ruchowe jest nadrzędnym

celem, realizowanym przy pomocy różnego rodzaju zaopatrzenia ortopedycznego. Najczęściej stosowanym przedmiotem zaopatrzenia kończyny dolnej są ortozy stawu skokowego (AFO). Funkcja ortozy sprowadza się do normalizacji wzorców ruchowych, poprawy parametrów chodu i zmniejszenia wydatku energetycznego. W przypadku dzieci ze spastycznym porażeniem mózgowym wieloaspektowe zaburzenia neurorozwojowe wymagają indywidualnego podejścia do optymalizacji właściwości mechanicznych ortozy. Jedną z wielu zmiennych materiałowych, na które można ukierunkować optymalizację spersonalizowanych AFO jest sztywność, definiująca miarę odkształcalności materiału. Zróżnicowanie sztywności ortozy wokół kostki może wpływać na magazynowanie energii, siłę odpychania i wydatek energetyczny podczas chodu. Sztywność może być określona przez szerokie spektrum czynników, tj. właściwości mechaniczne materiału, linie cięcia, grubość materiału i kształt nadbudowy. Typ sztywności ortozy zależy od rodzaju schorzenia, stopnia deformacji stawu skokowego oraz od indywidualnych cech pacjenta tj. siła mięśni, waga i szybkość chodu. Dopasowanie poziomu sztywności ortozy do cech anatomicznych pacjenta pozwala poprawić komfort użytkowania, a także wydajność rehabilitacji, dlatego sterowanie poziomem sztywności ortozy, stanowi przedmiot wielu prowadzonych obecnie analiz.

W pracy scharakteryzowano komercyjnie dostępne ortozy. Zbadano także trzy profilowane ortozy AFO z litego arkusza polipropylenu. W toku badań oznaczono ich moduł Younga, wytrzymałość na rozciąganie i twardość, ustalono także rozkład grubości z wyróżnieniem części spodniej ortozy.

2. ORTEZY KOŃCZYN DOLNYCH


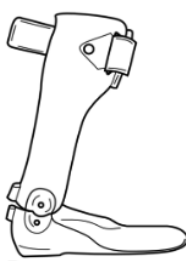

Orteza kończyny dolnej jest specjalistycznym urządzeniem zewnętrznym, stosowanym do segmentu dolnej części ciała. Służy do modyfikowania strukturalnych i funkcjonalnych właściwości układu nerwowo-mięśniowego oraz szkieletowego. Jej działanie opiera się na biernej kontroli ruchu poprzez poprawne prowadzenie i/lub unieruchomienie kończyny, stawu bądź segmentu ciała. Funkcją ortozy jest wspomaganie ruchu lub jego ograniczenie w danym kierunku, zmniejszenie siły nośnej, skorygowanie deformacji elastycznych i zapobieganie postępowi deformacji stałych oraz pomoc w rehabilitacji po złamaniach, aby ułatwić poruszanie się lub zmniejszyć ból. Ortezy kończyny dolnej można sklasyfikować według akronimu uwzględniającego objęte nimi stawy anatomiczne. Zgodnie z tym podziałem wyróżniamy ortezę: stopy (FO), skokowo-stopową (AFO), kolanową (KO), kolanowo-skokowo-stopową (KAFO), biodrową (HpO), biodrowo-kolanową (HKFO) i biodrowo-kolanowo-skokowo-stopową (HKAFO). Ortezy można podzielić także ze względu na pełnione przez nie funkcje na: stabilizująco-wspomagające, korekcyjne, odciążające, czynne funkcjonalne oraz profilaktyczne. Do grupy ortez stabilizująco-wspomagających należą wszystkie aparaty, które odpowiadają za stabilne podparcie ciała, prawidłowe ustawienie kończyny, polepszenie efektywności ruchów i ograniczenie nadmiernego zakresu ruchu w stawach. Ortezy korekcyjne w wyniku działania na układ stawowo-mięśniowy zmniejszają lub całkowicie eliminują wrodzone lub nabyte deformacje kończyny. W przypadku konieczności zmniejszenia bądź całkowitej eliminacji obciążenia niesprawnych struktur podporczych, jak również ograniczenia nacisków wywieranych na te struktury przez masę ciała stosuje się ortozy odciążające. Zadaniem ortez czynnych funkcjonalnie jest aktywowanie za pomocą zewnętrznego efektora odpowiedniej funkcji kompensacyjnej kończyny, będącej w danej fazie ruchu. Funkcja ortez profilaktycznych sprowadza się do zapewnienia odpowiedniego ustawienia elementów kończyny w sytuacji patologicznej lub pooperacyjnej, dzięki redukcji nacisków wywieranych na układ mięśniowo-szkieletowy [1-3].

3. TYPY ORTEZ AFO

Niedowłady spastyczne i wiotkie oraz stopa końsko- szpotawa to przykłady schorzeń w których dobrze sprawdza się orteza skokowo-goleniowa (AFO). Zależnie od zmian chorobowych i stopnia deformacji stawu skokowego stosuje się różne typy i odmiany funkcjonalne ortez, determinujące ich przeznaczenie oraz zadania spełniane w kompleksowym procesie leczenia. Odpowiednie dopasowanie ortozy stanowi kluczowy element wpływający na efektywność procesu usprawniania. W tabelicy 1 przedstawiono typy ortez AFO, które są najczęściej stosowane w spastycznej postaci porażenia mózgowego oraz scharakteryzowano, pełnione przez nie funkcję [2, 3].

Tablica 1. Charakterystyka ortez AFO [4, 5]

Table 1. Characteristics of AFO orthoses [4, 5]

Typ ortozy	Zakres	Działanie	Funkcje podczas chodu
Szttywne AFO (SAFO)	Obejmuje staw skokowy i stopę. Zapewnia tylnie podparcie podudzia.	Blokada ruchomości stawu skokowego we wszystkich płaszczyznach. Ustawienie stawu skokowego w pozycji neutralnej.	Zwiększenie długości kroku oraz prędkości chodu. Zmniejszenie siły wybicia stawu skokowego podczas końcowej fazy podporu. Obniżenie kosztu energetycznego związanego z chodem. Korekcja ustawienia stawu kolanowego w stadium podporu oraz przenoszenia.
			
AFO z zawiasem (HAFO)	Obejmuje staw skokowy i stopę. Zapewnia tylnie podparcie podudzia.	Ograniczenie ruchomości stawu skokowego przez stosowanie blokad. Umożliwienie wykonywania ruchów zgięcia podeszwowego i grzbietowego, z jednoczesnym ograniczeniem ruchu w płaszczyźnie czołowej i poprzecznej.	Zwiększenie długości kroku oraz prędkości chodu. Zwiększenie siły wybicia. Obniżenie kosztu energetycznego związanego z chodem. Zwiększenie zakresu ruchu w stawie kolanowym i skokowym podczas podporu i przenoszenia. Zapewnienie możliwości poszerzenia zdolności ruchowych.
			
Dynamiczne AFO (DAFO)	Obejmuje staw skokowy dolny.	Korekcja nieutralonych deformacji stopy. Stabilizacja stawu skokowego dolnego w płaszczyźnie czołowej. Zapewnienie pełnego zakres ruchów w stawie skokowym górnym.	Zwiększenie zakresu zgięcia i wyprostu w stawie skokowym podczas fazy podparcia. Umożliwienie odbicia przed fazą wymachu. Zwiększenie wydatku energetycznego podczas chodu.
			

cd. Tablica 1.

cd. Table 1.

AFO sił reakcji podłoża (GRAFO)	Obejmuje goleń, staw skokowy i stopę.		<p>Oddziaływanie sił reakcji podłoża na przednią część stopy podczas przetaczania. Nieodpowiednia dla pacjentów z przykurczem w stawie kolanowym powyżej 15°.</p>	<p>Zwiększenie długości i częstotliwości kroków oraz prędkości chodu. Wspomaganie wyprustu w stawie kolanowym.</p>
AFO z dynamiczną tylną częścią (PLS AFO)	Obejmuje goleń, staw skokowy i stopę.		<p>Poprawa zakresu ruchu w stawie skokowym i kolanowym.</p>	<p>Zwiększenie momentu zgięciowego w stawie kolanowym- zwiększenie prędkości chodu. Stabilizacja stawu kolanowego. Wspomaganie zgięcia grzbietowego w fazie wymachu. Wzmocnienie fazy odbicia. Zmniejszenie wydatku energetycznego podczas chodu.</p>

4. CHARAKTERYSTYKA ORTEZ DOSTĘPNYCH NA RYNKU

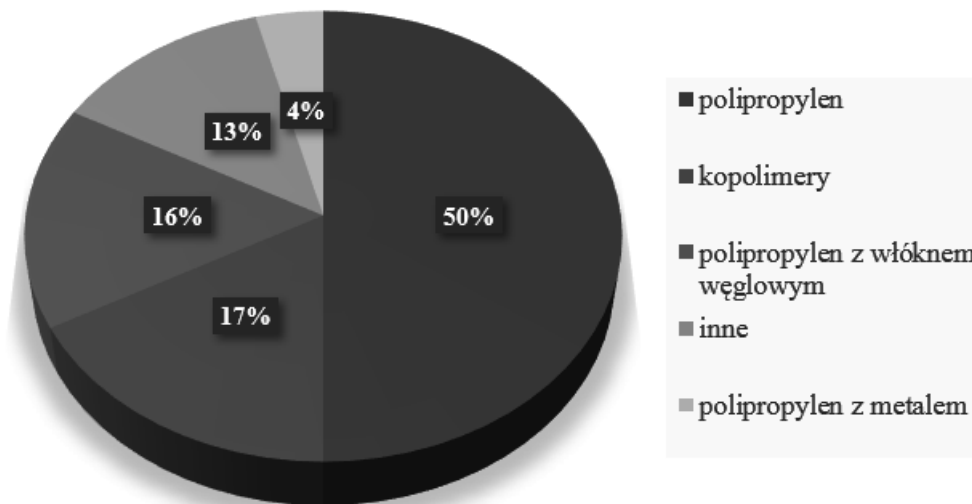
Komponenty stosowane w konstrukcji ortozy można sklasyfikować według czterech kategorii na [6, 7]:

- elementy interfejsu, będące w bezpośrednim kontakcie z użytkownikiem, odpowiedzialne za przenoszenie sił wymaganych do prawidłowego działania i pomagające utrzymać ortezę na miejscu, np.: łuski, wkładki, paski, zapięcia, a czasami także buty;
- elementy przegubowe, definiowane jako złącza, które mają na celu kontrolować dopuszczalny ruch stawu w ortezie, umożliwiając monocentryczną lub policentryczną oś obrotu, dostępne w różnych konfiguracjach- najprostsza to złącze jednoosiowe z mechanizmem blokującym, ruch w określonej płaszczyźnie, obejmują: zamki, mechanizmy ograniczające, mechanizmy wspomagające/oporowe;
- elementy strukturalne, łączą interfejs z komponentami przegubowymi, ich funkcja sprowadza się do utrzymania wyrównania ortozy (np. kolumny);
- elementy kosmetyczne, są środkiem zapewniającym kolor i teksturę ortezom, to różnego rodzaju wypełniacze, osłony, pokrowce oraz wzory lub obrazy osadzone w materiale.

W praktyce ortotycznej stosuje się szeroki zestaw materiałów, obejmujący: polimery termoplastyczne i termoutwardzalne, kompozyty, elastomery, polimerowe tworzywa piankowe, metale, skórę, tkaniny oraz korek. Większość ortez zbudowana jest z kilku materiałów o różnych właściwościach mechanicznych. Materiały mogą być łączone ze sobą poprzez bycie zszywane, nitowanie lub sklejanie. Aby zrozumieć zalecane procedury projektowania i wytwarzania, ważna jest podstawowa wiedza na temat właściwości materiałów oraz znajomość zasad biomechanicznych odnoszących się do prawidłowego i zaburzonego funkcjonowania kończyny. Przy doborze materiału, rozpatruje się charakterystykę schorzenia, wiek, wagę i potrzeby pacjenta oraz uwzględnia szereg ważnych cech materiałowych, takich jak: wytrzymałość, sztywność, trwałość, gęstość i odporność na korozję [6, 7].

Według statystyk, polipropylen jest najczęściej stosowanym materiałem na ortezę kończyn

dolnych dla dzieci. Zastosowanie PP w ortotyce dziecięcej stanowi aż 50% wszystkich materiałów (Rys. 1).



Rysunek 1. Materiały stosowane w praktyce ortotycznej [8]

Figure 1. Materials used in orthotic practice [8]

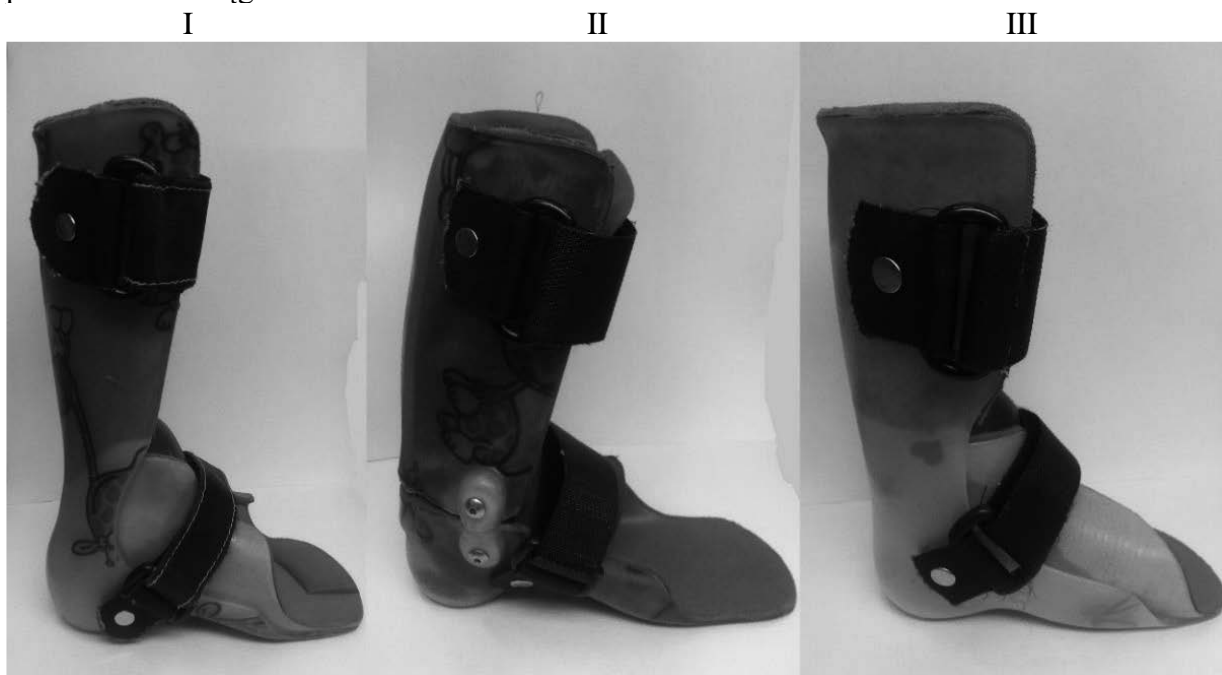
Typowy profil grubości wokół stopy i obszaru kostki dla ortez z polipropylenu wynosi [8 - 10]:

- 3 mm - ortozy stóp (FO) i ortozy stawu skokowego (AFO) dla dzieci i lekkich pacjentów (60- 65 kg i mniej) oraz ortozy kończyn górnych,
- 4 mm - FO, AFO i ortozy stawu kolanowego (KAFO) dla pacjentów o średniej masie ciała (65- 80 kg),
- 5 mm - AFO i KAFO dla pacjentów o dużej masie ciała (powyżej 80 kg).

Grubość powinna być dobrana zgodnie z pożądaną sztywnością (lub elastycznością) całego urządzenia, w zależności od stopnia deformacji oraz masy i potrzeb biomechanicznych dziecka. Podczas doboru uwzględnia się nieprawidłowości w przenoszeniu masy ciała, naprężenia występujące podczas chodu i wymagany poziom stabilizacji stawu skokowego. Pomimo, iż zastosowanie polipropylenu na ortozy przynosi radykalną poprawę w stosunku do urządzeń metalowych i skórzanych, które go poprzedzały, to badania wskazują, że istnieją ograniczenia dotyczące wykorzystania polipropylenu w zapewnianiu odpowiedniego wsparcia mechanicznego, zachowaniu dobrej kondycji skóry i ogólnego komfortu użytkownika. Samopoczucie pacjenta stanowi istotny czynnik, warunkujący powodzenie procesu rehabilitacji. Tymczasem, często zdarza się tak, że w chwili gdy małe dziecko otrzyma przypisaną do jego schorzenia ortezę to nie chce jej nosić. Odczuwa dyskomfort związany z jej złym wyważeniem, uciskiem prowadzącym do uszkodzeń skóry i/lub nadmierną potliwością, przegrzaniem oraz odparzeniami. Odpowiedzią na te wskazania- potrzeby są obecnie prowadzone liczne badania dotyczące modyfikacji materiału i ukształtowania geometrii ortozy, w taki sposób, by spełniała swoje funkcje związane z rehabilitacją, a jednocześnie była wygodna w użytkowaniu. W ramach charakterystyki ortez z litego arkusza polipropylenu zbadano 3 profilowane ortozy AFO (Rys. 2). Ortezy otrzymano od osób trzecich w ramach darowizny na potrzeby realizacji niniejszej pracy.

Z podeszwy każdej ortozy wycięto 3 reprezentatywne próbki, a następnie oznaczono wytrzymałość na rozciąganie (Rys. 3), moduł Younga, twardość metoda kulkową (Rys. 4) oraz wykonano mapki rozkładu grubości. Statyczną próbę rozciągania wykonano przy użyciu

maszyny wytrzymałościowej Zwick/Roell Z020, zgodnie z normą PN-EN ISO 527. Badanie polega na jednoosiowym odkształceniu (do momentu zerwania) znormalizowanych próbek, ze stałą szybkością i rejestrowaniu zależności przyrostu ich długości od wielkości siły rozciągającej. W próbkach stosowanych do badań można wyróżnić: części chwytowe, pozwalające na zamocowanie próbek w szczękach maszyny i część pomiarową, która jest poddawana rozciąganiu.



Rysunek 2. Zdjęcia ortez wykorzystanych do badań
Figure 2. Pictures of the orthoses used for the tests



Rysunek 3. Przykładowe zdjęcia z oznaczania wytrzymałości na rozciąganie
Figure 3. Example photos of tensile strength determination

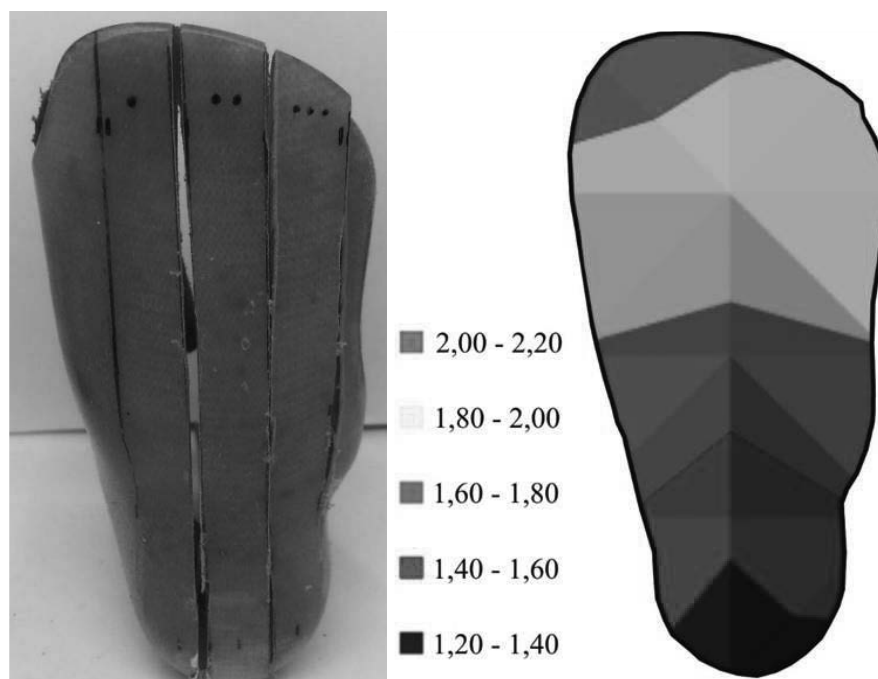
Badanie twardości przeprowadzono przy użyciu twardościomierza Zwick 3106, zgodnie z normą PN EN ISO 2039-1:2003. Oznaczanie twardości tą metodą polega na wciskaniu pod określonym obciążeniem wgłębnika (w postaci kulki wykonanej ze stali lub węglików) w tworzywo, a następnie na pomiarze uzyskanego odcisku. Głębokość odcisku jest mierzona pod obciążeniem działającym w czasie 30s.



Rysunek 4. Twardościomierz Zwick 3106

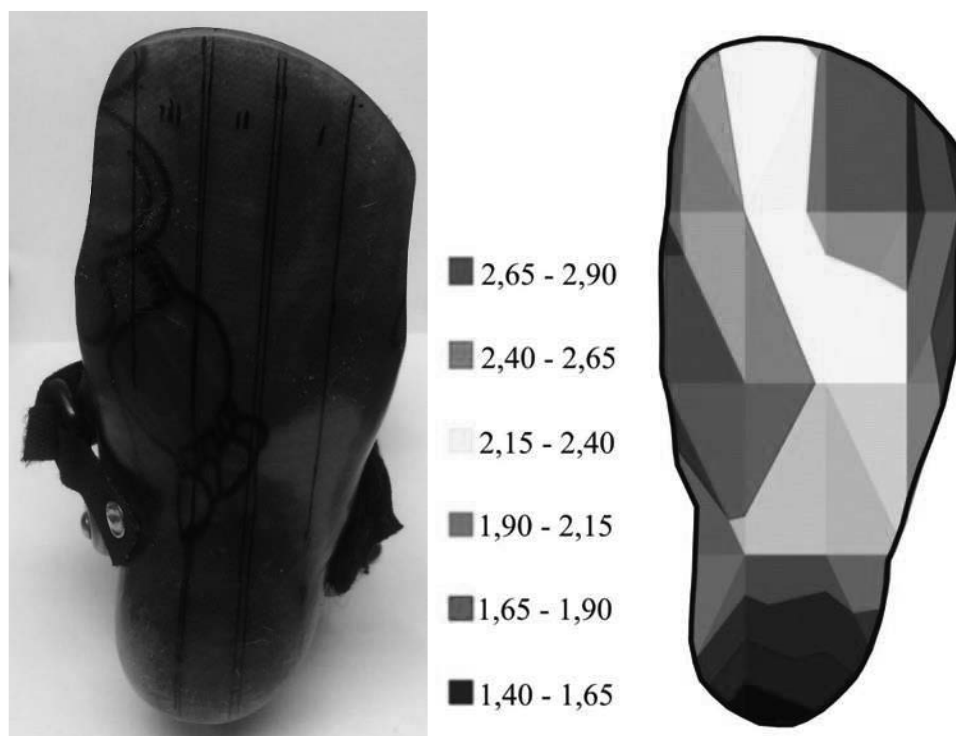
Figure 4. Zwick 3106 hardness tester

Na rysunkach 5-7 przedstawiono mapki rozkładu grubości badanych ortez oraz wykresy uzyskane podczas statycznej próby rozciągania próbek wyciętych z ortez. Natomiast w tablicy nr 2 zestawiono uśrednione wartości wytrzymałości na rozciąganie i modułu Younga.

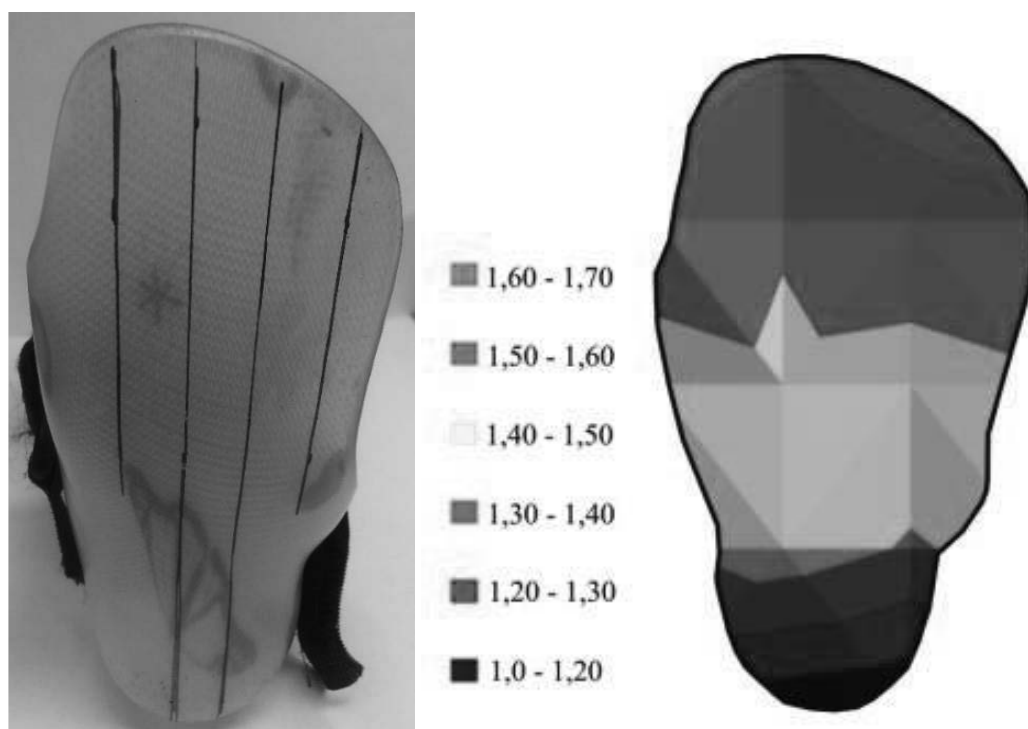


Rysunek 5. Zdjęcie poglądowe ortozy I i rozkład grubości [mm]

Figure 5. Illustrative photo of orthosis I and thickness distribution [mm]



Rysunek 6. Zdjęcie poglądowe ortozy II i rozkład grubości [mm]

Figure 6. Illustrative photo of brace II and thickness distribution [mm]

Rysunek 7. Zdjęcie poglądowe ortozy III i rozkład grubości [mm]

Figure 7. Orthosis III and thickness distribution [mm]

Tablica 2. Charakterystyka wytrzymałościowa ortezy I, II i III
 Table 2. Strength characteristics of the orthosis I, II i III

Lp.	Wytrzymałość na rozciąganie; MPa	Moduł Younga; MPa	Twardość metoda kulkową 132N; N/mm ²
I	27	1045	22,5
II	31	870	51,3
III	11	307	-----

Wykonane badania dowodzą, że formowanie ortezy z litego arkusza materiału daje możliwość uzyskania różnych grubości skorupy, zarówno wzdłużnie, jak i poprzecznie. Najczęściej jednak zachodzi to w sposób przypadkowy i jest mocno uzależnione od doświadczenia osoby wykonującej dany osprzęt medyczny. Niestety, pomimo możliwości sterowania grubością ortezy w przypadku niektórych dzieci z MPD termoplastyczne, lite AFO nie są wystarczająco mocne i sztywne, aby odpowiednio ograniczyć zakres ruchu w kostce- nie ma nieskończonej ilości materiału w arkuszach. Dodatkowe metalowe usztywnienie pomaga zwalczyć ten problem, ale jest ciężkie i nieporęczne, przez co nie nadaje się do zastosowań pediatrycznych. Alternatywę stanowią materiały kompozytowe, składające się z polimerowej matrycy i wzmocnienia w postaci włókien, które są otrzymywane metodą laminowania na mokro lub impregnowaną żywicą. Taka procedura jest czasochłonna i szkodliwa, a powstałe w ten sposób ortezy są nieporęczne, czasem ciężkie i nie mogą być później modyfikowane. Idealny materiał na ortezę dziecięcą powinien więc odznaczać się:

- lekkością (aby zapewnić optymalną wydajność i wygodę),
- pożądaną grubością/sztywnością bez znacznego zwiększania objętości (co umożliwi idealne dopasowanie do obuwia),
- dostępnością w wielu różnych sztywnościach (aby zapewnić odpowiednie dopasowanie materiału do aktywności pacjenta i/lub patologii),
- możliwością łatwej i wielokrotnej regulacji i modyfikacji własności (istotne w aspekcie ekologicznym i ekonomicznym),
- trwałością (odpornością na pełzanie i spłaszczanie się podczas użytkowania),
- łatwością formowania, – stosunkowo niską ceną.

Odpowiedzią na postawione oczekiwania mogą stać się materiały kompozytowe o polimerowej, termoplastycznej osnowie wzmocnionej włóknem. Stosowany termin „termoplastyczny” odnosi się do dowolnego materiału polimerowego lub mieszanki materiałów, która mięknie podczas ogrzewania, zestala się po ochłodzeniu i może być kształtowana termicznie przez zastosowanie ciepła i ciśnienia. Gama materiałów przydatnych w tym względzie obejmuje m.in.: polipropylen, polietylen oraz ich związki i pochodne, a także kopolimery (np. kopolimer etylenu i octanu winylu). Fazę wzmacniającą mogą stanowić włókna węglowe, szklane, aramidowe, metalowe lub ceramiczne. Chociaż urządzenia z tych materiałów są kształtowane termicznie, zauważa się, że mają one tendencję do przeciwstawiania się pełzaniu ze względu na zwiększoną wytrzymałość zapewnianą przez włókniste wzmocnienie. Zaproponowane rozwiązanie cechuje się wysokim stosunkiem wytrzymałości do masy, trwałością i różnorodnością tworzenia kombinacji materiałów o szerokim spektrum sztywności. Ponadto, jeśli wymagane jest dostosowanie urządzenia w trakcie użytkowania istnieje możliwość jego rozgrzania lub wypełnienia. Aby móc wykorzystać potencjał

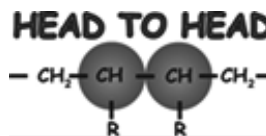
tego typu materiałów do zastosowań ortotycznych należy wskazać na wykonalne, bezpieczne i opłacalne metody wytwarzania ortez o kontrolowanym rozkładzie sztywności.

4. POSUMOWANIE

Na rynku dostępne są gotowe ortozy AFO, jak i te wykonane indywidualnie dla konkretnego pacjenta. W przypadku spastyczności kończyn dolnych, zasadne jest zastosowanie spersonalizowanych ortez AFO, które pozwalają na zróżnicowanie sztywności w wybranych obszarach skorupy. Sterowanie poziomem sztywności pozwala na dostrojenie poszczególnych faz przypadających na cykl chodu, poprawia komfort użytkowania, a także umożliwia poprawę wydajności leczenia. Sztywność może być definiowana przez właściwości mechaniczne materiału, linie cięcia, grubość materiału i kształt nadbudowy. W pracy wskazano deficyt dostępnych rozwiązań spełniających oczekiwania stawiane materiałom przeznaczonym na ortozy dziecięce i konieczność opracowania nowych w pełni funkcyjnych rozwiązań materiałowych.

Uwagi ogólne:

Niniejsze opracowanie powstało dzięki realizacji pracy dyplomowej realizowanej w ramach działań naukowo-badawczych Studenckiego Koła Naukowego Przetwórstwa Tworzyw Sztucznych i Kompozytów „HEAD TO HEAD” działającego przy Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych na wydziale Mechanicznym Technologicznym.



LITERATURA

1. Z. Bartkowiak, A. Łuczak-Piechowiak i inni, Metody zaopatrzenia ortopedycznego stosowane u dzieci z mózgowym porażeniem dziecięcym, Physiotherapy, 2008.
2. Y. Jina, J. Plotta, R. Chena, J. Wensmanc, A. Shih, Review of the Traditional and Additive Manufacturing of Custom Orthoses and Prostheses, Elsevier, 2015.
3. B. Przeździak, Zaopatrzenie rehabilitacyjne, Via Medica, Gdańsk, 2003.
4. J. Richards, M. Whittle, D. Levine, Analiza chodu, Urban & Partner, Wrocław, 2014.
5. P. Wojciechowska, A. Starz, Zastosowanie ortez skokowo-goleniowych w zaburzeniach chodu dzieci z postacią spastyczną mózgowego porażenia, Rehabilitacja w praktyce, 2018.
6. B. Przeździak, W. Nyka, Zastosowanie kliniczne protez, ortoz i środkówpomocniczych, Via Medica, 2008.
7. M. S. Wong, B. H. Beygi, Y. Zheng, Materials for Exoskeletal Orthotic and Prosthetic Systems, Encyclopedia of Biomedical Engineering, Elsevier, 2019.
8. H. K. Surmen, N. E. Akalan, Y. Z. Arslan, Design, Manufacture, and Selection of Ankle-Foot-Orthoses, Encyclopedia of Information Science and Technology, IGI, 2018.
9. J. Muriel, F. Sánchez, F. Sánchez, D. Salgado, Advances in Orthotic and Prosthetic Manufacturing: A Technology Review, Materials, MDPI, 2020.
10. Strona <https://lermagazine.com/special-section/conference-coverage/ankle-foot-orthoses> dostęp 04.01.2023



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Symulacja komputerowa rozkładu naprężeń występujących w stepie rehabilitacyjnym

D. Lazaj^a, G. Piekarski^a, A. Sasiela^a, Ł. Lomania^b, W. Mikołajko^c, A. Dziwis^c, A. Śliwa^c, M. Sroka^c

^a Student - Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,

e-mail: dawilaz301@student.polsl.pl, grzepie926@student.polsl.pl,

agnisas480@student.polsl.pl

^b Student - Politechnika Śląska, Wydział Elektryczny,

e-mail: lukalom979@student.polsl.pl

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,

e-mail: wojciech.mikolajko@polsl.pl, agata.sliwa@polsl.pl, amadeusz.dziwis@polsl.pl, marel.sroka@polsl.pl

Streszczenie: Przedmiotem pracy była symulacja komputerowa własności mechanicznych występujących w stepie rehabilitacyjnym, który wykorzystywany jest do ćwiczeń oraz sesji rehabilitacyjnych pod wpływem wykonywania różnych ćwiczeń. Wyrób ten wykorzystywany jest zarówno jako sprzęt rehabilitacyjny jak i sportowy. Symulację komputerową wykonano przy pomocy metody elementów skończonych w programie Ansys.

Abstract: The subject of this study was the computer simulation of the mechanical properties occurring in a rehabilitation stepper, which is used for exercise and rehabilitation sessions under the influence of performing various exercises. This product is used both as rehabilitation and sports equipment. The computer simulation was performed using the finite element method in Ansys.

Słowa kluczowe: MES, CAD, Ansys, symulacja komputerowa, sprzęt rehabilitacyjny.

1. Wprowadzenie

Sprzęt rehabilitacyjny to grupa produktów o bardzo ważnym znaczeniu w medycynie oraz fizjoterapii. Materace, maty, rotory, piłki, stopy czy rowerki rehabilitacyjne stanowią niezbędny element procesu rehabilitacji wielu pacjentów. Są to osoby po wypadkach bądź też kontuzjach, pacjenci z różnymi schorzeniami oraz osoby starsze, którym korzystanie z różnego rodzaju sprzętu może znacząco pomóc w utrzymaniu zdrowia i dobrej kondycji.

Z ekonomicznego punktu sprzęt rehabilitacyjny jest dobrem o dużym popycie z tendencją wzrostową. Globalny rynek urządzeń medycznych, w których skład wchodzi także sprzęt rehabilitacyjny, w 2018 roku był wart 425 mld dolarów. Według prognoz Fortune Business Insights do roku 2025 jego wartość ma wzrosnąć do około 615 mld dolarów. Wzrost wynika głównie ze zmian demograficznych, tzn. społeczeństwa starzejącego się oraz niezdrowego stylu życia, który znacząco przyczynia się do rozwoju wielu chorób [1].

Sprzęt rehabilitacyjny potrzebny jest wielu klientom z różnych grup wiekowych, tak więc poszczególne produkty, np. stopy powinny stanowić obiekt zainteresowania inżynierów.

Dzięki temu na podstawie badań czy też symulacji można ulepszać takie produkty, by mogły one dłużej i lepiej służyć klientom. Na rysunku pierwszym przedstawiono stop rehabilitacyjny.



Rys. 1. Przykładowe wykorzystanie stopu w praktyce [2]

Fig. 1. An example of step utilization in practice [2]

Stopy rehabilitacyjne wykonywane są z polipropylenu [3]. Polipropylen to tworzywo sztuczne posiadające wysoką wytrzymałość oraz twardość. Jest odporny chemicznie na wiele substancji.

Zakres temperatury pracy to 20 °C - 100 °C. Granica plastyczności to 32 Mpa, moduł sprężystości ma wartość 1300 MPa. Twardość w skali Shore'a to D72. Co więcej, polipropylen to jeden z najlżejszych tworzyw sztucznych, jego gęstość wynosi 0,92 g/cm³ [4, 5].

Dzięki wytrzymałości polipropylen nadaje się do wytwarzania tego rodzaju stopów.

Stop rehabilitacyjny jest konstrukcją, która w trakcie cyklu swojego życia jest regularnie poddawana działaniu sił zewnętrznych, które są przykładane przez trenujące z jego użyciem osoby. Te siły prowadzą dalej do powstawania wewnątrz wyrobu i rozprzestrzeniania się w nim naprężeń wewnętrznych. W procesie projektowania tego typu przyrządów kluczowe jest, by przewidzieć jak konstrukcja zachowa się w różnych warunkach. Nieprawidłowe złożenie konstrukcji może przynieść tragiczne skutki i negatywnie wpłynąć na ludzkie życie i zdrowie, zamiast przyspieszyć proces rehabilitacji, do którego jest przeznaczona.

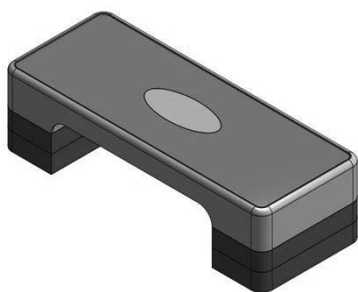
Proces projektowania CAD (*ang. Computer Aided Design*) jest techniką modelowania z wykorzystaniem komputerowego wspomaganie, która umożliwia symulowanie możliwych scenariuszy, jakie mogą się nadarzyć w trakcie korzystania z wyrobu. Następuje to poprzez przybliżenie modeli teoretycznych, które odpowiadają za rozprzestrzenianie się naprężeń, z wykorzystaniem inżynierskich obliczeń konstrukcyjnych (*ang. Computer Aided Engineering*). Oddziaływanie na materiał sił zewnętrznych to zjawiska, w których do oceny

zmian stanu materiału wykorzystuje się metody numeryczne. Uzyskiwane tymi metodami wyniki są osiągnięte dużo szybciej niż metodami analitycznymi i pozwalają na zaoszczędzenie nakładów pracy i minimalizację wykorzystywanych prototypów wyrobu.

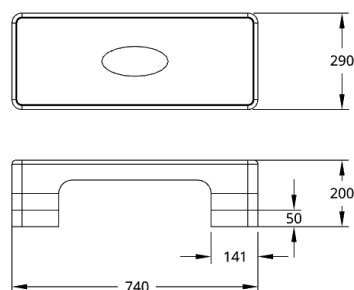
Jedną z najpowszechniej stosowanych metod numerycznych w inżynierskich obliczeniach konstrukcyjnych za pomocą programów komputerowych jest Metoda Elementów Skończonych (MES). Jest ona często stosowana w symulacji wytrzymałości materiałów, jako iż pozwala ona na wyznaczenie naprężeń, przemieszczeń czy odkształceń w układach o skomplikowanej geometrii. Istotą tej metody jest sprowadzenie modelu do tak zwanej siatki dyskretyzacji. Zabieg ten zakłada uproszczenie zadanego wyrobu do skończonej liczby elementów, po których roznoszą się naprężenia, a ich wartości obliczane są w kolejnych węzłach siatki. Analiza z wykorzystaniem MES pozwala na uzyskanie istotnych informacji na temat przebiegu procesów i o zachowaniu się całego układu w trakcie nadawania na niego zmiennej w czasie siły jak i na ustalenie jego stanu po całym procesie. To wszystko na podstawie informacji uzyskiwanych w poszczególnych punktach konstrukcji. Metoda ta może być bardzo dokładna, a na jej efektywność przełożenie ma przede wszystkim odpowiednie określenie warunków brzegowych oraz odpowiednie dostosowanie siatki, poprzez między innymi zagęszczenie jej i zmniejszenie jej elementów na styku różnych elementów danej konstrukcji. Programy umożliwiające korzystanie z tej metody, takie jak stosowany w ramach tej pracy ANSYS, umożliwiają korzystanie z bogatych bibliotek materiałowych oraz na zdefiniowanie własnych materiałów konstrukcyjnych, celem jak najlepszego symulowania danego zjawiska, a tym samym osiągnięcia jak największej dokładności [6, 7, 8].

2. SYMULACJA KOMPUTEROWA

Analizie poddano step rehabilitacyjny o trzech różnych wysokościach 10, 15, 20 cm oraz wpływ wykonywanego ćwiczenia, pozycja: deski, pompki i stojąca, na rozkład naprężeń, przemieszczeń oraz odkształceń. W celu wykonania symulacji komputerowej wykonano model CAD 3D wykorzystując oprogramowanie Onshape. Geometrię stepa (Rys. 2.) wykonano o wymiarach zewnętrznych takich jak podane na rysunku 3. Wymiary te odpowiadają przeciętnym wymiarom dostępnych rynkowo produktów [9-12].



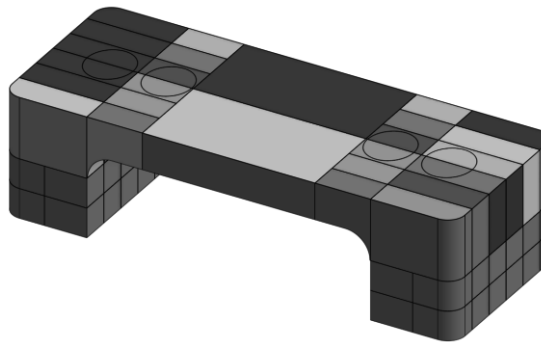
Rys. 2. Rzut izometryczny modelu CAD stepa.
Fig. 2. Isometric view of the step CAD model.



Rys. 3. Wymiary zewnętrzne stepa.
Fig. 3. External dimensions of the step.

Na podstawie modelu bryłowego wykonano obiekt powłokowy ze względu na strukturę wewnętrzną brył składowych, to znaczy górnej części, jak i modułów służących regulacji wysokości. Na wykonanym obiekcie powłokowym wyizolowano 4

powierzchnie równoodległe od środka górnej płaszczyzny stopa, kolejno o 180 mm i 275 mm leżące na osi symetrii na najdłuższej szerokości obiektu, co odpowiada zmierzonym i uśrednionym wartościom kolejno dla pozycji deski, jak i pompki dla osób młodych (w przedziale wiekowym 20-25 lat). Niezależnie od wzrostu, masy i płci osoby ćwiczącej. Wyizolowane powierzchnie mają za zadanie odwzorować uśrednione wartości powierzchni śródreżca osoby opierającej się o urządzenie i są owalami o wymiarach średnic 75x85 mm. Obszary te będą stanowiły miejsce przyłożenia działających sił. Tak przygotowany model powierzchniowy zaprezentowano na rysunku 4.



Rys. 4. Model powierzchniowy przygotowany do obliczeń MES.

Fig. 4. Surface model prepared for FEM calculations.

Model powierzchniowy przygotowano w 3 wersjach: wyłącznie segmentu górnego – wysokość 10 cm, segmentu górnego z dostawionym jednym poziomem modułów regulacji wysokości – wysokość 15 cm i segmentu górnego z 2 poziomami modułów regulacji wysokości, stanowiącego całość zestawu stopa o wysokości 20 cm. Na powierzchnie boczne zewnętrzne i górne powierzchni przystawianych modułów nadano grubość 4mm, na powierzchnie żeber – 2 mm, natomiast dla górnej powierzchni przyjęto grubość 5 mm. Materiał wykorzystany do analiz to polipropylen o wartościach modułu Younga równym 1,461 GPa i współczynnika Poissona 0,40870. Granica plastyczności tego materiału wynosi 24 MPa [13]. Przyjmując podane parametry można uzyskać masę całkowitą na poziomie około 3,65 kg, która również odpowiada masom dostępnych rynkowo urządzeń [9-12].

Symulacje komputerową wykonano w środowisku Ansys Mechanical dla osoby o masie 200 kg. Jak sprawdzono na grupie osób w wieku 20-25 lat niezależnie od płci, wzrostu, czy masy ciała, masa człowieka podczas tego typu ćwiczeń rozkłada się na ręce w wysokości około 70% masy całkowitej, co oznacza siłę działającą na jeden owal odpowiadającą $\frac{1}{2} * 9,81 * 200 * 0,7 = 686,7$ N.

Rozpatrzono również stanięcie w rozkroku na tego typu urządzeniu w celu wykorzystania go jako stopień do ćwiczeń przy działającej sile $9,81 * 200 = 1962$ N na sumaryczny obszar dwóch prostokątów o wymiarach 90x190,67 mm.

3. WYNIKI SYMULACJI KOMPUTEROWEJ

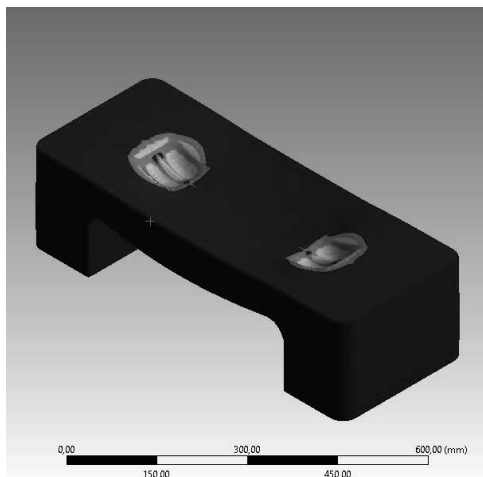
Z przeprowadzonych symulacji uzyskano barwne mapy rozkładu naprężeń występujące w stepie rehabilitacyjnym (Rys. 5). Przeprowadzone analizy pozwoliły określić wpływ rodzaju ćwiczenia jak wysokości stepa na wielkość naprężeń. Wyniki skompletowano w tabeli numer. Kumulacja naprężeń występuje na żebrach konstrukcji, które znajdują się po przeciwnej stronie przyłożenia siły (Rys. 6).

Tab. 1. Wyniki maksymalnych naprężeń [MPa] zarejestrowanych podczas symulacji.

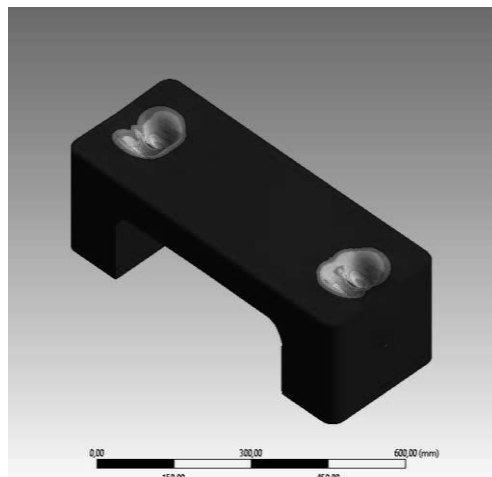
Tab. 1. Results of maximum stresses [MPa] recorded during simulation.

Wysokość stepa [cm] / Ćwiczenie	10	15	20
Pozycja deski	6,648	6,427	6,380
Pozycja pompki	3,875	3,823	3,805
Pozycja stojąca	7,539	7,277	7,216

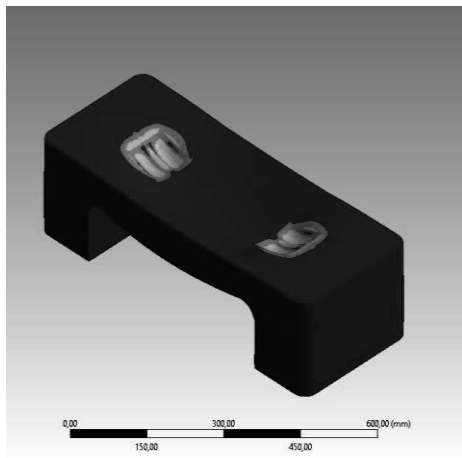
a)



b)



c)



Rys. 5. Rozkład naprężeń w stepie rehabilitacyjnym o wysokości 20 cm.

a) w pozycji deski.

b) w pozycji pompki.

c) w pozycji stojącej.

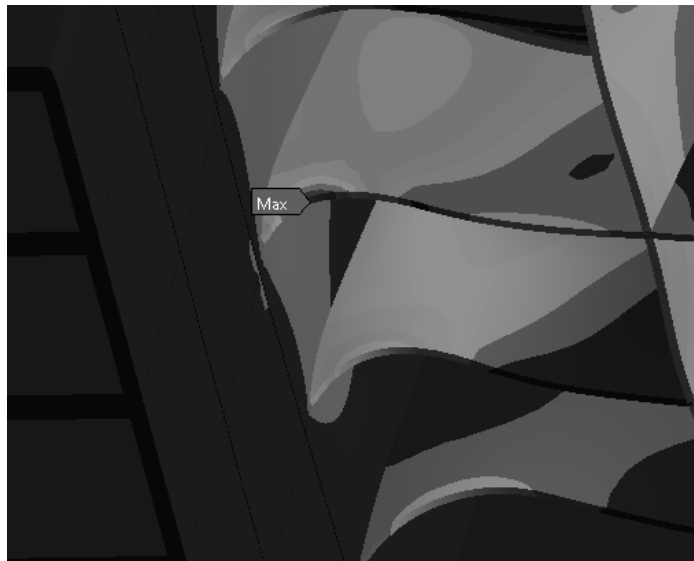
Fig. 5. Stress distribution in a rehabilitation stepper with a height of 20 cm.

a) in plank position.

b) in pump position.

c) in stand position

Kumulacja naprężeń w przypadkach pozycji deski, jak i wejścia stopami na obiekt, we wszystkich przypadkach rozpatrywanych, znajduje się po wewnętrznej stronie urządzenia w punkcie zakończenia środkowego żebra (Rys. 6).



Rys. 6. Punkt kumulacji maksymalnych naprężeń.

Fig. 6. Point of accumulation of maximum stresses.

4. PODSUMOWANIE

Z otrzymanych wyników można wywnioskować, że rodzaj wykonywanego ćwiczenia wpływa na rozkład naprężeń, można stwierdzić, że w przypadku ćwiczeń, które wywołują nacisk większego ciężaru wpływają one na zwiększenie maksymalnych naprężeń występujących w zaprojektowanej konstrukcji. Ponadto zauważono, że zwiększanie wysokości wpływa na zmniejszenie się w małym stopniu maksymalnych naprężeń co świadczy o tym, że w przypadku większych rozmiarów konstrukcja jest w stanie przenosić większe naprężenia co świadczy o tym, że jest wytrzymalsza od konstrukcji mniejszych rozmiarów. Stwierdzono również, że:

- największe naprężenia zarejestrowano dla pozycji stojącej,
- najniższe naprężenia zarejestrowano dla pozycji pompki,
- najwyższe naprężenie zarejestrowane – 7,539 MPa pozycja stojąca, wysokość stepa 10 cm,
- najniższe naprężenie zarejestrowane – 3,875 MPa pozycja pompki, wysokość stepa 20[cm,
- zwiększenie wysokości stepa zmniejsza naprężenia występujące w konstrukcji,
- pozycja ćwiczenia, a dokładniej ciężar nacisku przyłożony do stepa wpływa na naprężenia – im większy ciężar tym większe naprężenia.

LITERATURA

- [1] <https://www.parp.gov.pl/component/content/article/71189:sprzet-medyczny-polskim-hitem-eksportowym>.
- [2] <https://www.orteo.pl/step-do-cwiczen-aerobowych-i-wzmacniajacych-z-trojstopniowa-regulacja-wysokosci-i-antypoślizgowa-powierzchnia-step-easy-fitness>
- [3] <https://www.e-insportline.pl/3617/step-3-stopniowy-do-cwiczen-insportline-aerobic-tahira#parametry>.
- [4] <https://www.products.pcc.eu/pl/blog/polipropylen-wlasciwosci-zastosowanie-i-wszystko-co-warto-o-nim-wiedziec/>.
- [5] <https://termoplastik.pl/sztuczne-tworzywa-konstrukcyjne/polipropylen-pp>
- [6] <http://imio.polsl.pl/Dopobrania/MES.pdf>.
- [7] J. Zielnica, Wytrzymałość materiałów, Wyd. Pol. Poznańskiej, 1996.
- [8] M. Sydor, Podstawy komputerowo wspomaganego projektowania Wprowadzenie do CAD., Warszawa: PWN, 2009.
- [9] https://be-active.pl/product-pol-2567-Step-do-aerobiku-3-stopnie-regulowany-czarno-turkusowy-Pretorians-uniw.html?gclid=CjwKCAjw5P2aBhAlEiwAAAdY7dII0BjkmvwJiyzYQzF6o8nicOiwcFXJIU7R0gfxZGRpgFj3c_RGRRoCR7UQAvD_BwE.
- [10] <https://nikimax.pl/190744-step-do-aerobicu-78x29cm-z-3-stopniowa-regulacja->
- [11] https://4fizjo.pl/product-pol-201-Stepper-do-aerobiku-Standard-3-stopnie-uniw.html?gclid=CjwKCAjw5P2aBhAlEiwAAAdY7dMDbGZiKG4qtkwnsQ6zMu2HbPVFGqOaP6elDcnl5xslb7OfRE5Y-zBoCY00QAvD_BwE.
- [12] <https://pesport.pl/c/stepy-fitness-do-cwiczen/step-fitness-do-aerobiku-regulowany-as005-hms.html>.
- [13] https://basellorlen.pl/assets/news/Grupa_BOP_Polipropylen.pdf.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Study of the process of piercing materials with the use of specialized software LabVIEW

P. Maidan^a, V. Grudin^b, O. Polishchuk^c, D. Kravchuk^d, S. Matiukh^e, M. Bonek^f

^a Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: maidanp@khnmu.edu.ua.

^b Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: vovagrudin1@gmail.com.

^c Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: opolishchuk71@gmail.com.

^d Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: Lklklokiiitstep@gmail.com.

^e Khmelnytskyi National University, Faculty of International Relations and Law, Khmelnytskyi, Ukraine email: matuh@khnmu.edu.ua

^f Silesian University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Engineering Materials and Biomaterials, Gliwice, Poland email: miroslaw.bonek@polsl.pl.

Abstract: The article is devoted to the study of the process of needle piercing of shoe upper materials, specifically, experimental studies of the process of piercing the material and processing of results with the use of specialized software LabView. When performing experimental studies, the force of piercing the material of the shoe upper parts, for the "needle-detail-detail" system, was determined by the following indicators, namely: the thickness of the material of the shoe upper detail, the applied moment. The study of the process of piercing the material of the shoe upper with a needle was carried out on an experimental installation that allowed to simulate all related processes that occur during the compilation of details into a finished product. The processing of the obtained results allowed to write down the regression equation for determining the force of piercing with a needle of such materials as split leather and vinyl artificial leather. To obtain the equation, the values of the coded factor X were substituted into it, and the function of the dependence of the force of piercing the needle of the detail material on the thickness of the detail material and the applied moment was obtained.

Certain disagreements between the analytical calculations and the results of experimental research are due to the inevitable mistake of the experiment, as well as a certain mismatch of the proposed mathematical model, as a consequence of the provisions adopted to simplify the model.

Keywords: shoe upper materials, experimental research, LabVIEW, piercing.

1. INTRODUCTION

During the experimental study of the process of piercing (or otherwise penetration) of shoe upper details, the following materials will be used: split leather, made according to GOST 1838-83, and vinyl artificial leather, made in accordance with TC 17-21-360-85 [1]. To carry out the necessary research, specialized equipment is used, which allows to implement the process of piercing the material of the shoe upper details with a needle with the possibility of varying the factors which study and registering the necessary parameters.

When a needle pierces pre-folded layers of materials of shoe upper details, forces arise that can lead to their displacement. The details package can be displaced only when the needle piercing force of the material is significantly higher than the fixing force of the details package.

The effectiveness of the process of needle piercing the package of materials of the shoe upper will be evaluated by only one criterion, namely, the absence of displacement of layers of materials of details relative to each other. Therefore, the tasks of experimental research are to determine the values of the force of piercing the needle with the materials of details depending on the process factors at which the violation of the position of the layers of details will not occur. The determination of such parameters depends on the force of fixing the layers of details, which is set by the defined values of the contact area of the clamping plates, the speed of the installation, the thickness of the material of the details [2].

2. FORMULATION OF THE PROBLEM

In order to determine the optimization parameter and the choice of scheme to perform the planning of experimental research, we have analyzed the necessary information [3, 4]. On the basis of this analytical research, according to [2], the force of piercing the detail material with a needle was chosen as the researched parameter. The choice of this parameter can be explained by the fact that the presence of certain defects in the finished product is associated with the excessive force of piercing the materials of the upper shoe details with the needle point [5]. The main factors were chosen parameters that occur in real processes of piercing the material of details with a needle, so the diameter and length of the needle were taken as constants during the necessary research.

So, for the system "needle-detail-detail" during the experimental studies, the force of piercing the materials of details with a needle was determined by the following indicators:

- applied moment;
- thickness of the material of details.

The magnitude of the force of needle piercing the material of the details in the experimental apparatus was determined using a system of measurements and recording of the data obtained.

The objective of the article is to obtain reliable values of the force of needle piercing of different materials of shoe upper details when using a specialized software package LabView.

3. PRESENTING MAIN MATERIAL

The study of the process of needle piercing the material of the shoe upper details was carried out on a specially designed and created installation (Fig. 1), which allows you to simulate the processes that occur during the assembly of details in the finished product.

The installation for experimental research works as follows.

As the basis of the installation for research used an industrial sewing machine, which instead of the needle plate is fixed strain gauge joist 5. Needle 3, piercing the material of the shoe upper, passing through the hole in the strain gauge joist, puts pressure on the material itself, which in turn acts on the strain gauge joist and bending it changes the cross section of the sensors. The force of the needle piercing is transmitted by applying moment to the lever 10 fixed to the flywheel of the industrial sewing machine.

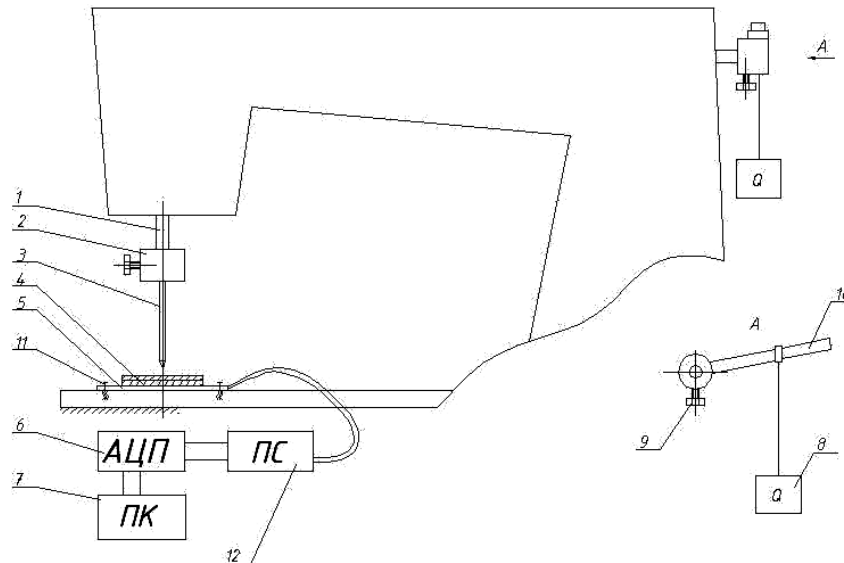


Figure 1. The scheme of experimental installation for determination of the effort of piercing the material of parts: 1 – needledrive; 2 – needleholder; 3 – needle; 4 – material; 5 – strain gauge joist; 6 – ATSP; 7 – PC; 8 – cargo; 9 – screw; 10 – lever; 11 – screw; 12 – signal amplifier

To record the conditions of the experiment and the processing of the data, the levels of the factors need to be coded. Therefore, the following variable factors were adopted: X1 - applied moment; X2 - material thickness of parts.

The plan of the experiment involves coding the values of X1, X2, at three levels (+1; 0; -1) using the well-known equation [3, 4]. Factors and their coded values, levels, and intervals of variation are given in Table 1.

Table 1. Levels and intervals of change of factors

Name	X1, kgs	Material of shoe upper details	
		Split leather GOST 1838-83	Vinyl artificial leather TC 17- 21-360-85
		X2 ₁ , m	X2 ₂ , m
Change interval	1	0,00035	0,00015
Levels of factors variation			
- 1	1	0,0017	0,0018
0	2	0,00205	0,00195
+ 1	3	0,0024	0,0021

After the implementation of the matrices of planning and values of experiments - Table 2 and obtaining the real values of the applied moment, the processing of the obtained data for non-compositional rotatable planning with two factors was carried out.

Table 2. Planning matrices and values of experiments

Level X1	Value X1	Level X2	Value X2 ₁	Value X2 ₂	Obtained result Y1	Obtained result Y2
1.0	3.0	0.0	0.00205	0.00195	40.696	51.804
-1.0	1.0	0.0	0.00205	0.00195	38.107	50.591
0.5	2.5	0.866	0.0023062	0.0020597999	38.73	46.488
0.5	2.5	-0.866	0.0017469	0.0018201	33.923	37.53
-0.5	1.5	0.866	0.0023062	0.0020597999	37.967	42.508
-0.5	1.5	-0.866	0.0017469	0.0018201	28.924	37.794
0.0	2.0	0.0	0.00205	0.00195	35.556	62.58
0.0	2.0	0.0	0.00205	0.00195	35.488	66.171
0.0	2.0	0.0	0.00205	0.00195	37.666	63.462
0.0	2.0	0.0	0.00205	0.00195	35.829	69.349

Experiment planning and experimental studies were carried out using the conditionally free program «OptimizationModel& PlanningExperiment-02.041» [6].

Removal of values from the sensor in real time and their recording on a PC was performed using the software environment LabView, which provided an inseparable link between analytical calculations and experimental researches [7, 8, 9].

Full integration of the software environment for processing the received signals LabView and the environment for developing electronic circuits Multisim allows you to develop electrical circuits and devices, implement them on the breadboard NI ELVIS and conduct testing using real signals in LabVIEW. This systematic approach allows you to completely, within the framework of a single National Instruments platform, close the development cycle of electronic devices, including modeling of the electronic circuit, creating a prototype of the product and its testing using real control and measuring equipment.

The block diagram (Fig. 2), which will be used to process the received signal from the ATSP in the LabVIEW 8.5 software environment, works as follows: first, the program opens the port, the number of which is set by element 1, through module 2. Next, the information about the open port is sent to the control element of data flows received from the ATSP 6, which is configured using the following fields: 3 - it indicates the number of ATSP channels from which you want to read the data; 4 - it indicates the frequency with which the required data will be read from the open channels; 5 - it indicates the size of the data that is read in the form of an array from the module 6; 14 - it indicates the parameters for setting the channels from which the data is taken.

The received data array, in the element of converting the array of values into a processed signal, is converted into a data stream that is more convenient to process, and to perform output to the graphic indicator 18, as well as to record for analysis using the block 12. Since the data is taken in the form of an electrical signal that has a certain value proportional to the measured physical quantity, it is first necessary to perform calibration.

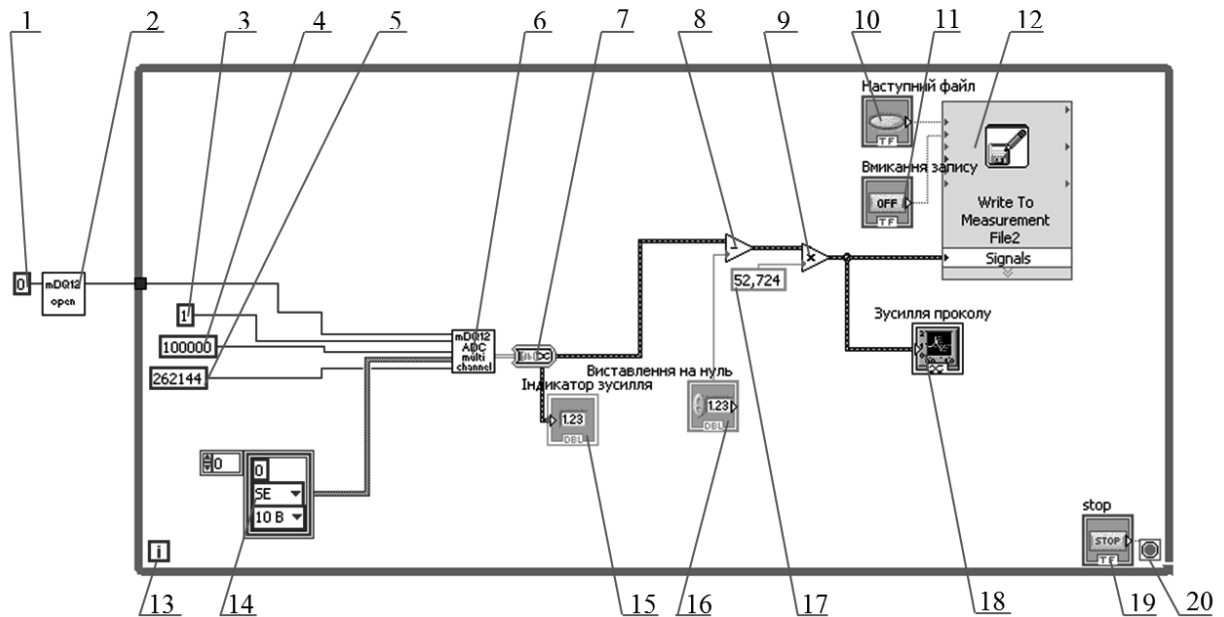


Figure 2. Block diagram of the virtual device program for processing signals from two channels: 1, 3, 4, 5, 17 - element for setting constant values; 2 - element for controlling the ADC port; 6 - element for controlling data flows from the ATSP; 7 - element for converting an array of values into a processed signal; 8, 9 - element for arithmetic transformations; 10, 11, 19 - button for controlling the program processes; 12 - block for writing values to a file; 13 - counter of the number of cycles; 17 - element for adjusting the signal values; 18 - graphic indicator, 19 - digital indicator; 20 - element for completing the cycle

Taring is performed by means of arithmetic transformations in element 9 and the taring coefficient recorded in field 17. Using the arithmetic subtraction operation in element 8, the signal will be set to the so-called zero value. After the necessary transformations, the signal goes to the block of recording values in the file 12, which is controlled by buttons 10 and 11. The button 20 is used to stop the program execution.

4. THE RESULT OF WORK

The processing of the data obtained as a result of the experiment allowed us to calculate the regression equation for the first experiment, determining the force of piercing the material with a needle of split leather made by GOST 1838-83:

$$y_1(x_1, x_2) = 36,135 + 1,824 \cdot x_1 + 3,99 \cdot x_2 - 2,445 \cdot x_1 \cdot x_2 + 3,266 \cdot x_1^2 - 2,76 \cdot x_2^2, \quad (1)$$

and, accordingly, the equation for the second experiment, the determination of the force of needle puncture of vinyl artificial leather material made by TC 17-21-360-85:

$$y_2(x_1, x_2) = 65,39 + 1,023 \cdot x_1 + 3,95 \cdot x_2 + 2,45 \cdot x_1 \cdot x_2 - 14,19 \cdot x_1^2 - 27,68 \cdot x_2^2, \quad (2)$$

where x_1, x_2 - respectively, the variable factors.

To obtain the natural equation, it is necessary to substitute the value of the coded factor X into equation (1) and obtain the function of the dependence of the force of piercing the material of the shoe upper detail with a needle on the applied moment and the thickness of the materials of the details:

$$y_1(M, t) = 36,135 + 1,824 \cdot \frac{(M - 1)}{2} + 3,99 \cdot \frac{(t - 0,0017)}{7e^{-4}} - 2,445 \cdot \frac{(M - 1)}{2} \times \frac{(t - 0,0017)}{7e^{-4}} + 3,266 \cdot \left(\frac{(M - 1)}{2}\right)^2 - 2,76 \cdot \left(\frac{(t - 0,0017)}{7e^{-4}}\right)^2 \quad ; \quad (3)$$

$$y_2(M, t) = 65,39 + 1,023 \cdot \frac{(M - 1)}{2} + 3,95 \cdot \frac{(t - 0,0018)}{2,99e^{-4}} + 2,45 \cdot \frac{(M - 1)}{2} \times \frac{(t - 0,0018)}{2,99e^{-4}} - 14,19 \cdot \left(\frac{(M - 1)}{2}\right)^2 - 27,68 \cdot \left(\frac{(t - 0,0018)}{2,99e^{-4}}\right)^2 \quad , \quad (4)$$

where M – applied moment, kgs; t – thickness of the material of the shoe upper detail, m.

The resulting regression equations (3) and (4) allow us to describe the process of piercing the material of the shoe upper with a needle, taking into account the necessary two factors - the applied torque and the thickness of the material (Fig. 3).

M := 4 t := 1..3

$$y(M, t) := 36.135 + \left(1.824 \cdot \frac{M-1}{2}\right) + \left(3.99 \cdot \frac{t-0.0017}{7 \cdot e^{-4}}\right) - \left(2.45 \cdot \frac{t-0.0017}{7 \cdot e^{-4}} \cdot \frac{M-1}{2}\right) + \left[3.266 \cdot \left(\frac{M-1}{2}\right)^2\right] - \left[2.76 \cdot \left(\frac{t-0.0017}{7 \cdot e^{-4}}\right)^2\right]$$

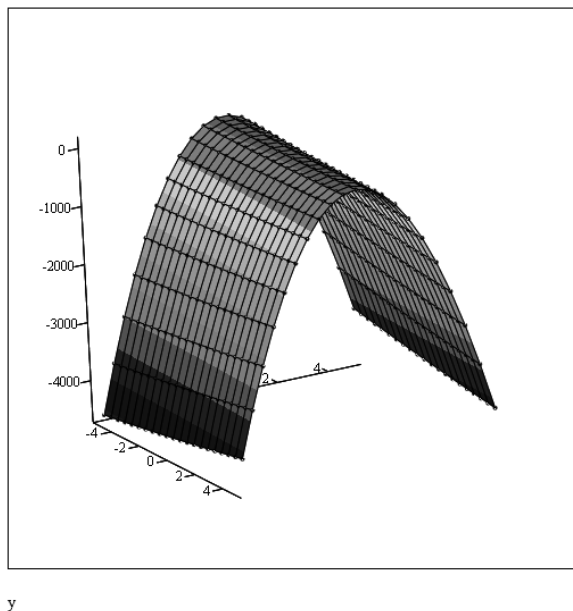


Figure 3. Analytical calculation of the regression equation for the split leather GOST 1838-83 at constant moment and different thicknesses of the package of detail, in the MathCad software environment

The similarity of the graphical dependences of the needle piercing force on the material of the shoe upper details analytical and obtained experimentally using the software environment LabView confirms the adequacy of the assumptions made and the reliability of the mathematical model and the model of the experiment (Fig. 4).

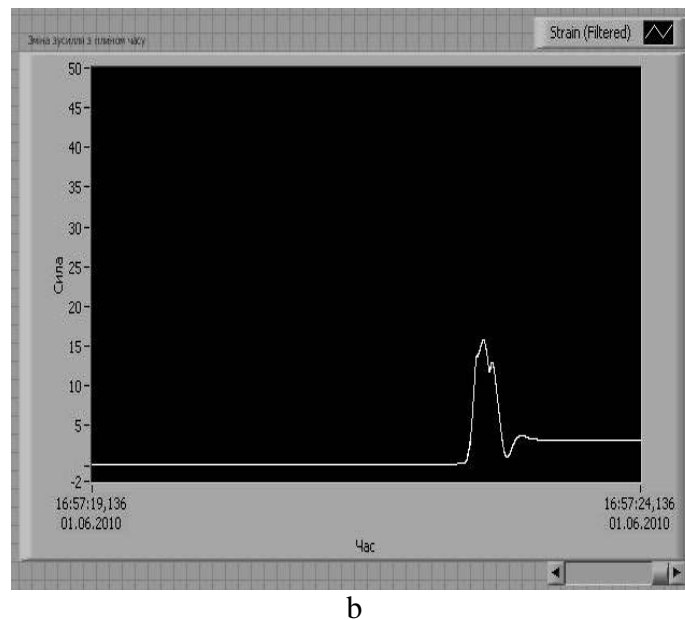
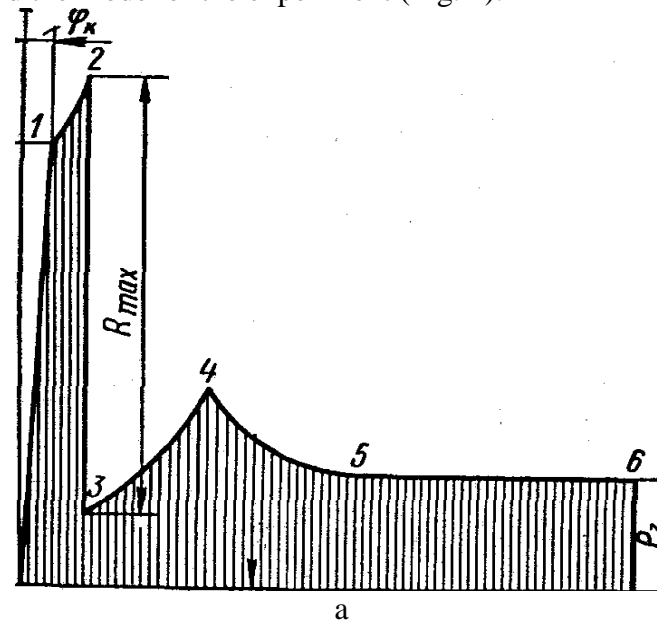
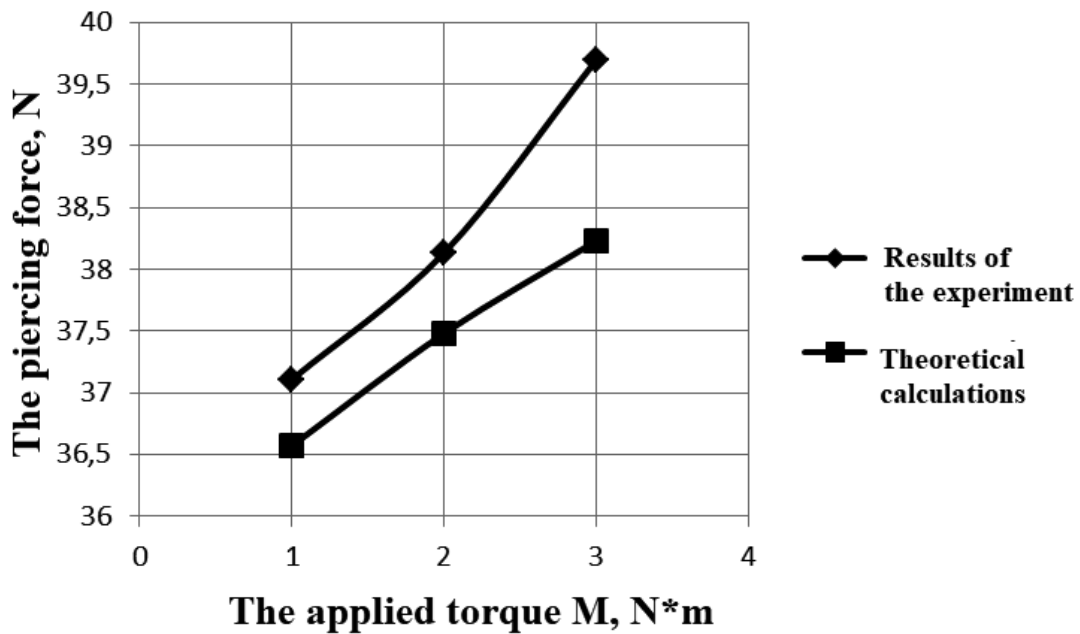


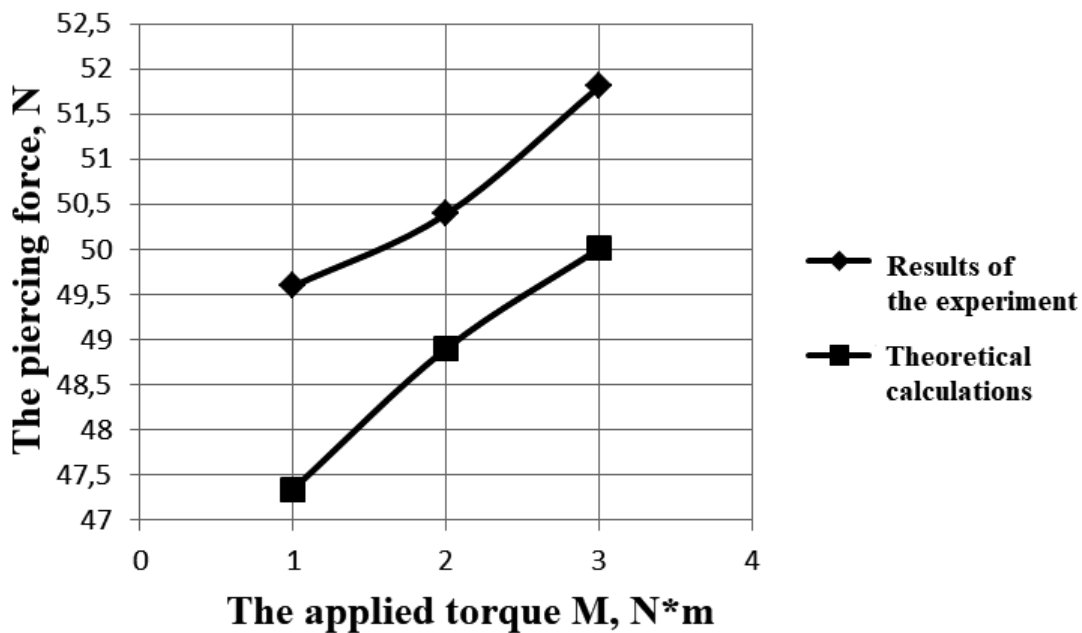
Figure 4. Graphical dependence of the needle piercing force on the material of the shoe upper details: a - analytical graphical dependence from the reference literature; b - graphical dependence obtained experimentally using the LabView software environment

Graphical interpretation of the obtained research results is shown below in Fig.5. From the graphical dependences (Fig. 5) it is obvious that the experimental and analytical values are adequate, the deviation does not exceed the permissible values. The obtained discrepancies between the analytical calculations and the results of experimental researches are

due to the inevitable error of the experiment, as well as some inconsistency of the mathematical model, due to the simplification provisions adopted in the analytical study.



a



b

Figure 5. Graphical dependences of the needle piercing force of the shoe upper materials on the applied moment on the main shaft at the material thickness $t = 0.00205$ m, for split leather GOST 1838-83 (a), for vinyl artificial leather TC 17-21-360-85 (b)

5. CONCLUSIONS

Experimental researches of needle piercing of shoe upper material, using a specialized software package LabVIEW, showed high clarity of the results and ease of processing. The obtained current graphs of the force of piercing the material with a needle with high accuracy correspond to the theoretically obtained graphs of the piercing force, which, in turn, allows to confirm the need to use the LabVIEW software package in the research. The use of the software package opens up wide opportunities for experimental studies and allows simultaneous acquisition of current data from several connected sensors and their processing, which will lead to increased accuracy in experimental researches.

BIBLIOGRAPHY

1. Skin is always relevant [Electronic resource]. Access mode: <http://megasite.in.ua/110794-shkira-zavzhdi-aktualna.html>
2. Maidan P.S. Improvement of the process of automated assembly of shoe upper blanks using a universal device : candidate of technical sciences: 05.18.18 "Technology of footwear, leather goods and fur" / P.S. Maidan - Khmelnytsky: KhNU, 2013. - 173 p.
3. Planning the experiment in technological research. Vinarski M.S., Lurie M.V. - K.: "Tehnika", 1975. - 168 p.
4. Yascheritsyn P.I., Maharinsky E.I. Planning experiments in mechanical engineering: Reference. Handbook. -Moscow: Higher School, 1985. - 286 p.
5. Tonkovid L.A. Automation of assembly processes in shoe making. - K.: Tehnika, 1984. - 248 p.
6. Program for planning experimental studies "OptimizationModel&PlanningExperiment-02.041" [Electronic resource]. Access mode: <http://mdop.sourceforge.net/>
7. Suranov, A.Y. LabVIEW 8.20: a guide to functions / Suranov, A.Y. - M.: DMK Press, 2007. - 536 p.
8. Vinogradov N.A. Development of applied software in LabVIEW environment: [textbook]. / Vinogradov N.A., Listratov Y.I., Sviridov E.V. - M.: MPEI Publishing House, 2005. - 47 p.
9. Batorvin V.K., Bessonov A.S., Moshkin V.V., Papulovskiy V.F. LabVIEW: practical work on measuring technologies basics: textbook for higher education institutions. – M.: DMK Press, 2005. - 208 p.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Polyether ether ketone (PEEK) applications in medical field

Getu Koro Megersa^a, Wojciech Sitek^b

^a Jimma University, Jimma Institute of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Erasmus+ Student

email: gekmegersa@gmail.com

^b Silesian University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Scientific and Didactic Laboratory of Nanotechnology and Materials Technologies

email: wojciech.sitek@polsl.pl

Abstract: Polyetheretheretherketone (PEEK) is a popular high-performance polymer. The importance of PEEK has been increasing in medical applications due to its outstanding strength, stiffness, corrosion resistance, fatigue resistance, biocompatibility, chemical stability, and radiolucency. PEEK, on the other hand, has an intrinsically hydrophobic and chemically inert surface, limiting its extensive usage in clinical applications. PEEK materials have been successfully applied in clinical practice and have achieved excellent clinical efficacy and wide recognition. This review overviews the application of PEEK material in orthopedic implants, oral implantology, and prosthodontics in recent five years. In addition, this article suggests future research and clinical trials needed for the application of PEEK in orthopedics, oral implantology, and prosthodontics to examine its long-term viability and performance.

Keywords: PEEK, Medical Applications, Implants.

1. INTRODUCTION

PEEK is a semi-crystalline thermoplastic organic polymer that is extremely popular due to its medical uses. PEEK was created by the US aerospace industry in the 1970s and became a leading thermoplastic competitor to replace metal implants in medicine when it was marketed in the 1980s [1]. In 1998, its clinical studies as biomedical material for implants were introduced by Invibio Ltd, and its Chemical formula $(-C_6H_4-O-C_6H_4-O-C_6H_4-CO-)_n$ [2]. PEEK has excellent thermal stability, mechanical properties, and the ability to withstand multiple sterilizing cycles [3]. PEEK had a low water solubility of 0.5% and was insoluble at room temperature in any typical solvent except high-concentration sulfuric acid [4]. PEEK has a melting temperature of 334 degrees Celsius, a crystallization peak of 343 degrees Celsius, and a glass transition temperature of 145 degrees Celsius [5]. PEEK exhibited excellent resistance to gamma and electron beams due to its distinctive aromatic chemical structure [3]. PEEK created no artifacts on the magnetic resonance imaging and X-ray radiographs due to its radiolucency [6]. PEEK has a relatively low elastic modulus (3–4 GPa), which is closer but not the same as the human cortical bone (14 GPa) [7]. However, in some applications, the highest

and most close elastic modulus of PEEK is required. CFR-PEEK is one of the earliest PEEK composites which improve the PEEK material's mechanical properties and load-bearing capability and its elastic modulus (18 GPa) which is equivalent to cortical bone and dentin [8]. CFR-PEEK exhibited less stress-shielding, flexibility, compatibility with modern imaging, and biocompatibility [9]. This article reviews the application of PEEK in orthopedics, including knee, rotary cuff, and hip replacement, cranial and maxillofacial reconstruction, spinal surgery, rip prosthesis, and chest wall reconstruction, as well as oral implantology and prosthodontics.

1.1. PEEK Biological properties and surface modifications

PEEK has the limited property of allowing bone to grow on the surface of the implant and having a hydrophobic surface, which causes PEEK to neither allow protein absorption nor promote cell adhesion [4]. The biocompatibility of the implant is strongly affected by its surface characteristics, including the surface roughness, wettability, and chemical composition [10]. Surface coating is one of the methods of surface modification for PEEK used in orthopedics and dental applications, in which various materials have been deposited on the surface of PEEK to enhance its mechanical properties, bioactivity, osteointegration, and osteoconduction, including plasma spraying of the bioactive material Hydroxyapatite (HA) [11], titanium plasma spraying [7], titanium dioxide (TiO₂) plasma and gold sputtered [12], nanosized zirconium phosphate [13], and diamond-like carbon coating [14]. Apart from coatings to enhance PEEK material, laser treatments have been explored in the past, which increase the roughness and wettability [9]. In addition, sulfonation is a method that creates a porous structure on the surface of PEEK by using strong sulfuric acid to increase biological activity [15].

Although PEEK has excellent properties, it is non-antibacterial and anti-biofilm [16]. Several methods have been employed to increase their strongly antibacterial and anti-biofilm properties, including coating with chitosan [17], blending with tantalum nanoparticles [18], binding with nano-ZnO [19], deposition with nano-HA [20], and developing peptides [21].

2. PEEK IN ORAL IMPLANTOLOGY AND PROSTHODONTICS

2.1. PEEK for dental implant

PEEK dental implants have been used as an alternative to Ti implants and can also meet requirements; they have been used in dental implantology [22]. Despite its biocompatibility for dental applications, PEEK has low mechanical stress resistance in oral conditions [4]. Stress-shielding is a key factor required in dental implants to match the host bone [8]. PEEK composites have high mechanical resistance and similar properties to cortical bone in terms of biomechanics, which may reduce marginal bone loss. These include carbon-reinforced PEEK composites (CFR-PEEK), glass-fiber-reinforced PEEK composites (GFR-PEEKs), and calcium silicate-reinforced PEEK composites (CS-PEEK) [8]. According to the Sonaye et al. [23] study, 3D-printed PEEK dental implants exhibit good fatigue properties and satisfy the clinical and industrial requirements for dental implants. Porojan et al. [24] Surface roughness development and color changes related to staining beverages and cleaning PEEK materials as dental implants were evaluated *in vitro*, but there were no significant color changes in PEEK throughout the study. Additionally, Ouldryerou et al. [25] analysed hexagonal, cylindrical, and cross shapes for implants with an outer layer made of PEEK and inner structures made of Ti. Ti-PEEK implants outperform bone derived from marrow. But the study did not convince and needs further clinical research *in vivo*.

2.2. PEEK for dental implant abutments, abutment screw and crown

PEEK has just been introduced as a restorative material in implant dentistry and is rapidly being used as implant abutment material [26]. According to the clinical trial of Ayyadanveettil et al. [26], zirconia and PEEK abutments exhibited the same survival rate with similar biologic and esthetic outcomes. PEEK outperformed standard abutment materials titanium and zirconia in terms of abutment material qualities, soft tissue response, and biofilm growth on the surface [27, 28]. Kaleli et al. [29] revealed that changes in the restoration crown and customized abutment material did not affect stress distribution in the implant and peripheral bone. PEEK abutments have a high vertical displacement and plastic strain at the abutment-implant interface, and they should be avoided during implant-supported rehabilitation [30]. However, Saravi et al. [31] revealed PEEK abutments were associated with better load-bearing and were feasible alternatives to zirconia abutments. Cusp inclination and occlusal contacts have an effect on the resultant stress in the crown model. According to Manchikalapudi and Basapogu [32], for PEEK crown models, contact areas placed away from the implant axis generated greater implant and peri-implant stresses and had a greater effect on resultant stresses than an increase in cusp inclination. A ceramic-reinforced PEEK abutment has been recently introduced as a definitive abutment with better stress distribution characteristics than other abutment materials such as ceramic or titanium and with acceptable resistance to fracture, a favorable failure mode, and successful sustained aging [33], as well as PEEK abutments suitable for long-term interim restorations, especially in the anterior area, in patients without parafunction [34]. PEEK materials in dental implant restorations support digitalization and enhance the accuracy of digital impressions [35]. According to Arcuri et al. [36] study, implants manufactured with PEEK enhance the accuracy of the impression on both linear and angular measurements, followed by titanium and PEEK-titanium. Stimmelmayer et al. [37] revealed that the fracture loads of two-piece zirconia implants screwed with gold, titanium, and PEEK showed no significant differences. However, PEEK screws showed lower fracture values when compared with gold and titanium.

PEEK has been used for the manufacturing of provisional and prosthetic dentistry implant crowns because of its load-bearing capacity and because the tensile strength of PEEK (80 MPa) is similar to that of dentin (104 MPa) and enamel (47.5 MPa) [38]. Wachtel et al. [39] reported that a screw-retained implant crown can be manufactured from PEEK and is capable of being sustained without bending, and neither a loosening of the implant screws nor any damage to the veneer or the PEEK framework occurred during mastication. Double crown systems can provide retention for removable partial dentures due to their direction, support, and protection against detaching movement [40]. Telescopic crowns with a taper and conus crowns offer a potential alternative to double crown systems and are capable of providing retention for RPD [41]. In the double crown system, CAD/CAM-manufactured PEEK secondary crowns after aging and the telescopic crown technique used on zirconia crowns exhibited sufficient and stable retentive force values [42–44]. Crown height determines failure rates of prosthetic materials and stress concentrations at the bonded interface, as well as the integrity of implant components, which might be impaired when crowns with increased heights are applied [45]. Elsayed et al. [46] revealed that ceramic-reinforced PEEK crowns over titanium and zirconia abutments demonstrated high fracture resistance. Additionally, PEEK has similar wear resistance to metal alloys, and PEEK crowns offer minimal abrasion when compared with conventional crown materials [47], as well as good fracture resistance [48, 49]. However, there is limited scientific evidence and clinical trials to evaluate the color stability and functional compatibility of PEEK crowns with dentin and enamel.

2.3. PEEK for a removable and fixed partial denture material

Patients with missing teeth who want implant restorations have the option of selecting removable partial or complete dentures, which can be a conservative and low-cost alternative [50]. Recently, CAD/CAM integration into the design and fabrication of dental prostheses has become more efficient [51], and the fitness and trueness of PEEK RPD frameworks fabricated using CAD/CAM techniques are excellent [52]. The clinical study of Ali et al. [53] demonstrated that there were similar effects on oral health-related quality of life, patient satisfaction, and periodontal outcomes for the PEEK denture frameworks compared with cobalt-chromium denture frameworks. However, PEEK was unsuitable for dental clasps because the maximum stress during removal with higher undercuts was greater than the material strength [54]. Peng et al. [55] on the other hand, claimed that because of PEEK higher flexibility and lower elastic modulus, it had a deeper undercut than the cobalt-chromium alloy and could apply lower stresses on the abutments.

When compared to previous materials used, using PEEK as a framework for fixed partial dentures (FPD) yielded very satisfactory results with a high level of patient comfort, less stress shielding, and acceptability [56]. PEEK had satisfactory clinical efficacy and an acceptable clinical outcome for FDP [57]. PEEK is desirable for conventional and CAD/CAM framework production in prosthetics [58]. According to Micovic Soldatovic et al. [59] veneered PEEK had the highest fracture resistance for FPD. Furthermore, Cekic-Nagas et al. [56] revealed the load-bearing capacity of PEEK, which indicated that PEEK can be an alternative to the resin-based FPD material.

3. PEEK IN ORTHOPEDIC SURGERY

3.1. PEEK for knee, rotator cuff and hip replacement

In the late 1980s, composite material started to be used for joint replacement and for fracture fixation in cases of trauma [1], as well as the PEEK implant, which has been used in hip replacement [60]. PEEK femoral implants can reduce peri-prosthetic stress shielding and increase strain energy density, relative to the preoperative bone and compared to CoCr [61]. According to the Schroeder et al. [62] study, virgin PEEK has been considered as an alternative to UHMWPE for flexion bushings in a hinged knee joint. Takashima et al. [9] revealed that the use of CFR-PEEK material for the intramedullary nail improves fracture site visibility on postoperative radiographic images. Furthermore, Kang et al. [63] demonstrated that CFR-PEEK can be used as an alternative material to UHMWPE for the inserted tibia in the knee joint. According to Meng et al. [64], the PEEK mini-implant can be a novel alternative to the Co-Cr-Mo mini-implant in particular resurfacing to treat focal osteochondral defects, and postoperative MRI without artifacts can be used to monitor the PEEK implant location, surrounding bone changes, and opposing cartilage damage and degeneration. PEEK is also used to repair rotary cuff tears [65, 66]. Kim et al. [67] revealed that the usage of an open-construct PEEK suture anchor in arthroscopic rotator cuff repair showed improvement in shoulder function and pain relief and provided better bone ingrowth.

3.2. PEEK for rib prosthesis and chest wall replacement

Chest wall resections are most commonly performed for tumors, infections, radiation necrosis, and trauma [2]. Polyether ether ketone (PEEK) has recently emerged as a promising candidate for use in various prostheses due to its light weight, modulus close to that of natural bone, and good biocompatibility [68]. Wang et al. [2] discovered that a 3D-printed PEEK implant is a safe and effective alternative in the reconstruction of chest wall defects. Kang et al.

[68] successfully implanted an FDM-printed PEEK rib, and good clinical performances have been achieved. In other studies, finite element analysis of 3D printed PEEK for costal cartilage has been done by Zhang et al. [69], in which designed prostheses were close to those of the natural costal cartilage and showed potential to be used as a replacement for the natural costal cartilage with better breathing function for the patient undergoing chest wall reconstruction.

3.3. PEEK for spinal surgery

PEEK cages are being used to replace damaged spinal discs caused by fractures, degenerative diseases, and congenital deformities. Artificial cages and pedicle screws are becoming more popular due to their improved elasticity, biocompatibility, cytotoxicity, inflammatory responses, radiolucency, corrosion resistance, and load sharing [6, 70–72]. PEEK has been compared to other materials for various purposes, including titanium, iliac bone grafts, and nano-hydroxyapatite/polyamide 66 for anterior cervical fusion, as reported in the literature [73, 74]. Many clinical studies and radiological outcomes of PEEK material-based surgical implantation for cervical spinal fusion outcomes were not different among autologous bone in the last five years [75, 76]. PEEK implants showed excellent clinical and radiological results while used for anterior cervical dectomy for cervical spinal tuberculosis [76]. Apart from clinical studies and radiological outcomes, a finite element study of stress and range motion for anterior cervical fusion in PEEK material was examined by Manickam, Roy, and Shetty [75]. Their study showed that both Ti and PEEK cages showed decreased range of motion at the fusion and decreased stress on the cage [75].

The PEEK cage for lumbar fusion is used to treat lumbar disease [77]. Early bone ingrowth and segmental stability of PEEK are similar to those of titanium in lumbar interbody fusion [78]. A Peek cage with a Peek rod and screw fixation is very stable [79]. According to Biswas et al. [80] study, foramen height did not vary significantly for two-level pedicle-screw fixation with ultra-high molecular weight polyethylene, titanium alloys, and PEEK rod materials used in an implanted lumbar spine, but in terms of range of motion and maximum stress, PEEK rod is the best implant. Furthermore, Mehboob [77] investigated the biomechanical performance of traditional cages and rods made of PEEK, CFR-PEEK, titanium alloy, and metamaterial rods made of CFR-EEK under bending, extension, flexion, and torsion loads using the finite element method. Results showed that dense Ti cages and rods generated higher stresses in cancellous bone and cages and lower stresses in bone grafts. However, metamaterial CFR-PEEK rods and cages helped to share the load with bone grafts at the anterior and posterior sides, provided higher flexibility to avoid ASD, and left lesser stresses on the cancellous bone to prevent cage subsidence.

3.4. PEEK for face, cranial and maxillofacial reconstruction

The restoration of the forehead and orbital walls must have perfect symmetry and positive functional, morphologic, and aesthetic outcomes due to the anatomical intricacy of the maxillofacial and cranial areas [81]. PEEK has recently gained recognition as a material for maxillofacial and cranial reconstructions as a result of its clinical findings and mechanical properties [82]. Mozaffari et al. [83] compared PEEK implants with autologous bone used in surgical repair of cranial defects for 66 patients (PEEK: 22, autologous: 44). The authors conclude that PEEK biomaterials may offer a superior complication profile with a similar hospital length of stay compared to autologous bone implants used in cranioplasty repair [83]. However, Ahmad et al. [81] implanted 3D-printed PEEK for maxillofacial deformity repair and assessed patient satisfaction in ten patients. Except for one case when the facial implant had to

be removed due to recurrent infection and the patient exhibited no evidence of reaction to medication after the surgery, the results from the 10 patients showed a good level of satisfaction [81].

PEEK is used for the reconstruction of patients with defects in the orbital–maxillary–zygomatic (OMZ) and jaw implant complexes without complication [84]. Mounir et al. [85] studied the single-stage rehabilitation of 10 patients with a severely atrophic anterior maxillary alveolar ridge. Patients are randomly divided into two groups of five, with the first group receiving porous titanium implants and the second receiving PEEK implants. Both porous titanium and PEEK implants are fabricated via CAD/CAM technology. After a 12-month follow-up, no signs of radiographic bone resorption, mobility, infection, or prosthetic fracture were observed [85]. Furthermore, the PEEK implant was used in surgical reconstruction after segmental mandibulectomy in patients with oral cancer and showed improved image quality, facilitating the radiological interpretation of implant surrounding tissues, which is useful for radiological tumor follow-up and CT-based planning of adjuvant radiotherapy [86].

4. CONCLUSION

PEEK material is currently used in many surgical and medical disciplines due to their outstanding mechanical properties, wear resistance, high-temperature stability, non-toxicity, non-inflammatory properties, and biocompatibility. PEEK-based implants are an alternative to titanium- and ceramic-based implants in cranial, maxillofacial, spinal, oral implantology, and prosthodontic surgery. However, there is limited scientific evidence and clinical trial performance for PEEK in some fields, especially cardiac surgery, and limited evidence in prosthodontics regarding the color stability of PEEK crowns and functional compatibility between PEEK crowns, dentin, and enamel. In the future, more scientific researchers will be engaged in this area of research. It is expected that implant science would advance in tandem with the advancement of tissue engineering, material chemistry, medicine, and other fields, yielding an increasing number of fruits.

BIBLIOGRAPHY

1. Vogel D, Dempwolf H, Baumann A, Bader R. Characterization of thick titanium plasma spray coatings on PEEK materials used for medical implants and the influence on the mechanical properties. 2018;77 June 2017:600–8.
2. Wang L, Huang L, Li X, Zhong D, Li D, Cao T, et al. Three-Dimensional Printing PEEK Implant: A Novel Choice for the Reconstruction of Chest Wall Defect. 2019;107:921–8.
3. Buck E, Li H, Cerruti M. Surface Modification Strategies to Improve the Osseointegration of Poly(etheretherketone) and Its Composites. 2020;20:1–26.
4. Qin L, Yao S, Zhao J, Zhou C, Oates TW, Weir MD, et al. Review on development and dental applications of polyetheretherketone-based biomaterials and restorations. 2021;14:1–25.
5. Wang H, Chen P, Shu Z, Chen A, Su J, Wu H, et al. Laser powder bed fusion of polyether-ether-ketone/bioactive glass composites: Processability, mechanical properties, and bioactivity. 2023;231 October 2022:109805.
6. Zavras AG, Schoenfeld AJ, Patt JC, Munim MA, Goodwin CR, Goodwin ML, et al.

- Attitudes and trends in the use of radiolucent spinal implants: A survey of the North American Spine Society section of spinal oncology. 2022;10 February:100105.
7. Singhatanadgige W, Tangchitcharoen N, Kerr SJ, Tanasansomboon T, Yingsakmongkol W, Kotheeranurak V, et al. A Comparison of Polyetheretherketone and Titanium-Coated Polyetheretherketone in Minimally Invasive Transforaminal Lumbar Interbody Fusion: A Randomized Clinical Trial. 2022;;1–9.
 8. Raffa ML, Nguyen VH, Hernigou P, Flouzat-Lachaniette CH, Haiat G. Stress shielding at the bone-implant interface: Influence of surface roughness and of the bone-implant contact ratio. 2021;39:1174–83.
 9. Takashima K, Nakahara I, Hamada H, Ando W, Takao M, Uemura K, et al. A carbon fiber-reinforced polyetheretherketone intramedullary nail improves fracture site visibility on postoperative radiographic images. 2021;52:2225–32.
 10. Taha D, Safwat F, Wahsh M. Effect of combining different surface treatments on the surface characteristics of polyetheretherketone-based core materials and shear bond strength to a veneering composite resin. 2022;127:599.e1-599.e7.
 11. Zheng Y, Gao A, Bai J, Liao Q, Wu Y, Zhang W, et al. A programmed surface on polyetheretherketone for sequentially dictating osteoimmunomodulation and bone regeneration to achieve ameliorative osseointegration under osteoporotic conditions. 2022;14 December 2021:364–76.
 12. Xian P, Chen Y, Gao S, Qian J, Zhang W, Udduttula A, et al. Polydopamine (PDA) mediated nanogranular-structured titanium dioxide (TiO₂) coating on polyetheretherketone (PEEK) for oral and maxillofacial implants application. 2020;401:126282.
 13. Kjellin P, Vikingsson L, Danielsson K, Johansson P, Wennerberg A. A nanosized zirconium phosphate coating for PEEK implants and its effect in vivo. 2020;10 September 2019:100645.
 14. Chen J, Xie L, Ruan Q, Gao A, Liao Q, Mo S, et al. Diamond-like carbon coating and surface grafting of osteoprotegerin and alendronate on polyetheretherketone to ameliorate the mechanical performance and osseointegration simultaneously. 2022;236 March:109815.
 15. Su Y, He J, Jiang N, Zhang H, Wang L, Liu X, et al. Additively-manufactured polyether-ether-ketone (PEEK) lattice scaffolds with uniform microporous architectures for enhanced cellular response and soft tissue adhesion. 2020;191:108671.
 16. Zhang S, Long J, Chen L, Zhang J, Fan Y, Shi J, et al. Treatment methods toward improving the anti-infection ability of poly(etheretherketone) implants for medical applications. 2022;218 August:112769.
 17. Borgolte M, Riester O, Quint I, Blendinger F, Bucher V, Laufer S, et al. Synthesis of a biocompatible benzophenone-substituted chitosan hydrogel as novel coating for PEEK with extraordinary strong antibacterial and anti-biofilm properties. 2022;26:101176.
 18. Luo S, Wang P, Ma M, Pan Z, Lu L, Yin F, et al. Genistein loaded into microporous surface of nano tantalum/PEEK composite with antibacterial effect regulating cellular response in vitro, and promoting osseointegration in vivo. 2022;125 October 2021:104972.
 19. Wei W, Yang R, Yu Q, Zhao J, Li W. Gallium-niobium nanofiber surface of niobium/PEEK composite with anti-inflammatory, osteogenesis and anti-bacterial effects for facilitating osteoblastic differentiation and ameliorating osseointegration. 2023;248 August 2022:110375.

20. Abdulkareem MH, Abdalsalam AH, Bohan AJ. Influence of chitosan on the antibacterial activity of composite coating (PEEK /HAp) fabricated by electrophoretic deposition. 2019;130 December 2018:251–9.
21. He X, Deng Y, Yu Y, Lyu H, Liao L. Drug-loaded/grafted peptide-modified porous PEEK to promote bone tissue repair and eliminate bacteria. 2019;181 June:767–77.
22. Parekh A, Doifode H, Patil P, Katole R, Pitale A, Awate N, et al. Study on Polyether-ether-ketone (PEEK) dental implant, future alternatives to Titanium. 2022;1259:012045.
23. Sonaye SY, Bokam VK, Saini A, Nayak V V., Witek L, Coelho PG, et al. Patient-specific 3D printed Poly-ether-ether-ketone (PEEK) dental implant system. 2022;136 August:105510.
24. Porojan L, Roxana Toma F, Diana Vasiliu R, Matichescu A. Surface roughness and color changes of dental PEEK related to staining beverages and cleaning methods. 2022; xxxx. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.10.174>.
25. Oulderyou A, Merdji A, Aminallah L, Roy S, Mehboob H, Özcan M. Biomechanical performance of Ti-PEEK dental implants in bone: An in-silico analysis. 2022;134 August.
26. Ayyadanveettil P, Thavakkara V, Latha N, Pavanan M, Saraswathy A, Kuruniyan MS. Randomized clinical trial of zirconia and polyetheretherketone implant abutments for single-tooth implant restorations: A 5-year evaluation. 2021;128:1275–81.
27. Enkling N, Marder M, Bayer S, Götz W, Stoilov M, Kraus D. Soft tissue response to different abutment materials: A controlled and randomized human study using an experimental model. 2022;33:667–79.
28. Milinkovic I, Krasavcevic AD, Jankovic S, Sopta J, Aleksic Z. Immunohistochemical analysis of soft tissue response to polyetheretherketone (PEEK) and titanium healing abutments on dental implants: a randomized pilot clinical study. 2022;22:1–10.
29. Kaleli N, Sarac D, Külünk S, Öztürk Ö. Effect of different restorative crown and customized abutment materials on stress distribution in single implants and peripheral bone: A three-dimensional finite element analysis study. 2018;119:437–45.
30. Matos JDM de, Lopes G da RS, Queiroz DA, Pereira ALJ, Sinhoreti MAC, Ramos N de C, et al. Influence of the Peek Abutments on Mechanical Behavior of the Internal Connections Single Implant. 2022;15.
31. Saravi B, Flohr A, Patzelt SB, Spies BC, Hazard D, Kohal RJ. Fatigue and Fracture Resistance Testing of Polyether Ether Ketone (PEEK) Implant Abutments in an Ex Vivo Chewing Simulator Model. 2022;15.
32. Manchikalapudi G, Basapogu S. Finite Element Analysis of effect of cusp inclination and occlusal contacts in PFM and PEEK implant-supported crowns on resultant stresses. 2022;78:80–7.
33. Ghodsi S, Tanous M, Hajimahmoudi M, Mahgoli H. Effect of aging on fracture resistance and torque loss of restorations supported by zirconia and polyetheretherketone abutments: An in vitro study. 2021;125:501.e1-501.e6.
34. Ortega-Martínez J, Delgado LM, Ortiz-Hernández M, Punset M, Cano-Batalla J, Cayon MR, et al. In vitro assessment of PEEK and titanium implant abutments: Screw loosening and microleakage evaluations under dynamic mechanical testing. 2022;127:470–6.
35. Köse TE, Günaçar DN, Ateş SM, Çağlar İ. Artifact expression of polyetheretherketone in cone beam computed tomography: An in vitro study. 2021;126:793.e1-793.e5.
36. Arcuri L, Pozzi A, Lio F, Rompen E, Zechner W, Nardi A. Influence of implant

- scanbody material, position and operator on the accuracy of digital impression for complete-arch: A randomized in vitro trial. 2020;64:128–36.
37. Stimmelmayer M, Lang A, Beuer F, Mansour S, Erdelt K, Krennmair G, et al. Mechanical stability of all-ceramic abutments retained with three different screw materials in two-piece zirconia implants—an in vitro study. 2020;24:1801–6.
 38. Tartuk BK, Ayna E, Göncü Başaran E. Comparison of the Load-bearing Capacities of Monolithic PEEK, Zirconia and Hybrid Ceramic Molar Crowns. 2019;20:45–50.
 39. Wachtel A, Zimmermann T, Sütel M, Adali U, Abou-Emara M, Müller WD, et al. Bacterial leakage and bending moments of screw-retained, composite-veneered PEEK implant crowns. 2019;91 November 2018:32–7.
 40. Hassan R, Donia S. Retention Load and Volume Loss of Telescopic PEEK Crowns with Different Tapers Angles and thickness: in vitro study. 2022;25:425–35.
 41. Priester M, Müller WD, Beuer F, Schmidt F, Schwitalla AD. Performance of PEEK based telescopic crowns, a comparative study. 2021;37:1667–75.
 42. Schubert O, Reitmaier J, Schweiger J, Erdelt K, Güth JF. Retentive force of PEEK secondary crowns on zirconia primary crowns over time. 2019;23:2331–8.
 43. Refai OM, Nawar NH, Lebshtien IT. Assessment of Retention of CAD-CAM Milled PEKK vs PEEK Double Crown-retained Removable Partial Dentures: A Randomized Clinical Trial. 2021;22:1250–6.
 44. sheta N, Abdel Nabi N. Comparing changes of retention between milled zirconia and Polyetheretherketone (PEEK) framework on telescopic implant retained overdenture: An invitro study. 2022;68:3421–30.
 45. Bagegni A, Spies BC, Kern M, Hazard D, Kohal R. The influence of prosthetic crown height and implant-abutment connection design selection on the long-term implant-abutment stability: A laboratory study. 2021;113 July 2020:104095.
 46. Elsayed A, Farrag G, Chaar M, Abdelnabi N, Kern M. Influence of Different CAD/CAM Crown Materials on the Fracture of Custom-Made Titanium and Zirconia Implant Abutments After Artificial Aging. 2018;32:91–6.
 47. Abhay SS, Ganapathy D, Veeraiyan DN, Ariga P, Heboyan A, Amornvit P, et al. Wear resistance, color stability and displacement resistance of milled peek crowns compared to zirconia crowns under stimulated chewing and high-performance aging. 2021;13.
 48. El-Hefnawy W, Ahmed A, El-Mekkawi W. Fracture Resistance of CAD/CAM Fabricated Polyetheretherketone (PEEK) Endocrowns and Post Retained Crowns with Two Preparation designs. 2022;9:225–33.
 49. Aldhuwayhi S, Alauddin MS, Martin N. The Structural Integrity and Fracture Behaviour of Teeth Restored with PEEK and Lithium-Disilicate Glass Ceramic Crowns. 2022;14.
 50. Saeed F, Muhammad N, Khan AS, Sharif F, Rahim A, Ahmad P, et al. Prosthodontics dental materials: From conventional to unconventional. 2020;106 October 2018:110167.
 51. Elfahl BN, Mostafa TMN. Polyetheretherketone custom CAD-CAM splint for treatment of periodontally affected mobile anterior teeth. 2022;127:210–2.
 52. Negm EE, Aboutaleb FA, Alam-Eldein AM. Virtual Evaluation of the Accuracy of Fit and Trueness in Maxillary Poly(etheretherketone) Removable Partial Denture Frameworks Fabricated by Direct and Indirect CAD/CAM Techniques. 2019;28:804–10.
 53. Ali Z, Baker S, Sereno N, Martin N. A Pilot Randomized Controlled Crossover Trial Comparing Early OHRQoL Outcomes of Cobalt-Chromium Versus PEEK Removable Partial Denture Frameworks. 2020;33:386–92.

54. Tribst JPM, Dal Piva AM de O, Borges ALS, Araújo RM, da Silva JMF, Bottino MA, et al. Effect of different materials and undercut on the removal force and stress distribution in circumferential clasps during direct retainer action in removable partial dentures. 2020;36:179–86.
55. Peng TY, Ogawa Y, Akebono H, Iwaguro S, Sugeta A, Shimoe S. Finite-element analysis and optimization of the mechanical properties of polyetheretherketone (PEEK) clasps for removable partial dentures. 2020;64:250–6.
56. Cekic-Nagas I, Egilmez F, Ergun G, Vallittu PK, Lassila LVJ. Load-bearing capacity of novel resin-based fixed dental prosthesis materials. 2018;37:49–58.
57. Raj DA, Chander NG, Reddy JR, Balasubramaniam M. Clinical acceptability of PEEK fixed dental prosthesis in partially edentulous patient – A one year single arm pilot study. 2020;10:523–8.
58. Elsayy MA, ELgamal ME, Ahmed WM, EL-daker MA, Hegazy SA. Polyetheretherketone subperiosteal implant retaining a maxillary fixed prosthesis: A case series. 2022;:1–8.
59. Micovic Soldatovic D, Liebermann A, Huth KC, Stawarczyk B. Fracture load of different veneered and implant-supported 4-UNIT cantilever PEEK fixed dental prostheses. 2022;129 March:105173.
60. Oladapo BI, Zahedi SA, Ismail SO. Mechanical performances of hip implant design and fabrication with PEEK composite. 2021;227 May:123865.
61. de Ruiter L, Rankin K, Browne M, Briscoe A, Janssen D, Verdonschot N. Decreased stress shielding with a PEEK femoral total knee prosthesis measured in validated computational models. 2021;118:110270.
62. Schroeder S, Braun S, Mueller U, Vogel M, Sonntag R, Jaeger S, et al. Carbon-fibre-reinforced PEEK: An alternative material for flexion bushings of rotating hinged knee joints? 2020;101 May 2019.
63. Kang KT, Son J, Kwon SK, Kwon OR, Park JH, Koh YG. Finite element analysis for the biomechanical effect of tibial insert materials in total knee arthroplasty. 2018;201 June:141–50.
64. Meng X, Zhang W, Yuan Z, Chen J, Lyu Z, Wang Y. A partial hemi-resurfacing preliminary study of a novel magnetic resonance imaging compatible polyetheretherketone mini-prosthesis for focal osteochondral defects. 2021;26 February 2020:67–73.
65. Yamauchi S, Tsukada H, Sasaki E, Sasaki S, Kimura Y, Yamamoto Y, et al. Biomechanical analysis of bioabsorbable suture anchors for rotator cuff repair using osteoporotic and normal bone models. 2022;27:115–21.
66. Ro K, Pancholi S, Son HS, Rhee YG. Perianchor Cyst Formation After Arthroscopic Rotator Cuff Repair Using All-Suture-Type, Bioabsorbable-Type, and PEEK-Type Anchors. 2019;35:2284–92.
67. Kim JH, Kim YS, Park I, Lee HJ, Han SY, Jung S, et al. A Comparison of Open-Construct PEEK Suture Anchor and Non-Vented Biocomposite Suture Anchor in Arthroscopic Rotator Cuff Repair: A Prospective Randomized Clinical Trial. 2020;36:389–96.
68. Kang J, Wang L, Yang C, Wang L, Yi C, He J, et al. Custom design and biomechanical analysis of 3D-printed PEEK rib prostheses. 2018;17:1083–92.
69. Zhang C, Wang L, Kang J, Fuentes OM, Li D. Bionic design and verification of 3D printed PEEK costal cartilage prosthesis. 2020;103 September 2019:103561.

70. Qin W, Li Y, Ma J, Liang Q, Tang B. Mechanical properties and cytotoxicity of hierarchical carbon fiber-reinforced poly (ether-ether-ketone) composites used as implant materials. 2019;89 June 2018:227–33.
71. Yuan K, Zhang K, Yang Y, Lin Y, Zhou F, Mei J, et al. Evaluation of interbody fusion efficacy and biocompatibility of a polyetheretherketone/calcium silicate/porous tantalum cage in a goat model. 2022;36 August:109–19.
72. Chen T, Chen Q, Fu H, Wang D, Gao Y, Zhang M, et al. Construction and performance evaluation of a sustained release implant material polyetheretherketone with antibacterial properties. 2021;126 January:112109.
73. Hu B, Yang X, Hu Y, Lyu Q, Liu L, Zhu C, et al. The n-HA/PA66 Cage Versus the PEEK Cage in Anterior Cervical Fusion with Single-Level Discectomy During 7 Years of Follow-Up. 2019;123:e678–84.
74. Zhang Z, Li H, Fogel GR, Xiang D, Liao Z, Liu W. Finite element model predicts the biomechanical performance of transforaminal lumbar interbody fusion with various porous additive manufactured cages. 2018;95 November 2017:167–74.
75. Manickam PS, Roy S, Shetty GM. Biomechanical Evaluation of a Novel S-Type, Dynamic Zero-Profile Cage Design for Anterior Cervical Discectomy and Fusion with Variations in Bone Graft Shape: A Finite Element Analysis. 2021;154:e199–214.
76. Li Z, Wu W, Chen R, Huang Y, Chen X, Lin J. Could Allograft Bones Combined with Poly-Ether-Ether-Ketone Cages or Titanium Mesh Cages be an Alternative Grafting Method in the Management of Cervical Spinal Tuberculosis? 2019;128:e653–9.
77. Mehboob H. Biomechanical performance evaluation of composite metamaterial implant with 3D printing approach for lumbar interbody fusion surgery: A finite element study. 2023;303 September 2022:116379.
78. Loenen ACY, Peters MJM, Bevers RTJ, Schaffrath C, van Haver E, Cuijpers VMJI, et al. Early bone ingrowth and segmental stability of a trussed titanium cage versus a polyether ether ketone cage in an ovine lumbar interbody fusion model. 2022;22:174–82.
79. Sakaura H, Ikegami D, Fujimori T, Sugiura T, Yamada S, Mukai Y. Surgical outcomes after posterior lumbar interbody fusion using traditional trajectory screw fixation or cortical bone trajectory screw fixation: A comparative study between the polyetheretherketone cage and the same shape titanium-coated polyetheretherke. 2021;209 August:106945.
80. Biswas JK, Rana M, Majumder S, Karmakar SK, Roychowdhury A. Effect of two-level pedicle-screw fixation with different rod materials on lumbar spine: A finite element study. 2018;23:258–65.
81. Ahmad AF, Yaakob H, Khalil A, Georges P. Evaluating patients' satisfaction level after using 3D printed PEEK facial implants in repairing maxillofacial deformities. 2022;79 May.
82. Mallya PK, Juneja M. Rapid prototyping of orthopedic implant materials for cranio-facial reconstruction: A survey. 2021;45:5207–13.
83. Mozaffari K, Rana S, Chow A, Mahgerefteh N, Duong C, Sheppard JP, et al. Customized polyetheretherketone (PEEK) implants are associated with similar hospital length of stay compared to autologous bone used in cranioplasty procedures. 2022;434 June 2021:120169.
84. Lv M, Yang X, Gvetadze SR, Gupta A, Li J, Sun J. Accurate reconstruction of bone defects in orbital–maxillary–zygomatic (OMZ) complex with polyetheretherketone (PEEK). 2022;75:1750–7.

85. Mounir M, Atef M, Abou-Elfetouh A, Hakam MM. Titanium and polyether ether ketone (PEEK) patient-specific sub-periosteal implants: two novel approaches for rehabilitation of the severely atrophic anterior maxillary ridge. 2018;47:658–64.
86. Lommen J, Schorn L, Sproll C, Hausmann J, Kübler NR, Budach W, et al. Reduction of CT Artifacts Using Polyetheretherketone (PEEK), Polyetherketoneketone (PEKK), Polyphenylsulfone (PPSU), and Polyethylene (PE) Reconstruction Plates in Oral Oncology. 2022;80:1272–83.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Zastosowanie techniki FFF na osłonę baterii wysokiego napięcia

M. Mularczyk^a, M. Król^b

^a Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

email: matemul160@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

email: mariusz.krol@polsl.pl

Streszczenie: Poniższa praca podejmuje tematykę druku 3D, ze szczególnym naciskiem na technologię FFF, oraz kładzie nacisk na dobór materiałów na obudowę osłony baterii HV w bolidzie typu Formuła Student. W pracy przedstawiono wyniki badań własności mechanicznych popularnych materiałów polimerowych stosowanych w metodzie FFF, takich jak ABS, PLA, czy PETG.

Abstract: The purpose of this study is to investigate the mechanical properties in three standardized tests of polymer materials for FFF 3D printing. These tests are a static tensile test, a static compression test, and a three-point bending test.

The above-mentioned tests were contrasted with data taken from material characteristics available on the website of the filament manufacturer Fiberlogy. The following paper takes up the topic of 3D printing, with a particular focus on FFF technology, and emphasizes the selection of materials for the HV battery cover housing in a Formula Student car. The paper presents the results of testing the mechanical properties of popular polymer materials used in the FFF method, such as ABS, PLA, and PETG.

Słowa kluczowe: CAD, druk 3D, polimery, metody przyrostowe, formuła student

1. WSTĘP

Celem niniejszej pracy jest zbadanie własności mechanicznych w trzech znormalizowanych próbach, materiałów polimerowych, przeznaczonych do druku 3D metodą FFF. Próby te, to statyczna próba rozciągania, statyczna próba ściskania, a także trójpunktowe zginanie.

Wspomniane próby skonfrontowano z danymi z charakterystyk materiałowych dostępnych na stronie internetowej producenta filamentów – Fiberlogy.

Niniejsza tematyka została podjęta ze względu na potrzebę wytworzenia obudowy chroniącej osłonę baterii HV. Wymagania stojące przed takim elementem to relatywnie dobra wytrzymałość na rozciąganie, ściskanie, a także zginanie w warunkach wyczynowego użytkowania bolidu typu

Formuła Student. Zdecydowano się na technologię FFF, gdyż jest ona najtańsza z dostępnych, a dodatkowo filamenty polimerowe takie jak ABS, PLA, oraz PETG, są zgodne z regulaminem zawodów. Kolejnym argumentem za metodą FFF jest szybkość i jakość wydruku, a także zapotrzebowanie. Średnio na sezon potrzebne są 3 tego typu osłony, więc wydruk jest bardziej opłacalny niż produkcja konwencjonalna, oparta o formowanie wtryskowe czy obróbkę CNC.

2. PRZEGLĄD PIŚMIENNICTWA

2.1 CHARAKTERYSTYKA METODY FFF

Metoda FFF, to skrót pochodzący od „Fused filament fabrication”, czyli wytwarzanie z włókien topliwych. Włókna te, noszą nazwę filamenty i przechowywane, a także użytkowane są w formie szpuli, na których to nawinięte są wspomniane filamenty.

Opisywana metoda pozwala uzyskać wysoce skomplikowane kształty po relatywnie niskim koszcie, dlatego też metoda FFF stała się tak popularna w dziedzinach chętnie korzystających z geometrycznie trudnych do uzyskania prototypów wykonanych z filamentów z tworzyw sztucznych. Masową popularność, zapewniła drukarką 3D wykorzystującą technologię FDM amerykańska firma Stratasys Inc. w latach 90 ubiegłego wieku [1-4].

Sposób działania drukarki wykorzystującej metodę FFF opiera się o przetop filamentu do stanu płynnego w specjalnej głowicy upłynniającej (ekstruder), która jest w bezpośrednim sąsiedztwie dyszy podającej filament na powierzchnię platformy roboczej, na której formowany jest kształt warstwa po warstwie, zgodnie z wartościami zadanymi w pliku g-code wygenerowany na podstawie pliku STL [5].

Wspomniane wcześniej filamenty, to przede wszystkim materiały z grupy polimerów, takich jak:

- ABS - terpolimer akrylonitrylo-butadieno-styrenowy,
- PLA – Poliaktyd,
- PC – Poliwęglan,
- PETG - kopolimer poli(tereftalanu etylenu),
- Nylon,
- ASA - akrylonitryl-akrylan styrenu,

W niniejszej pracy wykorzystano materiały takie jak: ABS, PLA, oraz PETG firmy Fiberlogy. W tabelicy 1 przedstawiono ich własności w oparciu o techniczną kartę producenta:

Tablica 1. dane pochodzące ze strony producenta filament [1-3]

Table 1. Data from the filament manufacturer's website [1-3]

	ABS	PLA	PETG	Norma badania
Wytrzymałość na rozciąganie, MPa	32	53	50	ISO 527
Wydłużenie przy zerwaniu, %	35	-	36	ISO 527
Wytrzymałość na zginanie, MPa	60	81	71	ISO 178

Zgodnie z podanymi w tabeli 1 danymi, najbardziej odpornym materiałem na rozciąganie powinien być materiał PLA, a najmniej ABS. Wydłużenie przy zerwaniu – zdaniem producenta

– powinno być największe dla materiału PETG, a najmniejsze – choć bardzo porównywalne – dla ABS (PLA nie posiada danych w tym zakresie od producenta).

W przypadku wytrzymałości na zginanie, najwyższe wartości podawane są dla materiału PLA, a najniższe – dla ABS. PETG jest pomiędzy, osiągając wartość 71 MPa.

Istnieją także inne materiały, niż wymienione powyżej. Można bowiem spotkać hybrydy, takie jak filament specjalny firmy BASF – PAHT CF 15 będący hybrydą nylonu, oraz włókna węglowego. Poza tym, istnieje też szereg filamentów z grupy IGUS, które stanowią specjalne materiały o szczególnych zastosowaniach, przeznaczone na przykład na tuleje, które dzięki swoim własnościom mechanicznym zapobiegają wysokiemu tarcu.

Wyżej wspomniane „specjalne” filamenty mogą być stosowane także dla drukarek amatorskich, z myślą raczej o użytkownikach domowych.

Rynek oferuje użytkownikowi modele drukarek z pojedynczą, oraz z podwójną dyszą. Modele z dyszą podwójną, pozwalają użytkownikowi na szerokie spektrum ustawień i o wiele bardziej precyzyjną strukturę wewnątrz materiałową. Dysza pojedyncza, to rozwiązanie, które dobrze się sprawdzi w przypadku prostszych zastosowań, takich jak na przykład użytkownik – amator, który drukuje sobie w warunkach domowych.

Poniżej przedstawiono przykłady urządzeń przeznaczonych do druku w metodzie FFF z uwzględnieniem ilości dysz:



Rysunek 1. Zortrax M300 Dual printer [6]

Figure 1. Zortrax M300 Dual printer [6]

Rysunek 2 i 3 przedstawiają drukarki 3D z dwóch zupełnie różnych przedziałów cenowych, jednak obie te drukarki mieszczą się w kategorii urządzeń amatorskich. Rys. 2 przedstawia model z dwoma dyszami, pozwalający stosować wodorozpuszczalne podpory, a Rys. 3 to najprostsze dostępne urządzenie z grupy drukarek FFF.



Rysunek 2. Drukarka Creality Ender-3 [7]

Figure 2. Creality Ender-3 printer [7]

3. BADANIA WŁASNE

Badania własne obejmowały zaprojektowanie, wydrukowanie na drukarce Flashforge Creator 2 Pro, a także Original Prusa i3 MK3+, oraz poddanie próbek testom wytrzymałościowym. W zakres badań wchodziły takie pomiary jak statyczna próba rozciągania, statyczna próba ściskania, oraz trójpunktowe zginanie. Badania przebiegły zgodnie z normami ISO wypisanymi poniżej, na uniwersalnej maszynie wytrzymałościowej marki Zwick Roell. W czasie druku użyto filamentów marki Fiberlogy.

Poniżej przedstawiono zdjęcia próbek wraz z podanymi normami wykorzystanymi w badaniach, a także parametry druku zadane dla wytwarzanych próbek:

Tablica 1. Parametry druku zadane dla wytwarzanych próbek

Table 1. Printing parameters set for the manufactured samples

	ABS	PLA	PETG
Temperatura dyszy, °C	250	220	240
Temperatura stołu, °C	100	60	70

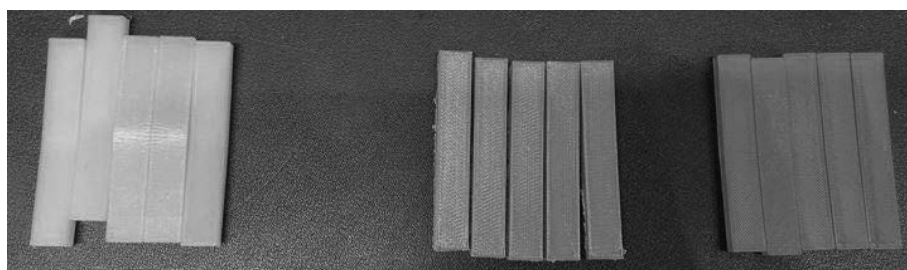


Rysunek 3. Próbkki do statycznej próby rozciągania wykonane zgodnie z normą PN-EN ISO 527:2

Figure 3. Static tensile test specimens made in accordance with EN ISO 527:2



Rysunek 4. Próbkki do statycznej próby ściskania wykonane zgodnie z normą ISO 604
Figure 4. Static compression test specimens made in accordance with ISO 604



Rysunek 5. Próbkki do trójpunktowego zginania wykonane zgodnie z normą PN-EN ISO 178
Figure 5. Three-point bending specimens made in accordance with EN ISO 178

Rysunek 4, 5 i 6 przedstawiają wydrukowane próbki w oparciu o normy ISO wymienione w kolejnych punktach. Wydrukowano je w 3 kolorach, gdzie kolorem niebieskim oznaczono próbki wykonane z PETG, żółte to PLA, a czerwone to ABS. Tablica 2 przedstawia parametry jakich użyto do wytworzenia powyższych próbek przedstawionych na rysunkach 4-6.

3.1 STATYCZNA PRÓBA ROZCIĄGANIA

Statyczna próba rozciągania została przeprowadzona zgodnie z normą PN-EN ISO 527-2. W Tablicy 3 przedstawiono wyniki badań.

Tablica 3. Zestawienie średnich naprężeń wyrażonych w MPa, oraz wydłużenia przy zerwaniu wyrażonego w procentach, a także odchylenia standardowe poszczególnych serii
Table 2 Summary of the average stresses expressed in MPa, and elongation at break expressed in percent, as well as the standard deviations of each series

Badany materiał	Wytrzymałość na rozciąganie, MPa		Wydłużenie przy zerwaniu, %	
	Średnia	Odch. Stand.	Średnia	Odch. Stand.
PLA	51,1	1,075	5,1	1,9
ABS	36,7	1,174	3,7	0,55
PETG	54,6	5,542	5,6	0,25

Tablica 3 stanowi zestawienie średnich wyników naprężenia i wydłużenia poszczególnych grup materiałów otrzymanych podczas statycznej próby rozciągania. Średnie zostały wyliczone na podstawie pięciu prób dla każdej grupy (ABS, PLA, PETG).

W niniejszej próbie, najwytrzymalszym materiałem był PETG – próbka wytrzymała naprężenie 54,6 MPa, a najmniej wytrzymały okazał się ABS – próbka wytrzymała naprężenie rzędu 36,7 MPa. PLA nie odbiegało znacząco od PETG i wartość tej próbki wyniosła 51,1 MPa. Otrzymane wyniki nieznacznie odbiegają od danych producenta.

3.2 STATYCZNA PRÓBA ŚCISKANIA

Statyczna próba ściskania została przeprowadzona zgodnie z normą ISO 604 na uniwersalnej maszynie wytrzymałościowej Zwick/Roell Z100. Poniżej przedstawiono wyniki badań:

Tabela 2. Zestawienie średnich naprężeń wyrażonych w MPa, a także odchylenia standardowe poszczególnych serii

Table 3. Summary of the average stresses expressed in MPa, and the standard deviations of each series

Materiał	Wytrzymałość na ściskanie, MPa	
	Średnia	Odch. Stand.
PLA	73,0	0,96
ABS	50,6	0,67
PETG	49,3	1,17

Tabela 2 stanowi zestawienie średnich wyników wytrzymałości na ściskanie. Średnie zostały wyliczone na podstawie pięciu prób dla każdej grupy (ABS, PLA, PETG).

W niniejszej próbie ściskania, najwytrzymalszym materiałem było PLA – średnia wartość wytrzymałości na ściskanie to 73 MPa, a najmniej wytrzymały okazał się PETG – średnia wartość naprężenia wyniosła 49,3 MPa. Materiał ABS charakteryzował się wytrzymałością na ściskanie na poziomie 50,6 MPa.

3.3 TRÓJPUNKTOWE ZGINANIE

Trójpunktowe zginanie zostało przeprowadzone na uniwersalnej maszynie wytrzymałościowej, zgodnie z normą PN-EN ISO 178. W tablicy 5 przedstawiono wyniki próby:

Tabela 3. Zestawienie średnich naprężeń wyrażonych w MPa, oraz wydłużenia przy zerwaniu wyrażonego w procentach, a także odchylenia standardowe poszczególnych serii.

Table 4. Summary of the average stresses expressed in MPa, and the standard deviations of each series.

Materiał	Wytrzymałość na zginanie, MPa	
	Średnia	Odch. Stand.
PLA	88,6	1,22
ABS	59,5	1,02
PETG	75,2	1,31

Tabela 3 stanowi zestawienie wytrzymałości na zginanie dla poszczególnych grup materiałów. Średnie zostały wyliczone na podstawie pięciu prób dla każdej grupy (ABS, PLA, PETG).

W niniejszej próbie zginania, najwytrzymalszym materiałem było PLA – średnia wartość naprężeń to 88,6 MPa, a najmniej wytrzymały okazał się ABS – średnia wartość naprężeń to 59,5 MPa. Otrzymane wartości są nieco zawyżone w porównaniu do danych producenta.

4. PODSUMOWANIE

Po przeanalizowaniu wszystkich wyników, a także cen na rynku materiałów przeznaczonych do druku 3D, rekomendowanym materiałem na osłonę baterii wysokiego napięcia w bolidzie typu Formula Student jest materiał PLA. Materiał ten okazał się najlepszy w 2 z 3 próbach, jest najtańszy i cechuje go łatwość druku, wyraźnie wyższa niż w przypadku pozostałych (ABS, PETG). Okazało się, że wyniki badań przeprowadzonych na potrzeby niniejszej pracy nieco się różnią od wartości podawanych przez producenta. Może to wynikać z zastosowania innych maszyn drukujących oraz innej grubości osadzania warstwy.

PODZIĘKOWANIE

Niniejsze opracowanie powstało w ramach działań Studenckiego Koła Naukowego „GYROID” działającego przy Katedrze Materiałów inżynierskich i Biomedycznych na wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej w Gliwicach.

The publication is result of cooperation within the Visegrad Scholarship Program 2022/2023.

-
- Visegrad Fund
-
-

LITERATURA

1. https://fiberlogy.com/wp-content/uploads/2021/12/FIBERLOGY_ABS_TDS.pdf
2. https://fiberlogy.com/wp-content/uploads/2021/12/FIBERLOGY_EASY_PLA_TDS.pdf
3. https://fiberlogy.com/wp-content/uploads/2021/12/FIBERLOGY_PET-G_TDS.pdf
4. R.K. Roy: A primer on the Taguchi method, 2010, Society of Manufacturing Engineers, Dearborn
5. D.C. Montgomery: Design and analysis of experiments, 2008, Wiley, New Jersey
6. <https://zortrax.com/pl/3d-printers/m300-dual/>
7. <https://botland.com.pl/>



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

System do automatyzacji treningu sztucznych sieci neuronowych do segmentacji semantycznej obrazów

D. Myszor^a, M. Paszkuta^b, P. Bartosz^c, J. Sarno^c, M. Wieczorek^c

^a Politechnika Śląska, Wydział Automatyki, Elektroniki i Informatyki, Katedra Algorytmiki i Oprogramowania

^b Politechnika Śląska, Wydział Automatyki, Elektroniki i Informatyki, Katedra Grafiki, Wizji Komputerowej i Systemów Cyfrowych

^c Politechnika Śląska, Wydział Automatyki, Elektroniki i Informatyki, Studenckie Koło Naukowe Wirtualnego Latania vFly

email: dariusz.myszor@polsl.pl

Streszczenie: W artykule opisano system do automatyzacji procesu treningu głębokich sieci neuronowych do segmentacji semantycznej, pozwalający na jednolitą i obiektywną walidację różnorodnych struktur do segmentacji semantycznej na wspólnym zbiorze danych.

Abstract: The article describes a system for automation of the deep neural networks for semantic segmentation training process, allowing for uniform and objective validation of various structures for semantic segmentation on a common data set.

Słowa kluczowe: uczenie maszynowe, segmentacja semantyczna, głębokie sieci neuronowe

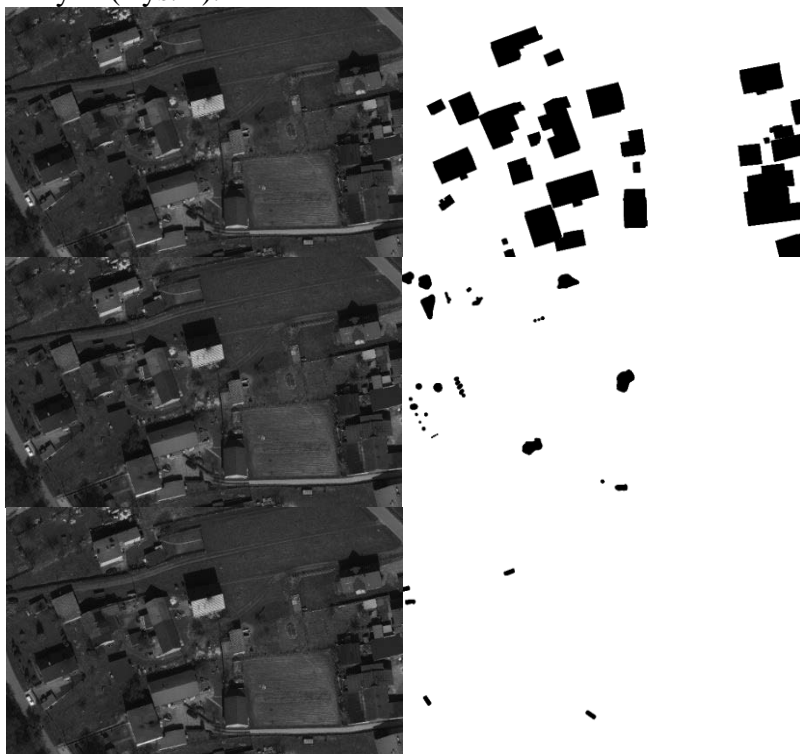
1. WSTĘP

W ramach PBL pt. „Stworzenie platformy pozwalającej na jednolitą i obiektywną walidację metod, detekcji i kategoryzacji obiektów na zdjęciach lotniczych, opartych o sztuczną inteligencję, w celu badań nad algorytmami wykorzystującymi uczenie maszynowe” zaimplementowany został system, którego zadaniem jest automatyzowanie procesu pozyskiwania i porównywania wyników uzyskiwanych z różnych modeli segmentacji semantycznej trenowanych na tym samym zestawie danych. Trening głębokich sieci neuronowych zwykle realizowany jest na stacjach roboczych wyposażonych w wydajne karty graficzne (np. Nvidia RTX3090), pomimo dostępnej mocy obliczeniowej proces może być czasochłonny i zajmować kilka godzin / dni. Osoba przeprowadzająca eksperyment może nie być dostępna bezpośrednio po zakończeniu procesu w celu uruchomienia treningu na kolejnej analizowanej strukturze. W efekcie spada efektywność wykorzystania dostępnego sprzętu obliczeniowego a także opóźnia się czas uzyskania końcowych wyników. Dodatkowo system do automatyzacji treningu daje możliwość uruchamiania obliczeń na platformach o limitowanych zasobach sprzętowych np. dysponujących jedynie CPU, w takim przypadku operator zadaje listę

konfiguracji do treningu a system po zakończeniu treningu (który w takich konfiguracjach może trwać kilka tygodni) wysyła automatycznie wiadomość email z informacją o realizacji procesu obliczeń oraz jego finalizacji. Operator nie musi codziennie sprawdzać postępu realizowanego treningu, w przypadku przerwania treningu (np. z powodu uszkodzenia linii zasilającej) brak wiadomości świadczy o awarii. Pozwala to na minimalizację czasu reakcji w przypadku wystąpienia awarii lub prawidłowego zakończenia eksperymentu.

2. SEGMENTACJA SEMANTYCZNA

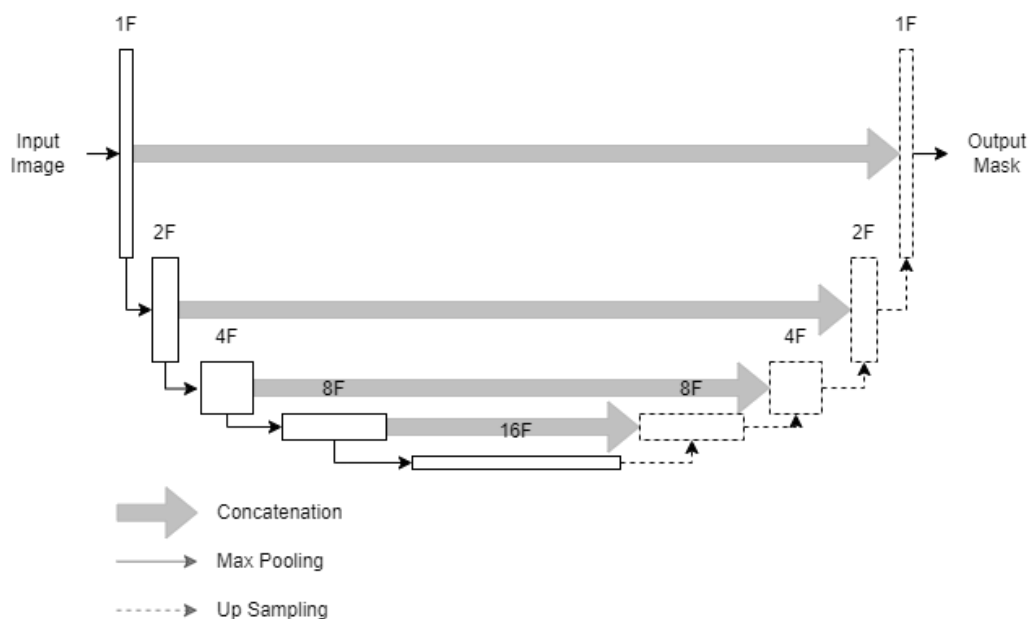
Segmentacja semantyczna to proces mający na celu przypisanie klas obiektów do wyodrębnionych obszarów analizowanego obrazu. Segmentacja semantyczna znajduje zastosowania w różnorodnych dziedzinach np. w medycynie do wyodrębnienia elementów składowych embrionów ([1]), w autonomii pojazdów do wyodrębnienia elementów drogi [2] oraz jej otoczenia, w autonomii dronów do automatycznej detekcji miejsc pozwalających na bezpieczne lądowanie [3] i wielu innych. W ramach projektu rozpoznawano obiekty na testowym zbiorze zdjęć lotniczych (Rys. 1).



Rysunek 1. Przykładowe zdjęcie lotnicze wraz z zestawem masek dla segmentacji semantycznej budynków (pierwszy rząd), drzew (drugi rząd) oraz samochodów (trzeci rząd)

Figure 1. An example aerial photo with a set of masks for the semantic segmentation of buildings (first row), trees (second row) and cars (third row)

Głębokie sieci neuronowe do segmentacji semantycznej to złożone wielowarstwowe struktury bazujące na filtrach konwolucyjnych zazwyczaj o architekturze enkoder – dekoder. Najpopularniejszą strukturą wykorzystywaną w tym zadaniu jest Unet [4]. Sieć została przedstawiona na Rys 2.



Rysunek 2. Uproszczona architektura modelu UNET
Figure 2. Simplified UNET architecture

Pozostałe popularne architektury wykorzystywane w zadaniu segmentacji to Unet++ [5], DeepLabV3 [6]. Te i wiele innych struktur (łącznie 9 typów sieci) dostępne są w pakiecie Segmentation Models [7] będącym wysokopoziomowym API pozwalającym na uruchamianie oraz trenowanie sieci neuronowych do segmentacji semantycznej. Narzędzie zaimplementowane zostało w języku Python, użytkownicy mają dostęp do kodu źródłowego, dzięki czemu istnieje możliwość łatwego rozszerzenia rozwiązania o nowe modele oraz modyfikacji modeli, które już są dostępne. Segmentation Models udostępnia zestaw 119 enkoderów (także w wersji wytrenowanych na różnorodnych zbiorach danych), dodatkowo w roli enkoderów istnieje możliwość wykorzystania ponad 450 struktur z pakietu Pytorch Image Models [8]. Segmentation Models bazuje na pakiecie PyTorch (biblioteka programistyczna zaimplementowana w języku Python do uczenia maszynowego dostępna na licencji BSD), wersja okrojona (zawierająca mniejszą liczbę struktur) wykorzystuje z biblioteką Keras. Autor udostępnia rozwiązanie na licencji MIT.

Segmentation Models zyskało dużą popularność o której może świadczyć liczba miesięcznych pobrań pakietu (ponad 58 tysięcy pobrań / miesiąc) dlatego też w pracach skupiono się na wykorzystaniu tego narzędzia.

3. FUNKCJONALNOŚĆ APLIKACJI

Zaimplementowana aplikacja pozwala na automatyzację procesu treningu sztucznych sieci neuronowych do segmentacji semantycznej wg zdefiniowanych scenariuszy treningowych. Zadaniem operatora jest wypełnienie plików w formacie json, w których zdefiniowano zbiór danych wejściowych oraz opisano struktury sieci do ewaluacji.

3.1. Zbiór danych

Zbiór danych definiowany jest w pliku `dataSet.json`. Zbiór powinien składać się z dwóch katalogów o nazwach `InputImages` i `Masks`. W katalogu `InputImages` należy umieścić obrazy wejściowe w formacie `jpg` lub `png`. Wspierane są obrazy kolorowe lub w skali szarości. Rozmiar tensora wejściowego: $[x_i, y_i, z_i]$ gdzie x_i – szerokość obrazu w pikselach, y_i – wysokość obrazu w pikselach, z_i – liczba warstw wejściowych (np. w przypadku RGB $z_i=3$). Narzędzie automatycznie określa liczbę kanałów wejściowych. Dla każdego z plików z katalogu `InputImages` należy opracować plik zawierający wielowymiarową tablicę `numpy.ndarray` zawierającą komórki typu `numpy.uint8`, zapisaną do pliku przy pomocy funkcji `pickle.dump` operującą na wskaźniku plikowym otwartym w trybie do binarnego zapisu (`wb`). Rozmiar tablicy z maskami $[x_o, y_o, z_o]$ gdzie x_o – szerokość maski w pikselach, y_o – wysokość maski w pikselach, z_o – liczba klas rozpatrywanych w procesie segmentacji semantycznej. Szerokość i wysokość obrazu wejściowego powinna być identyczna szerokości i wysokości odpowiadającej maski. Zakłada się że wartość 1 umieszczona na warstwie z_o na $[x, y]$ reprezentuje przyporządkowanie piksela obrazu o współrzędnych $[x, y]$ do klasy z_o , wartość 0 reprezentuje brak przynależności piksela do danej klasy. Struktura pliku `dataSet.json`:

- `dataSetLocation`: ścieżka do katalogu z danymi.
- `layersDescriptions`: (parametr opcjonalny) tablica zawierająca nazwy klas w pliku z maskami (umożliwia wyświetlanie legendy z nazwami klas na wykresach generowanych przez narzędzie).
- `networkInputLayers`: (parametr opcjonalny), tablica zawierająca identyfikatory warstw wejściowych (z_i), parametr wykorzystywany w przypadku gdy należy pobrać tylko wybrane warstwy wejściowe np. dysponując obrazami w formacie RGB, chcemy wykorzystać w procesie uczenia jedynie warstwy R i B. Domyślnie wykorzystywane są wszystkie warstwy wejściowe.
- `networkOuptupLayers`: (parametr opcjonalny), tablica zawierająca identyfikatory warstw wyjściowych (z_o). Domyślnie wykorzystywane są wszystkie dostępne klasy.
- `trainValidationTestSplit`: tablica zawierająca trzy wartości procentowe przechowujące informacje o stosunku podziału zbioru danych na trzy zbiory treningowy, walidacyjny i testowy. Suma trzech wartości powinna równać się 100.
- `seed`: (parametr opcjonalny) ziarno generatora liczb pseudolosowych wykorzystywanego w procesie podziału danych na trzy zbiory. Zapewnia powtarzalność podziału zbioru danych.

3.2. Augmentacja danych

Zaimplementowany system umożliwia augmentację zbioru danych. Dopuszczalne rodzaje augmentacji to:

- odbicie lustrzane w osi x / y obrazu wejściowego i odpowiadających plików z maskami
- zmiana jasności obrazu wejściowego
- zmiana nasycenia kolorów obrazu wejściowego
- zmiana kontrastu obrazu wejściowego

Proces ten kontrolowany jest w pliku `augmentation.json`, wyróżniamy w nim następujące elementy

- augmentationTechnique: tablica z nazwami technik augmentacji do aplikacji, dopuszczalne wartości: mirrorFlipX, mirrorFlipY, brightness, saturation, contrast
- probability: prawdopodobieństwo aplikacji modyfikacji na obrazie wejściowym

3.3. Struktury sieci

Definicja eksperymentów do realizacji zdefiniowana jest w sekcji experimentDescription, wyróżniamy w niej następujące klucze:

- networkStructure: struktury, które można wykorzystać w trakcie procesu treningu: Unet, Unet++, MANet, Linknet, FPN, PSPNet, PAN, DeepLabV3, DeepLabV3++.
- networkAdditionalStructureParameters: (parametry opcjonalny) tablica zawierająca dodatkowe parametry sieci neuronowych specyficzne dla danej struktury. Wartości przekazywane są w postaci par klucz: wartość np. dla sieci neuronowej typu Unet można zdefiniować parametr decoder_use_batchnorm: True.
- inputDataResolution: rozdzielczość obrazów podawanych na wejście sieci neuronowej, obrazy są automatycznie przeskalowywane do wybranej rozdzielczości przy pomocy filtracji bilinearnej.
- trainingEpochs: liczba epok treningowych.
- batchSize: rozmiar paczek, które należy wykorzystywać w trakcie treningu.
- optimizationAlgorithm: (parametr opcjonalny) rodzaj algorytmu optymalizującego wykorzystywanego w trakcie treningu. Domyślnie wykorzystywany jest algorytm ADAM.
- optimizationAlgorithmParameters: (parametr opcjonalny) tablica zawierające dodatkowe parametry algorytmu np. 'lr': '0.01' ustawiający learning rate na 0.01.
- encoderType: typ enkodera który należy zastosować w sieci np. resnet18.
- encoderWeights: (parametr opcjonalny) wybór rodzaju zbioru na którym trenowane były wagi enkodera np. "imagenet". Domyślnie wagi enkodera inicjalizowane są losowymi wartościami.

3.4. Walidacja Krzyżowa

Opracowana aplikacja umożliwia automatyzację procesu realizacji walidacji krzyżowej, techniki statystycznej pomagającej w ocenie modelu uczenia maszynowego. Aplikacja dzieli automatycznie przypisuje elementy ze zbioru danych do zbioru uczącego, walidacyjnego oraz testowego zgodnie z regułami walidacji krzyżowej. Następnie przeprowadzana jest odpowiednia liczba powtórzeń procesu treningu struktur na kolejno zdefiniowanych zbiorach. Parametry procesu zdefiniowane są w pliku crossValidation.json

- kFold: liczba powtórzeń walidacji krzyżowej.

Zastosowanie walidacji krzyżowej powoduje obliczenie średnich wartości metryk na zbiorach walidacyjnych i testowych dla wszystkich powtórzeń procesu uczenia.

3.5. Analiza danych

Aplikacja w trakcie realizacji treningu zbiera dane odnośnie metryk jakości. Dane umieszczane są w plikach csv oraz na wykresach zapisywanych na dysku twardym w formacie jpg. Celem plików csv jest możliwość analizy wyników przy pomocy dodatkowych narzędzi.

Zadaniem wykresów jest umożliwienie użytkownikowi końcowemu szybkiej ewaluacji i porównania modeli z przy pomocy różnorodnych metryk.

Aplikacja oblicza następujące metryki na zbiorze walidacyjnym oraz testowym dla poszczególnych klas indywidualnie, oraz uśrednione metryki dla wszystkich klas:

- IoU score (Intersection over union)

$$IoU = \frac{TP}{TP + FN + FP}$$

- F1 score

$$F1 = \frac{TP}{TP + \frac{1}{2}(FP + FN)}$$

- Accuracy

$$Accuracy = \frac{TP + TN}{TP + TN + FP + FN}$$

- Precision

$$Precision = \frac{TP}{TP + FP}$$

- Recall

$$Recall = \frac{TP}{TP + FN}$$

- Specificity

$$Precision = \frac{TN}{TN + FP}$$

Zakładając, że rozpatrujemy współczynniki dla segmentacji klasy oznaczonej jako A, TP - prawdziwie pozytywny (liczba pikseli należących do klasy A i prawidłowo przyporządkowanych do klasy A); FP - fałszywie pozytywny (liczba pikseli nie należących do klasy A i nieprawidłowo przypisanych do klasy A); TN - prawdziwie negatywny (liczba pikseli nie należących do klasy A i prawidłowo nie przypisanych do klasy A); FN - fałszywie negatywny (liczba pikseli należących do klasy A lecz nie przypisanych do klasy A).

3.6. Powiadomienia

Aplikacja umożliwia wysyłanie wiadomości email informującej użytkownika o postępach realizowanych obliczeń oraz o ich zakończeniu. Domyślne email informujący o kontynuacji obliczeń wysyłany jest raz dziennie, pozwala to operatorowi na nadzorowanie procesu uczenia i uzyskanie informacji o awarii systemu. Email informujący o zakończeniu obliczeń wysyłany jest od razu po zakończeniu procesu treningu i ewaluacji wszystkich sieci. Funkcjonalność jest opcjonalna, aktywuje się po dostarczeniu pliku email.json w którym użytkownik definiuje ustawienia serwera nadawczego, oraz odbiorczego:

- host: adres serwera pocztowego
- port: port serwera pocztowego
- login: nazwa użytkownika do logowania do serwera pocztowego
- password: hasło użytkownika do logowania do serwera pocztowego
- senderEmail: adres z którego ma zostać wysłana wiadomość
- deliveryAddress: adres na który należy wysyłać wiadomości email z powiadomieniami

Przykładowe pliki konfiguracyjne json znajdują się w repozytorium git, udostępnionym w ramach projektu.

3.7 Dane wynikowe

Aplikacja generuje zestaw danych składający się na pliki csv oraz png, mających na celu przedstawienie w przejrzysty sposób uzyskanych wyników (pliki png) oraz umożliwienie późniejszej dodatkowej analizy uzyskanych wyników (pliki csv).

4. PODSUMOWANIE

Celem prac realizowanych w ramach PBL było skrócenie czasu prowadzenia eksperymentów oraz umożliwienie szybkiego porównania wyników uzyskiwanych przez poszczególne struktury głębokich sieci neuronowych do segmentacji semantycznej. Ten cel osiągnięto poprzez dostarczenie narzędzia pozwalających na 1) automatyzację procesu uruchamiania eksperymentów zgodnie z zadaniem planem, 2) automatyzację procesu informowania użytkownika o realizacji i zakończeniu treningu 3) zapewnieniu efektywnej wizualizacji wyników uzyskiwanych przez różnorodne warianty wykorzystywanych struktur pozwalających na ich łatwe porównanie i wybór najlepszej architektury.

W kolejnych wersjach narzędzia dodana zostanie funkcjonalność zcentralizowanego zarządzania uruchamianiem procesów uczenia na rozproszonej grupie maszyn, pozwoli to na skrócenie procesu treningu.

Oprogramowanie dostępne jest w otwartym repozytorium GitLab pod adresem:
<https://gitlab.com/PiotrBartosz/segmentationmodeltestenviro>

LITERATURA

1. A. Targosz, P. Przystałka, R. Wiaderkiewicz, G. Mrugacz, . Semantic segmentation of human oocyte images using deep neural networks. *BioMedical Engineering OnLine*, 20(1), 1-26, 2021
2. G.L. Oliveira, W. Burgard, T. Brox, Efficient deep models for monocular road segmentation. In 2016 IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems (IROS) (pp. 4885-4891). IEEE, 2016
3. M. Paszkuta, J. Rosner, D. Pęszor, M. Szender, M. Wojciechowska, K. Wojciechowski, J. P. Nowacki, UAV On-Board Emergency Safe Landing Spot Detection System Combining Classical and Deep Learning-Based Segmentation Methods. In *Asian Conference on Intelligent Information and Database Systems* (pp. 467-478). Springer, Cham, 2021
4. O. Ronneberger, P. Fischer, T. Brox, U-Net: Convolutional Networks for Biomedical Image Segmentation. *International Conference on Medical image computing and computer-assisted intervention*. Springer, Cham, 2015.
5. Z. Zhou, M. M. R.Siddiquee, N. Tajbakhsh, J. Liang, Unet++: Redesigning skip connections to exploit multiscale features in image segmentation. *IEEE transactions on medical imaging*, 39(6), 1856-1867, 2019

6. S. C. Yurtkulu, Y. H. Şahin, G. Unal, Semantic segmentation with extended DeepLabv3 architecture. In 2019 27th Signal Processing and Communications Applications Conference (SIU) (pp. 1-4). IEEE, 2019
7. I. Pavel, Segmentation Models Pytorch, https://github.com/qubvel/segmentation_models.pytorch, 2019
8. R. Wightman, PyTorch Image Models, <https://github.com/rwightman/pytorch-image-models>, 2019



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Metodologia pozyskiwania danych na potrzeby treningu systemu opartego o głębokie sieci neuronowe do segmentacji semantycznej obiektów na ortofotomapach

D. Myszor^a, M. Sujkowski^b

^a Politechnika Śląska, Wydział Automatyki, Elektroniki i Informatyki, Katedra Algorytmiki i Oprogramowania

^b Politechnika Śląska, Wydział Transportu, Studenckie Koło Naukowe Wirtualnego Latania

email: dariusz.myszor@polsl.pl

Streszczenie: W artykule przedstawiono metodologię pozyskiwania i przetwarzania danych na potrzeby treningu systemu do segmentacji semantycznej obiektów na zdjęciach lotniczych.

Abstract: The article presents the methodology of data acquisition and processing for the purpose of training the system for semantic segmentation of objects in aerial photographs.

Słowa kluczowe: akwizycja danych, bezzałogowy statek powietrzny, zbiór danych, segmentacja semantyczna

1. WSTĘP

W ramach projektu SKN Wirtualnego Latania vFly pt. „Metody sztucznej inteligencji do segmentacji semantycznej obiektów na zdjęciach lotniczych” zespół prowadził proces akwizycji danych dla treningu struktur opartych o głębokie sieci neuronowe. Jednym z celów projektu było uzyskanie zbioru danych reprezentującego różnorakie warunki pogodowe pozwalającego na uniezależnienie struktur do segmentacji semantycznej od zmieniających się warunków oświetleniowych. W tym celu realizowano proces rejestracji danych z wykorzystaniem platformy wielowirnikowej nad wyselekcjonowanym obszarem Gliwic. Loty były wielokrotnie powtarzane co umożliwiło rejestrację materiału przy różnych warunkach pogodowych oraz oświetleniowych.

Segmentacja semantyczna ma za zadanie przypisanie pikseli obrazu do predefiniowanego zbioru klas, w efekcie uzyskuje się informacje o lokacji w których rozpoznawane obiekty występują na analizowanym obrazie oraz o ich kształcie. Zbiór danych wykorzystywany jest w trakcie treningu różnorodnych struktur realizujących zadania segmentacji semantycznej (np. U-net [1])

Dostępne są zbiory danych lotniczych oraz satelitarnych do treningu struktur mających na celu segmentację semantyczną, jednakże zazwyczaj nie uwzględniają one aspektu czasowego i zmieniającego się środowiska [2][3][4].

2. ZAŁOŻENIA PROJEKTU

Aby dobrać odpowiedni sprzęt oraz oprogramowanie do wykonywania nalotów, a także ustalić dokładne zasady ich wykonywania, ustalono kluczowe parametry:

- Zebrany materiał w postaci zdjęć lotniczych ma służyć do generacji ortofotomapy.
- Miejsce nalotów powinno posiadać zarówno elementy stałe (budynki), zależne od pory roku (drzewa i roślinność), a także nieprzewidywalnie zmienne (jak obecność samochodów na parkingu).
- Charakterystyka zastosowanego bezzałogowego statku powietrznego - nośnika kamer - powinna umożliwiać loty przy zmiennych warunkach atmosferycznych (wiatr do 10m/s).
- Pory dnia i roku, a także warunki atmosferyczne powinny być jak najbardziej zmienne.
- Loty i zdjęcia mają być wykonywane z dużą powtarzalnością, która pozwoli na zebranie jednolitych danych uczących, dających możliwość treningu i ewaluacji zaimplementowanych metod sztucznej inteligencji.
- 1 metr w terenie powinien odpowiadać co najmniej 50 pikselom na wygenerowanej ortofotomapie.



Rysunek 1. Bezzałogowy statek powietrzny wybrany do badań – DJI Mavic Air 2
Figure 1. The unmanned aerial vehicle selected for testing - DJI Mavic Air 2

3. BEZZAŁOGOWY STATEK POWIETRZNY

Założenia projektu bezwzględnie wskazały na potrzebę zastosowania statku powietrznego będącego wielowirnikowcem. Płatowce w celu zapewnienia siły nośnej wymagają przepływu powietrza wokół skrzydeł o wystarczająco dużej prędkości [5], podczas gdy wirnikowce mają możliwość lotu z niskimi prędkościami, a nawet bezpośredniego zawisu nad punktem [6]. Co

prawda zastosowanie płatowca umożliwi dłuższy jednostkowy czas i zasięg lotu [7], jednak wiąże się to ze znacznym zwiększeniem kosztów, z powodu zastosowania bardziej zaawansowanych systemów wizyjnych (jakość kamery czy system utrzymujący kamerę idealnie pionowo w kierunku ziemi [8]) i jest to z punktu widzenia projektu ekonomicznie nieopłacalne. Zastosowanie statku powietrznego posiadającego więcej niż jeden rotor, zapewnia dodatkowo większą stabilność lotu.

Zgodnie z przepisami EASA, aby móc wykonywać loty w kategorii A1 (loty nad ludźmi [9]), dron musi mieścić się w kategorii C0 lub C1, czyli mieć masę poniżej 900g [10].

Aby wykonywać misje o odpowiedniej powtarzalności, dron powinien być wyposażony w systemy stabilizujące lot oraz system GPS, umożliwiający dokładne ustalanie pozycji oraz wykorzystanie lotów po zaprogramowanych trasach.

Drony produkcji firmy DJI współpracują z większością dostępnych na rynku aplikacji do wykonywania misji autonomicznych. Dlatego też w procesie akwizycji danych wykorzystywano DJI Mavic Air 2 przedstawiony na rys. 1.

4. OPROGRAMOWANIE STERUJĄCE

Większość nowoczesnych, amatorskich dronów firmy DJI posiada wbudowane inteligentne tryby lotu, które z wykorzystaniem dostarczonej aplikacji umożliwiają wykonywanie misji takich jak: aktywne śledzenie obiektów, tworzenie zdjęć panoramicznych, technika hyperlapse, funkcje „szybkich zdjęć”, lot po punktach [11].

Na rynku dostępne są również aplikacje umożliwiające wykonywanie bardziej zaawansowanych misji lotów UAV. Są to aplikacje DJI GS PRO [12], Dronelink [13] oraz Litchi [14]. Projektowanie misji, w trakcie których pozyskiwane są zdjęcia będące materiałem wejściowym do generacji ortofotomapy umożliwiają jednak tylko dwie z nich: DJ GR PRO oraz Dronelink. Pierwsza z aplikacji umożliwia współpracę z dronami produkowanymi dla zastosowań profesjonalnych i nie współpracuje z wybranym DJI Mavic Air 2, dlatego też w celu realizacji procesu akwizycji wybrano aplikację Dronelink (rys. 2).



Rysunek 2. Ekran z aplikacji Dronelink definiujący parametry misji

Figure . Screen from the Dronelink application defining mission parameters

5. MIEJSCA I CZAS WYKONYWANIE MISJI

Przeprowadzone analizy potencjalnych lokacji doprowadziły do wyboru dwóch miejsc w których pozyskiwano dane (rys. 3):

- parking przed halą widowiskowo – sportową „Arena Gliwice” – obszar ten zawiera dwa obszary parkingowe (P1, P2), boisko do siatkówki, przestrzeń wykorzystywaną do festiwalu oraz przystanek autobusowy. Miejsce to posiada wiele elementów stałych oraz zwykle nieporuszających się w trakcie pozyskiwania danych obiektów które w dłuższej perspektywie czasu zmieniają swoje położenie – samochodów, a także w wyjątkowych sytuacjach – infrastrukturę festiwalową.
- Rodzinny Ogród Działkowy „Krakowianka” – obszar zawierający elementy stałe – budynki, a także obiekty zależne od pogody i pory roku - drzewa.

Naloty wykonywane były o zmiennych godzinach od wschodu do zachodu słońca (najwcześniej o godzinie 08:30, najpóźniej o godzinie 20:15 czasu lokalnego)



Rysunek 3. Lokacje w których realizowano proces akwizycji danych. ROD „Krakowianka” oraz parking przed halą widowiskowo-sportową „Arena Gliwice”, zdjęcia wykonano w dwóch różnych porach roku

Figure 3. Locations where the data acquisition process was carried out. ROD "Krakowianka" and a car park in front of the sports and entertainment hall "Arena Gliwice", the photos were taken at two different times of the year

6. PROJEKTOWANIE I PARAMETRY MISJI

Projektowanie misji w programie Dronelink należy rozpocząć od wyznaczenia obszarów, na których ma być wykonywany nalot, a następnie wyznaczyć parametry lotu (rys. 4). Wyznaczając parametry należy wziąć pod uwagę, jakim sprzętem dysponujemy, jakich rezultatów oczekujemy oraz przeszkody terenowe występujące na danym obszarze.

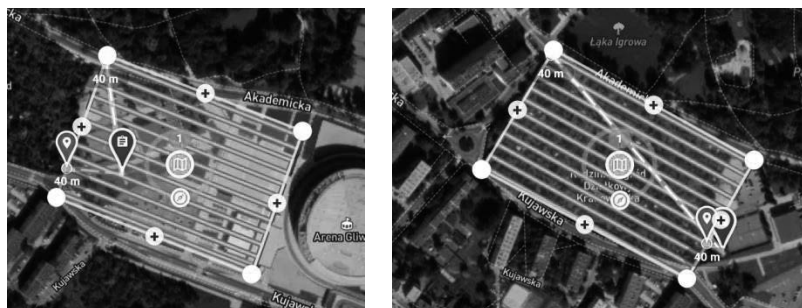
W naszym przypadku najwyższe przeszkody terenowe znajdują się na wysokości ok. 20 m nad poziomem miejsca startu, dlatego w celu zapewnienia bezpieczeństwa, wysokość lotu została zaplanowana na 40 m AGL (*Above the Ground Level*). Pozostałe parametry zostały wyznaczone doświadczalnie, w taki sposób, aby uzyskać zadowalającą rozdzielczość zdjęć.

Wyznaczone podstawowe parametry lotu:

- wysokość: 40 m;
- średnia prędkość lotu: 15 km/h;

- pokrycie zdjęć przednie: 75%;
- pokrycie zdjęć boczne: 72%;

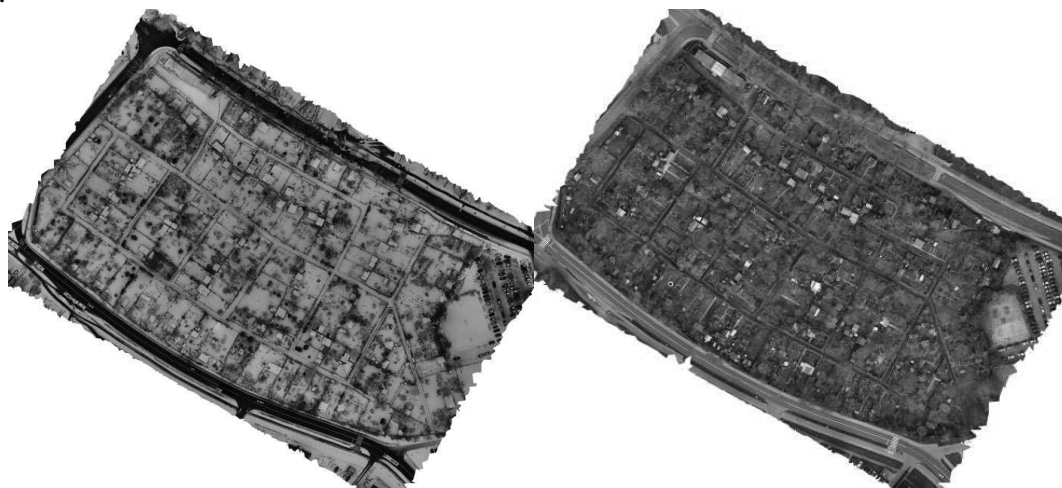
Loty każdorazowo zgłaszane były przy pomocy aplikacji DroneRadar. Loty realizowane były przez licencjonowanego operatora dronów.



Rysunek 4. Zaprogramowane trasy przelotu, widoczne w aplikacji dronelink
Figure 4. Flight routes, visible in the dronelink app

7. PRZETWARZANIE DANYCH

Zgromadzone dane konwertowane są do postaci ortofotomap. Istnieje wiele aplikacji pozwalających na realizację tego zadania np. Maps Made Easy, DroneDeploy, MetaShape, DroneMapper, Pix4D, lecz większość wymaga zakupu licencji lub opłat za wygenerowane ortofotomapy. W projekcie wykorzystano oprogramowanie o otwartym kodzie OpenDroneMap [15]. Autorzy rozwiązania udostępniają rozwiązanie w postaci kontenera Docker, co umożliwi uruchomienie procesu generowania map na większości popularnych systemów operacyjnych (Windows, Linux, MacOS). Oprogramowanie jest dostępne na licencji GNU Affero General Public License v3.0, umożliwiającą wykorzystanie komercyjne. Na stronie projektu ODM <https://opendronemap.github.io/UAVArena/> dostępne jest porównanie jakości ortofotomap wygenerowanych przy pomocy ODM oraz innych popularnych aplikacji do generowania ortofotomap. Przykładowe ortofotomapy wygenerowane w ramach projektu przedstawiono na rys. 5.



Rysunek 5. Przykładowe ortofotomapy wygenerowane w ramach projektu
Figure 5. Sample orthophotomaps generated as part of the project

Dla każdej z wygenerowanych ortofotomap należało sporządzić plik zawierający przyporządkowanie pikseli do rozpatrywanych klas (budynek, drzewo, samochód, parking). W tym celu wykorzystano narzędzie Coco Annotator (dostępne na licencji MIT) [16]. Aplikacja ta również dostępna jest w postaci kontenera Docker. Po jej uruchomieniu uzyskuje się dostęp do portalu webowego działającego w lokalnym środowisku uruchomieniowym. Po przeprowadzaniu procesu anotowania obiektów na przetwarzanej ortofotomapie, należy wykorzystać funkcjonalność CocoAnnotator eksportu anotacji do formatu json. Następnie wyeksportowany plik przetwarzano wykorzystując skrypt (zaimplementowany na potrzeby projektu w języku Python) służący do generacji plików w formacie png, pliki te zawierają maski poszczególnych obiektów. Każdy wygenerowany plik zawierał jeden zaznaczony obiekt (np. samochód), nazwa pliku ma następujący format: NazwaOrtofotomapy_IdentyfikatorKlasy_UnikalnyNumerInstancjiObiektuDanejKlasy.png. Pliki wynikowe mają identyczną rozdzielczość jak źródłowa ortofotomapa. Piksele należące do obiektu rozpatrywanej klasy przyjmują wartość 1, pozostałe piksele przyjmują wartość 0. Podejście takie pozwala na łatwą obróbkę masek (np. sklejanie obiektów tego samego typu). Pliki mogą być wykorzystane w procesie treningu struktur do segmentacji semantycznej oraz segmentacji instancji. Przykładowy plik z naniesionymi anotacjami przedstawiono na rys. 6.



Rysunek 6. Przykład fragmentu ortofotomapy anotowanej w ramach projektu

Figure 6. An example of a fragment of an orthophotomap annotated within the project

7. PODSUMOWANIE

W artykule opisano metodologię pozyskiwania i przetwarzania danych na potrzeby treningu systemu do segmentacji semantycznej obiektów na zdjęciach lotniczych. Celem było stworzenie zbioru danych umożliwiającego trening głębokich sieci neuronowych odpornych na zmiany warunków oświetleniowych. W projekcie wykorzystano budżetowe wielowirnikowce do pozyskiwania zdjęć z zadanego obszaru oraz bezpłatne oprogramowanie co pozwala istotnie zredukować koszty pozyskiwania zbioru danych.

LITERATURA

1. O. Ronneberger, P. Fischer, T. Brox, U-Net: Convolutional Networks for Biomedical Image Segmentation. International Conference on Medical image computing and computer-assisted intervention. Springer, Cham, 2015.

2. A. Boguszewski, D. Batorski, N. Ziemia-Jankowska, T. Dziedzic, A. Zambrzycka, LandCover.ai: Dataset for Automatic Mapping of Buildings, Woodlands, Water and Roads From Aerial Imagery, Proceedings of the IEEE/CVF, Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR) Workshops, 2021
3. Z. Waqas, A. Syed, G. Aditya, S. Khan, G. Sun, F. Shahbaz, F. Zhu, L. Shao, G. Xia, X. Bai, iSAID: A Large-scale Dataset for Instance Segmentation in Aerial Images, 2019
4. M. T. Chiu, X. Xu, Y. Wei, Z. Huang, A. G. Schwing, R. Brunner, H. Khachatrian, H. Karapetya, I. Dozier, G. Rose, D. Wilson, A. Tudor, N. Hovakimyan, T. S. Huang, H. Shi, Agriculture-Vision: A Large Aerial Image Database for Agricultural Pattern Analysis, Proceedings of the IEEE/CVF Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR), 2020
5. J. A. Paredes, C. Saito, M. Abarca, F. Cuellar; “Study of effects of high-altitude environments on multicopter and fixed-wing UAVs' energy consumption and flight time”; China, 2017
6. A. Bouman, P. Nadan, M. Anderson, D. Pastor, J. Izraelevitz, J. Burdick, B. Kennedy, Design and Autonomous Stabilization of a Ballistically-Launched Multirotor; France, 2020
7. M. A. Boon, A. P. Drijfhout, S. Tesfamichael, Comparison Of A Fixed-Wing And Multi-Rotor Uav For Environmental Mapping Applications: A Case Study, Germany, 2017
8. L. Zongjian, Uav For Mapping —Low Altitude Photogrammetric Survey, International Archives of Photogrammetry and Remote Sensing, Beijing, China, 2008
9. COMMISSION IMPLEMENTING REGULATION (EU) 2019/947 Of 24 May 2019
10. COMMISSION DELEGATED REGULATION (EU) 2019/945 Of 12 March 2019
11. Mavic Air 2 User Manual
12. Internet: www.dji.com/pl/ground-station-pro [08.12.2022]
13. Internet: www.dronelink.com [08.12.2022]
14. Internet: www.flylitchi.com [08.12.2022]
15. Open Drone Map, <https://github.com/OpenDroneMap/ODM>, OpenDroneMap/ODMGitHub; , 2020
16. J. Brooks, COCO Annotator, <https://github.com/jsbroks/coco-annotator/>, 2019



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Experimental investigations of automatic driver for pressure equipment of light industry machines on the basis of hydrostructures

V. Neimak^a, O. Polishchuk^b, T. Romanets^c, A. Yerii^d, A. Pervak^e

^a Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: nejmakvit@gmail.com.

^b Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: opolishchuk71@gmail.com.

^c Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: tromanec@gmail.com.

^d Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: andrijerij@gmail.com.

^e Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: pervak.2003@gmail.com.

Abstract: pushers represent a combination of engine and translational transmission, that is, an autonomous, often constructively compact, drive with a translatory motion of the working body. The combination of the hydraulic pump and the piston allows you to select as an actuator an electric motor with a relatively small power and moment, and at the same time obtaining a significantly increased directional force. The prospect of the use of hydraulic pushers as a drive for press ironing equipment looks like.

Modern hydraulic pushers can provide both pressure and pressure requirements, while having a number of significant advantages over other mechanisms of reciprocating motion. When installing a hydraulic jack on an ordinary hydraulic ironing press, there is no need to install a water boat and pipelines. The preliminary assessment showed the promise of the proposed direction, but for the final answer it was necessary to conduct a series of experimental analytical studies of press ironing equipment with a stand-alone drive on the basis of hydraulic pushers.

This article is devoted to experimental research of autonomous drive on the basis of hydraulic pushers in order to establish the conformity of their power characteristics to the requirements put forward for press equipment of light industry.

The basis of experimental research is the study of the time of lifting and lowering the rod of a hydraulic shaft under different loads, namely 15, 20, 25 KGs.

On the basis of the conducted cycle of experimental studies, it has been established that the hydraulic shock absorber has good dynamic characteristics and can be used as a drive for light industry equipment for operations that do not require major technological efforts, such as insertion of blocks, eyelets, punching holes.

Keywords: hydraulic press, hydraulic pushers, press equipment for light industry, press ironing equipment.

1. INTRODUCTION

In modern light industry, there is a tendency to create a large number of small and medium-sized enterprises, where there is no need to use high-power and, accordingly, energy-intensive press equipment. It mainly uses electromechanical, hydraulic or pneumatic drives. Along with the advantages, this equipment has a number of disadvantages: high cost, bulkiness, low efficiency. In small and medium-sized enterprises, for example, when performing technological operations of embossing and perforation, especially when processing small parts of shoe uppers, such a large effort (450-1000 kN) as given by ordinary presses is not required.

The modern state of the equipment of light industry enterprises has shown that the problem of creating such press equipment, which is characterized on the one hand by: simplicity, reliability, universality, is urgent; on the other: relatively low cost.

2. OBJECTS AND METHODS OF RESEARCH

In recent years, the wide development and application of automatic control and regulation schemes led to the emergence of autonomous drives of both rotary and translational motion, which are used as executive mechanisms.

Such mechanisms with rotational movement of the executive body are widely described in domestic and foreign literature.

Less well-known are the so-called pushers, which are a combination of an engine and a translational transmission, that is, an autonomous, most often structurally compact, drive with translational movement of the working body [1].

The global practice of designing and manufacturing pushers has a wide variety of solutions in this area. All types of thrusters are widely used in various fields of technology, but electrohydrodynamic pushers, hereinafter called electrohydraulic pushers, received the greatest development [2].

The combination of a hydraulic pump with a piston allows you to choose an electric motor with a relatively small power and torque as a drive, and at the same time obtain a significantly increased directed force.

The use of hydraulic pushers as a drive for press ironing equipment looks promising. The conclusion made is based both on the requirements for press ironing equipment of light industry machines and on the capabilities of hydraulic pushers.

3. RESULTS AND DISCUSSIONS

The main requirement for press ironing equipment is to ensure a specific pressure of 0,15-1,5 kgf/cm² for 10-45 seconds. The analysis of technical literature and patents showed that such equipment can be created by using autonomous drives, in particular, hydraulic pushers.

The main requirement for press ironing equipment is to ensure a specific pressure of 0,15-1,5 kgf/cm² for 10-45 seconds.

Modern hydraulic pushers can meet the requirements for both pressure and pressing time, and at the same time have a number of significant advantages compared to other reciprocating mechanisms (low sensitivity to overloads, low content of non-ferrous metals, smooth operation, fairly high efficiency (0,15 – 0,5), economy in terms of energy consumption) [3].

When installing a hydraulic pusher on a conventional hydraulic ironing press, there is no need to install a hydraulic tank and pipelines. The diagram of an ironing press based on a hydraulic pusher is shown in fig. 1.

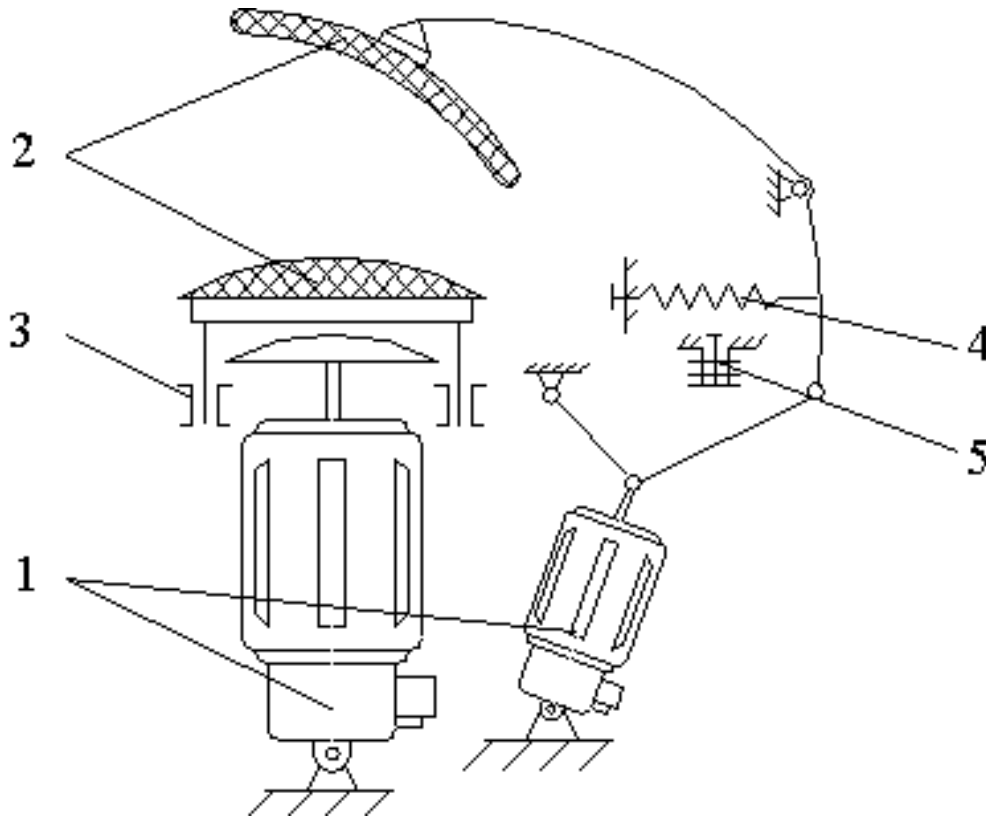


Fig. 1. Scheme of an ironing press based on a hydraulic pusher: 1 – hydraulic pushers; 2 – ironing pillows; 3 – guides; 4 – return spring; 5 – limit switch-locker

The preliminary assessment showed the prospects of the proposed direction, but for the final answer it is necessary to conduct a cycle of experimental and analytical research of press ironing equipment with an autonomous drive based on hydraulic thrusters.

The basis of the experimental research is the study of the time of raising and lowering the piston rod under various loads, namely 15, 20, 25 KHs.

Photo of the stand for experimental research of drives of press equipment based on hydraulic pushers is presented in fig. 2.

Hydraulic pusher 1 is mounted on a support. As a displacement sensor, a conical beam is used, which, during the movement of the pusher rod, deforms the elastic element on which the strain gauge 3 is glued. To amplify the signal, a galvanic isolation unit and amplifier 4 are used. To digitize the signal, for the purpose of further data processing on a computer, an analog is used - digital converter 5.

Signals from sensor 3 through the LM358N amplifier and the USB-1009 analog-to-digital ADC converter are fed to the computer electronic computer, where they are processed using the LabVIEW software environment.

The graphical shell of the LabVIEW environment shows how displacements change over time.

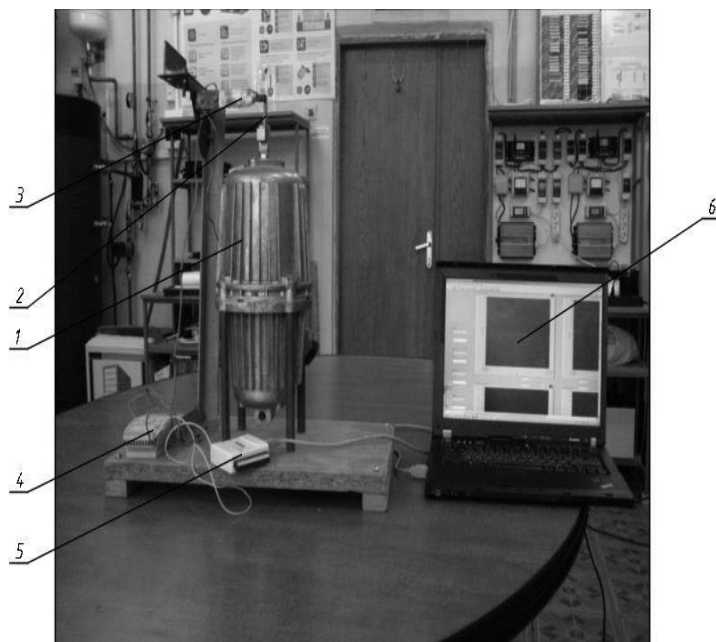


Fig. 2. Experimental stand for researching drives of press equipment based on hydraulic pushers: 1-hydraulic thruster, 2-displacement sensor; 3-tension patch; 4-block of galvanic separation and amplifier; 5-analog-digital converter; 6-computer

When conducting a study of the characteristics of the hydraulic thruster, the study was conducted using the LabVIEW software environment (fig. 3).

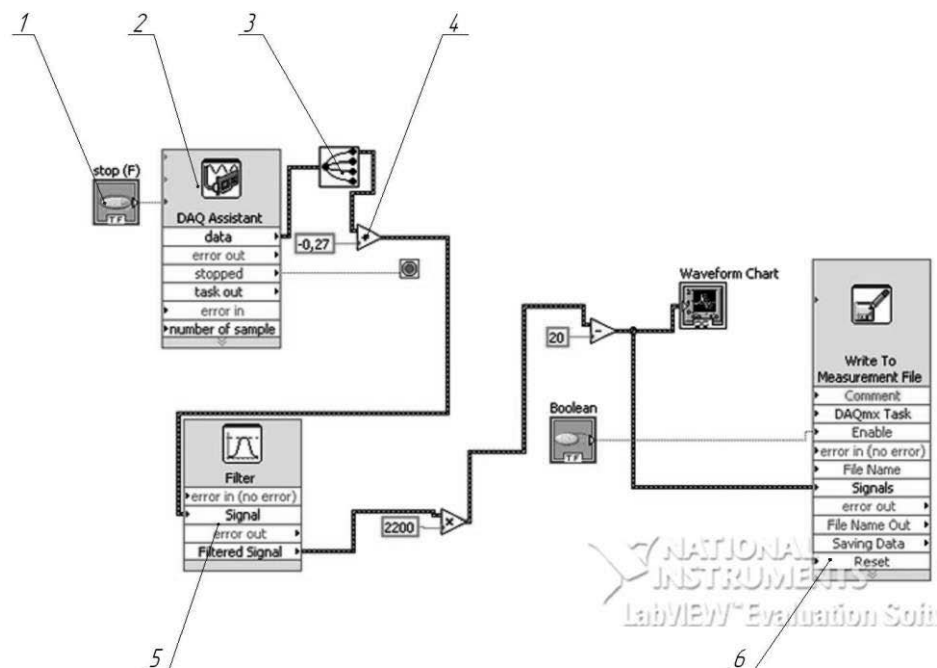


Fig. 3. Scheme of the stand in the LabVIEW software environment: 1 – switch; 2 – analog-digital converter; 3- illuminator; 4- taring coefficients; 5 – filter; 6 – block of writing to files

In fig. 4 shows the results of experimental studies processed in the LabVIEW software environment.

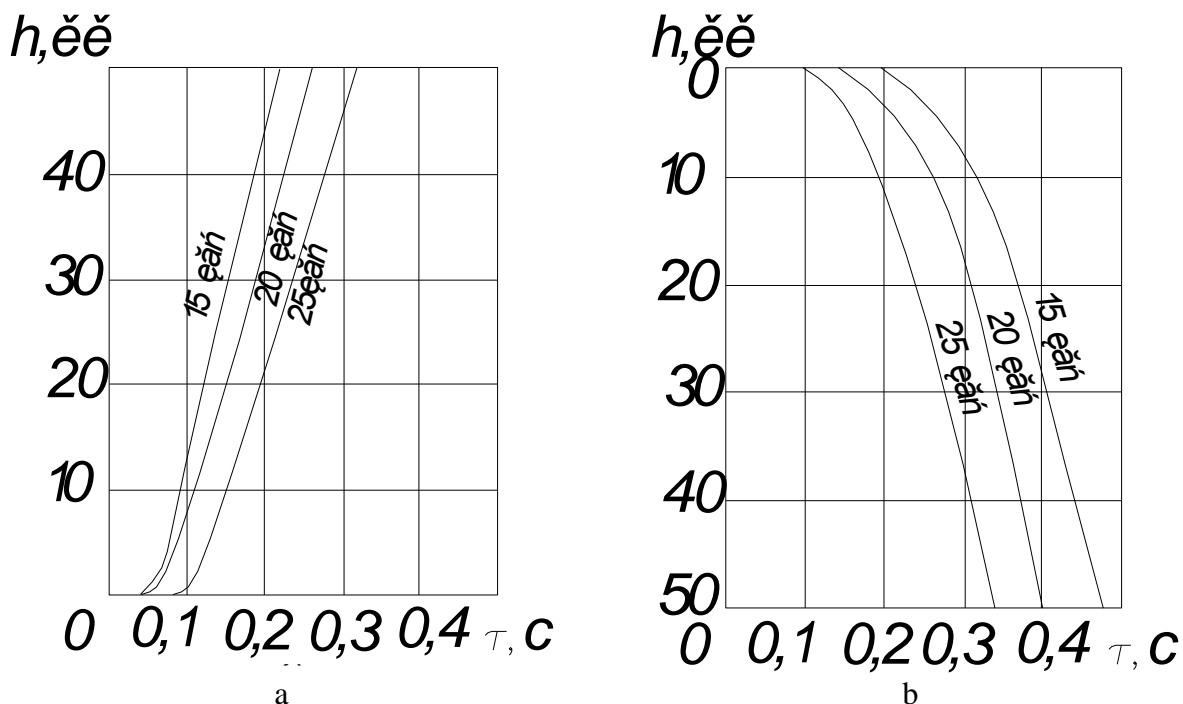


Fig. 4. Experimental studies of the time of raising (a) and lowering (b) of the hydraulic pusher rod with different loads

4. CONCLUSIONS

Thus, based on the conducted cycle of experimental research, it can be concluded that the hydraulic pusher has good dynamic characteristics and can be used as a drive for press equipment of light industry to perform operations that do not require great technological efforts, such as inserting blocks, eyelets, punching holes

BIBLIOGRAPHY

1. Yaure A.G., Pevzner E.M. Crane electric drive. Handbook. - M.: Energoatomizdat, 1988. - 344 p.
2. Electrical engineering in construction: tutorial / A.Y. Achkasov, V.A. Lushkin, V.M. Okhrimenko, T.B. Voronkova; edited by V.M. Okhrimenko; transl. from ukr. M.V. Zbitneva, col. red. E.S. Moshtag, S.V. Kobayakov, A.V. Omelchenko, O.M. Tarabanovska; O.M. Beketov National University of Urban Economy in Kharkiv. – 2-nd corrected and enlarged edition. – Kharkiv: O.M. Beketov NUUE, 2015. – 428 p.
3. Raputov B.M. Electrical equipment for cranes of metallurgical enterprises. - M.: Metallurgy, 1990. - 272 p.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Wpływ temperatury odpuszczania na własności mechaniczne (twardość) stali jakościowej do ulepszania cieplnego 1.0503 (C45)

D. Niemczyk^a, M. Bodio^a, A. Kędziora^a, D. Jaromin^a, S. Lesz^b, A. Drygała^b, S. Topolska^c,
A. Zarychta^b, Ł. Reimann^b

^a Studenci Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny,
email: dagmnie528@student.polsl.pl, mb304698@student.polsl.pl,
andrked991@student.polsl.pl dawijar120@student.polsl.pl,

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów
Inżynierskich i Biomedycznych,
email: sabina.lesz@polsl.pl, aleksandra.drygała@polsl.pl, adam.zarychta@polsl.pl,
lukasz.reimann@polsl.pl,

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Spawalnictwa,
email: santina.topolska@polsl.pl

Streszczenie: W artykule przedstawiono wyniki badań wpływu temperatury odpuszczania na zmianę własności mechanicznych (twardość) stali niestopowej, jakościowej do ulepszania cieplnego 1.0503 (C45). Po przeprowadzonym hartowaniu próbek w wodzie z temperatury 840 °C zostały one odpuszczone w zakresie temperatur od 150 – 700 °C w czasie 60 minut ze skokiem co 50-100 °C. Po tak przeprowadzonej obróbce cieplnej, dokonano pomiaru twardości uprzednio przygotowanych próbek. W sposób graficzny przedstawiono w jaki sposób twardość stali zmniejsza się w miarę zwiększania temperatury odpuszczania.

Abstract: In the article are presented the results of research on the influence of tempering temperature on the mechanical properties (hardness), of a not alloyed, quality steel for quenching and toughening 1.0503 (C45). After the samples were quenched in water from the temperature of 840 °C, they were tempered in the temperature range of 150 - 700 °C during 60 minutes with a step of 50-100 °C. After heat treatment, the hardness of the previously prepared samples was measured. Graphically, it is shown how the hardness of steel decreases as the tempering temperature increases.

Słowa kluczowe: obróbka cieplna, stal konstrukcyjna, twardość stali, ulepszanie cieplne, hartowanie, odpuszczanie.

1. WSTĘP

Aby spełnić coraz większe wymagania stawiane przez obecny przemysł stosuje się różne zabiegi mające na celu zmianę, poprawę lub nadanie nowych własności stosowanym stopom.

Jednym z takich zabiegów technologicznych jest ulepszanie cieplne, czyli połączenie hartowania z wysokim odpuszczaniem. Proces ten ma na celu otrzymanie optymalnych własności stali jakimi jest połączenie dość wysokiej twardości wraz z możliwością skrawania oraz akceptowalną udarnością [1-4].

Obróbka cieplna jest dziedziną technologii, która ma na celu polepszenie własności mechanicznych stopów metali, poprzez szereg zastosowanych zabiegów np. nagrzewanie, wygrzewanie oraz chłodzenie. W zwykłej obróbce cieplnej wyróżniamy trzy główne grupy: wyżarzania (z lub bez przemiany alotropowej Fe), hartowanie z odpuszczaniem, oraz przesycanie z lub bez starzenia. Zmiany w strukturze stopów metali zachodzą w stanie stałym materiału, poprzez trzy najważniejsze czynniki jakimi są: temperatura i czas wygrzewania oraz działanie i rodzaj ośrodka chłodzącego [1-4].

1.1. Przemiany w stali podczas nagrzewania

W procesie technologicznym obróbki cieplnej, pierwszą czynnością jaką zazwyczaj wykonujemy jest nagrzewanie stali. Należy zwrócić uwagę, iż nagrzewanie stali wykonujemy, tak aby nie dopuścić do pęknięć w wyniku naprężeń cieplnych. W zależności od gabarytów przedmiotu obrabianego stosujemy nagrzewanie ciągłe lub stopniowe. W zależności od gatunku obrabianej stali mamy konkretny przedział temperatury wymaganej do procesu austenitzowania. Ważne jest aby osiągnąć dany przedział temperaturowy, ponieważ gdy go nie osiągniemy, nie nastąpi żadna przemiana fazowa lub możemy tylko pogorszyć twardość stali np. poprzez zbyt wysoką temperaturę wygrzewania lub też brak atmosfer ochronnych w piecu w czasie prowadzonej obróbki [1-4].

Warunkiem rozpoczęcia procesu tworzenia się austenitu z mieszaniny ferrytu i cementytu jest nagrzanie stali do temperatury powyżej A_{c1} . Po osiągnięciu temperatury A_{c1} zaczyna się przemiana. Na granicach ferrytu i cementytu powstają niejednorodne zarodki austenitu. Zarodki podczas rozrastania się rozpuszczają węgliki i następuje dyfuzja pierwiastków stopowych. Szybkość tworzenia się austenitu uzależniona jest od szybkości dyfuzji pierwiastków. Ziarna powstające w pierwszej fazie posiadają bardzo duże zróżnicowanie stężenia węgla. Szybkość rozpuszczania się węglików uzależniona jest od wielkości wydzieliń oraz temperatury wygrzewania. Po utworzeniu austenitu niejednorodnego, występuje dalsze rozpuszczanie węglików (w postaci większych wydzieliń), które potrzebują wyższych temperatur i/lub czasu do ich rozpuszczenia, przez co zmniejsza się szybkość tworzenia i ujednorodnienia austenitu. Część węglików korzystniej jest pozostawić nierozpuszczonych, ze względu na możliwy zbyt duży rozrost ziaren austenitu. Wielkość ziaren austenitu ma duży wpływ na własności stali po ochłodzeniu, dlatego najkorzystniejsze jest utrzymanie struktury drobnoziarnistego austenitu. Dalsze rozpuszczanie węglików, prowadzi do powstania austenitu jednorodnego [1-4].

1.2. Przemiany w stali podczas chłodzenia

1.3. Hartowność stali

Cechą charakterystyczną dla stali jest jej zdolność do utwardzenia się przy hartowaniu – hartowność. Hartowność to podatność danej stali na hartowanie. Wyrażana jest w zależności od przyrostu twardości w wyniku hartowania, oraz od warunków austenitzowania i szybkości chłodzenia. Hartowność uzależniona jest od składu chemicznego stali, struktury austenicznej oraz obecności nierozpuszczonych innych cząstek. Dodatki stopowe tj. Mn, Cr, Mo, Co itp. oraz węgiel (rozpuszczone w austenicie), zwiększają hartowność stali [1-4].

Obok pojęcia „hartowności” kolejnym ważnym zagadnieniem jest przehartowalność stali, którego miarą jest krytyczna szybkość chłodzenia lub średnica krytyczna D_k np. średnica pręta, w którym po zahartowaniu w odpowiednim ośrodku, z określoną intensywnością chłodzenia, w osi przekroju poprzecznego elementu obrabianego, otrzymujemy strukturę stali złożoną z co najmniej k % martenzytu (k – udział martenzytu w strukturze stali). Średnica D_{50} nazywana jest średnicą półmartenzytyczną ze względu na pięćdziesięcio procentowy udział martenzytu w strukturze stali [1-4].

1.4. Odpuszczanie

Odpuszczanie jest to proces polegający na nagrzeniu zahartowanej już stali do temperatury niższej od A_{c1} , następnie wygrzaniu stali w tej temperaturze i ochłodzeniu jej do temperatury pokojowej. Wyróżniamy trzy rodzaje odpuszczania (w zależności od temperatury wygrzewania) niskie, średnie i wysokie [1-4]:

- odpuszczanie niskie (odprężające) przeprowadza się w temperaturze $150 \div 250^\circ\text{C}$ w celu zmniejszenia naprężeń hartowniczych, przy zachowaniu dużej twardości oraz wytrzymałości i odporności na ścieranie. Stosowane jest głównie do narzędzi, sprężyn czy sprawdzianów[1-4],
- odpuszczanie średnie przeprowadza się w temperaturze $250 \div 500^\circ\text{C}$ w celu uzyskania jak najwyższej granicy sprężystości i wytrzymałości na rozciąganie przy satysfakcjonującej plastyczności. W wyniku tej operacji twardość stali ulega niewielkiemu zmniejszeniu. Odpuszczanie średnie stosuje się do przedmiotów narażonych na uderzenia m.in. silnie obciążone sprężyny, młotki pneumatyczne [1-4],
- odpuszczanie wysokie przeprowadza się w temperaturze od 500°C , lecz niższej od A_{c1} , ma na celu uzyskanie możliwie dobrych właściwości mechanicznych (wysokiej wytrzymałości i plastyczności oraz wytrzymałości zmęczeniowej). Połączenie operacji hartowania oraz odpuszczania wysokiego nazywamy ulepszeniem cieplnym. Ulepszenie cieplne stosujemy do elementów maszyn, w których wymagana jest wysoka granica plastyczności [1-4].

1.5. Badania twardości

Celem pomiarów twardości jest określenie własności użytkowych oraz zweryfikowanie poprawności wykonanych procesów technologicznych i obróbczych, którym został poddany materiał. Twardość jest określana jako miara odporności materiału przeciw lokalnym odkształceniom trwałym. Odkształcenia te powstają wskutek działania nacisków punktowych spowodowanych wciskaniem twardszego przedmiotu, zwanego wgłębnikiem, w powierzchnię badanej próbki. Najbardziej ogólnym podziałem metod pomiarów twardości jest podział na pomiary statyczne i dynamiczne. Niektóre metody badań twardości posiadają również skale twardości. Porównanie poszczególnych skali twardości jest efektem wieloletnich doświadczeń, ale nie ma między nimi matematycznej zależności [5, 6].

Tabele pochodzące z różnych źródeł wykazują znaczące różnice wyników. Dlatego twardość wyznaczona na podstawie tabel może być traktowana jedynie jako przybliżenie. Tabele przeliczeń między skalami zawierają również informację o wytrzymałości na rozciąganie dla stali, ze względu na powiązanie między twardością a własnościami mechanicznymi metali [5, 6].

Jedną z bardziej znanych metod pomiarów twardości jest pomiar metodą Rockwella. Jako wgłębnik stosowana jest kulka o znormalizowanej średnicy 1/16" lub stożek o kącie rozwarcia 120°. Warunki badań są określone w normie PN-EN ISO 6508-1 [6].

Pomiar polega na dwustopniowym wciskaniu wgłębnika. Najpierw działa się siłą wstępną, która wynosi 98,07 N dla stali normalnych od A do K, natomiast dla stali powierzchniowych 29,42 N. Czas przyłożenia siły wstępnej nie powinien przekroczyć 2 sekund, a czas działania 3 sekund. Drugim etapem jest działanie siłą główną, przy skalach normalnych czas jej działania powinien wynosić maksymalnie 8 sekund. Wartość całkowitego obciążenia jest sumą sił obciążeń oraz jest różna w zależności od użytej stali, a jej wartości są podane w normie [6].

Wyniki pomiarów zapisuje się poprzez podanie liczbowej wartości twardości odczytanej z twardościomierza, symbolu metody badania HR oraz uzupełnia symbolem określającym skalę. Czasem też podaje się oznaczenia rodzaju zastosowanego wgłębnika, np. W, w przypadku użycia kulki wykonanej z węgla wolframu. Każda skala ma określony zakres stosowności, w przypadku jego przekroczenia, badania powinno się przeprowadzić w innej skali. W przypadku stali HRC, gdzie zakres stosowności wynosi 20÷70 HRC, jeśli wynik oscyluje przy dolnej granicy należy zastosować skalę HRB, gdzie będziemy działać z inną siłą i rodzajem wgłębnika. Do przeprowadzenia badań należy mieć próbkę, której grubość jest większa od dziesięciokrotnej wartości trwałego przyrostu głębokości odcisku, jej powierzchnia musi być gładka i czysta o promieniu krzywizny ponad 19 mm w przypadku stożka i 12,5 mm w przypadku kulki [6].

Do zalet metody Rockwella można zaliczyć możliwość badania powierzchni owalnych, szybkość i prostotę pomiarów oraz małe obciążenia. Wadą jest różnorodność stali, które jest ciężko ze sobą porównać oraz ze względu na małe wymiary odcisków nie można stosować tej metody do badania materiałów niejednorodnych [5, 6].

2. BADANIA WŁASNE

W tym artykule została zawarta analiza wpływu temperatury odpuszczania na twardość stali niestopowej, jakościowej, do ulepszania cieplnego C45 (1.0503).

Skład chemiczny tej stali został podany w tablicy 1 na podstawie normy PN-EN 10083-2:2008 [7]. Ważnym wymaganiami stawianymi stalom do ulepszania cieplnego jest dokładana regulacja składu chemicznego w celu uzyskania powtarzalnej i przewidywalnej hartowności [7]. Jako materiał do badań posłużył pręt o średnicy ϕ 25mm.

Tablica 1. Zawartość procentowa pierwiastków dla stali do ulepszania cieplnego C45.

Table 1. Percentage of chemical elements for heat-treatable steel C45.

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	S	P	Cr+Mo+Ni
0,42	0,1	0,5	max	max	Max	max	max	max	max
0,5	0,4	0,8	0,3	0,4	0,1	0,3	0,045	0,045	0,63

Do cięcia próbek użyto tarczowej piły Struers Discotom-6 przedstawionej na rysunku 1, na której pocięto próbki na długość 25 mm. Następnie za pomocą numeratorów wybito na próbkach numery, które odpowiadają wariantom zastosowanej temperatury odpuszczania, po wcześniejszym zahartowaniu wszystkich próbek (z pominięciem próbki bazowej) z parametrami gwarantującymi optymalną (najwyższą twardość) po hartowaniu. Optymalne

parametry użyte do hartowania, zostały dobrane z norm, jak również potwierdzone we wcześniejszych badaniach własnych [8].

Kody oznaczeń i odpowiadające im warianty obróbek przedstawiono w tabelicy 2.



Rysunek 1 Piła tarczowa Struers Discotom-6 [8]

Figure 1 Circular saw Struers Discotom-6 [8]

Tablica 2. Dobór temperatury odpuszczania dla próbek w °C.

Table 2. Selection of tempering temperature for samples in °C.

Kody oznaczeń próbek										
Baza	Hart.	150	250	350	450	500	550	600	650	700
00	01	02	03	04	05	06	07	08	09	10

Próbka o numerze 00 stanowiła bazę, dla której nie została przeprowadzona żadna obróbka cieplna (w stanie dostarczonej przez hutę). Próbka 01 była próbką poddaną tylko procesowi hartowania bez późniejszego odpuszczania. Wszystkie próbki od numeru 01 do 10 zostały poddane procesowi hartowania, w którym czas wygrzewania wynosił 25 minut a temperatura austenitowania (840°C), została dobrana na podstawie poprzednio przeprowadzonych badań [8]. Ośrodkiem chłodzącym dla każdej próbki była woda. Proces obróbki cieplnej odbywał się w dwóch piecach przedstawionych na rysunku 2. Pierwszym z nich (piec do austenitowania) był piec Nabertherm P330, a drugim (piec do odpuszczania) był Bego Miditherm 100 MP. Proces odpuszczania dla każdej z próbek od numeru 02 do 10 odbywał się przez jedną godzinę zegarową w temperaturze której wariant podano w tabelicy 2.

Próbki po obróbce cieplnej zostały przygotowane do pomiarów twardości poprzez zeszlifowanie i wyrównanie powierzchni szlifierko-polerce firmy Struers LaboPol-25 pokazanej.

Po przygotowaniu próbek przeprowadzono badania twardości metodą Rockwella. Użyto w tym celu twardościomierza marki Zwick/ZHR przedstawionego na rys. 3. Podczas badania zastosowano dwa rodzaje wgłębników. Badania przeprowadzono tak jak jest to określone w normie PN-EN ISO 6508-1 [6]. Dla skali HRC użyto stożka diamentowego o kącie rozwarcia 120°, a dla skali HRB użyto stalowej kulki hartowanej o średnicy 1/16". Obciążenie całkowite wynosiło odpowiednio 1471 N dla stożka i 980,7 N dla kulki.



Rysunek 2 a) Piec Nabertherm P330, b) Piec Bego Miditherm 100 MP

Figure 2 a) Furnace Nabertherm P330, b) Furnace Bego Miditherm 100 MP,

Przed przystąpieniem do badań właściwych sprawdzono prawidłowość działania twardościomierza na płytce wzorcowej, poprzez wykonanie pięciu pomiarów, których średnia wartość wynosiła 61,9 HRC. Odchyłka pomiarów mieściła się w polu tolerancji. Każda próbka została następnie zbadana również w pięciu miejscach w równych od siebie odległościach.

Próbka numer 10 oraz próbka bazowa 00 były mierzone w skali HRB, natomiast wszystkie pozostałe próbki, od numeru 01 do 09 mierzone były w skali HRC.



Rysunek 3 Twardościomierz Zwick/ZHR

Figure 3 Hardness tester Zwick/ZHR

3. WYNIKI

Wyniki twardości pomiarów próbek po zastosowanym odpuszczaniu w zakresie temperatur 150-700°C zostały przedstawione w tablicy 3. Podane wartości twardości stanowią średnią z przeprowadzonych pomiarów. Zostały podane wartości w skali Vickersa (HV) oraz Rockwella (HRC / HRB). Twardość próbki bazowej oznaczonej numerem 00 wynosiła od 90,8 HRB do 91,6 HRB, co daje średnią wartość 91,2 HRB (191 HV). Próbka po hartowaniu w wodzie bez odpuszczania o numerze 01 wykazała największą twardość, tj. od 61,4 HRC do 62,4 HRC, co daje średnią wartość 61,9 HRC (746 HV). Można zauważyć że wraz ze wzrostem temperatury odpuszczania, systematycznie spada twardość badanych próbek, w stosunku do próbki 01 (zahartowanej i nieodpuszczonej) co pozostaje w zgodzie z doniesieniami literaturowymi [1-4].

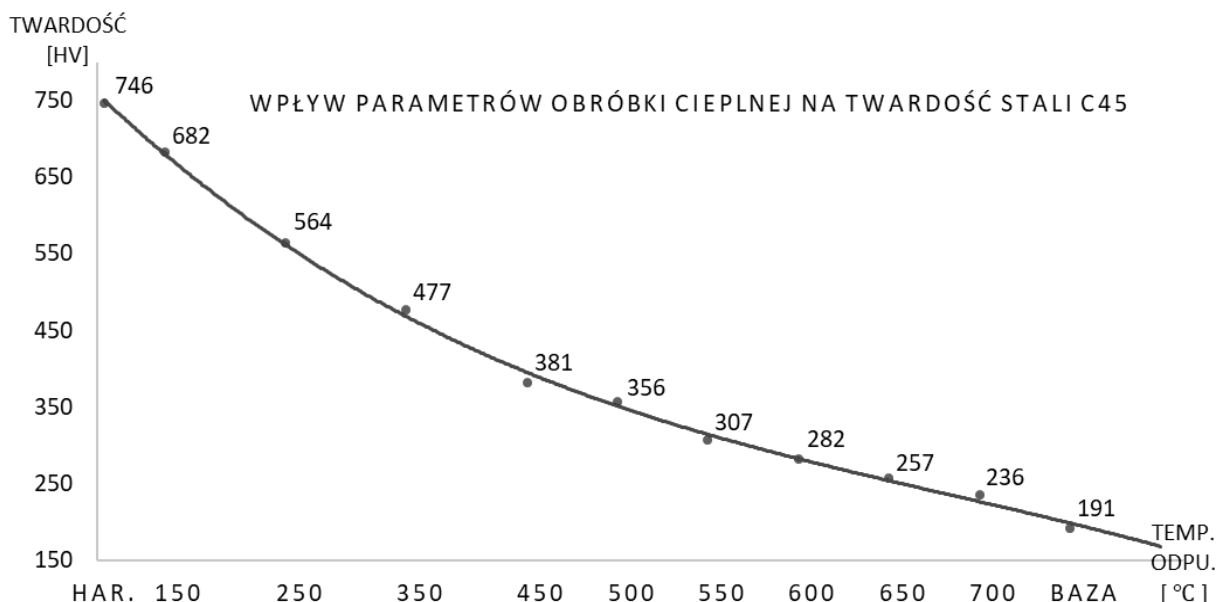
Temperatura odpuszczania 700 °C niemal całkowicie degradowuje twardość zahartowanej wcześniej próbki, doprowadzając ją do poziomu twardości próbki bazowej (00) w stanie dostarczonym przez producenta.

Wyniki badań zostały również przedstawione na rysunku 5.

Tablica 3. Wyniki pomiarów twardości po obróbce cieplnej

Table 3. Hardness measurement results after heat treatment

Nr	00	01	02	03	04	05	06	07	08	09	10
Temp. °C	-	840	150	250	350	450	500	550	600	650	700
HV	191	746	682	564	477	381	356	307	282	257	236
HRC/ HRB	91,2	61,9	58,3	52,9	46,1	38,4	36	30,8	27,2	22	99,5



Rysunek 4 Twardość próbek w zależności od temperatury odpuszczania

Figure 4 Hardness of treated samples according to tempering temperature

4. WNIOSKI

- Największą twardość (746 HV) wykazuje próbka 01 po hartowaniu w wodzie z temperatury 840°C i po czasie wygrzewania wynoszącym 25 minut.
- Tak wysoka twardość spowodowana jest bardzo wysokim poziomem naprężeń hartowniczych (tak strukturalnych jak i termicznych) [1-4].
- Pozostawienie próbek bez usunięcia części naprężeń hartowniczych (bez odpuszczania) byłoby poważnym błędem technologicznym [1-4].
- W miarę wzrostu temperatury odpuszczania zmniejsza się twardość badanej próbki i jednocześnie jej kruchość (poprawiają się własności plastyczne) [1-4].
- Odpowiednio dobrana temperatura odpuszczania gwarantuje doskonały zespół własności wytrzymałościowych do plastycznych [1-4].

LITERATURA

1. M. Głowacka, Metaloznawstwo, Wyd. Politechniki Gdańskiej, Gdańsk 1996.
2. D. Szewieczek, Ćwiczenia laboratoryjne z obróbki cieplnej stopów metali, Wyd. Politechniki Śląskiej, Gliwice 1999.
3. L. A. Dobrzański, Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo, Wyd. Naukowo-Techniczne, Warszawa 2002,
4. S. Rudnik, Metaloznawstwo, Wyd. III PWN Warszawa 1996,
5. H. Olszewski, Ćwiczenia laboratoryjne – Badanie twardości metali, Wyd. Politechniki Gdańskiej, Gdańsk 2009.
6. PN-EN ISO 6508-1:2016-10: Metale - Pomiar twardości sposobem Rockwella - Część 1: Metoda badania.
7. PN-EN 10083-2:2008 Stale do ulepszania cieplnego - Techniczne warunki dostawy niestopowych stali jakościowych.
8. P. Cincio^a, P. Pogorzelski^a, J. Gola^a, M. Otto^a, S. Lesz^b, A. Drygała^b, A. Zarychta^b, S. Topolska^c, B. Hrapkowicz^b, J. Popis^b, Wpływ temperatury i czasu obróbki cieplnej na twardość stali jakościowej do ulepszania cieplnego 1.0503 (C45), Międzynarodowa Studencka konferencja naukowa TalentDetector'2022 Winter, Gliwice, s. 87-98



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Własności i zastosowanie polimerowych materiałów kompozytowych

A. Nowak^a, A. Włodarczyk-Fligier^b

^a Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, studentka kierunku Inżynieria i Technologie Materiałowe
email: annanow044@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

Streszczenie: W artykule opisano własności oraz zastosowania polimerowych materiałów kompozytowych. Tworzywa te w ostatnich latach są coraz bardziej popularne, w związku z czym wzrasta ich zapotrzebowanie na rynku. Ze względu na szerokie spektrum swoich zastosowań, materiały te wciąż rozwijają się i udoskonalane są ich własności.

W artykule znajdują się także informacje o rodzajach napełniaczy stosowanych do kompozytów polimerowych, ich własnościach oraz zastosowaniach. Wymieniono również najchętniej stosowane z napełniaczy w polimerowych materiałach kompozytowych.

Abstract: The article describes the properties and applications of polymer composite materials. These plastics have become more and more popular in recent years, and as a result, their demand on the market is increasing. Due to the wide spectrum of their applications, these materials are still developing and improving their properties.

The article also contains information about the types of fillers used for polymer composites, their properties and applications. The most commonly used fillers in polymer composite materials are also listed.

Słowa kluczowe: materiały polimerowe, zastosowania polimerów, kompozyty polimerowe, osnowa polimerowa, napełniacze.

1. WPROWADZENIE

W ostatnich dziesięcioleciach, materiały polimerowe ewoluowały w kierunku wysokowydajnych i wyróżniających się materiałów ze względu na ich niewielką wagę i doskonałe własności mechaniczne. Wielkość i liczba zastosowań materiałów polimerowych nadal szybko rośnie, otwierając nowe rynki. Stosowanie różnego rodzaju napełniaczy jest również szeroko rozpowszechnione i okazało się bardzo korzystne w zastosowaniach technicznych. Materiały polimerowe zidentyfikowały już jedną ze swoich głównych zalet, którą jest niska waga.

Badania prowadzone na materiałach polimerowych, cieszą się coraz większym zainteresowaniem jednostek badawczych oraz producentów. Oczekuje się, że może to spowodować dodatkowe inwestycje i badania wspierające rozwój większej liczby włókien i żywic. Może to prowadzić do zwiększonego wykorzystania materiałów polimerowych w już istniejących i nowych gałęziach przemysłu. Coraz częściej stosowane będą tworzywa sztuczne pochodzące z recyklingu i polimery pochodzenia biologicznego [1].

2. ZASTOSOWANIA MATERIAŁÓW POLIMEROWYCH

Tworzywa polimerowe znajdują zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu, ze względu na swoje specyficzne właściwości. Produkty uzyskane w wyniku określonych procesów, znajdują zastosowanie w przemyśle opakowaniowym, motoryzacyjnym, farmaceutycznym, budowlanym, rolniczym, radiowo-telewizyjnym, chemicznym, lotniczym, kablowym i włókienniczym. Ze względu na ich znakomite własności przetwórcze oraz użytkowe, najczęściej stosowanymi materiałami są: polietylen o niskiej gęstości, polipropylen i poli(chlorek winylu) (np. zewnętrzne rury kanalizacyjne z poli(chlorku winylu)). Jednak pojawienie się nowych kierunków zastosowań, wymusza na rynku zmiany materiałów, w celu poprawy ich własności. Pozwala to na uzyskanie w pełni funkcjonalnych materiałów o doskonałych własnościach użytkowych. W procesie formowania wtryskowego można modyfikować wyrób nie tylko poprzez zmianę warunków technicznych procesu, narzędzi przetwórczych, ale także poprzez dodanie do tworzywa materiałów pomocniczych, takich jak napęlniacze [2, 3].

2.1. Materiały kompozytowe o osnowie polimerowej

Polimery termoutwardzalne (duropasty) lub termoplastyczne (termoplasty), mogą stanowić osnowę kompozytów polimerowych. Materiały termoutwardzalne stosowane jako matryce w kompozytach polimerowych, obejmują epoksydowe żywice, poliestry lub silikony. Typowymi tworzywami termoplastycznymi, stosowanymi jako osnowy polimerowe są:

- polietylen,
- polipropylen,
- poli(chlorek winylu),
- polistyren lub poliwęglan [4].

Procesy wytwarzania kompozytów z osnową polimerową są bardzo zróżnicowane i zależą między innymi od tego, czy osnowa jest termoplastyczna, termoutwardzalna czy utwardzalna chemicznie.

Kompozyty polimerowe zawierające osnowy termoplastyczne, wytwarzane są w procesach formowania wtryskowego i wytłaczania. Metody te służą do otrzymywania kompozytów zawierających napęlniacze o krótkich włóknach i cząstki ceramiczne. Polimery kompozytowe zawierające osnowę termoutwardzalną, wytwarza się w dwóch etapach. W pierwszym etapie, w procesie mokrym lub suchym, powstają tłoczywa (żywica z dodatkami). W drugim etapie, tłoczywa są przetwarzane na produkt końcowy za pomocą prasowania tłoczego, przetłoczonego lub płytowego. Proces wytwarzania kompozytów polimerowych z wykorzystaniem osnowy z żywic utwardzanych chemicznie (laminatów), polega na nałożeniu powierzchni zewnętrznej oraz wewnętrznej formy warstwy rozdzielającej, warstwy wierzchniej (tzw. żelkotu - specjalnej żywicy zawierającej barwniki i środki tiksotropowe, takie jak

krzemionka koloidalna) oraz nałożeniu warstwy wzmacniającej i osnowy. Kompozyty zawierające osnowy z żywic chemoutwardzalnych, są wytwarzane w procesach ręcznych i mechanicznych. Stosowane procesy to laminowanie ręczne, laminowanie natryskowe, laminowanie ciśnieniowe, prasowanie na gorąco, nawijanie i zanurzanie pasm. Wzmocnienia składają się z cząstek, włókien ciętych, tkanin i włókien ciągłych [5].

3. PODZIAŁ NAPEŁNIACZY STOSOWANYCH DO KOMPOZYTÓW POLIMEROWYCH

Napełniacze to związki, które po dodaniu do polimeru, modyfikują jego właściwości mechaniczne, poprawiają niektóre właściwości użytkowe, a jednocześnie obniżają cenę finalnego tworzywa [6]. Napełniacze jako dodatki, wprowadzane są do materiałów na różnych etapach ich przetwarzania. Mają one ogromny wpływ na właściwości otrzymanego produktu oraz na modyfikację samego przebiegu procesu.

Podczas procesu formowania wtryskowego, pozytywny wpływ mają napełniacze proszkowe oraz te w postaci krótkich włókien. Zmniejszają one skurcz wtryskowy i stabilizują wypraskę wtryskową [7]. Napełniacze można podzielić ze względu na ich pochodzenie w następujący sposób:

- organiczne napełniacze naturalne (np. mączka drzewna, celuloza, len, włókno sizalowe),
- nieorganiczne napełniacze naturalne (np. kreda, kaolin, talk, kwarc, mika czy krzemionka),
- napełniacze syntetyczne (włókna grafitowe, węglowe czy szklane, kulki szklane).

Ze względu na formę, w jakiej mogą występować napełniacze, klasyfikuje się je następująco:

- napełniacze proszkowe, przybierające postać sferyczną, płatkową lub krótkich ciętych włókien. Wykorzystywane są do produkcji tłoczyw lub granulatów jako surowce do dalszej produkcji wyrobów. W kompozytach polimerowych, ich udział wynosi około 5-25% objętościowych. Napełniacze proszkowe to np. węgiel wapniowy, talk, baryt,
- napełniacze włókniste, stosowane w produkcji laminatów lub warstwowych tworzyw. W kompozytach polimerowych, ich udział wynosi około 20-50% objętościowych. Napełniaczami włóknistymi są np. włókna szklane lub włókna borowe [8].

Przy wyborze napełniacza do konkretnego polimeru, brane są pod uwagę jego właściwości, postać w jakiej występuje oraz cena. Oczywiście ważna jest również ilość napełniacza wprowadzanego do polimeru. Napełniacze dodaje się w bardzo różnych ilościach, w zależności od masy polimeru. Wartość ta jest zwykle określana doświadczalnie. Dodaje się je w trakcie procesu wytwarzania tworzywa, po zakończeniu procesu polimeryzacji lub modyfikacji, ale na początkowych lub zasadniczych etapach procesu przetwórczego. Typowy układ polimer – napełniacz, jest co najmniej dwufazowy, przy czym faza rozproszona jest napełniaczem, a faza ciągła prawie zawsze jest polimerem. Możliwych jest kilka rodzajów występujących oddziaływań między polimerem a napełniaczem:

- otoczenie cząstek napełniacza (lub aglomeratów) przez polimer (rzadki przypadek),
- zwilżanie powierzchni napełniacza przez polimer – występuje w przypadku większości napełniaczy o niskiej aktywności,
- występujący ogólny efekt wzmacniający, przez fizyczną adhezję polimerów do powierzchni cząstek napełniacza,
- tworzenie wiązań między polimerem a napełniaczem [7, 9].

W ostatnich trzech powyższych przypadkach, wokół cząstek napełniacza tworzy się cienka warstwa środkowa w polimerze, o grubości 0,001–120 μm . Udział tej warstwy i jej wpływ na właściwości materiału jako całości jest tym większy, im większy jest udział napełniacza i im większy jest stopień jego rozdrobnienia. Polimer warstwy środkowej jest mniej płynny (ze względu na zwiększoną lepkość i twardnienie materiału) i przechodzi do fazy ciekłej w wyższej temperaturze niż reszta masy polimeru. Dlatego polimery z napełniaczami można na ogół stosować w wyższych temperaturach niż polimery bez napełniaczy. Łącząc kilka różnych napełniaczy (np. proszków zawierających włókna) można uzyskać dodatkową poprawę niektórych właściwości kompozytów polimerowych [10 - 12].

Kreda i włókno szklane stanowią 70% używanych napełniaczy. Kreda jest często stosowana ze względu na niski koszt, korzystny wpływ na właściwości mechaniczne kompozytów oraz łatwą dostępność [13].

4. WŁASNOŚCI NAPEŁNIACZY

Napełniacze z tworzyw sztucznych wprowadza się do polimerów w celu poprawy własności:

- mechanicznych,
- termicznych,
- obniżenia ceny produktu końcowego.

Niektóre napełniacze nadają tworzywom sztucznym specjalne właściwości, takie jak:

- zmniejszona palność,
- zwiększona odporność termiczna,
- przewodność cieplna,
- wysoki lub niski współczynnik tarcia,
- trwałość wymiarów oraz kształtu [6].

Napełniacze tworzyw sztucznych występują zarówno jako materiały nieorganiczne jak i organiczne, o różnym stopniu rozdrobnienia. Rodzaj i strukturę substancji pomocniczych, można przedstawić za pomocą skrótów [6].

Główny problem z materiałami polimerowymi jest związany z przetwarzaniem, ponieważ obecność napełniaczy, znacznie zwiększa lepkość i reakcję sprężystą, co pogarsza właściwości przetwórcze w porównaniu z przetwarzaniem osnowy polimerowej. Włókna wzmacniające mają tendencję do pęknięcia pod wpływem naprężeń, powstających podczas przetwarzania kompozytów polimerowych. Kolejnym problemem jest duża twardość napełniaczy, która znacznie zwiększa zużycie powierzchniowe maszyn przetwórczych, na skutek tarcia i ścierania. Wadę tę można jednak usunąć stosując polimery ciekłokrystaliczne [2, 14].

Stopień utwardzenia i sztywności materiału, wzrasta wraz z ilością i powierzchnią właściwą napełniacza i zależy od kształtu jego cząstek. Jednocześnie polimer staje się coraz bardziej elastyczny w cienkich warstwach. Rozdzielenie polimeru na cienkie warstwy przez napełniacze, zwiększa ogólną elastyczność materiału. Parametrami charakteryzującymi napełniacze są: pochodzenie cząstek, kształt, ich rozdrobnienie, czystość (zwłaszcza stopień zanieczyszczenia metalami ciężkimi i ich związkami), zawartość wody (wilgotność), białość lub chromatyczność, nasiąkliwość, gęstość, ciepło właściwe, przewodność cieplna i twardość.

Wpływ na właściwości przetwórcze, zwłaszcza właściwości ściernie, ma zwilżalność polimerami i lepkość stopionych polimerów [15].

5. ZASTOSOWANIA NAPEŁNIACZY W MATERIAŁACH POLIMEROWYCH

W ostatnich latach, również tlenki metali i proszki metali nabierają znaczenia jako napełniacze polimerów. Proszek tlenku cynku stosuje się do napełniania elastomerów, polipropylenu i nienasyconych żywic poliestrowych, w celu poprawy odporności na warunki atmosferyczne. Z drugiej strony, tlenek glinu wprowadzony do polimeru poprawia jego ognioodporność. Szczególnie jest stosowany do napełniania nienasyconych żywic poliestrowych. Polietylen napełniony sproszkowanymi metalami ciężkimi, służy z kolei jako ochrona przed neutronami i promieniowaniem [9]. Inne napełniacze stosowane w przemyśle, to:

- mączka drzewna, otrzymywana przez przemiał trocin drzewnych. Jest to jeden z najtańszych dostępnych napełniaczy stosowanych do polimerów. Stosowana jest głównie do napełniania żywic fenolowo-formaldehydowych (fenolowe tłoczywa) [9],
- piasek kwarcowy, również naturalnie występujący napełniacz, doskonały do przygotowania szpachli do betonu i antypoślizgowych systemów posadzek [16],
- szklane mikrosfery - małe bańki szklane, które są puste w środku i charakteryzują się bardzo niskim ciężarem właściwym i dużą wytrzymałością. Stosowane są również jako napełniacze w lekkich masach szpachlowych i klejach, ale także jako środek zmniejszający wagę gotowych elementów w przemyśle laminatów żywicznych [16],
- talk to kolejny z napełniaczy, jest bardzo miękkim, rozdrobnionym minerałem, należącym do grupy krzemianów. Wprowadzenie talku do wykładzin PVC poprawia odporność na ścieranie [16],
- wodorotlenek glinu ATH – kolejny napełniacz ogólnego przeznaczenia, który jest bardzo popularny w zmniejszaniu palności układów. Jest również stosowany jako pigment do produkcji materiałów i wyrobów typu solid surface (materiały o bardzo wszechstronnych zastosowaniach, łączących właściwości minerałów i żywic akrylowych (poliestrowych)) [16].

LITERATURA

1. S. Godara, A. Yadav, B. Goswami, R. Rana, Review on history and characterization of polymer composite materials, *Materials Today: Proceedings*, 2021, 44, 2674–2677
2. E. Sasimowski, J. Józwik, Wpływ włókien szklanych na zjawisko powolnego wzrostu pęknięć wyprasek polipropylenowych, *Polimery*, 2002, 47, 54-59
3. J. Łoziński, *Tworzywa sztuczne wzmacniane włóknem szklanym*, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, 1962 Warszawa
4. U. S. Congress: Office of Technology Assessment, *Advanced Materials by Design*. U.S. Government Printing Office, 1988
5. I. Hyla, *Wybrane zagadnienia z inżynierii materiałów kompozytowych*, PWN, 1978 Warszawa
6. <https://www.ascons.pl/napelniacze-tworzyw-sztucznych/> [dostęp: 16.12.2022]

7. P. Jakubowska, T. Sterzyński, B. Samujło, Badania reologiczne kompozytów poliolefinowych o wysokim stopniu napełnienia z uwzględnieniem charakterystyk p-v-T, *Polimery*, 2010, 55, 379-389
8. W. Szlezyngier, Z. Brzozowski, *Tworzywa sztuczne, tom I*, Wydawnictwo Oświatowe FOSZE, 2012 Rzeszów
9. A. Banasiak, T. Sterzyński, Właściwości kompozytów polimerowych PE + talk, *Kompozyty*, 2002, 3, 126-130
10. R. Sikora, *Przetwórstwo tworzyw wielkocząsteczkowych*, Wydawnictwo Edukacyjne Zofii Dobkowskiej, 1993 Warszawa
11. W. Szlezyngier, Z. Brzozowski, *Tworzywa sztuczne, tom II*, Wydawnictwo Oświatowe FOSZE, 2012 Rzeszów
12. W. Szlezyngier, Z. Brzozowski, *Tworzywa sztuczne, tom III*, Wydawnictwo Oświatowe FOSZE, 2012 Rzeszów
13. M. Zaborski, M. Lipińska, Właściwości kauczuku butadienowoakrylonitrylowego zawierającego jako napełniacz strącaną kredę modyfikowaną różnymi aminokwasami, *Polimery*, 2002, 47, 428-434
14. P. Postawa, Skurecz przetwórczy wyprasek a warunki wtryskiwania, *Polimery T.50*, nr 3, 2005, 201-207
15. E. Bociąga, T. Jaruga. R. Sikora, Wybrane zagadnienia wtryskiwania precyzyjnego. Cz. II. Czynniki wpływające na jakość wyprasek precyzyjnych, *Polimery T.54*, nr 7-8, 2009, 522-529
16. <https://connector.pl/oferta/napelniacze/> [dostęp: 18.12.2022]



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Badanie struktury i własności powłok diamentopodobnych (DLC) na stali narzędziowej do pracy na gorąco

M. Olszowska^a, M. Staszuk^b

^aPolitechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny,
email: magdols407@student.polsl.pl

^bPolitechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,
email: marcin.staszuk@polsl.pl

Streszczenie: W niniejszej pracy przedstawiono wyniki badań strukturalnych oraz własności mechanicznych powłoki diamentopodobnej (DLC) osadzonej na stali narzędziowej do pracy na gorąco. Wykonano badania morfologii powłok za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) i mikroskopii sił atomowych (AFM) w celu określenia struktury badanych powłok i ich wpływu na właściwości mechaniczne. W celu określenia własności powłok wykonano testy adhezji i badania trybologiczne. Wykazano znaczny wpływ badanych powłok na poprawę kontaktu trybologicznego powierzchni powlekanych materiałów z przeciwpróbką Al_2O_3 oraz wykazano dobrą przyczepność powłoki DLC do podłoża stalowego.

Abstract: This study presents the results of structural and mechanical properties of diamond-like carbon (DLC) coating deposited on hot work tool steel. Investigations of coating morphology by scanning electron microscopy (SEM) and atomic force microscopy (AFM) were performed to determine the structure of the coatings under study and their effect on physicochemical properties. Scratch test and tribological studies were performed to determine the properties of the coatings. The effect of the tested coatings on improving the tribological contact between the surface of the coated materials and the Al_2O_3 counter-sample was shown to be significant, in addition to showing good adhesion of the DLC coating to the steel substrate.

Słowa kluczowe: DLC, scratch test, trybologia, SEM, AFM

1. WSTĘP

Procesy kształtowania komponentów, takie jak głębokie tłoczenie, są wysoce efektywne jako procesy produkcyjne ze względu na duże wykorzystanie materiału. W celu poprawienia jakości procesu, stosuje się zazwyczaj płynne środki smarne na bazie oleju mineralnego lub syntetycznego, które służą do poprawy zachowania trybologicznego powierzchni stykających się, ponieważ rozdzielają je poprzez zapewnienie filmu smarowego pomiędzy nimi. Smar oddziela powierzchnie pomiędzy narzędziem, a przedmiotem obrabianym, zmniejszając w ten

sposób tarcie i zużycie. Wadą stosowania takich środków smarnych jest zanieczyszczenie powierzchni przedmiotów obrabianych w szczególności gdy stosowane są środki smarne na bazie oleju. W celu dalszego przygotowywania przedmiotów do kolejnych etapów obróbki, takich jak spawanie czy nakładanie powłok pozostałości smarów muszą być usuwane w czasochłonnych i kosztownych procesach oczyszczania. Z ekologicznego i ekonomicznego punktu widzenia przejście na bezolejową konstrukcję procesu ma sens. Ponadto rosnące restrykcje dotyczące zrównoważonego przemysłu wytwórczego wygenerowały nowe koncepcje materiałowe mające na celu zastąpienie szkodliwych dodatków w środkach smarnych. Badania trybologiczne, które były prowadzone na przestrzeni lat potwierdziły, że powłoki posiadające niski współczynnik tarcia, takie jak węgiel diamentopodobny (DLC), mogą znacznie zmniejszyć współczynniki tarcia suchych i smarowanych kontaktów ślizgowych. W 2020 roku globalne przychody z rynku powłok DLC wynosiły 1,7 mld USD, co według szacunków ma wzrosnąć o 2,6 mld USD w 2027 roku [1, 2, 3].

DLC to nazwa nadana szerokiemu zakresowi powłok z węgla amorficznego, o różnych proporcjach węgla związanego sp^2 i sp^3 z różnymi poziomami wodoru. Stosunek tych trzech składników może być zróżnicowany, aby zapewnić szereg różnych właściwości. Powłoki mogą mieć podobne właściwości do diamentu, ale z amorficzną matrycą składającą się z cząstek sp^3 w matrycy z wiązaniem sp^2 . Wiązanie sp^2 , które jest typowe dla grafitu, obejmuje cząsteczkę węgla z jednym podwójnym wiązaniem z innym atomem i dwoma pojedynczymi wiązaniami z innym atomem, co prowadzi do konfiguracji planarnej, podczas gdy atomy węgla o wiązaniu sp^3 mają trzy pojedyncze wiązania, co prowadzi do konfiguracji tetraedrycznej. Najogólniejszy podział dotyczy warstw pozbawionych atomów wodoru takich jak: ta-C (tetraedryczny węgiel amorficzny) dla powłok o bardzo wysokiej (prawie wyłączanej) zawartości sp^3 , a-C (węgiel amorficzny) dla powłok o wysokiej zawartości sp^3 pomiędzy 40 - 80% oraz warstw, w których tworzeniu biorą udział atomy wodoru, takich jak a-C:H (amorficzny uwodorniony węgiel) dla powłok z większą ilością wodoru, często połączoną ze wzrostem sp^2 oraz ta-C:H (tetraedryczny uwodorniony węgiel) dla powłok, które zawierają wodór i przewagę wiązań sp^3 . Udział poszczególnych faz charakteryzujących się różnymi typami wiązań międzyatomowych o różnej występującej dla nich hybrydyzacji decyduje o własnościach warstw DLC. Skład wiązań sp^2 i sp^3 reguluje ich właściwości mechaniczne, fizyczne, termiczne, elektryczne, optyczne, biomedyczne oraz trybologiczne. Konfiguracja strukturalna powłok DLC zmienia się również wraz z zawartością wodoru, który reguluje liczbę nowych wiązań atomowych tworzonych między atomami wodoru i węgla, a w konsekwencji zmienia ich właściwości mechaniczne, fizyczne i elektryczne oraz działanie trybologiczne [3, 4, 5, 6].

Korzystne właściwości trybologiczne powierzchni trących z udziałem warstw DLC, szczególnie w przypadku a-C oraz a-C:H związane są głównie ze zjawiskami poślizgu zachodzącymi w warstwie przejściowej, która spełnia rolę smaru stałego i powstaje w strefie kontaktu tarcowego jako wynik procesów grafityzacji i utleniania warstwy DLC. Badania trybologiczne prowadzone na przestrzeni lat pokazują, że powłoki o większej zawartości sp^2 mają zwykle mniejszy współczynnik tarcia w warunkach suchych, ale większą szybkość zużycia niż powłoki o wysokiej zawartości sp^3 i małej zawartości wodoru. Warstwy DLC wykazują wysoką twardość i dobrą odporność na zużycie, jednak ich słaba przyczepność do podłoża ogranicza ich szerokie zastosowanie w przemyśle. W przypadku niektórych zastosowań, zwłaszcza gdy wymagana jest wysoka twardość, wyzwaniem staje się osadzanie warstw DLC o wystarczającej sile przyczepności, zwłaszcza na podłożach stalowych. Kwestie niewystarczającej adhezji zostały pomyślnie rozwiązane poprzez zastosowanie stopniowanych warstw pośrednich między DLC, a podłożem i tym samym

ujednoczenie rozkładu naprężeń. Metale przejściowe, takie jak Ni, Cr, Ti, Al, W, Zr mogą być domieszkowane do DLC podczas procesu wzrostu powłoki lub mogą być osadzone na podłożu jako warstwa pośrednia w celu zmniejszenia naprężeń wewnętrznych powłoki i poprawy jej adhezji do podłoża. [4, 5, 7, 8, 9].

2. MATERIAŁ DO BADAŃ I METODOLOGIA

2.1. Materiał do badań

Powłoki osadzono na stali narzędziowej do pracy na gorąco W360 ISOBLOC firmy Böhler. Próbkę stanowiły krążki o średnicy 20 mm i wysokości około 8 mm. Stal przed procesem powlekania została poddana procesowi hartowania i dwukrotnego odpuszczania. Po obróbce cieplnej twardość stali wynosiła 58 ± 1 HRC. Przygotowanie próbek polegało na szlifowaniu na tarczach szlifierskich o zmniejszającej się gradacji oraz polerowaniu przy pomocy tarcz polerskich i zawieszin diamentowych do uzyskania lustrzanego efektu. Następnie próbki zostały oczyszczone w przemysłowej myjce ultradźwiękowej firmy Novatec i osuszone sprężonym powietrzem. Badania wykonano na podłożach niepowlekanych oraz pokrytych DLC.

Powłoka DLC została naniesiona na wcześniej przygotowane podłoże przez firmę z którą podjęto współpracę w tym zakresie. Najpierw osadzona została podwarstwa chromu, która zwiększa przyczepność powłoki do podłoża, a następnie powłoka węglowa. Do osadzenia powłoki zastosowano metodę rozpylania magnetronowego. Przewidywana grubość powłoki według producenta powinna wynosić około 1,5 – 2,5 μm .

2.2. Metodologia

Topografię powierzchni, skład chemiczny oraz uszkodzenia powstałe po badaniu trybologicznym zbadano za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego Zeiss Supra 35, wyposażonego w detektor EDS firmy Thermo Scientific. Stosowane napięcie przyspieszające mieściło się w zakresie 5-20 kV.

Badania odporności na zużycie wykonano z zastosowaniem trybometru CSM Instruments metodą "ball-on-disc" w temperaturze pokojowej. Badanie wykonano w trybie posuwisto-zwrotnym. Jako przeciwpróbkę zastosowano kulkę z Al_2O_3 o średnicy 5,55 mm. Parametry testowe były następujące: obciążenie = 10N, ilość cykli = 20000, amplituda = 6 mm, częstotliwość = 5,31 Hz. Współczynnik tarcia rejestrowano jako funkcję liczby cykli podczas próby.

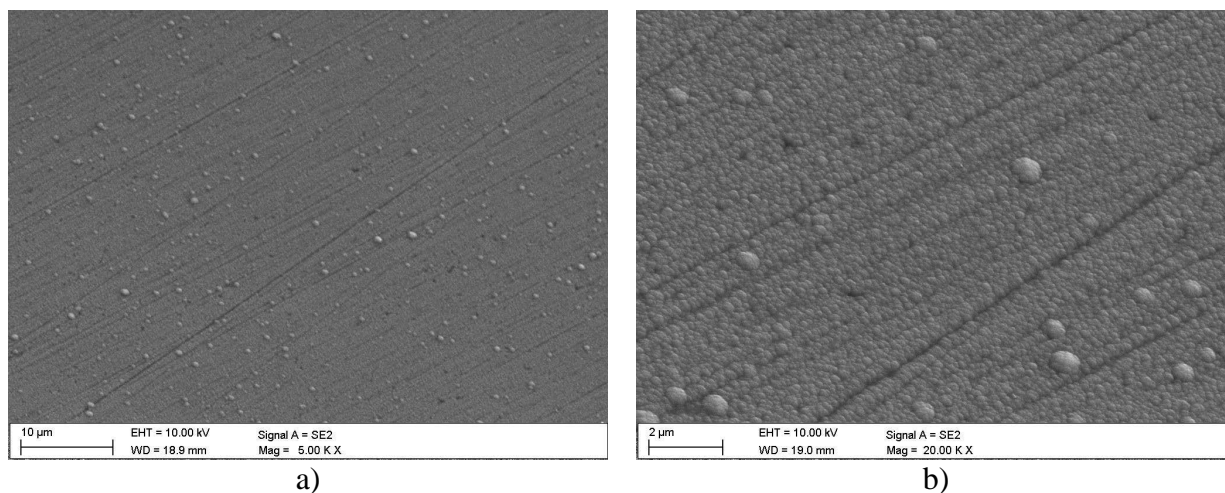
Przyczepność powłoki do podłoża zmierzono za pomocą testera zarysowań Revetest RST firmy Anton Paar. Zastosowano obciążenie progresywne wynoszące 200 N, długość ścieżki pomiaru wynosiła 10 mm. Obciążenie krytyczne L_c , przy którym następuje utrata przyczepności powłoki, zostało określone na podstawie wartości emisji akustycznej, zarejestrowanej podczas pomiaru i obserwacji zarysowań powstałych podczas badania.

3. WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

3.1. Topografia powierzchni

W celu analizy topografii powierzchni wykonano badania na skaningowym mikroskopie elektronowym. Badanie topograficzne powłoki DLC wykazało, że powłoka posiada zwartą strukturę z niewielką ilością drobnych kropeł na powierzchni, co może wynikać ze specyfiki procesu osadzania. Zauważalne są również rysy, które powstały podczas przygotowywania

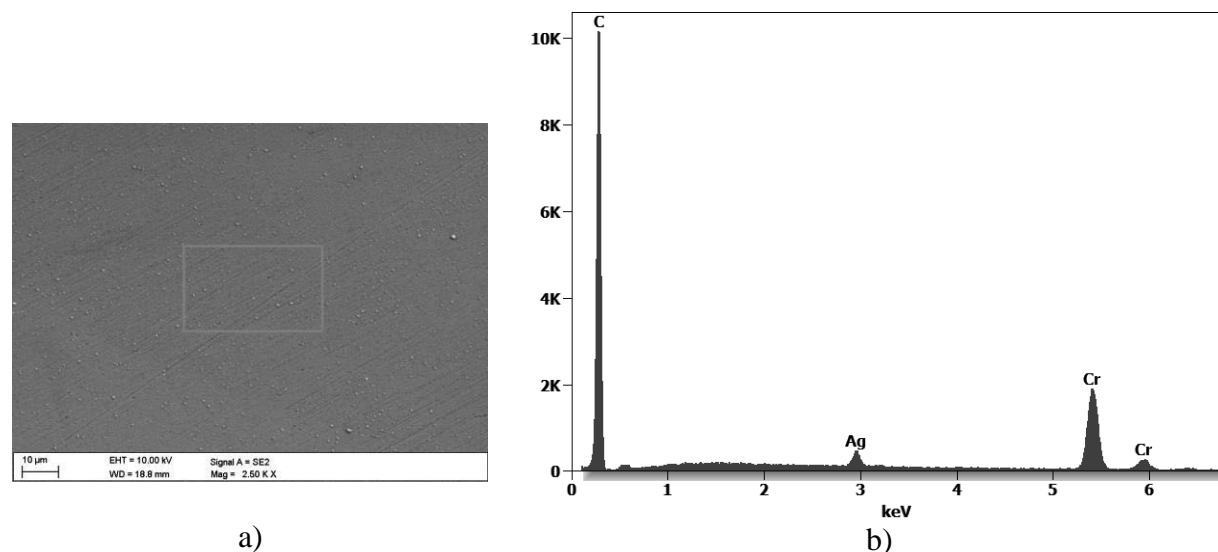
mechanicznego powierzchni. Świadczy to o tym iż powłoka jest na tyle cienka, że odwzorowują topografię podłoża.



Rysunek 1. Zdjęcia SEM topografii powierzchni powłoki DLC a) pow. 5000x; b) pow. 20000x
Figure 1. SEM images of the surface topography of the DLC coating a) mag. 5000x; b) mag. 20000x.

3.2. Analiza składu chemicznego

Zbadano skład chemiczny powierzchni próbki z powłoką DLC wykorzystując w tym celu skaningowy mikroskop elektronowy oraz przystawkę do analizy EDS.



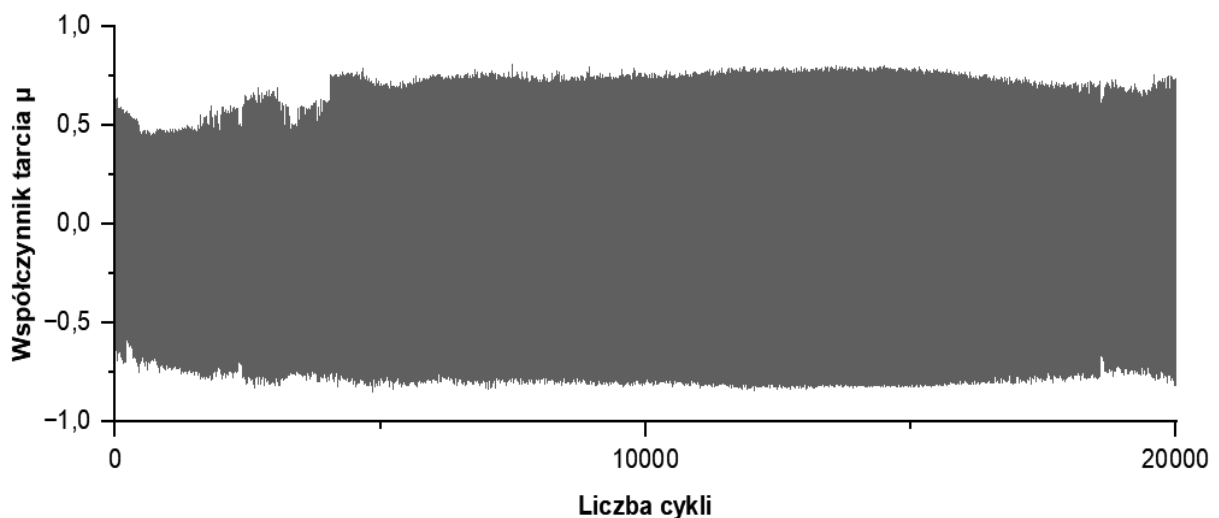
Rysunek 2. a) Zdjęcie SEM powierzchni próbki DLC z zaznaczonym obszarem, na podstawie którego dokonano analizy EDS; b) Wykres dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego dla zaznaczonego obszaru (a).

Figure 2. SEM image of the surface of the DLC sample with the marked area from which the EDS analysis was performed; (b) X-ray energy dispersion plot for the marked area (a).

Wyniki badania przedstawiono na rysunku 2. Analiza EDS powierzchni próbki wykazała obecność węgla i chromu, co potwierdza obecność powłoki DLC oraz podwarstwy chromu osadzonej w celu zapewnienia lepszej przyczepności powłoki do podłoża. Wykryto również niewielką ilość srebra co może wynikać ze specyfikacji procesu osadzania.

3.3. Badanie odporności na ścieranie

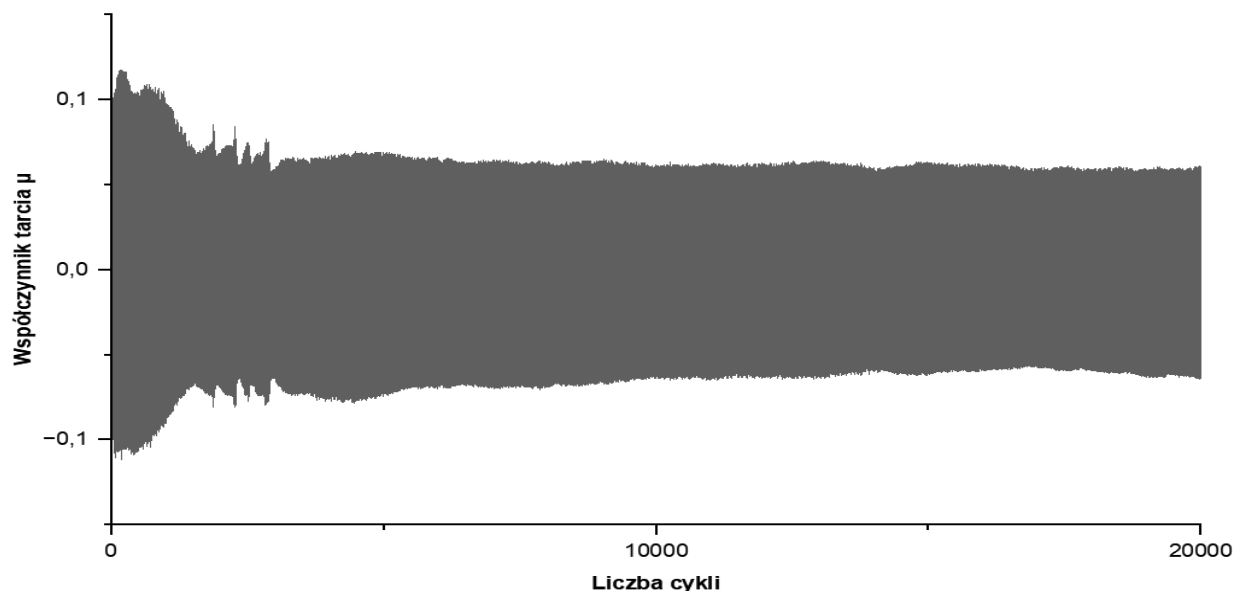
W celu zbadania odporności na ścieranie wykonano badanie trybologiczne „ball-on-disc” w trybie posuwisto-zwrotnym, gdzie rejestrowano współczynniki tarcia μ w funkcji liczby cykli. Współczynnik tarcia pary trącej stal narzędziowa do pracy na gorąco Böhler W360 ISOBLOC – Al_2O_3 (przeciwpróbka) wynosił około 0,75 (Rysunek 3), natomiast w początkowych cyklach wynosił około 0,5 co świadczy o występowaniu warstwy tlenków na powierzchni stali, która wraz ze wzrostem cykli została przetarta.



Rysunek 3. Współczynnik tarcia w funkcji liczby cykli dla niepowlekanego stali narzędziowej do pracy na gorąco Böhler W360 ISOBLOC

Figure 3. Friction coefficient as a function of cycle number for uncoated Böhler W360 ISOBLOC hot work tool steel

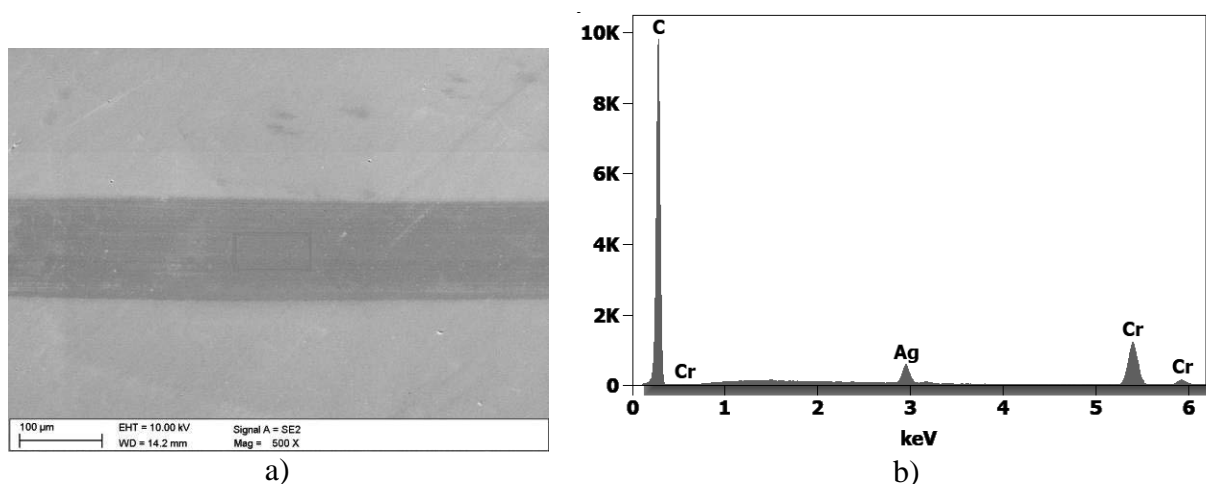
Zarejestrowany współczynnik tarcia dla badanej powłoki DLC (Rysunek 4) w początkowych cyklach wynosił 0,1. Po około 1500 cyklach współczynnik gwałtownie zmalał do wartości 0,06 co może świadczyć o zajściu procesu grafityzacji i utlenianiu warstwy DLC co w efekcie powoduje „samosmarowanie” się powłoki. Współczynnik tarcia do zakończenia badania utrzymał się na stałym poziomie 0,06 co oznacza, że powłoka nie została przetarta do podłoża i wycierała się równomiernie.



Rysunek 4. Współczynnik tarcia w funkcji liczby cykli dla powłoki DLC

Figure 4. Coefficient of friction as a function of number of cycles for DLC coating

Wykonano zdjęcia powstałej ścieżki wytarcia za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego oraz dokonano analizy składu chemicznego miejsca powstałego wytarcia za pomocą EDS. Na podstawie zdjęć stwierdzono, że podstawowym mechanizmem powstałych zniszczeń było ścieranie (Rysunek 6). Analiza EDS potwierdziła, że podłoże nie uległo odsłonięciu podczas testu.

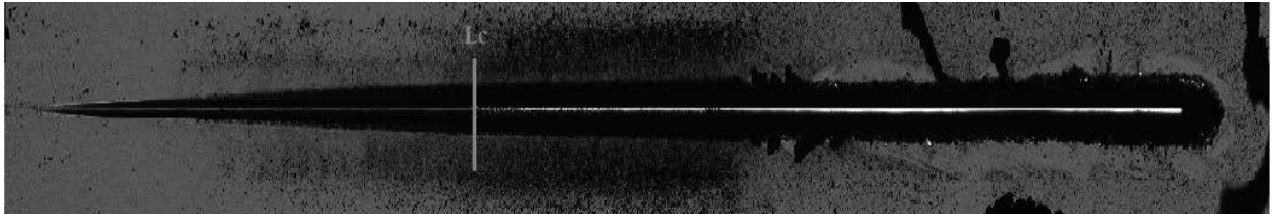


Rysunek 5. a) Ścieżka wytarcia po próbie ścierania „ball-on-disc” dla powłoki DLC z zaznaczonym obszarem, na podstawie którego dokonano analizy EDS; b) Wykres dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego dla zaznaczonego obszaru (a).

Figure 5. a) Abrasion path after ball-on-disc abrasion test for DLC coating with marked area from which EDS analysis was performed; (b) X-ray energy dispersion plot for marked area (a).

3.4. Badanie przyczepności

Wyznaczone w teście zarysowania obciążenie krytyczne L_c [N] jest miarą przyczepności powłoki do podłoża. W wyniku przeprowadzonych badań adhezji stwierdzono, że badana powłoka DLC ma dobrą adhezję do podłoża stalowego, obciążenie krytyczne w tym przypadku wynosi $L_c = 70$ N. Po przekroczeniu obciążenia krytycznego zaobserwować można całkowitą delaminację powłoki i towarzyszące temu procesowi liczne pęknięcia i wykruszenia powłoki.



Rysunek 6. Zdjęcie z mikroskopu świetlnego rysy wykonanej podczas testu zarysowania z zaznaczonym miejscem występowania obciążenia krytycznego
Figure 6. Image from a light microscope of a scratch made during a scratch test with the critical load location marked

4. WNIOSKI

Na podstawie wyników badań stwierdzono, że:

- Powłoka DLC znacznie obniża współczynnik tarcia dla podłoża stalowego (z 0,75 do 0,06) co może wpływać na znaczne wydłużenie pracy powlekanych narzędzi dzięki poprawie kontaktu trybologicznego.
- Powłoka DLC posiada dobrą przyczepność do podłoża dzięki czemu może znaleźć szerokie zastosowanie w powlekanii narzędzi pracujących w warunkach wysokiego tarcia.

LITERATURA

1. Rathmann L., Rusche T., Hasselbruch H., Mehner A., Radel T., Friction and wear characterization of LIPSS and TiN / DLC variants, *Applied Surface Science*, Volume 584, 2022, 152654.
2. F.-D. Duminica, R. Belchi, L. Libralesso, D. Mercier, Investigation of Cr(N)/DLC multilayer coatings elaborated by PVD for high wear resistance and low friction applications, *Surface and Coatings Technology*, Volume 337, 2018, Pages 396-403.
3. A. W. Zia, S. A. Hussain, M. M. F. A. Baig, Optimizing diamond-like carbon coatings - From experimental era to artificial intelligence, *Ceramics International*, Volume 48, Issue 24, 2022, Pages 36000-36011.
4. C.A. Love, R.B. Cook, T. Harvey, P. Dearnley, R. Wood, (2013). Diamond like carbon coatings for potential application in biological implants - A review. *Tribology International*. 63, 141–150.
5. K. Lukaszewicz, Kształtowanie struktury i własności powłok hybrydowych na rewersyjnie skręcanych matrycach do wyciskania, *Open Access Library*, Volume 10 (16) (2012) 1-140.

6. A. W. Zia, M. Birkett, Deposition of diamond-like carbon coatings: Conventional to non-conventional approaches for emerging markets, *Ceramics International*, Volume 47, Issue 20, 2021, Pages 28075-28085.
7. K. Wang, H. Zhou, K. Zhang, X. Liu, X. Feng, Y. Zhang, G. Chen, Y. Zheng, Effects of Ti interlayer on adhesion property of DLC films: A first principle study, *Diamond and Related Materials*, Volume 111, 2021, 108188.
8. L. Rathmann , T. Rusche, H. Hasselbruch, A. Mehner, T. Radel, Friction and wear characterization of LIPSS and TiN / DLC variants, *Applied Surface Science*, Volume 584, 2022, 152654.
9. F. Shahsavari, M. Ehteshamzadeh, M. R. Naimi-Jamal, A. Irannejad, Nanoindentation and nanoscratch behaviors of DLC films growth on different thickness of Cr nanolayers, *Diamond and Related Materials*, Volume 70, 2016, Pages 76-82.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Nové trendy v konštrukcii autonómnych lietajúcich prostriedkov pre priemyselné využitie

Michal Orolin^a, Eva Tillová^a, Peter Palček^a, Mirosław Bonek^b

^a Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra materiálového inžinierstva, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina.

email: orolin2@stud.uniza.sk

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18A, 44-100 Gliwice, Poland

Abstrakt: Príspevok sa zaoberá históriou a vývojom autonómnych lietajúcich prostriedkov so zameraním na bezpilotné diaľkovo ovládané drony. Popísaný je ich vývoj, súčasné trendy, rozdelenie a priemyselné využitie.

Abstract: The article deals with the history and development of autonomous flying vehicles with a focus on unmanned remote-controlled drones. Their development, current trends, distribution, and industrial use are described.

1. ÚVOD

Práca sa zaoberá súčasnými trendmi v konštrukcii autonómnych lietajúcich prostriedkov pre priemyselné využitie. Cieľom práce je oboznámiť sa s históriou autonómnych lietajúcich prostriedkov, so súčasnými trendmi v oblasti dronov, ich využitím a delením. Pozriet' sa na časti dronu a navrhnúť koncept modulárnej konštrukcie lietajúceho prostriedku.

2. VÝZNAM A POUŽITIE DRONOV

Kvadroptéry, hexakoptéry, oktokoptéry. Všetky tieto pojmy sa vzťahujú na jednu a tú istú vec - drony. Dron je vzdušné vozidlo bez pilota na palube. Je diaľkovo ovládané človekom alebo počítačom. Pôvodne bolo vyvinuté v dvadsiatom storočí pre vojenské misie, ktoré boli pre ľudí príliš nebezpečné a v dvadsiatom prvom storočí ich už využíva väčšina armád. Ako sa technológie zlepšovali a náklady na ich výrobu klesali, ich využitie sa rozšírilo aj na mnohé nevojenské aplikácie. Patria sem letecké fotografie, dodávky produktov, poľnohospodárstvo, polícia, veda, pašovanie a preteky s dronmi [1].

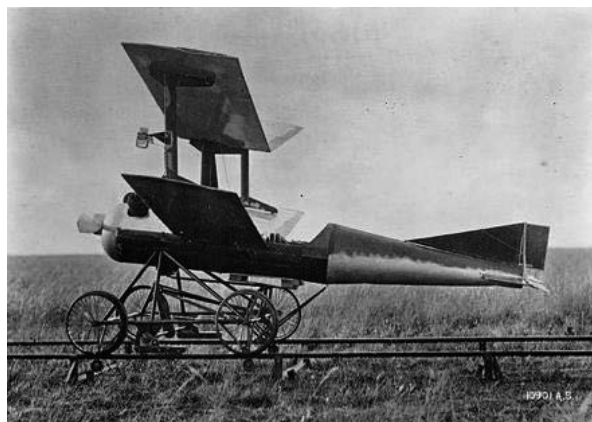
Drony sa od seba líšia počtom vrtúľ a výkonom, ale okrem toho fungujú prakticky na rovnakom princípe. Nepochybne najrozšírenejšie sú drony so štyrmi vrtuľami alebo tzv. kvadroptéry. Drony sú typické tým, že sa môžu nielen pohybovať vo vzduchu, ale aj zostať na jednom mieste. Diaľkovo ovládané lietajúce zariadenia sa tak z hľadiska svojho fungovania

a štýlu pohybu podobajú skôr vrtuľníku ako lietadlu. Princíp fungovania dronov je však, samozrejme, oveľa zložitejší. Vo vzduchu ich udržiava aerodynamický vztlak, ktorý vytvárajú otáčajúce sa vrtule alebo rotory. Každý pár sa otáča v opačnom smere, t. j. v smere alebo proti smeru hodinových ručičiek, čo umožňuje levitáciu dronu na mieste bez potreby náročnejšej stabilizácie. Zmeny smeru letu dronu sa dosahujú zrýchľovaním alebo spomaľovaním jednotlivých rotorov. Pomáhajú tomu aj ďalšie dôležité komponenty, ako sú akcelerometer, výškomer a gyroskop.

2.1 História dronov

Prvá zmienka o bezpilotnom lietadle je z roku 1839 (obr. 1), keď rakúski vojaci zaútočili na mesto Benátky s bezpilotnými balónmi naplnenými výbušninami. Využívali sa aj počas prvej a druhej svetovej vojny a studenej vojny, no s vtedajšou technológiou neboli drony veľmi užitočné. Až od vojny vo Vietname sa drony začali dostávať do popredia pre vojenské účely. Od tej doby ich vývoj pre vojenské účely raketovo stúpa.

Začiatky nevojenských dronov sa dajú pripísať k začiatkom počítačov, boli veľké, drahé a väčšina ľudí ich nevedelo používať. Prvé nevojenské využitie dronov je z roku 2006, keď sa v Amerike začali využívať na kontrolovanie potrubí, striekanie pesticídov na polia a na bezpečnosť. V r. 2013 Amazon vyhlásil, že bude doručovať balíky pomocou dronov. Od vtedy sa začali drony pre komerčné využitie vyvíjať rýchlym tempom [2].



Obr. 1 Prvý dron

Figure 1. First drone

2.2 Súčasný stav

V súčasnosti sú drony veľmi populárne takmer vo všetkých odvetviach. Väčšina armád po svete vlastní veľké množstvo dronov s rôznym zameraním a veľkosťou. Za posledné roky vidíme veľmi rýchly vývoj nearmádnych dronov. Využívajú sa na doručovanie, mapovanie, fotografovanie, filmovú tvorbu, vedecký výskum, geografické mapovanie a mnoho ďalších činností. S technologickým pokrokom sa znížila cena a zároveň zvýšila dostupnosť. Momentálnym trendom mladších ľudí je práve videotvorba pomocou dronov. Tieto drony už nemajú vysokú cenu ako v minulosti a majú oveľa lepšiu kvalitu nahrávania.

V roku 2020 spoločnosť Amazon dostala povolenie na rozvážanie balíkov pomocou dronov (obr. 2). Dron im balík doručí do niekoľkých hodín či minút. Napriek tomu, že viaceré

významné spoločnosti obmedzili vývoj programov dronových doručovacích služieb, tento segment sa stále pohybuje po stúpajúcej krivke. Takzvané last-mile-delivery, kedy drony doručujú tovar zákazníkovi priamo až pred dvere, už funguje vo viacerých mestách v Austrálii a Spojených štátoch. Drony tiež dokazujú svoju užitočnosť pri preprave zdravotníckeho materiálu do ťažko dostupných miest, čo sa už viac rokov deje v niektorých afrických štátoch. Napriek nesporným výhodám drone-delivery sa stále skúma efektívnosť a bezpečnosť týchto služieb v husto zaľudnenom mestskom prostredí. Je však len otázkou času, kedy sa prvé prevádzky objavia aj v niektorom z členských štátov EÚ.



Obr. 2 Dron spoločnosti Amazon
Figure 2. Drone of Amazon company

V Londíne či iných veľkých mestách, kde sú preplnené cesty a tvoria sa kolóny sa začali ľudia sťažovať, že im objednané jedlo chodí studené. Preto kuriérske služby začali využívať prepravu pomocou dronov (obr. 3). Zároveň je to prospešné pre životné prostredie a pomáha to v situácii v boji proti covidu.



Obr. 3 Dron na prepravu jedla
Figure 3. Food delivery drone

Veľké množstvo fotiek rôznych pamiatok, ktoré človek uvidí na internete alebo záberov z filmov je vytvorených práve dronom. V súčasnosti sa na dron dá pripojiť fotoaparát či kamera

s vysokým rozlíšením a tak je to najjednoduchší spôsob na vytvorenie takýchto záberov (obr. 4).



Obr. 4 Dron s kamerou

Figure 4. Drone with camera

Rozvinutejšie krajiny využívajú drony na činnosti, ktoré sú pre človeka nebezpečné. Napr. hasiči využívajú drony na hasenie zle dostupných miest (obr. 5a), striekanie proti mrznúceho roztoku na veterné mlyny (obr. 5b), alebo čistenie skiel mrakodrapov (obr. 5c).



a) Hasičské drony / Firefighter drones



b) Drony s postrekmi / Drone with spray



c) Drony na čistenie okien / Window cleaning drone

Obr. 5 Drony používané na činnosti nebezpečné pre človeka

Figure 5. Drones for human dangerous work

Bez kvalitných vstupných dát sa nezaobíde dnes ani tvorba máp a 3D modelov území a objektov. Skrátil sa čas potrebný na zber geografických údajov, zvýšila sa ich presnosť a znížili náklady. Výstupy z leteckého snímkovania vo forme ortofosnímkov, digitálnych modelov terénu a povrchu, 3D údajov (point cloud), či vrstevncového plánu, sú pre geografiu veľmi užitočné.

Veľké množstvo fariem po celom svete využíva drony na striekanie pesticídov (obr. 6). Dron má naprogramovanú trasu a množstvo postreku, ktoré má využiť. Po skončení činnosti sa dron vráti späť do stanice. Pre spoločnosť je táto možnosť výhodná, pretože šetria peniaze na mzdách, postreku a práca je hotová za kratší čas.



Obr. 6 Dron na postrek

Figure 6. Drone with pesticide spray

V oblastiach častých zemetrasení, lavín alebo iných prírodných katastrof majú záchranné služby pripravené drony s termálnou kamerou (obr. 7), ktoré slúžia na lokalizovanie uväznených ľudí.



Obr. 7 Dron s termálnou kamerou

Figure 7. Drone with thermal camera

3. ROZDELENIE DRONOV

3.1. Rozdelenie podľa veľkosti

Veľkosť dronov do jednotlivých kategórií sa určuje podľa jeho hmotnosti. Každá kategória má svoje zameranie od hobby dronov až po armádne zariadenia. Podľa veľkosti závisí aké komponenty sa na daný dron použijú a tiež akú bude mať nosnosť [3, 4]. Poznáme (obr. 8):

- nano drony;
- mikro drony;
- malé drony;
- stredne veľké drony;
- veľké drony.

Nano drony - majú zvyčajne veľmi malú veľkosť a sú navrhnuté tak, aby sa zmestili do veľmi malých priestorov. Môžu byť malé ako hmyz a dlhé a široké iba niekoľko centimetrov. Väčšinu z týchto bezpilotných lietadiel špióni zvyčajne používajú na zhromažďovanie informácií o ľuďoch a veciach kvôli ich neschopnosti zistiť ich. Ich krídla sú navrhnuté tak, aby sa zmestili do veľmi úzkych priestorov. Ich hmotnosť neprekračuje 250 gramov (obr. 8a).

Mikro dron môže mať len 5 centimetrov. Vývoj je poháňaný najmä za komerčnými, výskumnými, vládnyimi a vojenskými účelmi. Malý dron umožňuje diaľkové pozorovanie nebezpečného prostredia neprístupného pre pozemné vozidlá. Ich hmotnosť je 250 g až 2 kg (obr. 8b).

Malé drony sú tiež malé, ale nie sú také malé ako nano a mikro drony. Bežne sa dajú ľahko zdvihnúť pomocou rúk a vyhodit' do vzduchu a nechať sa samovoľne sklízať. Veľkosť zvyčajne nepresahuje dva metre na dĺžku a krídla sú pevné. Využívajú sa hlavne na vojenské účely. Hmotnosť 2 kg až 25 kg (obr. 8c).

Stredne veľké drony sú oveľa väčšie ako malé drony, ale o niečo menšie ako malé ľahké lietadlá. Vážia až 150 kilogramov a môžu potrebovať podporu až dvoch ľudí, aby boli vyzdvihnuté do vzduchu, potom sa samy leteli. Hmotnosť 25 kg až 250 kg (obr. 8d).

Veľké drony sa môžu rovnať veľkosti malých lietadiel. Armáda ich používa hlavne na vykonávanie sledovania vo vojnových zónach a používajú sa aj ako náhrada za lietadlá s posádkou. Armáda na tieto drony obvykle nasadí výkonné kamery, ktoré dokážu zachytiť obrázky veľmi vysoko z oblohy [5]. Ich hmotnosť je viac ako 250 kg (obr. 8e).



a) Nano dron / Nano drone



b) Mikro dron / Micro drone



c) malý dron / Small drone



d) stredne veľký dron / Medium drone



e) veľký dron / Large drone

Obr. 8 Rozdelenie dronov podľa veľkosti - praktické príklady
Figure 8. Drone dividing by size – practical examples

4. ZÁVER

Bezpilotné letecké systémy, známe ako drony, boli dlhé roky vyvíjané a používané hlavne armádou. Až začiatkom 21. storočia sa dostali do civilnej sféry, vďaka uvoľneniu technológií a pravidiel. To spôsobilo, že trh bezpilotných lietadiel je najrýchlejšie rastúcim zo všetkých kategórií letectva. Rýchly rast je spôsobený cenovou dostupnosťou, relatívne jednoduchou ovládateľnosťou a ich širokou škálou pôsobnosti.

Výhody malých bezpilotných systémov v súčasnosti prekračujú hobby používateľov a nachádzajú uplatnenie v rôznych druhoch priemyslu a biznisu. Tomuto trendu sa prispôbuje aj ich technologický vývoj, ktorý úspešne realizuje požiadavky komerčného využívania dronov.

Drony budú mať aj na Slovensku určite priestor, podobne ako v ostatných krajinách EÚ, hlavne v oblasti prepravy tovaru, sledovania perimetra objektov, autonómnej inšpekcie infraštruktúry a pod. Podľa výhľadu európskeho projektu SESAR (Single European Sky Air Traffic Management Research), ktorý je plánom na kompletnú modernizáciu európskeho vzdušného priestoru a riadenia letovej prevádzky, by sa v roku 2035 nad hlavami obyvateľov malo pohybovať približne pol milióna komerčných a niekoľko miliónov súkromných dronov.

SESAR zmieňuje nasadenie dronov predovšetkým na zbieranie vojenských informácií, ale zdôrazňuje aj ich civilné využitie. Komisia vidí hlavný význam dronov pri transformácii nákladnej dopravy, ale aj v zdravotníctve, poľnohospodárstve a v práci polície či hasičov. Rozvinutý trh s dronmi predpokladá, že ich budú vo vzduchu státisíce naraz. To bude vyžadovať revolúciu v riadení leteckej dopravy a dôraz na jej digitalizáciu a automatizáciu. Okrem technologických a legislatívnych výziev bude potrebné prekonať aj určitú nedôveru ľudí a ich obavy z narušenia súkromia či, v prípade vojenských dronov, obavy z porušovania ľudských práv.

V predložennom príspevku bolo bližšie vysvetlené, čo je to dron, jeho história, vývoj, rozdelenie podľa veľkosti a účel použitia.

POĎAKOVANIE

Príspevok vznikol v rámci riešenia spoločného slovensko-poľského projektovo orientovaného vzdelávania - PBL, v súťaži VIII v rámci programu Iniciatíva excelentnosti – Politechnika Śląska, Gliwice ako výsledok spolupráce medzi Politechnikou Slaskou (Poľsko) a Žilinskou univerzitou v Žiline a projektu KEGA č. 004ŽU-4/2023.

LITERATÚRA

1. J.G. Leishman (ed.), Principles of Helicopter Aerodynamics, Cambridge University Press, New York, NY, 2002.
2. D. Axe, Drone War Vietnam, Pen & Sword, Military, Great Britain. 2021.
3. Ludicam, How much weight can a drone carry, 2021 [online].
<https://lucidcam.com/how-much-weight-can-a-drone-carry>
4. Nagel, Types of drones and UAVs, 021. [online].
<https://www.tytorobotics.com/blogs/articles/types-of-drones>
5. A. Rogers, J. Hill, Unmanned: Drone warfare and global security, Between the Lines, 2014.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Materiały kompozytowe wzmacniane porowatymi szkieletami ceramicznymi wytworzonymi z odpadów

M. Pełka^a, M. Kremzer^b

^a Student Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny
email: marcpel223@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych
email: marek.kremzer@polsl.pl

Streszczenie: Niniejsza praca dotyczy wytwarzania materiałów kompozytowych wzmacnianych porowatymi szkieletami ceramicznymi uzyskanymi przez spiekanie odpadów pochodzących ze spalania węgla (popiołów lotnych i żużli dennych) z materiałem porotwórczym w postaci fusów powstałych po parzeniu kawy. W ramach pracy dokonano optymalizacji technologii wytwarzania szkieletów ceramicznych, oszacowano ich skurcz oraz porowatość. Zbadano strukturę i twardość opracowanych kompozytów. Uzyskane wyniki pozwalają wnioskować, że kompozyty wytworzone z materiałów odpadowych mogą znaleźć zastosowanie praktyczne.

Abstract: This study investigates possibility of manufacturing composites with porous ceramic skeleton made of waste materials – slags and fly ashes. The blowing agent was coffee grounds. The samples were subjected to hardness test and geometry analyze. The results allow to conclude that these composites can find practical application.

Słowa kluczowe: materiały kompozytowe, porowate szkielety ceramiczne, materiały odpadowe, infiltracja

1. WSTĘP

Współcześnie wymagania wobec materiałów konstrukcyjnych są coraz większe. Inżynierowie w wielu dziedzinach potrzebują materiałów o bardzo dobrych własnościach użytkowych oraz wysokiej trwałości. Jednym ze sposobów na sprostanie tym wymaganiom jest wytwarzanie nowoczesnych materiałów kompozytowych. Dzięki łączeniu w sobie kilku materiałów i ich specyficznych własności można uzyskiwać kompozyty o cechach nieosiągalnych dla klasycznych materiałów [1-4].

Jednym z istotnych problemów w dzisiejszych czasach jest stale rosnąca ilość powstających odpadów. Szybki rozwój techniki i cywilizacji doprowadził ludzkość do momentu, gdy wytwarzane przez nas odpady stają się dla nas realnym i trudnym do rozwiązania problemem. Jedynym sposobem na minimalizację odpadów jest ich ponowne wykorzystywanie (recykling).

Grupą materiałów, która znalazła szerokie zastosowanie przemysłowe są kompozyty o osnowie polimerowej wzmocnione proszkami ceramicznymi. Dodatek ceramiki ma głównie za zadanie podnieść twardość oraz inne własności mechaniczne takie jak sztywność czy wytrzymałość. Ponadto, uzyskuje się w ten sposób materiał o wyższej odporności cieplnej i mniejszym zużyciu ściernym. Innym podejściem do tematu kompozytów z użyciem ceramiki są kompozyty ceramiczno-polimerowe i ceramiczno-metalowe. W materiałach tych osnowę stanowi porowaty szkielet ceramiczny wypełniony polimerem lub metalem. Dodanie do ceramiki innego materiału ma głównie na celu zmniejszenie jej kruchości bez pogorszenia innych korzystnych własności [5-8].

Widocznym trendem jest coraz częstsze wykorzystanie odpadów w inżynierii materiałowej. Szeroko stosowane są odpady biodegradowalne. Można z ich użyciem tworzyć kompozyty biodegradowalne lub mniej obciążające środowisko alternatywne materiały. Przykładem może być zastosowanie odpadów jako napełniaczy kompozytów polimerowych. Zaletami tego rozwiązania są m.in. mała gęstość wypełniacza, zdolność do tłumienia fal akustycznych oraz ułatwiony recykling. Dodatkową korzyścią jest zmniejszenie rozszerzalności cieplnej materiału. Ograniczeń tego rozwiązania można dopatrywać się w temperaturze, która sprawi, że materiały naturalne ulegną degradacji. Niska temperatura degradacji składników naturalnych może być także zaletą w niektórych procesach produkcyjnych. Dzięki tej własności tworzywa takie z powodzeniem są wykorzystywane jako materiały porotwórcze. Pierwszym kompozytem z naturalnymi dodatkami była żywica fenolowo-formaldehydowa wypełniona włóknem drzewnym – znana jako Bakelite. Materiał był stosowany przez firmę Rolls-Royce (np. do wytwarzania dźwigni zmiany biegów oraz elementów ozdobnych). Teraźniejszym przykładem mogą być produkty firmy Huskee. Kubki oraz inne produkty tej firmy powstają z kompozytu składającego się z polipropylenu i łusek kawy [9-17].

Proces infiltracji ciśnieniowej polega na wypełnianiu porowatych szkieletów (najczęściej ceramicznych) materiałem o niższej temperaturze topnienia (zazwyczaj metalem lub stopem metali). Przepływ cieczy metalowej spowodowany jest zewnętrznym ciśnieniem. Dzięki temu metal wypełnia porowaty szkielet, w którym zastyga tworząc kompozyt. Celem procesu jest osiągnięcie zwartego układu dwóch materiałów, gdzie jeden jest osnową a drugi wzmocnieniem. Procesem sterować można poprzez m.in. początkową temperaturę szkieletu oraz metalu, wartość ciśnienia, szybkość procesu [18-20].

2. PRZEBIEG BADAŃ

2.1 Materiał do badań.

Materiał do badań wytworzono technologią infiltracji ciśnieniowej porowatych szkieletów ceramicznych stopem EN AC AlSi12. Porowate szkielety wytworzono metodą spiekania popiołów lotnych i żużli dennych z dodatkiem porotwórczym w postaci fusów powstałych po parzeniu kawy. Skład poszczególnych mieszanin przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Składy badanych mieszanin

Oznaczenie	Składniki mieszaniny oraz ich udział masowy	
F3	Popiół lotny 70%	Kawa 30%
F4	Popiół lotny 60%	Kawa 40%
Z3	Żużel 70%	Kawa 30%
Z4	Żużel 60%	Kawa 40%

2.2 Przygotowanie próbek do spiekania

Wszystkie zastosowane materiały odpadowe poddano suszeniu sublimacyjnemu przez 48h. Następnie odpowiednie kompozycje poddano mieszaniu i mieleniu na mokro w młynie kulowym. Proces trwał 10 minut, przy prędkości 300 obr/min. Jako mielniki zastosowano kule cyrkonowe o średnicy 20mm, ich stosunek do materiału mielonego wynosił 10:1. Po mieleniu mieszanek przesiano przez sito o oczku 200 μ m. Następnie mieszaniny proszków poddano prasowaniu jednoosiowemu w matrycy o średnicy 30mm. Ciśnienie prasowania wyniosło 100MPa a czas jego oddziaływania 20s.

2.3 Spiekanie próbek

Otrzymane wypraski poddano spiekaniu w piecu komorowym. Składał się ono z wolnego grzania z szybkością 50°C/h do temperatury 800°C. Niska szybkość grzania miała ograniczyć prawdopodobieństwo zniszczenia w skutek gwałtownej degradacji składników organicznych. Po osiągnięciu zadanej temperatury próbki były wygrzewane w niej przez 2 godziny celem całkowitej degradacji termicznej czynnika porotwórczego i węgla pozostałego w żużlach i popiołach. Kolejnym etapem było szybkie grzanie z szybkością 300°C/h do temperatury 850°C, 1050°C lub 1100°C. W tej temperaturze próbki były spiekane przez godzinę. Po upływie określonego czasu następowało szybkie chłodzenie z szybkością 300°C/h do temperatury otoczenia. Procesowi towarzyszył przepływ powietrza 1l/min. Ponadto luźno zasypane proszki poddano procesowi degradacji termicznej, celem określenia gęstości materiału budulcowego porowatych szkieletów ceramicznych, która posłuży do wyznaczenia porowatości.

Próbki spiekane w temperaturze 850°C uległy zniszczeniu przy dalszych badaniach. Skrajnie niskie własności wytrzymałościowe wskazywały na złe połączenie ceramiki

spowodowane zbyt niską temperaturą. Na podstawie tej tezy zwiększono temperaturę do 1050°C i 1100°C w następnych próbach. Próbki z tych procesów były już wystarczająco wytrzymałe, aby poddać je infiltracji. Podczas przygotowań do tego procesu próbka Z4 (żużel + 40% kawy) uległa uszkodzeniu przez co nie poddano jej infiltracji. W tabelach 3 i 4 przedstawiono porowatość oraz skurcz próbek po spiekaniu.

2.4 Infiltracja ciśnieniowa

Porowate szkielety ceramiczne poddano infiltracji gazowo ciśnieniowej z użyciem stopu EN AC- AlSi12 pod ciśnieniem 30 bar wywieranym przez azot. Proces przeprowadzono w temperaturze 800°C, trwał on 120s. Do infiltracji użyto urządzenia PTA-8/PrGC2P firmy CZYŁOK.

3. OMÓWIENIE WYNIKÓW BADAŃ

Uzyskane szkielety ceramiczne poddano pomiarom geometrii i masy przed jak i po spiekaniu. Analiza różnicy mas próbek wynikających z obróbki termicznej pozwoliła na wyznaczenie strat prażenia mieszanin oraz poszczególnych składników. Na podstawie pomiarów gęstości oraz masy wyznaczono objętość teoretyczną. Objętość rzeczywistą wyznaczono z wymiarów próbki po procesie spiekania. Na podstawie wyników wyznaczono porowatość próbek. Pomiarów średnic oraz wysokości próbek na poszczególnych etapach pozwoliły na obliczenie skurczu liniowego dla każdego z wymiarów. Wyniki pomiarów oraz obliczeń przedstawiono w tabelach 2-3, natomiast w tabeli 4 przedstawiono skurcz liniowy wyznaczony po średnicy próbek po spiekaniu.

Tabela 2. Straty prażenia oraz gęstości badanych próbek.

próbka	m przed deg. [g]	m po deg. [g]	straty praż.	gęstość [g/cm^3]					
				1	2	3	4	5	średnia
f3_2	5,0000	3,0559	0,3888	2,3554	2,3591	2,3510	2,3564	2,3531	2,3550
f4_2	5,0000	3,2822	0,3436	2,4067	2,4064	2,4067	2,4070	2,4067	2,4067
z3_2	5,0000	3,2190	0,3562	2,4829	2,4778	2,4769	2,4833	2,4783	2,4798
z4_2	5,0000	2,9331	0,4134	2,4358	2,4404	2,4359	2,4299	2,4312	2,4346
kawa	5,0000	0,0605	0,9879	4,5328	4,0145	4,3118	4,3734	4,2147	4,2894
popiół	5,0000	4,7715	0,0457	2,1873	2,1826	2,1814	2,1789	2,1871	2,1835
żużel	5,0000	4,2203	0,1559	2,3501	2,3448	2,3406	2,3403	3,3424	2,5436

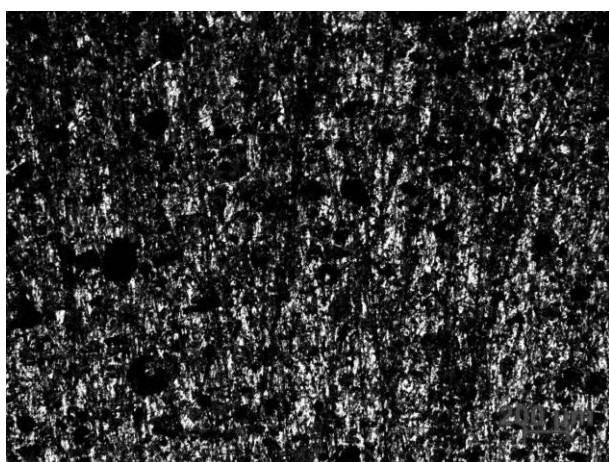
Tabela 3. Porowatość wytworzonych próbek.

próbka	porowatość		
	V rzecz. po spiek. [mm ³]	v teoret. po spiek. [mm ³]	porowatość
f3_2	3246	2102	35%
f4_2	3629	2177	40%
z3_2	4605	2331	49%
z4_2	4480	2415	46%

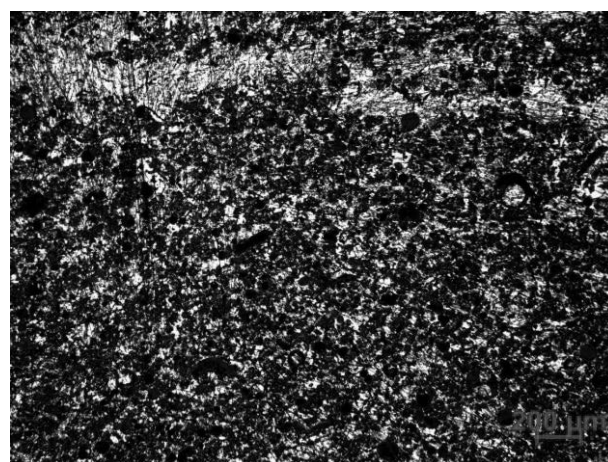
Tabela 4. Skurcz szkieletów ceramicznych

Próbka	f3_1	f4_1	z3_1	z4_1	f3_2	f4_2	z3_2	z4_2
Skurcz liniowy	5,88%	5,25%	1,91%	2,31%	11,60%	9,73%	5,34%	3,95%

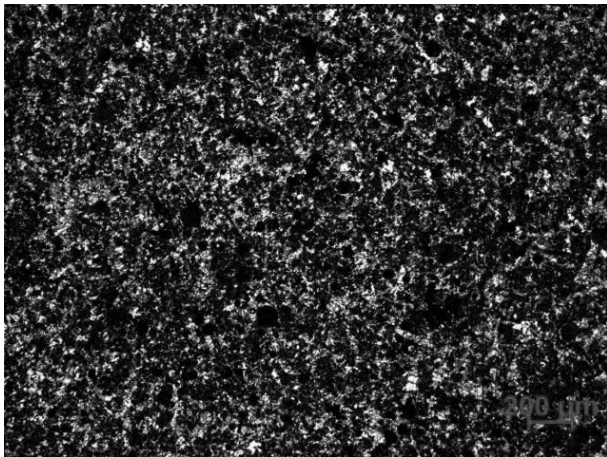
Opracowane materiały kompozytowe poddano obserwacjom na mikroskopie świetlnym. Stwierdzono równomierny rozkład faz w całej objętości. Materiały wykazują izotropowość, nie zaobserwowano różnic w strukturze obserwowanej na płaszczyznach równoległych i prostopadłych do kierunku prasowania porowatych szkieletów ceramicznych. Opracowane materiały kompozytowe poddano obserwacjom na mikroskopie świetlnym. Mikrostrukturę kompozytów przedstawiono na rysunkach 1-6. Stwierdzono równomierny rozkład faz w całej objętości. Materiały wykazują izotropowość, nie zaobserwowano różnic w strukturze obserwowanej na płaszczyznach równoległych i prostopadłych do kierunku prasowania porowatych szkieletów ceramicznych. Rysy widoczne na zdjęciach spowodowane są trudnościami w polerowaniu kompozytów ceramicznych ze względu na wyrwywające się twarde cząstki ceramiczne rysujące zgląd.



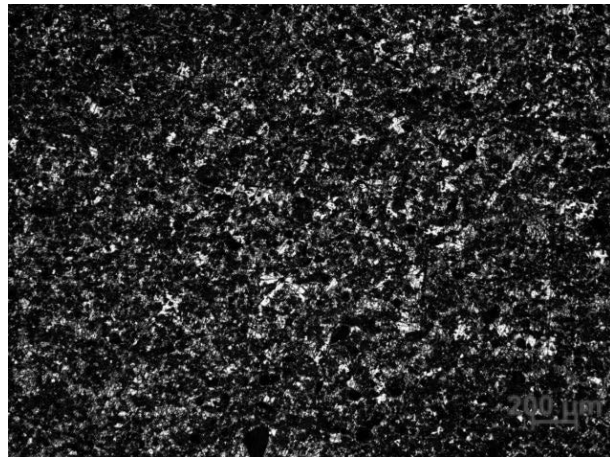
Rys. 1. Materiał F3, płaszczyzna równoległa do kierunku prasowania, pow. 50x



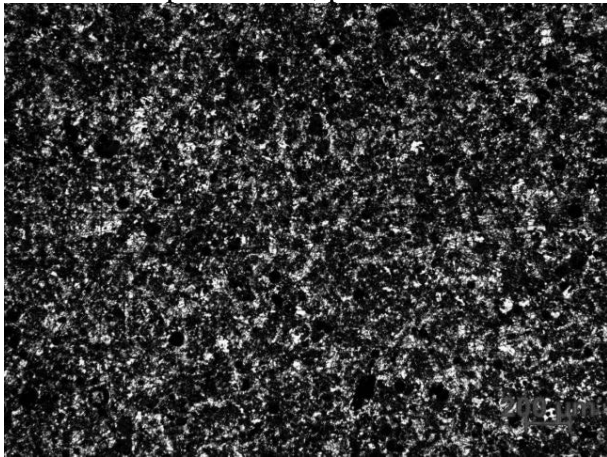
Rys. 2. Materiał F3, płaszczyzna prostopadła do kierunku prasowania, pow. 50x



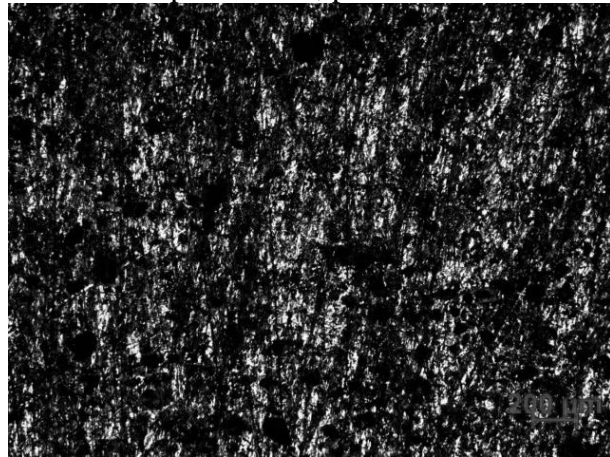
Rys. 3. Materiał F4, płaszczyzna równoległa do kierunku prasowania, pow. 50x



Rys. 4. Materiał F4, płaszczyzna prostopadła do kierunku prasowania, pow. 50x



Rys. 5. Materiał Z3, płaszczyzna równoległa do kierunku prasowania, pow. 50x



Rys. 6. Materiał FZ, płaszczyzna prostopadła do kierunku prasowania, pow. 50x

Próbki poddano badaniu twardości metodą Rockwella w skali A. Wyniki pomiarów twardości próbek oraz stopu EN AC-AISi12, którym były infiltrowane przedstawiono w tabeli 5.

Tabela 5. Porównanie twardości kompozytów oraz ich osnowy.

próbka	twardość [HRA]				przyrost twardości
	1	2	3	średnia	
f3_2	50,2	50,9	49,4	50,17	246%
f4_2	54	52,1	55,5	53,87	264%
z3_2	46,9	49,5	48,1	48,17	236%
EN AC-AISi12	20,4	19,7	19,9	20	-

4. WNIOSKI

Na podstawie wykonanych badań sformułowano następujące wnioski:

1. Metoda spiekania produktów ubocznych spalania węgla z dodatkiem porotwórczy w postaci fusów kawy, pozwala na uzyskanie szkieletów ceramicznych o porowatości sięgającej 50%
2. Opracowane materiały kompozytowe wykazują równomierne rozmieszczenie fazy wzmocniającej w całej objętości.
3. Największą twardością 54 HRA charakteryzuje się kompozyt wzmocniany szkieletem na bazie popiołu z 40% dodatkiem środka porotwórczego w postaci kawy. Zaobserwowano ponad 260% wzrost twardości w stosunku do osnowy która wykazuje twardość na poziomie 20 HRA
4. Opracowana technologia wytwarzania materiałów kompozytowych na bazie produktów ubocznych spalania węgla zapewnia wymaganą strukturę i wysoka twardość, stąd bez wątpienia może znaleźć zastosowanie przemysłowe.

LITERATURA

1. Dariusz Woźniak, Leon Kukielka, Kompozyty w technice w aspektach materiałów nowej generacji.
2. Ashby M. F., Jones D. R. H. Materiały inżynierskie. WNT Warszawa 1996, tom 2.
3. Ciszewski B., Przetakiewicz W. Nowoczesne materiały w technice. Bellona Warszawa 1993.
4. Kapuściński J., Puciłowski K., Ciechowski S., Projektowanie i technologia materiałów kompozytowych. Politechnika Warszawska. Warszawa 1981.
5. Anna Boczkowska, Katarzyna Konopka, Jerzy Schmidt, Krzysztof Kurzydłowski, Badania wpływu budowy elastomeru I adhezji na wytrzymałość na ściskanie kompozytów ceramika-elastomer.
6. Ślężiona J., Podstawy technologii kompozytów, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 1998, 28.
7. Boczkowska A., Kapuściński J., Lindemann Z., Witemberg-Perzyk D., Wojciechowski S., Kompozyty, Wyd. II zmienione, Oficyna Wydawnicza PW, Warszawa 2003, 61, 107.
8. Bula K., Jesionowski T., Fojud Z., Jurga J., Badania struktury kompozytów PET/SiO₂ i PBT/SiO₂, X Seminarium Tworzywa Sztuczne w Budowie Maszyn, Kraków 2003, 57.
9. Roman Cyga, Krystyna Czaja, Kompozyty polimerowe z napełniaczem roślinnym.
10. D. Żuchowska, Polimery konstrukcyjne, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 2000.
11. I. Patuszyńska, S. Zajchowski, K. Patuszyński, Badania reologiczne kompozytów PP /mączka drzewna, Projekt badawczy KBN 4TO8E/048/22.
12. S. Zajchowski, L. Głowacka, Mat. X Seminarium „Tworzywa sztuczne w budowie maszyn”, Kraków 2003
13. Strona internetowa firmy Huskee: huskee.co
14. Własności popiołu lotnego a trwałość betonu. Technologie, lipiec-wrzesień 2008, str. 44-48

15. Ilona Łęgowik, Anna Zawada, Józef Iwaszko, Monika Strzelecka, Otrzymywanie ceramicznych materiałów kompozytowych na bazie żużli, popiołów I pyłów ze spalarni odpadów stałych.
16. PN-EN 197-1:2002 Cement. Część 1: Skład, wymagania i kryteria zgodności dotyczące cementów powszechnego użytku
17. PN-EN 450-1:2006 Popiół lotny do betonu. Część 1. Definicje, wymagania i kryteria zgodności
18. Krzysztof Matus, Grzegorz Matula, Mirosława Pawlyta, Jagoda Krzysteczko-Witek, Błażej Tomiczek., TEM Study of the Microstructure of an Alumina / Al Composite Prepared by Gas-Pressure Infiltration,
19. Konopka, K.; Szafran, M. Fabrication of Al_2O_3 -Al composites by infiltration method and their characteristic. *J. Mater. Processing Technol.* 2006, 175, 266–270.
20. Pawlyta, M.; Tomiczek, B.; Dobrzański, L.A.; Kujawa, M.; Bierska-Piech, B. Transmission electron microscopy observations on phase transformations during aluminium/mullite composites formation by gas pressure infiltration. United States. doi:10.1016/J.MATCHAR.2016.02.003.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Development of technologies and equipment for recycling polyethylene terephthalate waste into consumables and finished product

A. Polishchuk^a, O. Polishchuk^b, M. Skyba^c, S. Matiukh^d, T. Tański^e, M. Bonek^f

^a Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: andrepol215@gmail.com.

^b Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: opolishchuk71@gmail.com.

^c Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: rector@khnu.km.ua.

^d Khmelnytskyi National University, Faculty of International Relations and Law, Khmelnytskyi, Ukraine email: matuh@khnmu.edu.ua

^e Silesian University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Engineering Materials and Biomaterials, Gliwice, Poland email: tomasz.tanski@polsl.pl

^f Silesian University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Engineering Materials and Biomaterials, Gliwice, Poland email: mirosław.bonek@polsl.pl.

Abstract: The article describes the prospects for the use of PET plastic waste for the manufacture of industrial engineering and light industry products. Equipment for grinding the specified polymers, including empty bottles made of polyethylene terephthalate, was developed and described. An extruder for a 3D printer that prints products with granules or crushed polymers has been developed. The optimal modes of the 3D printing process with granules or crushed polymers have been selected. Experimental studies were conducted to determine the mechanical characteristics of PET plastic from which finished products are printed.

Keywords: PET plastic, polyethylene terephthalate, 3D printer, PET-flex, extruder.

1. INTRODUCTION

Finding ways to dispose of solid waste is one of the tasks that many scientists around the world are working on [1]. The emergence and development of new industries, rapid population growth as a result of rising consumption, all this leads to an increase in waste that poses a danger to the environment. In recent years, the level of production and consumption of polymeric materials has increased. Most of the manufactured products are packing containers. For example, every second in the world produce 20 thousand bottles of polyethylene terephthalate and buy every minute about 1 million. According to forecasts, in 2022 this number will increase by about 23%.

Polyethylene terephthalate (PET) is a thermoplastic polyester used in the production of synthetic fibers, film and plastic packaging. With a market share of 18% of all manufactured plastic materials, it ranks third after polyethylene (33,5%) and polypropylene (19,5%). PET is known to the world under other names - mylar, thermoplastic or polyester.

Polyester is one of the most common and modern materials used to create synthetic fabrics of various types.

The scope of PET in the world is distributed approximately as follows: about 70% of plastic goes to the production of threads and fibers (polyester), about 30% - to plastic bottles.

Polyethylene terephthalate wastes are practically non-degradable wastes. The processing of this type of waste is still underdeveloped, and its utilization, including incineration or storage in landfills causes significant damage to the environment.

Currently, only 12% of polymeric materials used in the manufacture of clothing are recycled worldwide, so textile recycling has very serious grounds. However, some existing mechanical technologies have proved ineffective, and certain reusable fabrics are usually converted into substandard products, such as gaskets, insulators or rags. Therefore, the question arises of developing new technologies for recycling light industry waste.

The use of new technologies is the main trend of recent years in any field of industrial production. Every company in the world strives to create cheaper, reliable and high-quality products using the most advanced methods and materials.

Recycling technologies for plastic bottles are profitable and environmentally friendly. They reduce the need for primary raw materials, save labor, reduce the consumption of 50-60% of the energy that would be needed to produce a product from primary materials, contribute to further environmental protection and improve the existing environmental situation, reduce greenhouse gas emissions.

2. FORMULATION OF THE PROBLEM

Today, PET is the most widely recycled plastic. An important area of application of secondary PET is the production of textiles. PET fiber, formed from secondary polyethylene terephthalate, has mechanical properties that meet the conditions of production of a wide range of products - textiles, fabrics for clothing and carpets for residential and office premises, car upholstery and more. Secondary PET can be used to make fibers and rods for the production of brushes and brooms. Based on it, using various fillers, additives, plasticizers, it is possible to produce new polymeric materials with high sound, heat insulation, adhesive, adsorption properties, large specific surface area, ductility, resistance to chemical and atmospheric influences, environmental friendliness. An example is the manufacture of abrasive materials - for this abrasive is mixed with crushed PET material and fed to the extruder. A new material with new properties is obtaining.

So we can conclude that the problem of recycling PET waste is relevant for the whole world community, so it must be solved by joint efforts based on research and advanced technologies.

One way to recycle plastics is to use recycled polyethylene terephthalate waste, in particular PET bottles and light industry textile waste, into consumables for 3D printers [2, 3]. The use of additive technologies is one of the most striking examples of how new developments and equipment can significantly improve traditional production.

The problem of processing hollow thin-walled containers and the rational use of crushed polymers can be solved by creating new efficient equipment for grinding and technologies for further processing.

Given the urgency of the creation of new technologies of fast production, the task of research is to develop units and details of equipment of grinding polymers and the creation of products by 3D printing using recyclables.

3. PRESENTING MAIN MATERIAL

It was proposed to use a rotary knife crusher to grind such products. In such equipment the concentrated cutting of waste by knives which are located both in a rotor and in a stator is carried out.

The kinematic scheme of the rotary crusher are presented in fig. 1.

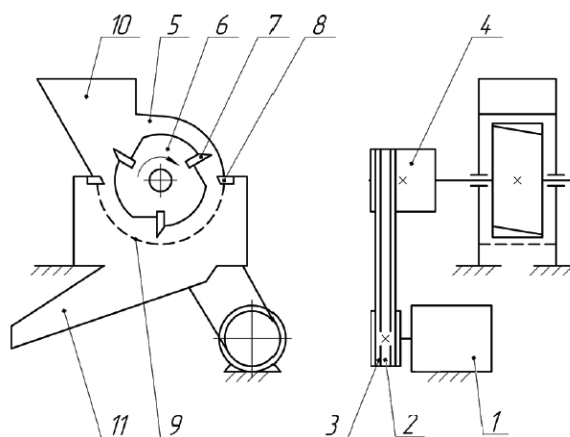


Fig. 1. Rotary knife crusher: a - kinematic scheme; b - appearance of the installation; 1 - electric motor; 2 - wedge belts; 3 - pulley; 4 - flywheel with pulley; 5 - grinding chamber; 6 - rotor; 7 - rotor knives; 8 - fixed knives; 9 - calibrated mesh; 10 - download window; 11 - tray

The shredder consists (Fig. 1) of the housing 5, hopper 10, tray 11, rotor 6 with fixed knives 7, fixed knives 8 mounted on the housing, removable calibrated grid 9, the size of the holes which determines the required dispersion of crushed materials. The transmission of torque from the shaft of the motor 1 to the rotor is carried out by a belt drive consisting of a pulley 3, a flywheel with a pulley 4 and V-belts 2.

The process of grinding the material begins with its loading into the window 10, where it falls on the rotor and its knives. The material is crushed in interaction with the rotor blades and fixed stator blades. After that, the material is sifted through a sieve and enters the hopper of the finished product.

Crushed into small flat pieces of polyethylene terephthalate bottles are called flakes or flex (PET-flex).

This type of shredder is widely used in the chemical industry, pulp and paper, food, construction and light industry.

When grinding waste polymeric materials, the rotary crusher has a fairly high productivity and uniformity of work. The main criterion of these indicators is the correct loading of waste into the working chamber, which is carried out by the operator manually.

However, when grinding used bottles of polyethylene terephthalate was a significant disadvantage of the process of loading them into the crusher. Containers, getting into the working chamber, come into contact with the movable blades of the rotor, chaotically reflected from them and the process of grinding them is accompanied by delays. The reason is the proportionality of the space between the knives and the size of the containers.

Preliminary experiments were performed, during which the time of grinding bottles with a capacity of 2 liters with successive continuous loading was determined. Experiments have shown that when loading bottles that are cut lengthwise into three parts, the productivity of grinding is 5... 6 times higher than when loading the whole container.

As a result of the experiment, it was concluded that it is expedient to equip the crusher with a roller device for deformation and pre-cutting of used bottles, which should be installed at the entrance to the working chamber.

Based on the analytical dependences that link the design and technological parameters of rolling devices with energy costs, productivity of these devices and the quality of recycled polymer waste, equipment for processing polymer waste from the garment and footwear industries was developed. The quality of the processed material is determined by the degree of orientation of the structure of the obtained polymer fragments and their shape.

To destroy the structure of the polymeric material, a device with toothed rolls and a device with rolls of the Relo profile are used.

Developed device can be used for shredding light industry waste, namely polyester. The resulting crushed material can be used as a raw material for a 3D printer in the manufacture of finished products and materials.

Preparation of PET flex for 3D printing and research of its properties.

When processing polyethylene terephthalate products into raw materials for a 3D printer, the following operations are performed sequentially: sorting of waste by color and removal of plastic impurities of the second type; grinding of the selected waste with the use of a rotary crusher (Fig. 1) and obtaining a flex of a given dispersion (Fig. 2); washing flakes with clean water; drying of flakes by a stream of hot air in the drying device.

The obtained results confirmed the possibility of using PET-flex as a raw material for a 3D printer for the manufacture of finished products and parts.

3D printing with pellets or crushed polymers is also known as the manufacture of fused granulate (FGM), or direct extrusion [4-6]. Printing using such materials is not completely new, but it is experiencing a revival of popularity caused by increasing demand for higher 3D printers and reducing plastic waste emissions into the environment. The printer, which is improved in this work and presented below, can print not only industrial pellets, but also many types of crushed polymer waste, including PET bottles.



Figure 2 - PET-flex transparent color

The properties of crushed polymeric material were studied. The results obtained are presented in table.1.

Table 1 - Characteristics of PET-flex

№	The name of the indicator	The average value of the indicator
1	Origin	secondary waste - PET bottle
2	Bulk density, kg / m ²	410
3	Fraction size, mm	2-4
4	Particle shape	wrong
5	The presence of impurities	missing
6	Color	transparent
7	Humidity,%	≤ 1,0

The classic FDM 3D printing process is to create layers by deposition of molten polymer, usually in the form of plastic thread. An advanced 3D printer that allows you to print products using pellets or crushed polymers also a layer by layer creates a finished product.

The installation for the manufacture of products and parts of industrial engineering and light industry and experimental research will be developed on the basis of an 3D printer Anycubic Mega S with FMD printing technology from the Chinese company Anycubic. The general view of 3D printer Anycubic mega s is shown in Fig. 3.

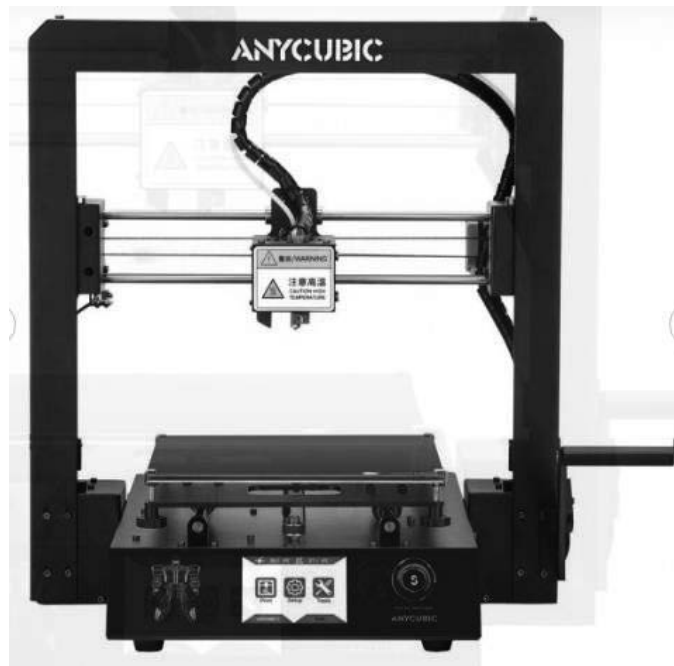


Figure 3 - General view 3D printer Anycubic Mega S

Anycubic Mega S is a large FDM printer with a rigid metal frame, reliable drive and modern design, mechanics and electronics design.

In the first case, a strip of PET bottle is used as a raw material for this 3D printer. The strip of the set width is preliminary cut by the specially developed device.

3D printer Anycubic Mega S was used for 3D printing of products using cut PET tape (Fig. 3). In the basic model of the printer, the material feeding and transportation mechanisms

have been improved. The improved material feeding mechanism allows you to twist the strip into a tube similar to a polymer thread. Before printing, the cut tape undergoes additional processing.

The operating modes of the 3D printer were selected, namely: the temperature of the extruder, which was 240 °C and the working table - 75 °C. The optimal printing modes were selected experimentally, based on the recommendations given in the technical literature for 3D printing with round PET filament.

In the second case, the raw material is the crushed polymer (Fig. 4) obtained using the equipment described above (Fig. 1). To process this raw material, it is necessary to replace the printing head that works using a filament with an extruder that works on pellets or crushed polymers.

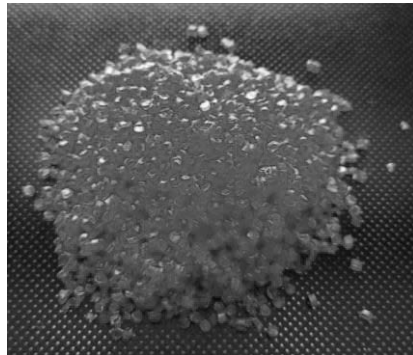


Figure 4 - Crushed PET polymer

First of all, in order to develop a 3D printer extruder design for pellets or crushed polymers, it is necessary to study the screw extrusion process itself. Rotating auger (Fig. 5, a) is used to ensure continuous supply of material and to create a sufficiently high pressure in the extruder chamber, which in turn increases the speed and resolution of printing compared to the manufacture by surfacing method (FDM) (Fig. 5, b) [8] and 3D print processes based on the piston (Fig. 5, c) [7].

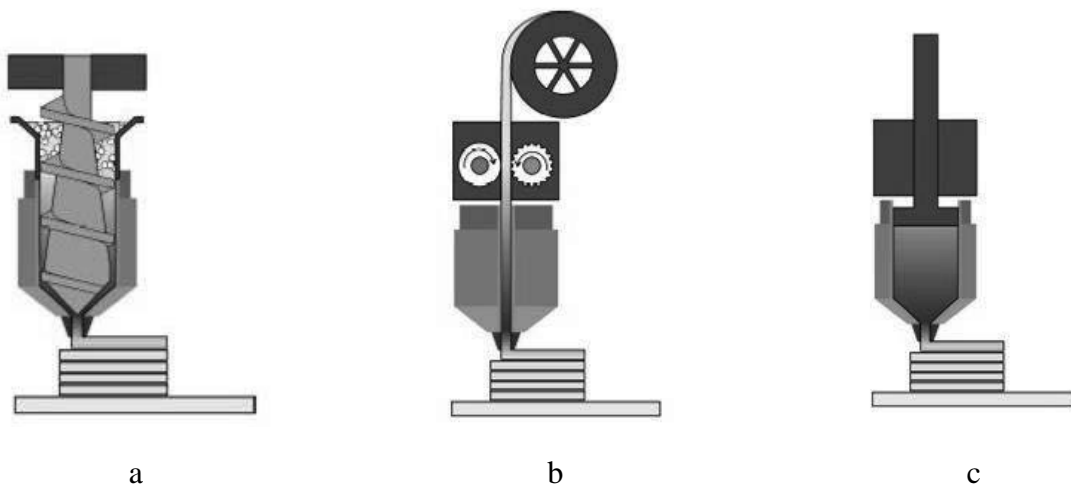


Figure 5 - Different types and approaches for extrusion-based additive manufacturing: a – plunger-based; b – filament – based; c – screw-based

In addition, the rotary movement of the screw expands the mixing capabilities of the system, thereby improving the homogeneity of the extruded material [9]. Thus, it allows processing a wider range of raw materials and processing secondary polymer material during extrusion.

An experimental extruder was designed and manufactured. The 3D model of the designed extruder in the SolidWorks software environment is shown in Fig.6.

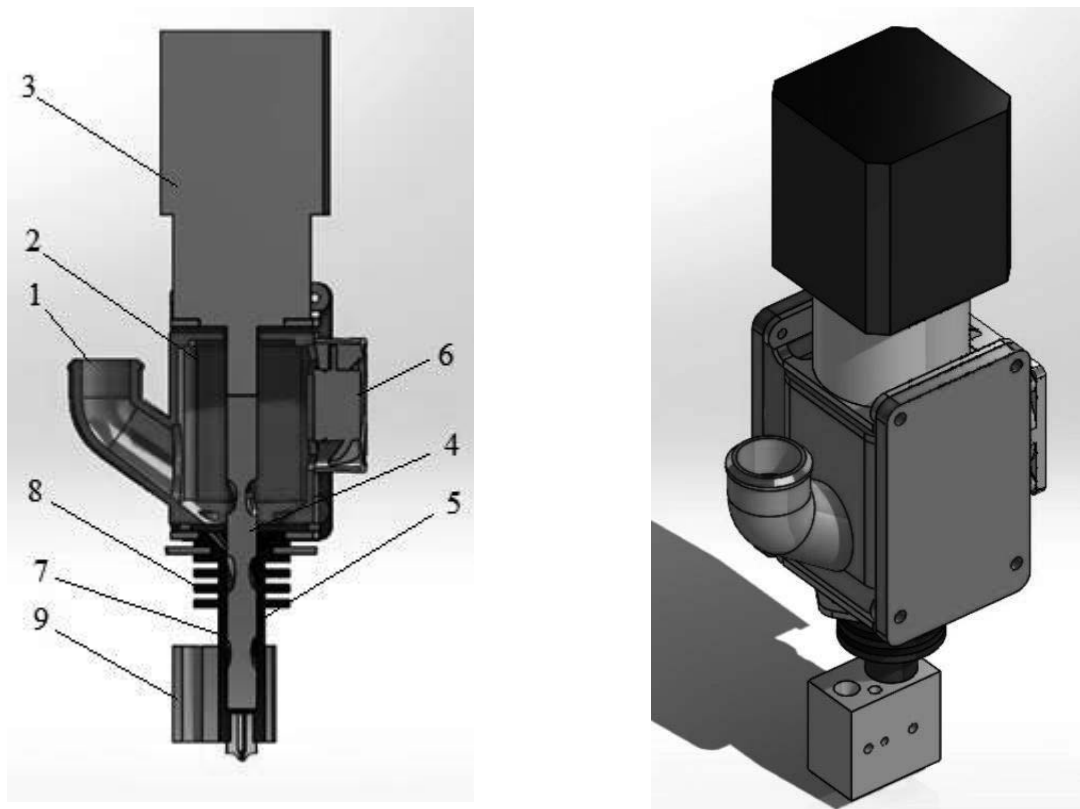


Figure 6 - Extruder model in SolidWorks software environment

The raw material is poured into an external loading hopper. Next, it enters through the nozzle 1 located on the side wall of the intermediate chamber 2. A mechanical valve located in the loading hopper is used to regulate the inflow (flow) from the loading hopper to the intermediate chamber of the extruder. The valve is actuated by a servomotor and valve cover.

A stepper motor connected to a reducer (the stepper motor-reducer 3) directly drives the rotating screw 4 to transport the granules of material from the intermediate chamber 2 to the heating chamber 5. In turn, a fan 6 is placed on the body of the intermediate chamber.

One of the functions of the fan is to supply a stream of cold air to the intermediate chamber in order to maintain a constant temperature lower than that in the heating chamber. Another function is to prevent material from sticking together and getting stuck. The flow of air loosens particles that have stuck together. In this way, a consistent input flow of material into the heating chamber 5 is ensured.

The material for heating the material 5 consists of a cylindrical aluminum housing 7. From the outside, the radiator 8 is located on the upper part at the top.

The heat from the heating element of 12 V and 50 watts of aluminum heater 9, which is placed at the bottom of the extruder is transmitted over the material cylinder and auger, heats

them to the required temperature and melts the polymer granules. From the outside, the heater to reduce heat loss is covered with insulating material.

Two temperature sensors (thermistors) measure the temperature distribution along the channel of the material cylinder of the extruder. The thermistor, located near the nozzle, provides feedback relative to the output temperature, and the thermistor at the top of the canal measures the temperature when the material enters the channel. The auger increases the pressure on the liquefied polymer, pushing the material through the hole in the nozzle. The nozzle, in turn, is screwed into the lower part of the heater.

Pre-conducted experimental studies on the developed extruder (Fig. 7) using the raw material of crushed polymer material confirmed its performance.

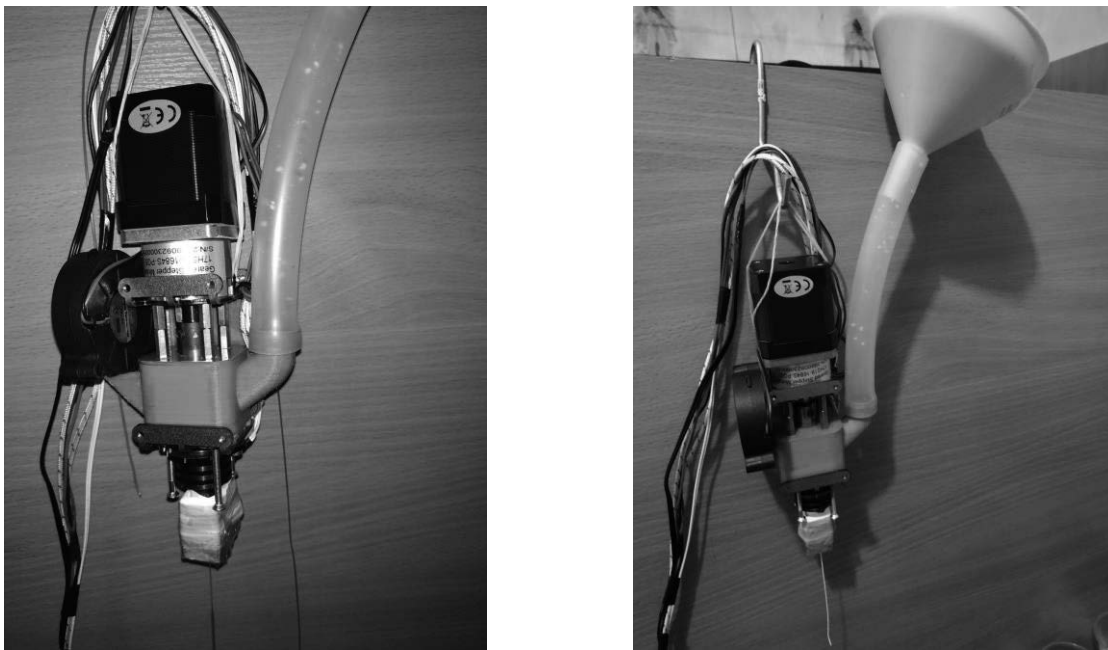


Figure 7 - Developed extruder 3D printer for printing with crushed polymers

At experimental studies used nozzles with a diameter of 0,4 to 0,8 mm. The best results in the squeezing of the molten polymer showed a nozzle with a diameter of 0.8 mm.

The printing head was then dismantled in the Basic Model 3D of Anycubic Mega S printer and the installation of the developed experimental extruder (Fig. 8).

Unlike the print heads of 3D printers that print with filaments, extruders for granules or crushed polymers have, as already noted above, a built-in loading hopper in which the material is partially absorbed and enters the melting zone. Inside the material cylinder, the material is softened due to the heat coming from the heating element to the desired consistency. Next, the molten plastic passes through the nozzle and settles on the printer platform. Although this process may seem a bit more complicated compared to filament extrusion, it has a number of advantages. Printing with granules or crushed polymers leads to a significant reduction (especially when polymer waste is used) of the final cost of the parts due to the low cost of the material and the reduction of the manufacturing time of the part. In this way, it is possible to obtain an ideal technology for the manufacture of products in mass production, which were not previously profitable. Another positive point is the reduction of material jams in the extruder during the manufacturing process, compared to polymer filaments, which is a common problem

in 3D printing. Additive production with granules or crushed polymers allows you to create multi-colored parts by combining plastic materials of different colors in one hopper.



Figure 8 - General view of the Anycubic Mega S 3D printer with installed extruder

But what is especially interesting when working with granules or crushed polymers is the final properties that can be obtained. Finished filaments do not have the same physical and chemical properties as raw materials. When a polymer filament for 3D printing is manufactured, the raw material must be heated, which in turn deteriorates its properties. The more it heats up, the greater is the loss of properties. Additives should be added to reduce degradation. In general, the obtained filament will differ significantly in its properties from the original raw material. Accordingly, by using granules, there is no need to carry out these transformations and bypass the degradation of the resulting material and approach the chemical and physical properties of the polymer used for injection molding.

One of the disadvantages of 3D printing with granules or crushed polymers is that when creating a part layer by layer, they do not connect to each other, as in the case of a polymer thread, but disperse. This, in turn, makes it difficult to control the change in flow rate, which is necessary in the manufacture of parts of a complex shape.

To set the optimal operating modes of the 3D printer for the production of finished products and parts from granules or crushed polymers, a mathematical model was developed that relates the material output to the temperature of the heater and the speed of the screw. This model was developed based on the methodology outlined in [10].

The model describes the exit flow at the extruder nozzle as a function of the screw speed and the melt temperature distribution along the extruder material cylinder.

Experimental examination of extrusion.

The experiments were carried out at fixed speeds and heating temperatures with a calibration of integrated constant flow rate [10]. By extrusion of molten polymer through the

nozzle, the mass of the material at its exit was measured at different speeds of the auger and temperatures. The obtained results are shown in Fig. 9 and Fig. 10.

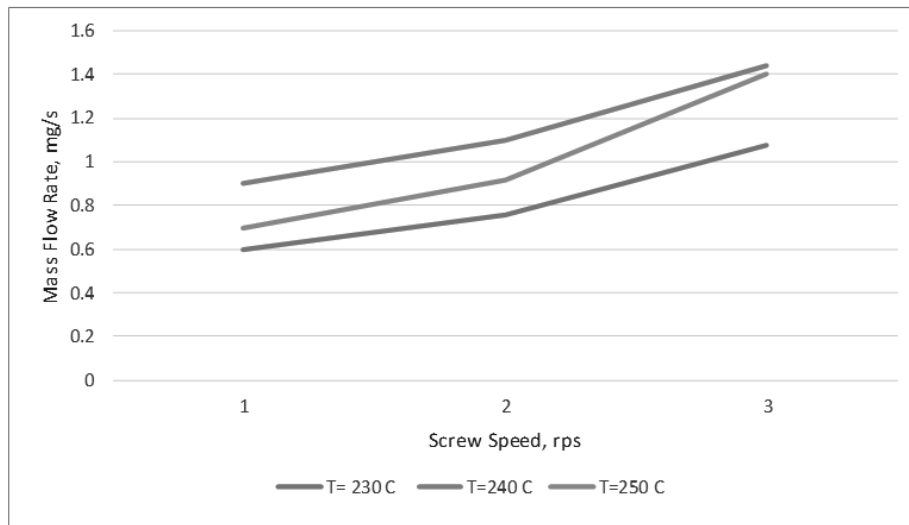


Figure 9 - Dependence of mass cost on the speed of the auger at different temperatures

A feedback controller (bang-bang control) was used to maintain a stable temperature in each experiment. Extrusion of the polymer was carried out for one minute for nine different experiments. Crushed PET plastic waste was used as raw material. Research was conducted at temperatures of 240 °C, 250 °C, 260 °C. The rotation speed of the screw was 1 rps, 2 rps, 3 rps. Each experiment was carried out at a constant (fixed) input flow rate of the material. The conducted experiments provided a direct relationship between the temperature, the speed of rotation of the screw and the initial mass flow rate.

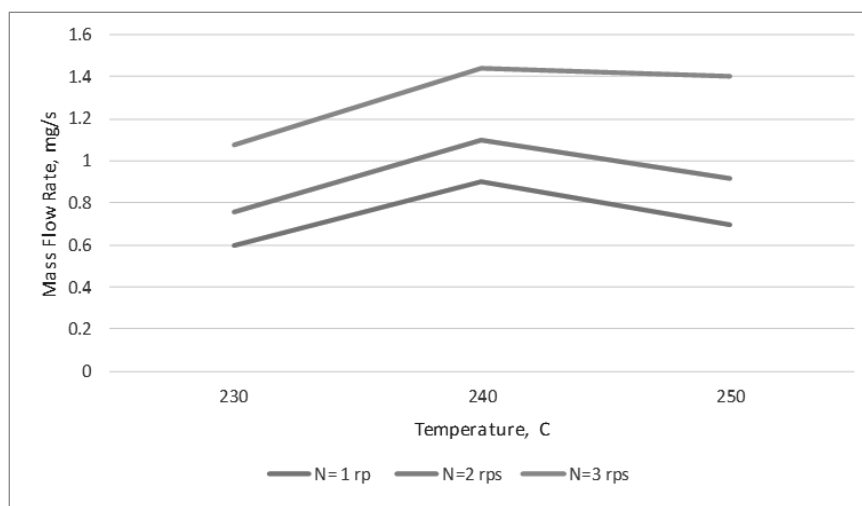


Figure 10 - Dependence of mass flow rate on temperature at different screw rotation speeds

In order to conduct experimental studies to determine the mechanical characteristics of PET plastic, which is used in 3D printing of products on an advanced 3D printer, samples in the

shape of a spatula (Fig. 11) with the cross-sectional dimensions of the thinnest part of 2x10 mm were prepared. The total size of the part was 90x15x2.

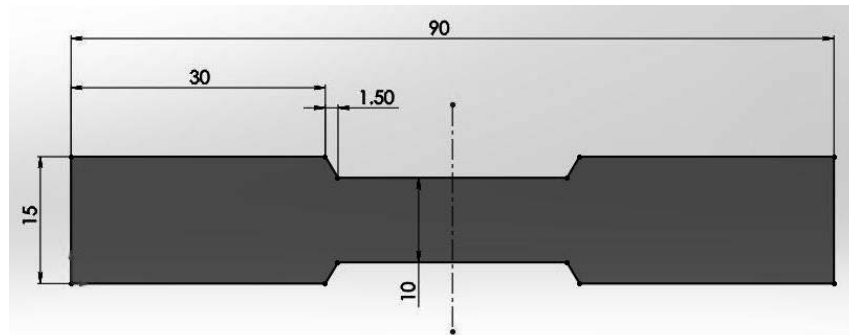


Figure 11 - Dimensions of the sample

The 3D computer model of the sample for experimental research was created using SolidWorks software and is presented in Fig. 12.

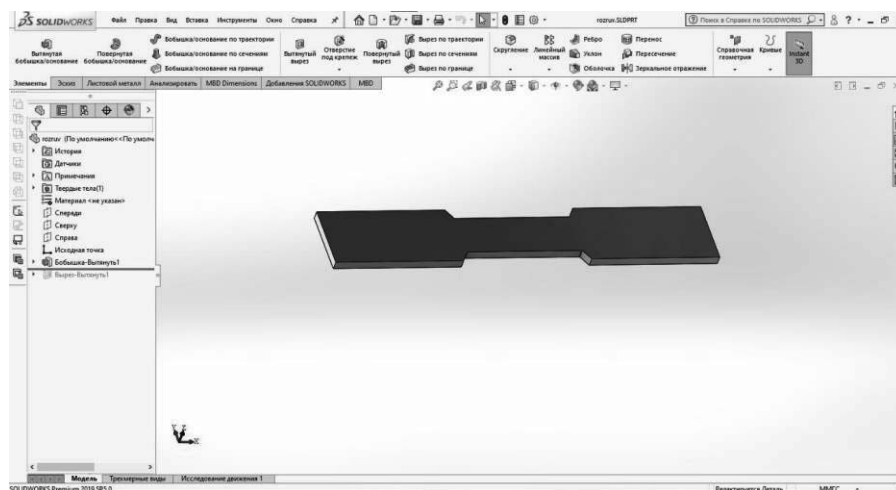


Figure 12 - Computer 3D model sample for experimental research

Layer breakdown (G-code) and a 3D printing program for experimental research were created using the Cura software (Fig. 13).

Production of PET plastic samples for experimental research, and subsequent finished products of industry mechanical engineering was carried out using FDM 3D technology on the Anycubic Mega S printer with the installed extruder.

Using the graphs shown in Fig. 9 and Fig. 10 and the recommendations set out in the technical literature, the optimal modes of operation of 3D printer were selected when printing a crushed PET polymer.

The samples were printed in the following modes: the diameter of the extruder nozzle – 0,8 mm; the height of the layers – 0,3 mm; extruder temperature - 250 ° C; table temperature - 70 ° C; Print speed - 60 mm/s.

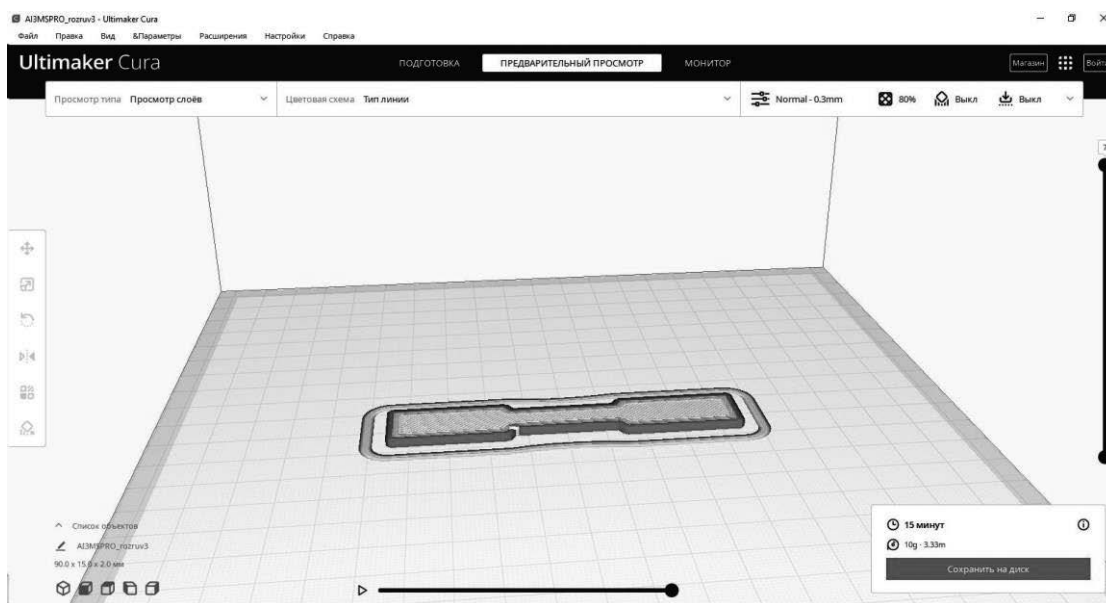


Figure 13 - Layer-by-layer breakdown of a sample for experimental research

Five samples were made. The general appearance of the printed sample for experimental stretch studies is shown in Fig. 14.



Figure 14 - Printed sample for tensile research

The density of the filaments from which the samples were made was determined by the method of fluid displacement. The essence of the method was to measure the volume of water displaced when immersed in the sample. Then the mass of the product weighing on the scales was determined and the density of the material was calculated in g/cm^3 .

In order to establish the mechanical characteristics of printed samples with different technological parameters, they must be subjected to a series of tests, among the main - test for a break. The sample test is required to establish strength, which is a particularly important parameter when applied. The test data were conducted on a break machine with installed measuring equipment. The sample was subjected to stretching efforts to destroy.

At the time of destruction, the dynamometer was fixed by the effort of the destruction of the sample, and the laser long-range - elongation. After processing the obtained experimental data using a computer and a specialized program, the dependence of the sample elongation on its destruction force was built (Fig. 15).

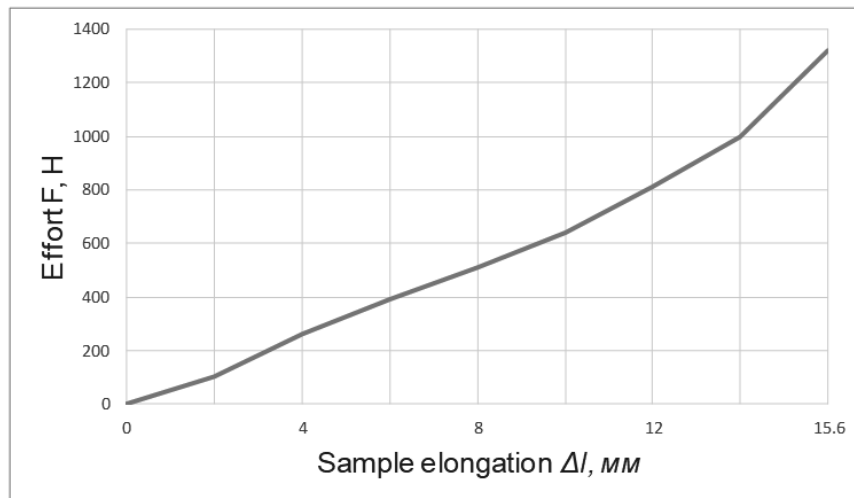


Figure 15 - Diagram of the dependence of sample elongation Δl on it breaking force F

According to the obtained experimental data, the mechanical characteristics of the material from which the test samples were made were determined (Table 2).

Table 2 – Mechanical properties of PET plastic

No	Parameters	Size
1	Density, g/cm ³	1,31
2	Tensile strength, MPa	66
3	Relative elongation at break, %	52
4	Tensile modulus, MPa	2950
5	Flexural modulus, MPa	2650
6	Bending strength, MPa	70

Later, 3D printing of the "gear" part was carried out from the crushed PET plastic. For this purpose, a 3D computer model of this part was created using the SolidWorks software product (Fig. 16).

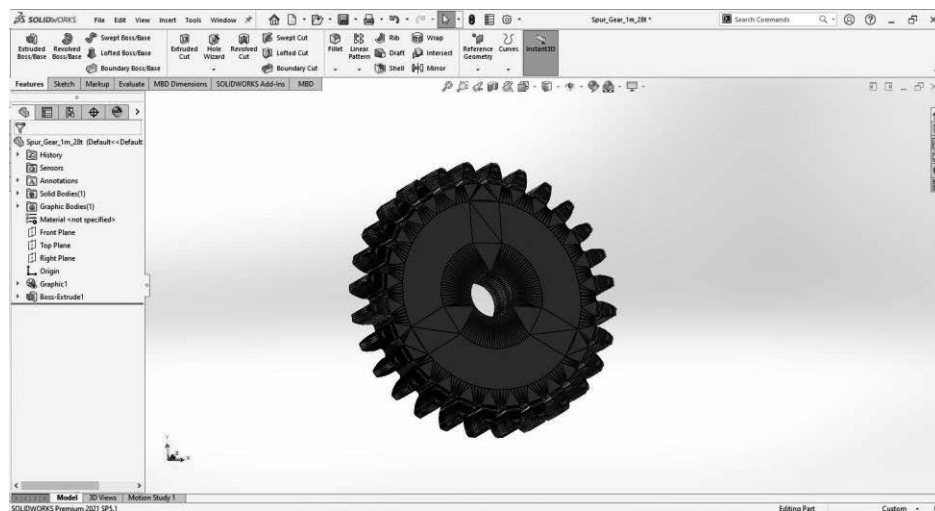


Figure 16 - Computer 3D model of the "gear" part

A layer-by-layer breakdown (G-code) of the "gear" part was created using the Cura software (Fig. 17).

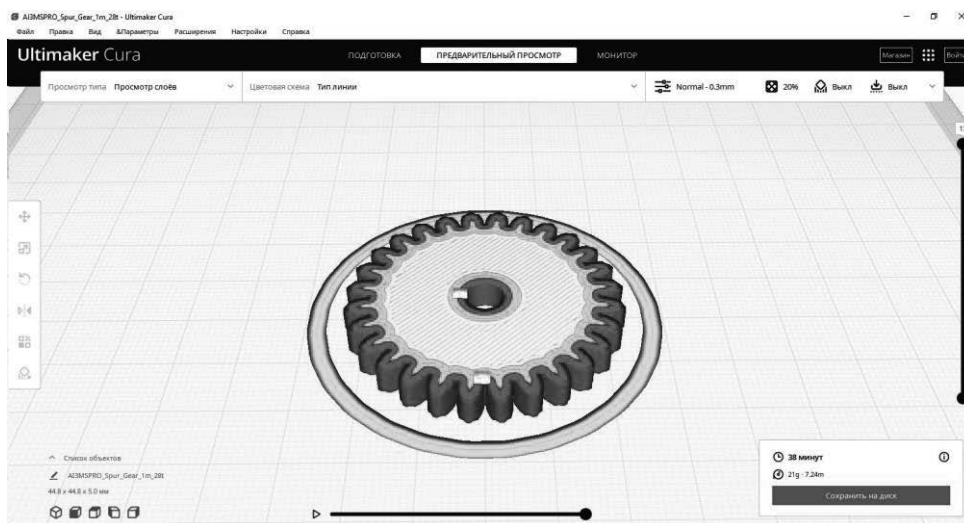


Figure 17 - Layer-by-layer breakdown of detail "gear"

Using the 3D printer Anycubic Mega S with the installed extruder, using crushed PET plastic waste, the gear item was printed (Fig. 18, 19).

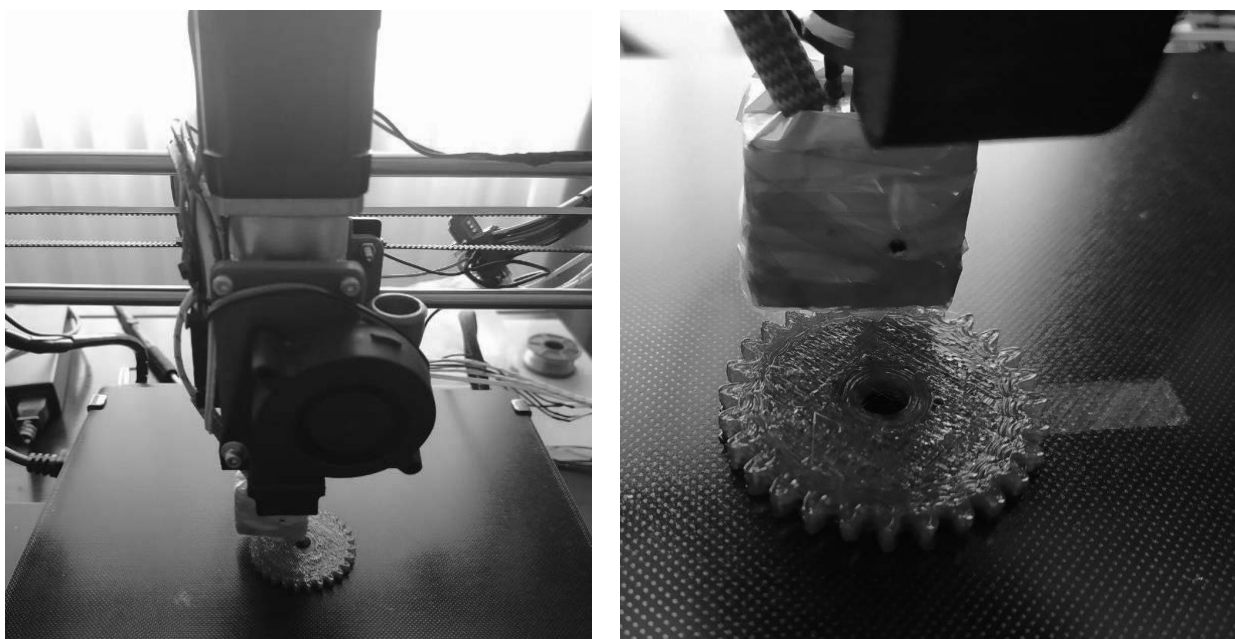


Figure 18 - The process of making a detail "gear" by 3D printing

Analysis of printed samples using microscopy showed high adhesion between layers of material and low shrinkage during printing. Conducted experimental studies using various measuring equipment with the use of printed samples and parts showed that PET plastic has high chemical resistance to acids, alkalis, salts, mineral oils, gasoline, etc. It has high mechanical strength and impact resistance. It is resistant

to abrasion and multiple deformations during stretching and compression. Maintains its high impact resistance and strength characteristics in a wide range of temperatures. It has a high creep resistance. It has good friction and sliding properties. It is a wear-resistant material, a dielectric and is characterized by excellent plasticity in the cold and heated state.

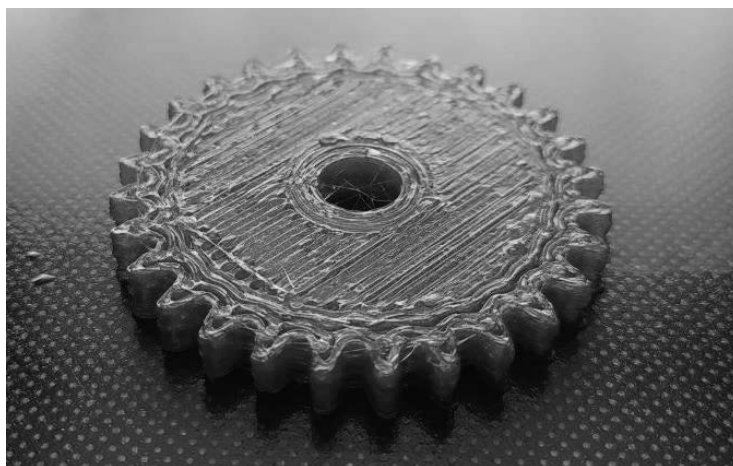


Figure 19 - Detail “gear” made by 3D printing from crushed PET polymer

A comparison of the obtained mechanical properties of PET plastic and the mechanical properties of ABS plastic taken from the technical literature shows that PET exceeds ABS in many respects. For example, the tensile strength of PET is within 65 MPa, and ABS is within 35 MPa, the bending strength of PET is 60 MPa and ABS is 50 MPa, respectively.

The obtained results of the experiments show that granules, crushed waste of PET bottles and other products using the developed equipment can be used for the production of strong, wear-resistant, impact-resistant finished parts of industrial engineering. Such products can later be subjected to operations such as grinding, priming, painting, etc.

4. CONCLUSIONS

The technology and equipment for recycling PET plastics waste in finished products have been developed. The results of the experiments show that pellets, crushed PET bottles and other products using the developed equipment can be used to make durable, wear resistant, shock-resistant finished parts of industry engineering. The described technology opens new prospects for the production of 3D printing of inexpensive complex parts and products and will solve a number of problems in various industries. The urgent task is to introduce this technology into mass production of finished products.

BIBLIOGRAPHY

1. Lupynos A. Hurzhii N. Analysis of trends in the development of entrepreneurial activity in the field of polymer waste disposal in Ukraine. Management and entrepreneurship: trends of development. ISSUE 2 (04) 2018. pp.55-63.
2. Zozulya P.F., Polishchuk O.S., Polishchuk A.O. Prospects for the use of 3D printing in light industry. Bulletin of Khmelnytskyi National University, 2017. № 4. – P. 102-104, (in Ukraine).

3. Zozulya P.F., Polishchuk O.S., Nejmak V.S., Polishchuk A.O. Application of 3D printing technology in the footwear industry. Scientific notes. Lutsk National University, 2019. – Issue №67. – P.48-52, (in Ukraine).
5. Aubrey L. Woern a, Joseph R. McCaslin b, Adam M. Pringle c, Joshua M. Pearce. RepRapable Recyclebot: Open source 3-D printable extruder for converting plastic to 3-D printing filament. HardwareX. 4 (2018) e00026.
6. Zozulia P., Pyshcheniuk N., Skyba M., Polishchuk O., Malec M. General classification of 3D printing. Analytical study of a device for loading of pet bottles in rotary crushers. Actual problem of modern science. Monograph: editor by Musial J., Polishchuk O., Sorokaty R. Bydgoszcz, Poland, - 2017. - P.413-421, (in Poland)
7. Polishchuk O.S., Zozulya P.F., Polishchuk A.O. Generalized classification of filaments for 3D printing. Bulletin of Khmelnytskyi National University, 2017. № 6.– P. 51-59.
8. Joamin Gonzalez-Gutierrez, Santiago Cano, Stephan Schuschnigg, Christian Kukla, Janak Sapkota and Clemens Holzer. Additive Manufacturing of Metallic and Ceramic Components by the Material Extrusion of Highly-Filled Polymers: A Review and Future Perspectives. Materials. MDPI. 2018, 11, DOI:10.3390/ma11050840.
9. Hutmacher, D. W., Schantz, T., Zein, I., Ng, K. W., Teoh, S. H., and Tan, K. C., 2001. “Mechanical properties and cell cultural response of polycaprolactone scaffolds designed and fabricated via fused deposition modeling”. Journal of Biomedical Materials Research, 55(2), pp. 203–216.
10. Silveira, Z. d. C., de Freitas, M. S., Inforçatti Neto, P., Noritomi, P. Y., and da Silva, J. V. L., 2014. “Design development and functional validation of an interchangeable head based on mini screw extrusion applied in an experimental desktop 3-d printer”. International Journal of Rapid Manufacturing, 4(1), pp. 49–65.
11. Dylan Drotman, Robert Bitmead, Mamadou Diagne, Miroslav Krstic. Control-Oriented Energy-Based Modeling of a Screw Extruder Used for 3D Printing. Conference Paper. October. 2016. DOI: 10.1115/DSCC2016-9651.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Manufacturing of products and parts by 3D printing from composite threads containing metals

O. Polishchuk^a, M. Bonek^b, A. Polishchuk^c, S. Lisevich^d, V. Grudin^e, S. Matiukh^f

^a Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: opolishchuk71@gmail.com.

^b Silesian University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Engineering Materials and Biomaterials, Gliwice, Poland email: mirosław.bonek@polsl.pl.

^c Khmelnytskyi National University, Faculty of Mechanical Engineering, Transport and Architecture, Khmelnytskyi, Ukraine email: andrepol215@gmail.com.

^d Khmelnytskyi National University, Faculty of Engineering Mechanics, Khmelnytskyi, Ukraine email: lisevichsv@gmail.com.

^e Khmelnytskyi National University, Faculty of Engineering Mechanics, Khmelnytskyi, Ukraine email: vovagrudin1@gmail.com.

^f Khmelnytskyi National University, Faculty of International Relations and Law, Khmelnytskyi, Ukraine email: matuh@khnmu.edu.ua

Abstract: It is established that one of the most promising areas of development of modern engineering is the development of new technologies for rapid production (rapid manufacturing), the essence of which is the layered design of powder products based on CAD model, ie model whose three-dimensional geometry is described digitally by using solid modeling programs (AutoCAD, SolidWorks, Compas-3D, CATIA, ProE, etc.). The main advantages of using additive technologies, including 3D printing with filaments containing metals. The types of 3D printers that print metal are considered. The use of metal powders in 3D printing technologies is described. The main characteristics and properties of such metals, Ti titanium, stainless steel SS, aluminum Al, copper Cu, Fe iron and alloys based on them can be used as materials or additives in additive technologies. The advantages of their use over traditional technologies (casting, rolling, etc.) are described. The scheme of technological process of manufacturing products of industry mechanical engineering by a 3D printing with a high metal content is given. Each of the stages of the technological process is considered and described. Stainless steel metal powder was selected for the manufacture of filament and its chemical composition is investigated. Experimental studies have been conducted to determine the mechanical, thermophysical and rheological characteristics of polymeric materials used for the manufacture of 3D prints. On the basis of the studies, it is proposed to use Plastic powder as a connecting element in the filament. The design of the auger for supplying the material of the extrusion machine is designed and manufactured. The form of the extrusion head is developed and selected, which sets the diameter of the filament being made. A 3D printer for printing products and parts with a high metal content was selected and improved. Experimental studies of the wear of the 3D printer's extruder nozzle on contact with the abrasive thread were carried out. The filament with a high content of metal particles of stainless steel was manufactured. A

3D printer was selected and the material feeding system and extruder were improved in it. With help of the SolidWorks solid modeling program, CAD models of samples for conducting experimental studies and finished parts were created. "Green" products were printed. A study of samples printed on a 3D printer was carried out using scanning electron microscopy (SEM) with different magnification. The optimal parameters of the 3D printer for printing parts with a large content of metal particles have been determined. Conducted by thermal removal of binding polymer material from printed "green" parts. An assessment of the actual content of stainless steel particles in the "brown" part and a study of the presence of residual polymer on the stainless steel particles was carried out. Sintering of the "brown" part was carried out and its examination was carried out for the presence of pores and shrinkage. The mechanical characteristics of the baked samples were determined.

Keywords: metal powders, binding polymer, 3D printer, green part, brown part, sintering.

1. INTRODUCTION

One of the most promising areas of development of modern engineering is the development of new technologies for the rapid production of products (rapid fabrication). The essence of such technologies is the layered construction of products from powder material based on CAD-model - a model whose three-dimensional geometry is described digitally using solid modeling programs (AutoCAD, SolidWorks, Compass-3D, CATIA, ProE, etc.).

Additive technology, which began its development in the 80s of the XX century, opens the possibility of manufacturing (growing) objects by gradually applying the building material to the generated object. The field of additive technologies is rapidly developing today, displacing older methods of processing and manufacturing parts [1, 2].

The main advantages of using additive technologies are as follows:

- minimization of material losses and production waste;
- the possibility of making changes to the project at the stage of transfer of the product into production;
- the possibility of making parts of complex shape, which is impossible when using traditional production;
- no need to manufacture tooling, which is inherent in traditional methods of the processing;
- manufacture of products within the experimental production;
- the transition from mass production to individual orders and increase the range of products.

In the coming years, the cost of production using 3D printing will decrease, printing will become even more popular.

3D printing with metal powder has made a rapid leap in development over the past 10 years and is becoming increasingly popular. There are a large number of materials for 3D metal printing.

Known today filaments for printing based on various metals, combine practical and aesthetic properties. They can meet the requirements of various products, be it prototypes, miniatures, jewelry, functional parts, etc.

The reasons for printing with metals are so important that 3D printing with them is already being introduced into serial production. Some 3D-printed parts have already caught up with, and to some extent surpassed in their properties, those produced by traditional methods.

Traditional production of metals and plastics is too wasteful. The yield, in some industries, is not more than 30% of the material used. 3D metal printing consumes less energy and reduces waste to a minimum. In addition, the finished 3D-printed product can be up to 60% lighter, compared to the milled or cast part. The strength and lightness of parts are required in the production of certain products in various industries. This, in turn, also leads to a reduction in the cost of products [3].

2. FORMULATION OF THE PROBLEM

The object of research is the processes occurring during the manufacture of filaments with a high metal content and during the printing of finished parts and products from them. The basic principles of mechanical engineering, the theory of polymer materials and metals and their processing, and the methodology of experimental research were used to solve the tasks.

Taking into account the urgency of the issue of creating new technologies for rapid production of products, the task of research is the development of components and parts of equipment for the production of threads with a high content of metals and finished products and parts based on them.

3. PRESENTING MAIN MATERIAL

The process of 3D printing with metals, which is used by the largest companies today, is known as fusion or sintering of the powder layer. This means that the laser or other high-energy beam fuses into a single particle of evenly distributed metal powder, creating layers of product, one after another.

3D printers that print metal are conventionally divided into three groups:

1. Inkjet printers that work with plastic and low-melting metals, such as lead or tin.
2. 3D printers based on metal powder with an adhesive.
3. 3D printers that work based on laser melting technologies.

Metal powder is used in several 3D printing technologies [4]:

- selective laser sintering, SLS (Selective Laser Sintering) - a 3D method that uses material that is sintered by laser;
- selective laser melting, SLM (Selective Laser Melting) - metal particles are melted, after which a rigid frame is formed;
- electron beam melting EBM (Electron Beam Melting). In the process of electron beam melting, the metal powder is melted by the action of electron rays.

The achievements of metallurgy are fully realized in additive production, allowing the use of unique materials and alloys for the manufacture of geometrically complex products of high accuracy, density and repeatability.

Metal is one of the materials that is successfully used for 3D printing. Recently, manufacturers are producing more and more powdered metals that are optimal for a 3D printer. Modern technologies make it possible to obtain powder for 3D printing of metal with certain properties to solve specific production problems. And since almost any metal can be sprayed, the range of metallic materials for 3D printers is extremely large.

The latest additive technologies involve the use of about twenty tested and ready-to-use

materials, including titanium Ti, stainless steel SS, aluminum AL, copper Cu, iron Fe and others.

Ti – Titan. Pure titanium (Ti64) is one of the most commonly used metals for 3D printing, and certainly one of the most versatile, as it is both durable and lightweight. It is used in various industries, including medical, aerospace, automotive (for the manufacture of parts and prototypes).

The only drawback is that it has high reactivity, it can easily explode when in powder form. When printing, it must be only in the environment of inert argon gas.

SS – stainless steel. Stainless steel is one of the most available metals for 3D printing. At the same time, it is very durable and can be used in a wide range of industrial and artistic industries. This type of steel alloy containing cobalt and nickel has high elasticity and tensile strength. 3D printing with such material is used mainly only in the heavy industry.

Al-aluminum. Due to the inherent lightness and versatility of aluminum, the material is a very popular metal for use in 3D printing. It is usually used in the form of various alloys, forming their basis. Aluminum powder is explosive and is used for printing in an inert gas of argon.

Cu – copper. With rare exceptions, copper and its alloys (bronze, brass) are used for casting using fired models, rather than for direct metal printing. Their properties are far from ideal for use in industrial 3D printing. They are more often used in arts and crafts. With great success, they are added to plastic filament for 3D printing on conventional 3D printers.

Fe – iron. Iron and magnetic iron ore are mainly used as additives to PLA plastic. Pure iron is rarely used in industry.

Also used are instrumental, stainless, heat-resistant alloys, aluminum and titanium alloys, medical cobalt-chromium and more. Each metal and alloy has certain properties. The most common and in demand are the following materials: titanium alloy Ti6Al4V; nickel alloy IN718; aluminum alloy AlSi10Mg.

Ti6Al4V is the most common titanium alloy with excellent mechanical properties. It is considered the hardest and strongest titanium alloy. It has a particularly high complexity of processing. It has a density of 4500 kg / m³ and a tensile strength of more than 900 MPa.

Ti6Al4V alloy provides undeniable advantages in terms of weight reduction of products in such industries as aerospace, automotive and shipbuilding. These metals are used, in particular, in the manufacture of inserts in molds, turbine blades, combustion chambers, as well as products designed to operate at high temperatures (up to + 1100 ° C).

IN718-heat-resistant high-quality alloy, which was developed and created for operation at temperatures up to 980 ° C (author and developer Eiselstein).

Nickel can dissolve many other metals while maintaining plasticity. The presence of such a property leads to the existence of many nickel alloys. An alloy of nickel and chromium is widely used in aircraft engines. It is used to make working and nozzle blades, turbine rotor disks, combustion chamber parts, etc.

The most heat-resistant are nickel-based cast alloys, which can withstand temperatures up to + 1100 ° C for hundreds and thousands of hours at high static and dynamic loads.

Aluminum alloy AlSi10Mg is a perfect material for SLM technology and the production of thin-walled products with complex geometry. This is the cheapest of the cast alloys. The material is widely used in industry due to its low density and good anti-corrosion properties. Its advantages include high fluidity, electrical and thermal conductivity. In industry, they are usually used for the manufacture of large thin-walled castings of complex shape.

Metal powders are the strongest materials for 3D printing. Products created on three-

dimensional printers are in many respects superior to analogs produced using traditional technologies (casting, rolling, etc.).

One of the factors hindering the introduction of metal additive plants is the high cost of fine powders and the equipment itself.

Three-dimensional metal printers are markedly different from conventional printers, in particular in terms of dimensions. Devices for three-dimensional printing, even at relatively small sizes, have a significant weight.

The technology of manufacturing products using filament with a high content of metal powders based on stainless steel with the use of 3D printers with a closed construction chamber in a wide range of printing parameters, working on the technology of layer-by-layer surfacing of polymer thread (FDM) [5, 6].

The scheme of technological process of manufacturing products of branch mechanical engineering by the method of 3D printing from composite filaments with high content of the metal is presented in Fig.1 [3].

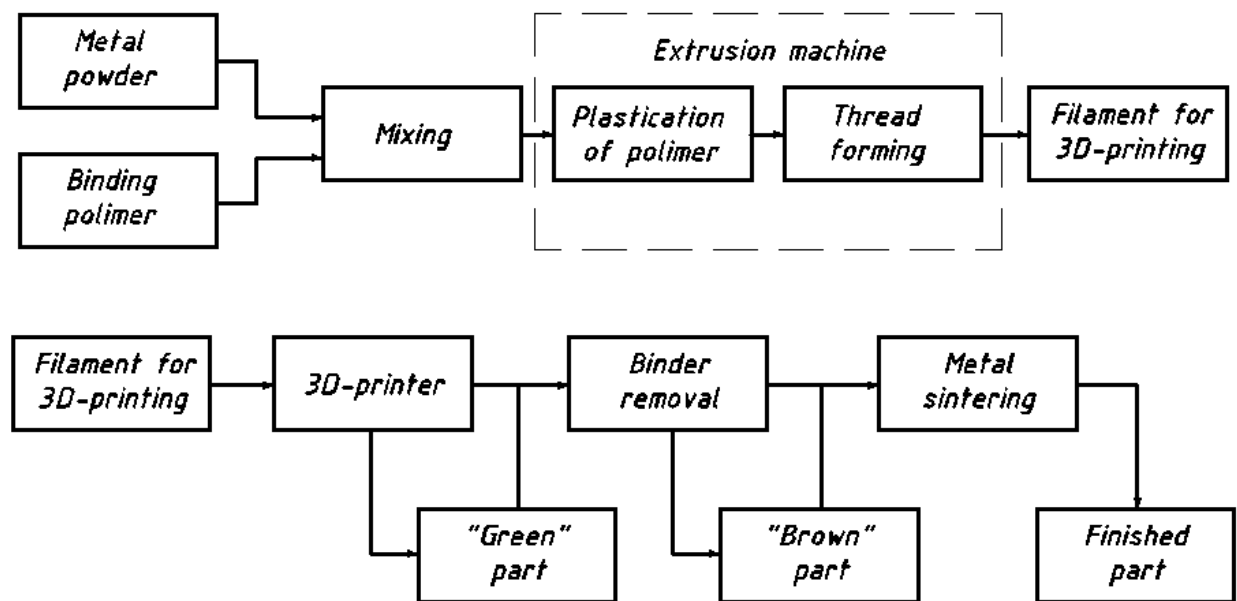


Figure 1 - Scheme of technological process of manufacturing products of branch mechanical engineering by 3D-printing method from composite filaments with high metal content

This technology consists of five stages (Fig. 1): mixing of fine metal powder and binder polymer material; making filament for 3D printing from a mixture; printing on a 3D printer "green" part; removal of the polymeric binder to obtain a "brown" part; sintering in the oven and obtaining the finished product.

The raw material for this technology is a mixture of fine metal powder and a polymeric binder.

In the first stage, using a mixer, the two components are mixed to obtain the raw material.

In the second stage, an extrusion machine is used to obtain a filament for 3D printing. The raw material is filled into the hopper, captured by the auger and fed into the working area of the extruder housing. The polymer is heated, melted to the required state of the process and binds metal particles together. The mixture is fed by an auger towards the die. The shape of the

screw in the cylinder in the exit zone of the mixture creates a pressure that causes the polymer to "swell" after leaving the extruder. The outlet of the extrusion head regulates the diameter of the polymer thread. The extruded thread is fed through a forced cooling system.

The thread is a filament with a high proportion of powder metal filler, which can reach about 90% and is suitable for use with conventional desktop FDM 3D printers, but with improvement.

In the third stage, a blank, called a "green part", is obtained from a polymer thread on a 3D printer. The use of materials filled with metal powder is a more complex task than printing using conventional filaments. Threads with metal filler (especially steel powder) are very abrasive and require a printer with an advanced filament loading mechanism, as well as a different printhead design.

In the fourth stage, the binder is removed using a solvent, catalysts, or thermally to obtain a porous "brown part".

The final stage of the process is the sintering in the furnace of metal particles of the "green" part. In the process of performing this operation, the pores are filled and the material is compacted by merging the particles (finished part) without a noticeable increase in the size of the crystals.

The raw material for the proposed technology (Fig. 1) is a mixture of fine metal powder and polymer binder.

To obtain high-quality products by 3D printing, metal powders used as a filament filler must meet special requirements - have a homogeneous chemical composition, spherical or round shape with a shape factor of 1.0 to 2.0 and a narrow particle size distribution. Such powders have better fluidity and higher bulk density compared to powders with dendritic particle shape, which should provide better filament homogeneity for FDM technology. The powder must also mix well with the polymers, sinter to a sufficiently high density and have a sufficiently high melting and sintering temperature so as not to interfere with the degreasing process.

Stainless steel metal powder from a Chinese manufacturer was used to make the filament. Stainless steel metal powder particles were examined by energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) to assess their chemical composition. The chemical composition of stainless steel particles includes: iron (Fe), chromium (Cr), nickel (Ni), molybdenum (Mo), silicon (Si). The main elements of this steel are Fe (approximately 65%), Cr (17%) and Ni (9%). As a result of research, it was found that the composition meets the standard characteristics of stainless steel AISI 316L.

The use of an electron microscope made it possible to establish that this powder has a homogeneous chemical composition, the coefficient of shape is in the range of 1.0-2.0. The shape of the particles is mostly spherical, and the particle size is in the range of 20-23 microns.

Spherical particles mix better with the polymer material and are evenly distributed, which leads to better homogeneity. Spherical molds can have a sufficiently high packing density from each other, as well as high load solids when mixed with a binder polymer. This shape of the microparticles will also reduce the wear of the working parts of the extrusion machine or 3D printer extruder.

The small particle size and narrow particle size distribution will increase the packing density and improve the homogeneity of the finished product after the sintering operation.

Studies have confirmed the possibility of using stainless steel metal powder, which has been studied as a filament filler for 3D printing.

The second component in the filament is the bonding material. Metal powder is what provides the structural properties of the finished product. The role of the binder is solely to provide the initial mixture with the molding ability and properties that retain the shape during the manufacture of the product.

Experimental studies were conducted to determine the mechanical, thermophysical and rheological characteristics of polymeric materials used for the manufacture of monofilaments for 3D printing.

Comparing the obtained results, it was proposed to use PLA plastic powder as a binder [7].

At the first stage of the described technology (Fig. 1) using a mixer there is a mixing of two components for obtaining raw materials.

In the second stage, an extrusion machine is used to receive a filament for 3D printing.

For the manufacture of a filament from the above materials for 3D printing, a machine for extrusion is used in Fig.2.

The proposed extrusion machine consists of the following parts: the housing with the heating system (1) to the required melting point of the polymer; the loading unit (2) through which a pre-prepared mixture of polymer and metal particles of stainless steel enters the cavity of the housing; cavities of the casing with a screw to move raw materials from the loading node to the molding nozzle; screw; extrusion head (Fig.3), which sets the diameter of the manufactured thread; cooling and winding systems for filament (Fig.4); control and management systems that supports the required technological mode.

The control and management system includes: the power button of the extruder; power supply button on the heater; the button of start of the motor reducer of the screw for giving of granules from the bunker in the melting chamber; the button of inclusion of system of giving and winding of a polymeric thread. The control system of the device also includes a thermal controller that regulates the temperature of the nozzle and the melting zone. The system allows you to adjust the speed of the auger, the speed of pulling and winding the filament.

The principle of operation of the extruder is as follows. After heating to the desired extrusion temperature of extruder is kept for 5-10 minutes to heating the material cylinder from the inside. Then the gear motor is switched on. The mixture of finely dispersed metal powder and polymer connecting material, obtained with the help of a mixer, is poured into the hopper of extruder 2 (Fig.2). The mixture from the filled hopper is captured by the auger and enters the working area of the extruder housing, Polymer material under the action of pressure, friction and heat coming from the outside is heated and melted to the required state of the process. The molten polymer, which contains metal particles, is fed to the die by an auger. Due to the shape of the auger in the cylinder in the exit zone of the molten polymer creates a pressure that causes the material to "swell" after leaving the extruder. The outlet of the extrusion head regulates the diameter of the polymer filament.

Beyond the cooling zone, the plastic semi-finished product is scanned with a laser measuring device every few seconds. This is done to check the compliance of the diameter of the filament to the desired value (1.75 mm).

The plastic thread with metal particles that has been successfully tested is wound on the installed spool. Next, the bobbins with plastic thread are kept in a convection cabinet to remove excess moisture. The coils with the finished product are marked and packaged. Then the technological process of production of filament for three-dimensional printing «green parts» can be considered complete.

Obtaining the required quality of filament is often problematic due to the very large number of factors that affect the extrusion process. Strict requirements for product size accuracy, and often non-standard material characteristics, make the production of filament for 3D printers one of the most difficult technologies for free extrusion of plastics. The most common problems in the manufacture of filament are: ovality, the presence of air bubbles in the core of the thread, surface defects.



Figure 2 - Extruder for the manufacture of a filament with a metal filler for 3D printing: 1 - the housing with the heating system; 2 - the loading unit



Figure 3 - Extrusion head



Figure 4 - Cooling and winding systems for filament

For high-quality filament manufacturing, it is necessary to select the parameters of the extrusion machine so as to get rid of these defects.

Due to the fact that a metal powder is included in the composition of the filament, the design of a screw for feeding material was developed and manufactured. The form of an extrusion head that sets the diameter of the manufactured thread was developed.

Experimental studies of wearing extrusion head of the extruder were conducted in contact with abrasive philistine. For this purpose, extrusion heads are made of various materials. As a result of the experiment, it is found that the smallest of the head is made of steel. Therefore, for the full operation of the extruder, it was proposed to use in the extruder forming head of tempered steel E3D with a diameter of 1.75 mm. The manufacture of a filament when using the forming brass nozzle resulted in a rapid wear of brass. The wear of the material leads to an increase in the diameter of the filament, which should be precisely 1.75 mm.

Filament consisting of 93% stainless steel powder and 7% binding polymer is made by extruding the raw material on the proposed equipment at a heating temperature of 130 °C and extrusion velocity of 50 mm/min.

The measurements showed that the filament has a constant diameter of 1.75 mm. The deviation was ± 0.01 mm. A large content of metal filler in it leads to the fact that the thread is fragile. But a comparison of its obtained mechanical characteristics with the characteristics of similar threads of other manufacturers is sufficient. This guarantees high-quality feeding of the received filament into the extruder of the 3D printer.

For printing, a 3D printer 4max Pro 2.0 of the Chinese firm Anycubic has been selected. The 3D 4Max Pro 2.0 printer is an updated version of the previous generation of Anycubic 4Max Pro, which has become a top closed printer in the last few years. The 2.0 version is called to provide even higher quality print quality with the ability to use a wide range of filaments such as TPU, Elasthan, ABS, PETG, PLA, HIPS and other complex materials. Embodied in a compact closed body, the Anycubic 4Max Pro 2.0 printer has a fairly space working chamber. The printer is suitable for home use, production, layout, creation of products in education and science, advertising and design.

One of the factors in choosing was that this 3D printer has a fully closed design. This will allow to maintain the temperature required for printing from the use of a filament filled with stainless steel powder.

Due to the fact that threads with metal fillers (especially with stainless steel powder) are very abrasive and require a printer with another load mechanism, as well as another design of the printing head, an extruder improvement was performed.

Improvement was concluded in the development of a new mechanism for transporting a filament with abrasive material.

Also, experimental studies of wearing the nozzle of the extruder were carried out in contact with abrasive filament. Similarly, as well as the molding head of an extrusion machine. For a complete operation of the printer, it was proposed to use an extruder with a tempered steel E3D with a diameter of 5 mm.

The viscosity of the polymer thread for 3D printing plays an important role in its extrusion. When printing, a continuous flow of molten mixture must be provided. A very important issue is that the printer's extruder nozzle is provided with the necessary viscosity. This will allow the molten raw material to settle evenly on the printer table with the layered growth of the printed sample. An overview of the technical literature showed that the value of the viscosity of the raw material should be within 102 - 105 Pa·s. Based on the rheological print curve, the printer extruder nozzle temperature was selected 230 °C. The trial printing of the part showed that the selected temperature is sufficient to provide the necessary viscosity [8].

Solidworks solid-state modeling program was used to create CAD “green” models.

Solidworks is one of the most popular tools for engineering design and 3D modeling. It is in this package that most technical parts are created not only for printing 3D, but also for

other technical purposes. Therefore, Solidworks is a powerful tool for 3D modeling and automated design of complex products of various purposes.

Computer 3D sample models in the form of a parallelepiped (Fig. 5) with dimensions $40 \times 25 \times 10 \text{ mm}^3$ and a spatula-shaped sample with a cross-sectional the thinnest part of $2 \times 10 \text{ mm}$ (the total size of the workpiece was $90 \times 15 \times 2 \text{ mm}$ (Fig. 6)) for Experimental studies, as well as the finished details of "gear" (outer diameter 45 mm) (Fig. 7) were created using Solidworks software [8, 9].

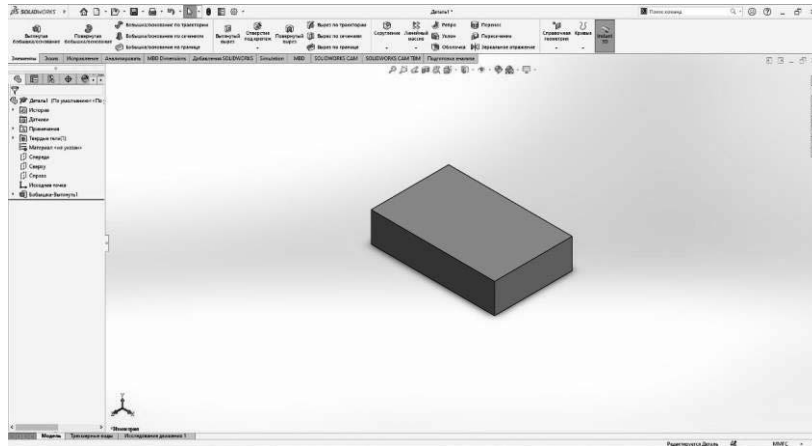


Figure 5 - Computer 3D model of the sample

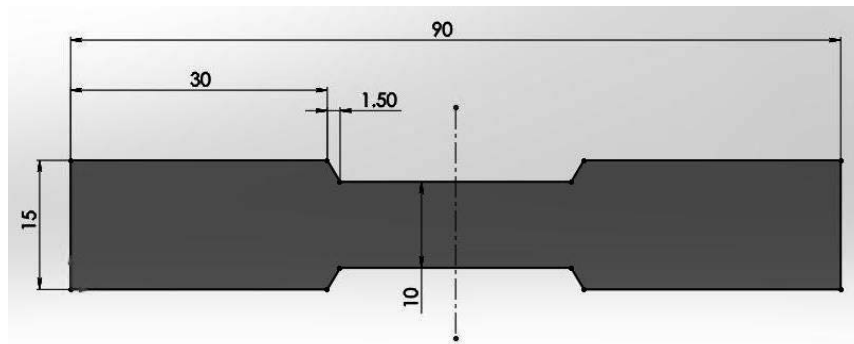


Figure 6 - Sample dimensions in the form of a scapula

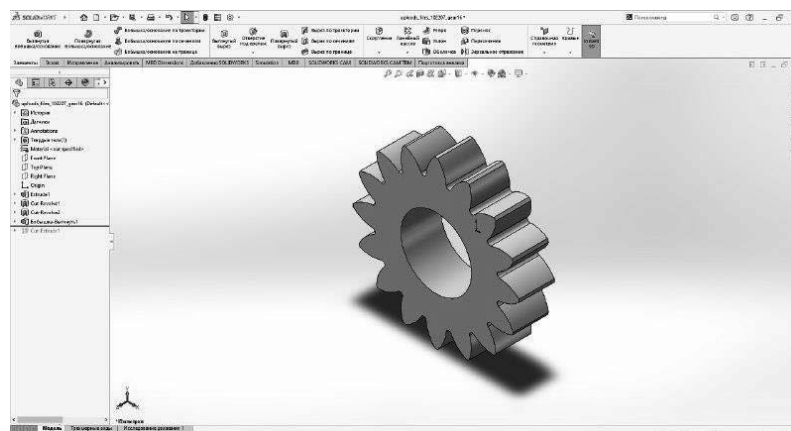


Figure 7 - Computer 3D model of a gear

The layer-by-layer (G-code) and the 3D printing program for experimental research and gear details were created using the Cura software (Fig. 8, 9, 10).

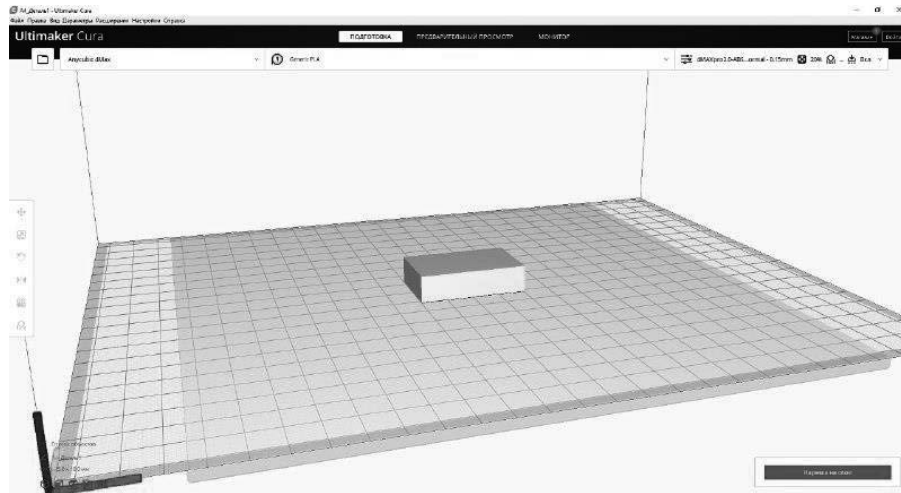


Figure 8 - Layer-by-layer breakdown of the sample in the form of a parallelepiped



Figure 9 - Layer-by-layer breakdown of the sample in the form of a scapula

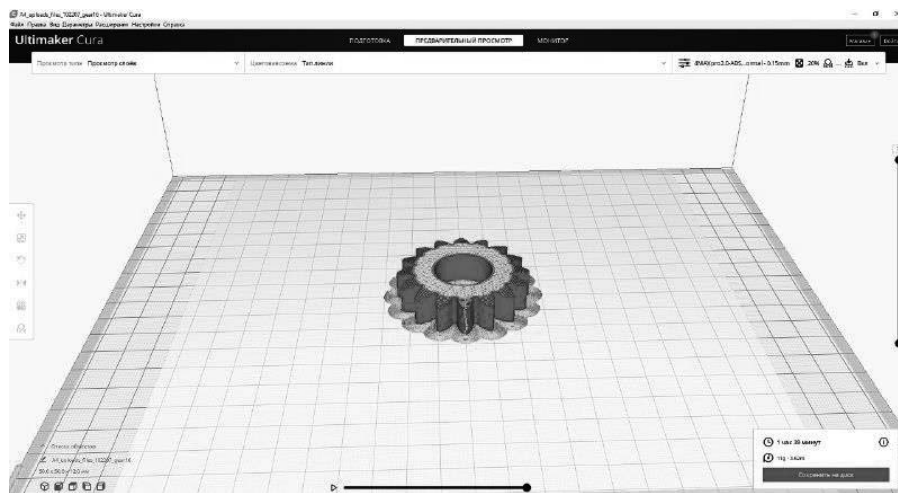


Figure 10 - Layer-by-layer breakdown of "gear" details

The process of printing part "gear" from a filament with a high content of stainless steel particles on an advanced 3D printer is shown in Fig. 11.

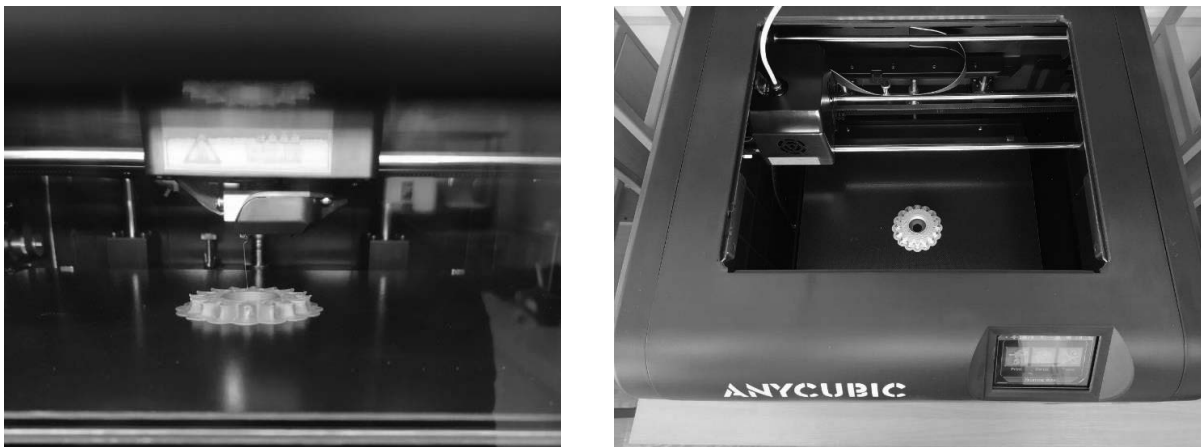


Figure 11 - The process of printing the "gear" details

The printed sample in the form of a parallelepiped $40 \times 25 \times 10 \text{ mm}^3$ for experimental studies and the gear detail.

During the printing, there was no discovered overfilling or not filling sample material. The appearance of printed parts and products was sufficient. There were no defects that would affect the quality of the sample.

The surfaces of the samples printed on the 3D printer were investigated using scanning electron microscopy (SEM) with a different magnifying capacity. The analysis of the pictures showed a good variance of the polymer filler in the printed sample. Stainless steel particles were well glued together. The resulting morphological structure of the "green" part will continue to preserve the form of "brown" part during the performance of the following operations of separation (degradation) and sintering [8].

The analysis of the pictures also made it possible to detect some porosity that occurred between the adjacent layers and in the layer itself during the 3D printing. The presence of high porosity in the future can cause incomplete seal and reduction of mechanical properties after

sintering surgery. In our case, the presence of pores in the sample had a low percentage. That is, it did not affect the mechanical characteristics of the part as a whole.

The next step was the removal of the connecting polymeric material from the printed "green" parts. This operation can be performed in two ways, or combining them with each other. The first method is the use of solvents, the second is thermal (the use of heat of the furnace).

In our case, the thermal method was selected to remove the polymeric binding.

Performing this technological operation leads to a sample of open pores throughout its volume. This porous body is called "brown".

The processes of removal of the connecting substance from the printed parts and further sintering of metal particles of stainless steel were carried out using the HT-2100-G-vac-Graphite-Special oven.

This oven allows to carry out high-temperature heat treatment in vacuum and protective gas of metal, ceramic and polymeric materials. It can perform the following operations: supersaturation, aging, release, soldering, melting, sintering and degradation (destruction).

The connecting polymer was completely removed at 504 °C. The actual content of stainless steel particles was estimated by determining residual weight (R) on TGA curves. It is 93.3% and is approximately consistent with the theoretical content of the filler 93.5% by weight. Thus, the thermal removal of the polymeric binding material was installed at a temperature of 504 °C at a rate of heating 6 °C/min for 84 minutes in an oxygen atmosphere.

Subsequently, a study was carried out to establish a residual polymer on stainless steel parts.

In the initial stages of polymer removal, various defects may occur. Gas bubbles may appear during the decomposition of the connective polymer. Thus may occur in the body. Another defect can be cracking of the sample [8].

In this case, a one-component connective polymer is used. Due to the fact that the heating speed was not very large, it was possible to ensure the proper evaporation of the polymer material without the release of gas bubbles. In addition, the presence of some porosity in the printed sample, as mentioned above, could be a deterrent to their formation and provided quality removal of light products of thermal treatment of the polymer.

The sem analysis of the sample surfaces did not record the connector. That is, it can be stated that it was completely removed during heat treatment.

The next stage was the sintering of the "brown" part. This operation was carried out, as noted above, using the HT-2100-G-vac-Graphite-Special furnace.

Comparing the baked samples with samples printed on a 3D printer, can notice the shrinkage of the material. The dimensions of the baked sample in the form of a parallelepiped after measurement amounted to 35,5x22,3x8,5 mm³, and the parts "gear" – 40.05 mm.

Shrinkage is a change in the size of a powdered body that is heated during sintering. The shrinkage value is a percentage or part of the difference between the initial and the final parameters to the initial parameter. It can be voluminous or linear.

In our case, when sintering "brown" parts, the porosity decreased and its density increased.

Gas pycnometry is one of the most reliable methods for determining the true, absolute and imaginary volume and density of the body. This method is non-destructive, as the volume of the body is determined by the amount of gas supplanted. Inert gases, such as nitrogen or helium, are used as a supplying environment. Depending the density by the method of gas

displacement is much more accurate than the traditional Archimedes method by displacing water.

The volume and density of the sample obtained was determined by the Accupyc 1340 helium pycnometer.

Accupyc 1340 helium pycnometer, micromeritics (USA) is a fast, completely automatic device that provides high-speed and high-precision measurement of volume and calculating the true density of powders, solid materials, pastes, concentrated suspensions and low -pressure fluids Venes from 0.01 to 350 cm³.

As a result of the experiment, the density of the workpiece made from the proposed filament, which was 7.55 kg/m³, was established.

The measuring and calculations of the baked sample showed that shrinkage is not isotropic, since it is 11% in the direction of X and Y and 15% in the direction of Z. Since our sample was compressed by only 11% in the direction of x, then we should assume that the sample remained in Some porosity [10, 11, 12].

The organolyptic examination of the baked sample showed that after the operation of sintering visible surface cracks or blisters was not observed. The diffractogram of a sintered sample made of stainless steel powder showed the presence of an austenitic crystalline phase of the Fe-Cr-Ni alloy. This confirms that no chemical and phase changes occurred during the entire sintering process.

A metallographic analysis of the surface of the sintered sample was carried out. For this purpose, a small area of its surface was etched. The performed analysis showed the presence of a well-compacted austenite grain structure [8].

The method of energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) is an analytical method of elemental analysis of a solid substance based on the analysis of the emission energy of its X-ray spectrum, a variant of X-ray spectral analysis. By studying the energy spectrum of such radiation, it is possible to draw conclusions about the qualitative and quantitative composition of the sample [13].

An EDX analysis of a sintered stainless steel sample after heat treatment showed that the elemental composition remained unchanged. When analyzing the images, some intergranular porosity was observed, amounting to approximately 8%. Taking into account the obtained result of porosity, it can be concluded that the density of the body after sintering was 92%.

Vickers microhardness of the samples was measured. As a result of measurements, it was 270 HV. The obtained value of microhardness HV falls within the range of microhardness of stainless steel given in various works.

The main mechanical characteristics of the sintered samples are given in Table 2.

Table 2 - Mechanical characteristics of sintered samples

Densification (%)	Yield strength [MPa]	Tensile strength [MPa]	Elastic modulus [GPa]	Micro-hardness [HV]
93,3	263	495	205	270

In order to improve the mechanical properties of the obtained sample, additional heat (hardening) or cold treatment can be carried out in the future, thus affecting the grain size and microstructure of the body [8].

4. CONCLUSIONS

The described technology opens new prospects for the production of 3D printing of inexpensive complex parts and products made of high stainless steel particles and solve a number of problems in various industries. The urgent task is to introduce this technology into mass production of finished products.

BIBLIOGRAPHY

1. Zozulya P.F., Polishchuk O.S., Polishchuk A.O. Prospects for the use of 3D printing in light industry. Bulletin of Khmelnytskyi National University, 2017. № 4. – P. 102-104, (in Ukraine).
2. Zozulya P.F., Polishchuk O.S., Nejmak V.S., Polishchuk A.O. Application of 3D printing technology in the footwear industry. Scientific notes. Lutsk National University, 2019. – Issue №67. – P.48-52, (in Ukraine).
3. O. Polishchuk, M. Bonek, M. Skyba, A. Polishchuk, S. Lisevich Prospects of using composite filaments with high metal content for manufacture of industrial machine building products method of 3d printing. Monograph: editor by Musial J., Polishchuk O., Skyba M. Bydgoszcz, Poland, 2021. – P.390-396, (in Poland).
4. Zozulia P., Pyscheniuk N., Skyba M., Polishchuk O., Malec M. General classification of 3D printing. Analytical study of a device for loading of pet bottles in rotary crushers. Actual problem of modern science. Monograph: editor by Musial J., Polishchuk O., Sorokaty R. Bydgoszcz, Poland, - 2017. - P.413-421, (in Poland)
5. Marius A. Wagner, Amir Hadian, Tutu Sebastian, Frank Clemens, Thomas Schweizer, Mikel Rodriguez-Arbaizar, Efrain Carreño-Morelli, Ralph Spolenak. Fused filament fabrication of stainless steel structures - from binder development to sintered properties. Additive Manufacturing. Volume 49, January 2022, 102472.
6. F.Cerejo, D.Gatões, M.T. Vieira. Optimization of metallic powder filaments for additive manufacturing extrusion (MEX). The International Journal of Advanced Manufacturing Technology (2021) 115:2449–2464.
7. Polishchuk O.S., Zozulya P.F., Polishchuk A.O. Generalized classification of filaments for 3D printing. Bulletin of Khmelnytskyi National University, 2017. № 6. – P. 51-59.
8. M.Sadaf, F.Nanni, M.Bragaglia. A simple route for additive manufacturing of 316L stainless steel via Fused Filament Fabrication. Journal of Manufacturing Processes. Journal of Manufacturing Processes. 67 (2021): 141–150. DOI: 10.1016/j.jmapro.2021.04.055.
9. J.Safka, M.Ackermann, J.Machacek, M.Seidl, F.Vele. Fabrication process and basic material properties of the BASF Ultrafuse 316LX material. MM Science Journal (2020) December: 4216-4222. DOI: 10.17973/MMSJ.2020_12_2020071.
10. D.Heaney. Debinding methods in metal injection molding. Handb. met. inject. molding. 2012. p. 569–86. <https://doi.org/10.1533/9780857096234>.
11. P.Suri, R.Koseski, R.German. Microstructural evolution of injection molded gasand water-atomized 316L stainless steel powder during sintering (Materials Science and Engineering A (10.1016/j.msea.2004.08.002)). Mater Sci Eng A 2005; 402:341–8. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.01.004>.
12. E.Klar, P.Samal. Sintering and corrosion resistance. Powder Metall Stainl Steels Process Mcrostructure Prop 2007:59–93. <https://doi.org/10.1361/pmss2007p001>.

13. C.Ji, N.Loh, K.Khor, S.Tor. Sintering study of 316L stainless steel metal injection molding parts using taguchi method: final density. *Mater Sci Eng A* 2001; 311:74–82. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)00942-X](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)00942-X).



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Model procesu wytwarzania barwnikowych ogniw fotowoltaicznych w skali laboratoryjnej

L. Poniewiera^a, A. Drygała^b

^a student, Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice

Streszczenie:

W pracy przedstawiono model procesu wytwarzania barwnikowych ogniw fotowoltaicznych (DSSCs) w skali laboratoryjnej. Opracowano koncepcję linii technologicznej DSSCs z wykorzystaniem oprogramowania FlexSim.

Abstract:

This work presents a model of the manufacturing process of dye-sensitized solar cells (DSSCs) on a laboratory scale. The concept of the DSSCs technological line was developed using the FlexSim software.

Słowa kluczowe: przemysł 4.0, fotowoltaika, barwnikowe ogniwa fotowoltaiczne, FlexSim

1. WSTĘP

Przemysł 4.0 to innowacyjna koncepcja opisująca wielopłaszczyznowy proces transformacji technologicznej i organizacyjnej przedsiębiorstw, przewidujący przede wszystkim połączenie nowych wartości, cyfryzację produktów i stworzenie całkowicie nowych modeli biznesowych. Stanowi to nowy etap rewolucji przemysłowej. Przemysł 4.0 łączy fizyczną produkcję i operacje z inteligentną technologią cyfrową, uczeniem maszynowym i dużymi zbiorami danych, aby stworzyć całościowy i lepiej połączony system, dla przedsiębiorstw, które koncentrują się na produkcji i zarządzaniu kolejnością dostaw. Umożliwia on właścicielom firm lepszą kontrolę i zrozumienie każdego aspektu ich działalności oraz pozwala im wykorzystać natychmiastowe dane w celu zwiększenia produktywności, usprawnienia procesów i napędzania wzrostu [1].

Przemysł 4.0 oparty jest na czterech podstawowych założeniach [2,3]:

- zastosowanie systemów cyber-fizycznych (z angielskiego CPS – cyber physical systems), łączących rzeczywistość z światem wirtualnym. Urządzenia monitorujące oraz komputery na bieżąco kontrolują operacje, czynniki fizyczne zawarte w procesie mogą wpływać na ustawienia parametrów wykonywanych czynności w komputerze,

- internet rzeczy (z angielskiego IoT – Internet of Things) to takie urządzenia jak: RFID (z angielskiego Radio-frequency identification), sensory, telefony komórkowe. Tworzą one sieć łącząc i komunikując się ze sobą by osiągnąć wspólny cel. Urządzenia te połączone tworzą systemy cyber-fizyczne – CPS (z angielskiego Cyber-Physical System),
- internet usług (z angielskiego IoS – Internet of Services)– pozwala na korzystanie z usług za pośrednictwem internetu. Na IoS składają się: modele biznesowe, infrastruktura adekwatna do danego świadczenia usług, świadczenia usług, osoby świadczące i korzystające z usług,
- inteligentne fabryki, w których zaimplementowana technologia wspomaga procesy i pracę ludzi w wykonywaniu poszczególnych zadań. Systemy te posługują się połączeniem świata rzeczywistego i wirtualnego.

Ze względu na korzyści, które przynosi przemysł 4.0 stosowany jest on w różnych gałęziach przemysłu. Najbardziej efektywne wykorzystanie przemysłu 4.0 zależy od odpowiedniego połączenia pracy ludzi, maszyn oraz wyrobów. Istotne jest aby informacje dotyczące stanu procesu przepływały do każdej z tych grup w czasie rzeczywistym. Pozwala to na zwiększenie jakości oraz wydajności produkcji jednocześnie minimalizując negatywny wpływ na środowisko [1,3].

Rewolucja przemysłowa rozpoczęta w latach 60-tych osiemnastego wieku dzięki wynalezieniu silnika parowego umożliwiła mechanizację produkcji. W tym celu wykorzystywano energię pozyskiwaną z paliw kopalnych. Do dnia dzisiejszego głównym źródłem energii na świecie są paliwa takie jak: ropa naftowa, węgiel czy paliwa gazowe, które stanowią nieodnawialne źródła energii. Ze względu na ciągły wzrost zapotrzebowania na energię, paliwa kopalne wykańczają się z dużą prędkością. Powoduje to poszukiwanie innych odnawialnych źródeł energii elektrycznej. Energia promieniowania słonecznego docierająca do powierzchni Ziemi znaczeni przekracza aktualne zapotrzebowania ludzkości [4]. Barwnikowe ogniwa fotowoltaiczne (ang. dye-sensitized solar cells – DSSCs) należą do trzeciej generacji ogniw. Działają na podstawie występującego w naturze zjawiska fotosyntezy. Wynalezione przez B. O'Regan i M. Graetzel w 1988 roku [5] stanowią obecnie atrakcyjną alternatywę do tradycyjnych krzemowych ogniw słonecznych. Jest to technologia pręźnie rozwijająca się, której badania obejmują coraz większy zakres [6,7].

Mając na uwadze przyszłościową zautomatyzowaną produkcję DSSCs w ramach niniejszej pracy opracowano koncepcję linii technologicznej barwnikowych ogniw fotowoltaicznych w skali laboratoryjnej z wykorzystaniem oprogramowania FlexSim.

2. ETAPY WYTWARZANIA BARWNIKOWEGO OGNIWA FOTOWOLTAICZNEGO

Barwnikowe ogniwa fotowoltaiczne w warunkach laboratoryjnych produkowane są pojedynczo na podłożach o niewielkich rozmiarach, które wytwarza się w następującej kolejności [8]:

- przygotowanie podłoża (czyszczenie i suszenie),
- wytworzenie fotoanody (nadrukowanie warstwy półprzewodnika, stabilizacja, suszenie, wygrzewanie i uczulenie barwnikiem),
- wykonanie przeciwelektrody (nadrukowanie warstwy półprzewodnika, stabilizacja, suszenie, wygrzewanie),
- złożenie fotoogniwa i wypełnienie elektrolitem.

Po wytworzeniu fotoogniwa poddaje się kontroli własności elektrycznych.

Na rysunku 1 przedstawiono kolejne etapy technologii wytwarzania barwnikowych ogniw fotowoltaicznych wraz z wykorzystaną aparaturą laboratoryjną oraz czasem poszczególnych operacji.



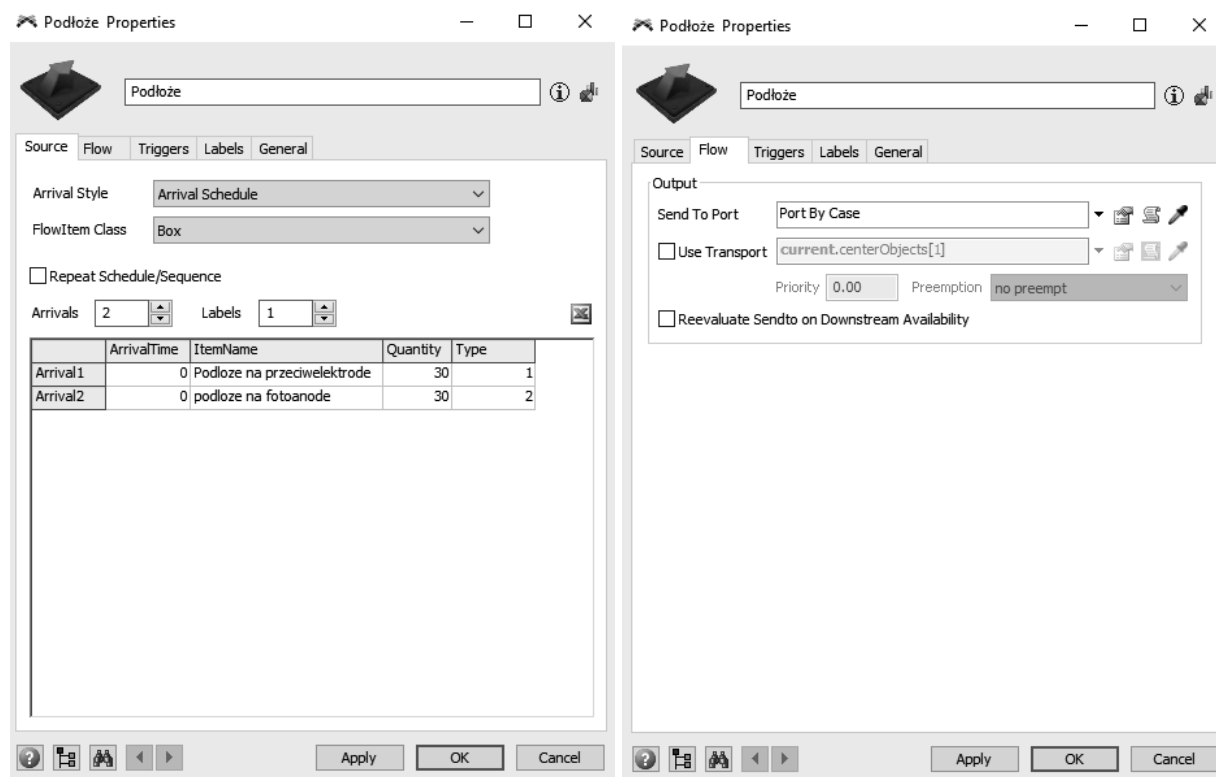
Rysunek 1. Proces wytwarzania DSSC w skali laboratoryjnej

3. MODEL PROCESU WYTWARZANIA DSSCs W SKALI LABORATORYJNEJ Z WYKORZYSTANIEM PROGRAMU FLEXSIM

W ramach niniejszej pracy symulację procesu wytwarzania barwnikowych ogniw fotowoltaicznych w skali laboratoryjnej wykonano w programie FlexSim. Ze względu na długotrwałą operację uczulania fotoanody, symulacja obejmuje 48-godzinny okres czasu pracy. Projektowanie rozpoczęto od „dostarczenia” materiału wejściowego (podłoży) i określenia liczby płytek szklanych z FTO przeznaczonych na fotoanodę i przeciwelektrodę (rys. 2). Materiały wejściowe rozdzielano na dwa bufory:

- 30 sztuk podłoży na przeciwelektrodę (Type 1; kolor szary),
- 30 sztuk płytek szklanych z warstwą FTO do wytworzenia fotoanody (Type 2; kolor biały).

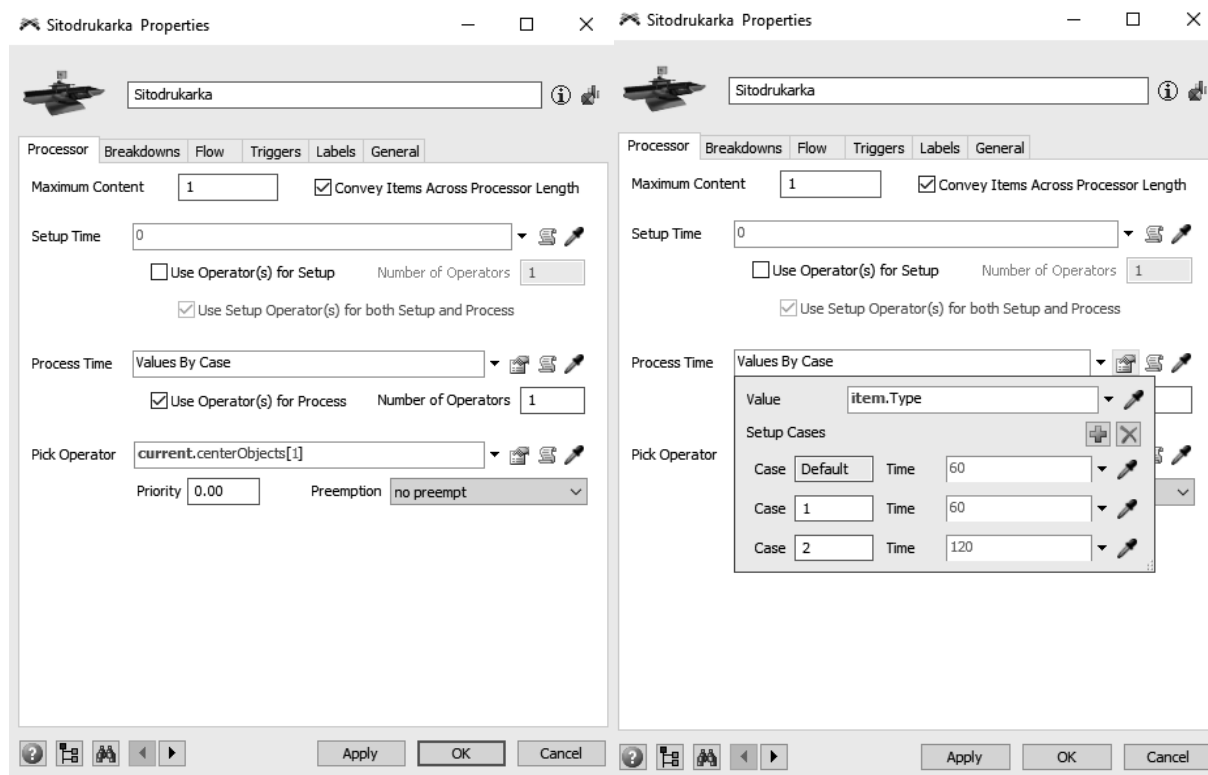
Czyszczenie i suszenie podłoży w 3 różnych odczynnikach wykonano na jednym stanowisku. Sumaryczny czas czyszczenia i suszenia 10 płytek przy jednym cyklu wynosi 2760 sekund (46 minut). Następnie podłoża transportowane są przez „operatora” do kolejnej operacji technologicznej. W symulacji do wykonywania poszczególnych procesów oraz transportu materiału wykorzystywana jest praca jednego operatora. Ma to na celu jak największe zbliżenie do rzeczywistych warunków podczas wytwarzania barwnikowych ogniw fotowoltaicznych w skali laboratoryjnej.



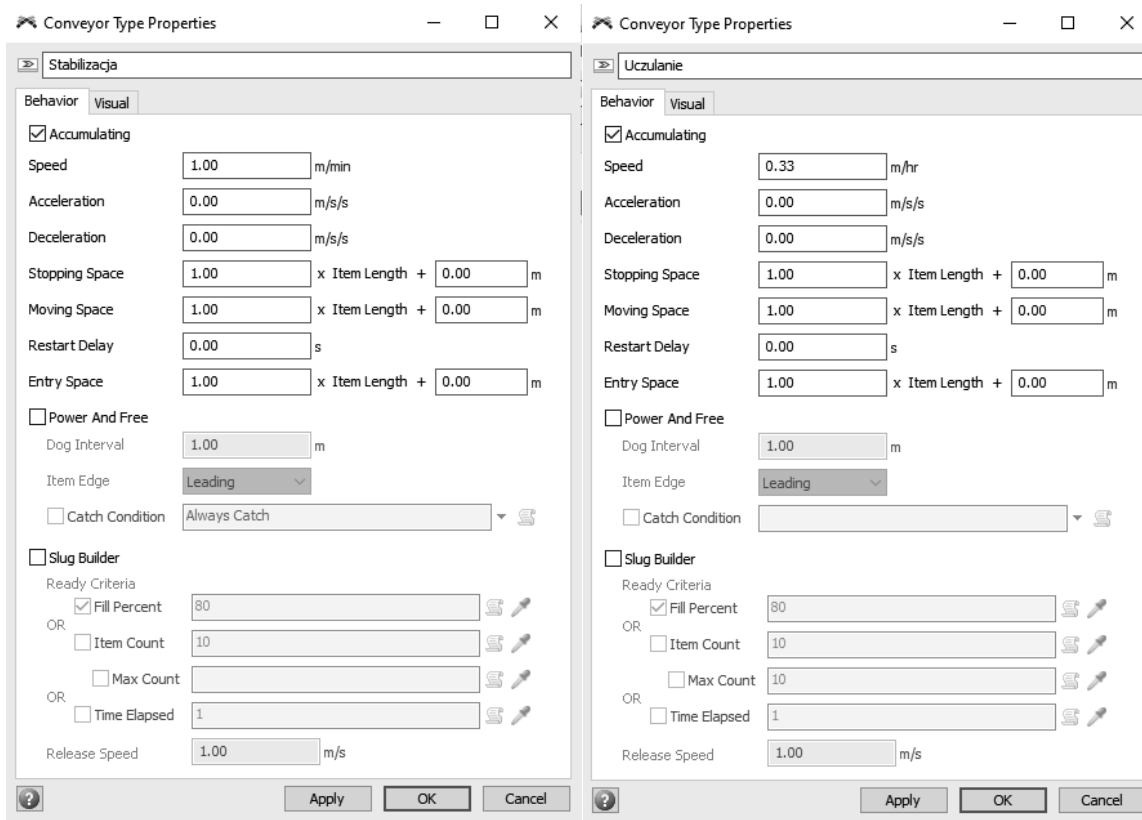
Rysunek 2. Okno programu FlexSim z ustawieniami typu podłoża (fotoanoda/przeciwelektroda), liczby dostarczonych materiałów oraz ich przepływu na wejściu

W kolejnym kroku modelu symulacji ustawiono sitodrukarkę półautomatyczną (rys. 3) do nadruku warstwy platyny na przeciwelektrodę (Type 1) i TiO_2 na fotoanodę (Type 2). Stabilizację naniesionych warstw oraz uczulanie barwnikiem fotoanody, zasymulowano przez zastosowanie przenośników taśmowych (rys. 4). Czas trwania tych operacji (stabilizacja 15 min., uczulanie 24 h) zadano przez określenie prędkości półproduktów na taśmie oraz długości przenośników. W celu suszenia i wygrzania osadzonych warstw w symulacji dodano suszarkę laboratoryjną oraz piec komorowy (rys. 5). Następnie wytworzone elektrody trafiają do stanowiska, które „odpowiedzialne” jest za ich złożenie i wypełnienie przestrzeni pomiędzy nimi elektrolitem. W tym celu dobrano maszynę - „Combiner” umożliwiającą scalanie półproduktów (rys. 6), a tryb łączenia ustawiono na „Join” gwarantującą trwałe połączenie materiałów. W programie FlexSim na urządzeniu „Combiner” określono również zapotrzebowanie materiałowe wymagane do wytworzenia jednego ogniwa fotowoltaicznego:

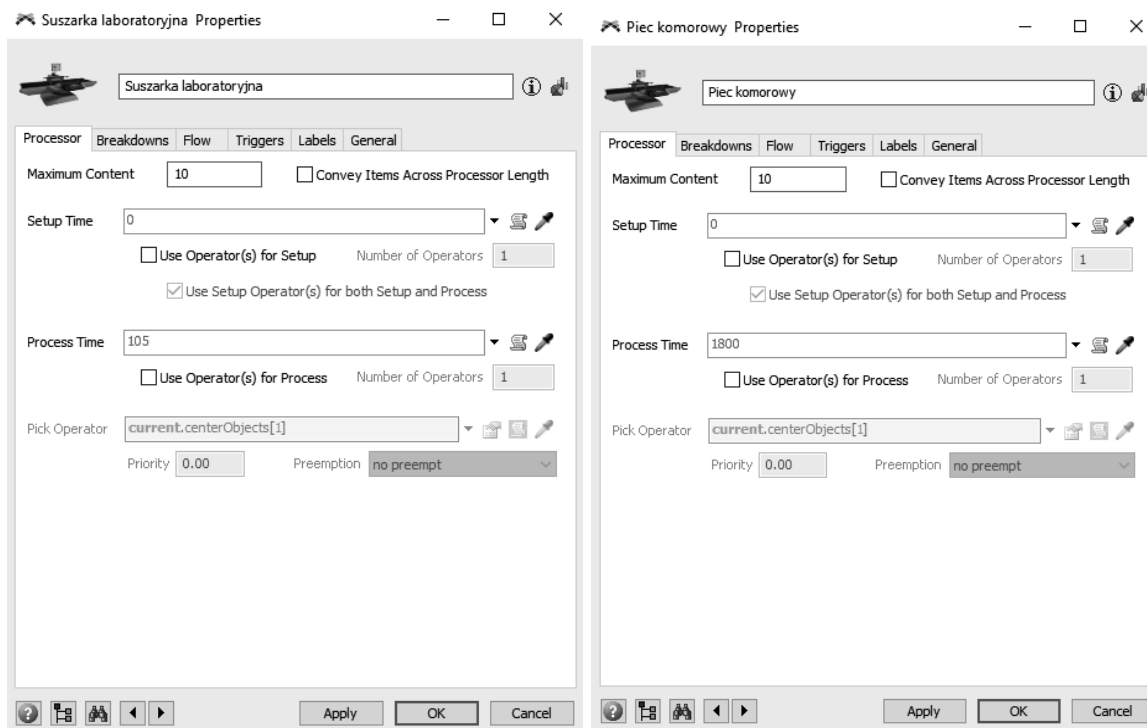
$$1 \text{ fotoanoda} + 1 \text{ przeciwelektroda} = 1 \text{ ogniwo słoneczne} \quad (1)$$



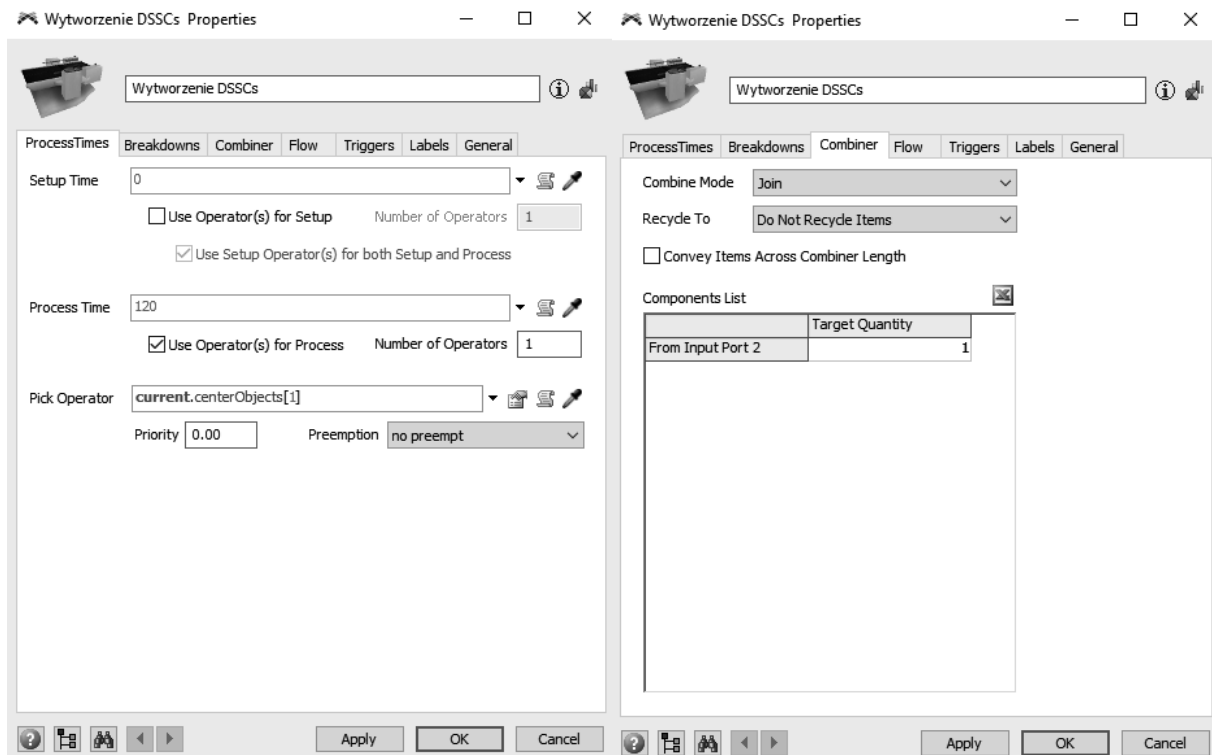
Rysunek 3. Okno programu FlexSim z ustawieniami trybu pracy sitodrukarki z rozróżnieniem czasu nadruku dla fotoanody (120 s) i przeciwelektrody (60 s)



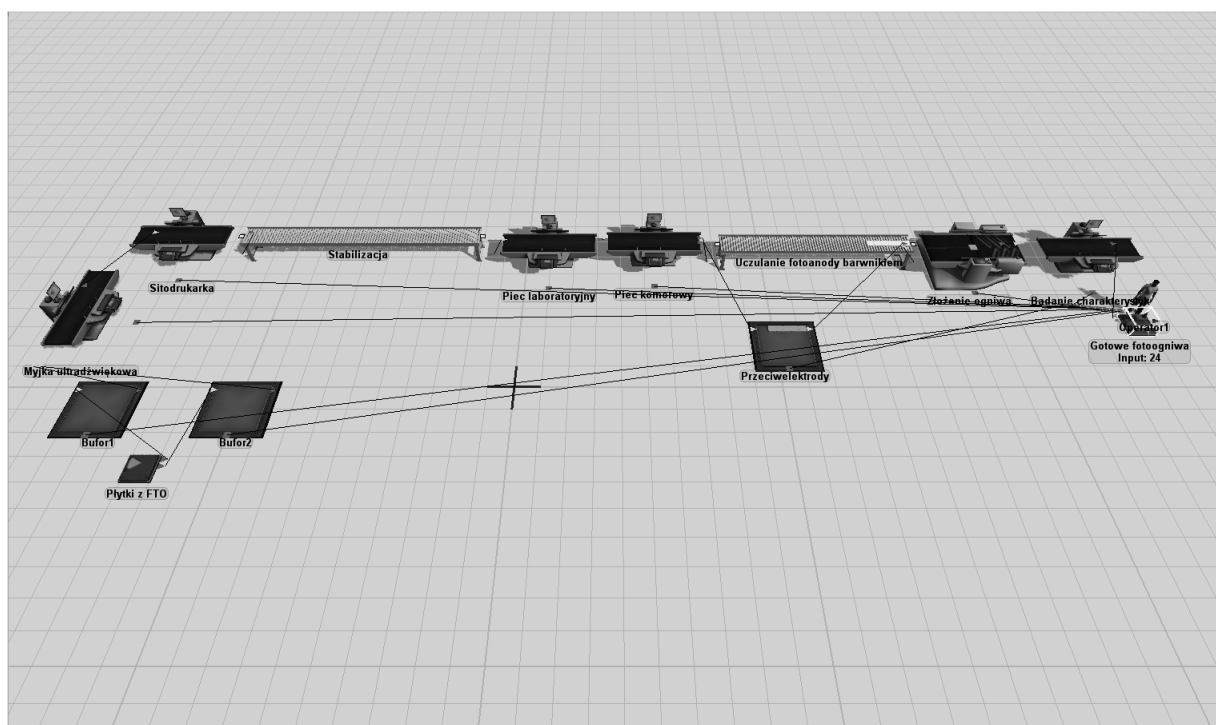
Rysunek 4. Okno programu FlexSim z ustawieniami przenośników symulujących stabilizację naniesionych warstw oraz uczulanie fotoanody barwnikiem



Rysunek 5. Okno programu FlexSim z ustawieniami operacji suszenia oraz wygrzewania



Rysunek 6. Okno programu FlexSim z ustawieniami trybu pracy „Combinera” oraz zapotrzebowania materiałowego na wytworzenie jednego ogniw fotowoltaicznego



Rysunek 7. Okno programu FlexSim z modelem procesu produkcji DSSCs w skali laboratoryjnej po przeprowadzeniu symulacji

W celu weryfikacji jakości wykonanych ogniw słonecznych w modelu umieszczono stanowisko kontrolne, na którym badane są własności elektryczne. Na rysunku 7 przedstawiono model procesu produkcji DSSCs w skali laboratoryjnej po wykonaniu symulacji w programie FlexSim.

4. WNIOSKI

Symulowanie procesu produkcji w programie FlexSim to jedno z narzędzi Przemysłu 4.0 umożliwiające integrację inteligentnych maszyn, systemów oraz wprowadzanie zmian w technologii wytwarzania mających na celu zwiększania wydajności oraz wprowadzenie możliwości elastycznych zmian inżynierskich produktu. W wyniku przeprowadzonych symulacji w programie FlexSim stwierdzono, że w czasie 48 godzinnego cyklu pracy uzyskano 24 barwnikowe ogniwa fotowoltaiczne w skali laboratoryjnej. Zaobserwowano, że czas trwania procesu wytwarzania barwnikowych ogniw fotowoltaicznych w obu symulacjach jest determinowany przez operację uczulania fotoanody barwnikiem, która trwa 24 godziny. W projekcie linii technologicznej praca operatora wykonywana jest przez manipulatory oraz zautomatyzowane stanowiska dzięki czemu wyeliminowano czas oczekiwania na obsługę poszczególnych operacji technologicznych.

LITERATURA

1. D. Nimawat, B.D. Gidwani, An overview of Industry 4.0 in manufacturing industries, *International Journal of Industrial and Systems Engineering* 40(4) (2022) 415-454
2. M. Hermann, T. Pentek, B. Otto, Design Principles for Industry 4.0 Scenarios, A Literature Review – Working Paper, *Proceedings of 49th Hawaii International Conference on System Sciences* (2016) 3928-3937
3. T. Stock, G. Seliger, Opportunities of Sustainable Manufacturing in Industry 4.0, *13th Global Conference on Sustainable Manufacturing – Decoupling Growth from Resource Use* 40 (2016) 536-541
4. N. Mariotti, M. Bonomo, L. Fagiolari, N. Barbero, C. Gerbaldi, F. Bella, C. Barolo, Recent advances in eco-friendly and cost-effective materials towards sustainable dye-sensitized solar cells, *Green Chemistry* 22 (2020) 7168-7218
5. B. O'Regan, M. Graetzel, A low-cost high-efficiency solar cell based on dye-sensitized colloidal TiO₂ films, *Nature*, 353 (1991) 737-740
6. A. Drygała, Influence of TiO₂ film thickness on photovoltaic properties of dye-sensitized solar cells *Proceedings of the 6th International Conference Contemporary Problems of Thermal Engineering* (2020) 1339-1348
7. K. Siuzdak, M. Klein, K. Łapiński, A. Cenian, Barwnikowe Ogniwa Słoneczne, *Rynek Energii* 5 (2015) 75-83
8. L. Poniewiera, K. Ksionsyk, D. Sudak, T. Janczak, W. Barczyk, A. Zdonek, A. Zarychta, S. Lesz, A. Drygała, Technologia wytwarzania ogniw fotowoltaicznych uczulanych barwnikiem, *Materiały studenckiej konferencji naukowa TalentDetector'2021 Summer, Gliwice* (2021) 365-372



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Zastosowanie ogniw słonecznych do zasilania Bezzałogowych Statków Powietrznych

Michał Śladek ^a, Paweł Madeja ^a, Jarosław Tłołka ^a, Bartłomiej Głodek ^a, Magdalena Szindler ^b, Marek Szindler ^c, Paulina Zenowicz ^d, Krzysztof Mateja ^d

^a Student Politechniki Śląskiej, Wydział Elektryczny, Akademicka 3, 44-100 Gliwice

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice, email: magdalena.szindler@polsl.pl

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych, Towarowa 7, 44-100 Gliwice, email: marek.szindler@polsl.pl

^d Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Podstaw Konstrukcji Maszyn, Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice

Streszczenie: W artykule opisano koncepcję zastosowania ogniw słonecznych do zasilania Bezzałogowych Statków Powietrznych (BSP) w celu wydłużenia ich długości lotu oraz oszczędności energii. Wyjaśniono w nim czym są drony, do czego służą, podano jakie ogniwa można zastosować, a także przedstawiono sposób w jaki dokonywano pomiarów. Obliczono, że możliwe jest wydłużenie lotu BSP z baterią o pojemności 3200mAh o 1 minutę na każde 100cm² zagospodarowanych ogniwami słonecznymi. Ponadto opisano względy ekonomiczne zastosowania ogniw słonecznych.

Abstract: The article describes the concept of using solar cells to power Unmanned Aerial Vehicles (UAV) in order to extend their flight length and energy savings. It explains what drones are, what they are used for, what solar cells could be used, and how the measurements were made. It has been calculated that it is possible to extend the flight of a drone with a 3200mAh battery by 1 minute for every 100cm² of solar cells. In addition, economic considerations for the use of solar cells are described.

Słowa kluczowe: Bezzałogowe Statki Powietrzne (BSP), ogniwa słoneczne, własności elektryczne

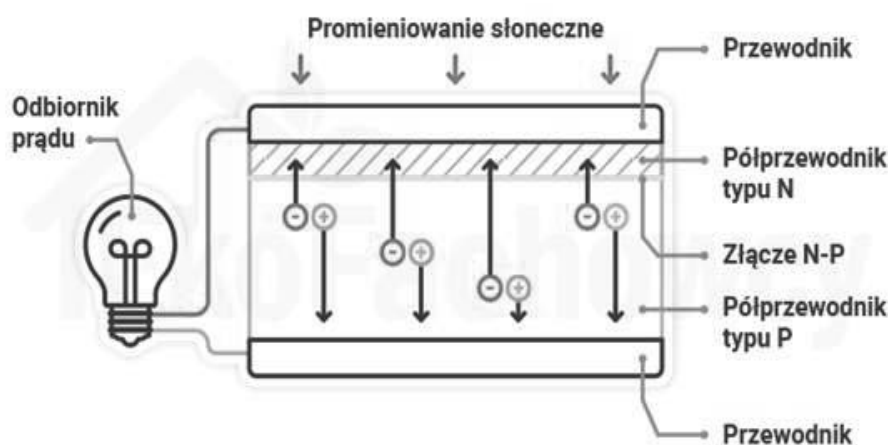
1. WSTĘP

W ostatnich latach zaobserwowano dynamiczny rozwój przemysłu związanego z lotnictwem wśród wielu innych gałęzi przemysłu. Szczególnie należy wyróżnić gałąź związaną z bezzałogowymi statkami powietrznymi (BSP). Początkowo bezzałogowe statki powietrzne

stosowano wyłącznie w celach militarnych, jednak zastosowanie nowych technologii umożliwiło wykorzystanie ich również w przemyśle cywilnym. Technologie z tym związane cieszą się sporym zainteresowaniem, zarówno wśród użytkowników „domowych” jak i producentów wieloseryjnych i projektantów. BSP znalazły zastosowanie w wielu gałęziach gospodarki, między innymi w działalności rolniczej, energetycznej, na farmach fotowoltaicznych i w trudno dostępnych miejscach. Znajdują zastosowanie w walce ze smogiem, sporcie, geodezji, branży budowlanej i transportowej. To tylko nieliczne z zastosowań BSP, które są obecne także w branży rozrywkowej, reklamowej i turystycznej, po medyczną, rolniczą, a także obroną kraju [1-3].

Obecnie jednym z zagadnień intensywnie rozwijanych jest wydłużenie czasu pracy i lotu BSP. Pozyskiwanie energii, a także metody jej magazynowania to kluczowe aspekty konstrukcyjne. Wydajne metody pozyskiwania i przechowywania energii są w stanie przedłużyć czas lotu BSP. Pomijając typowy rodzaj zasilania jakim jest bateria, wyróżnić można zasilanie z ogniw paliwowych, fotowoltaicznych oraz połączenie tych metod, czyli zasilanie hybrydowe. Jednym z najbardziej obiecujących i zwiększających niezależność energetyczną BSP jest układ zasilania wspomagany przez ogniwa słoneczne, ze względu na nieprzerwanie docierające do ziemi promieniowanie słoneczne. Stąd też celem naukowym niniejszej pracy było zbadanie możliwości wykorzystania ogniw słonecznych różnej generacji oraz ewentualne zintegrowanie ich z systemem zasilania BSP [3-7].

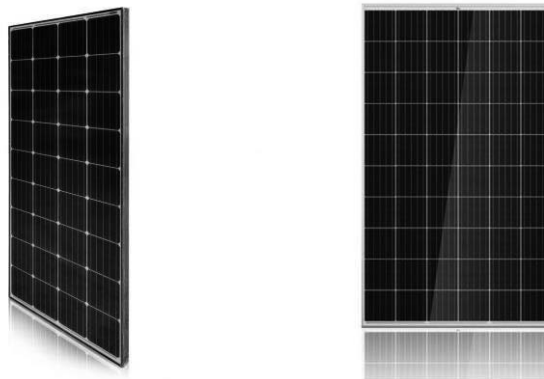
Ogniwa fotowoltaiczne są elementami, z których składa się panele fotowoltaiczne. Ogniwa fotowoltaiczne to urządzenia półprzewodnikowe, przetwarzające energię promieniowania słonecznego w prąd elektryczny. Foton w postaci promieniowania słonecznego pada na ogniwo fotowoltaiczne, zostaje pochłonięty i wybija elektron ze swojej pozycji, zmuszając go do ruchu. Ten uporządkowany ruch elektronów to właśnie przepływ prądu elektrycznego. Do budowy nieorganicznych ogniw słonecznych wykorzystuje się najczęściej pierwiastki takie jak krzem, german i selen. Zjawisko fotoemisji najszybciej zachodzi w pierwiastkach, które posiadają najwięcej elektronów w ostatniej powłoce, dlatego krzem jest najczęściej wykorzystywany ze względu na występowanie czterech elektronów walencyjnych [3-9]. Schemat działania takiego nieorganicznego ogniwa słonecznego pokazano na rysunku 1.



Rysunek 1. Schemat działania nieorganicznego ogniwa słonecznego [9]

Figure 1. Schematic diagram of inorganic solar cell [9]

Najczęściej stosowanymi ogniwami słonecznymi do zasilania różnego rodzaju elementów są krzemowe ogniwa krystaliczne. Wśród nich rozróżniamy ogniwa polikrystaliczne i monokrystaliczne, które różnią się między sobą. Powierzchnia ogniw monokrystalicznych jest jednolita i cienka, a grubość stosowanej z nich płytki wynosi od 250 do 300 μm . Ogniwa polikrystaliczne charakteryzuje niejednorodną strukturą, która wpływa na ich parametry. Sprawność tych ogniw mieści się w okolicach 16-19%, natomiast ogniwa monokrystaliczne osiągają wyniki w granicach 22-25%, co przy tych samych wymiarach przekłada się na uzyskanie większej mocy, a co za tym idzie chętniej są stosowane. Na rysunku 2 zestawiono panel fotowoltaiczny wykonany z ogniw monokrystalicznych i panel wykonany z ogniw polikrystalicznych.



Rysunek 2. Panel fotowoltaiczny z ogniwami monokrystalicznymi (po lewej) i z ogniwami polikrystalicznymi (po prawej) [7]

Figure 2. Photovoltaic panel with: monocrystalline (left) and polycrystalline cells (right) [7]

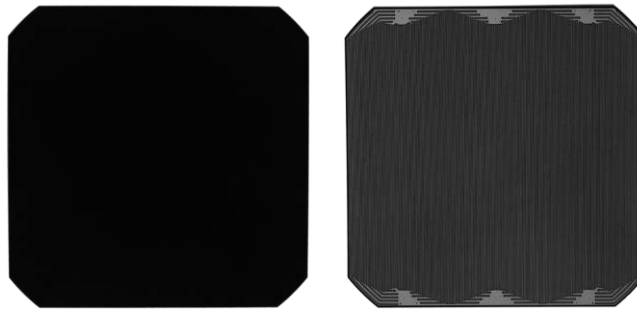
Stosuje się również ogniwa krzemowe amorficzne, które są najtańsze spośród nieorganicznych, ale są rzadziej stosowane głównie przez ich niską sprawność wynoszącą około 10%. Przykładowy panel fotowoltaiczny wytworzony z ogniw amorficznych pokazano na rysunku 3.



Rysunek 3. Panel fotowoltaiczny z ogniwami amorficznymi [7]

Figure 3. Solar panel made with amorphous cells [7]

Oprócz stosowania różnego rodzaju materiału aktywnego stosuje się także inne rozwiązania konstrukcyjne. Jednym z takich rozwiązań może być umieszczenie wyprowadzeń kontaktów metalicznych z przodu i z tyłu. Najnowszym rozwiązaniem jest wykorzystanie ogniw typu „back contact”, w których elektrody umieszczone są w tylnej części. Przykład takiego ogniwa pokazano na rysunku 4. Moduł fotowoltaiczny wykonany w tej technologii nie posiada widocznych ścieżek na części pochłaniającej promieniowanie słoneczne. Ogniwa te posiadają jedną z największych wydajności dostępnych na rynku, przekraczającą 24% [1-7].



Rysunek 4. Ogniwo typu back-contact [7]

Figure 4. Back-contact solar cell [7]

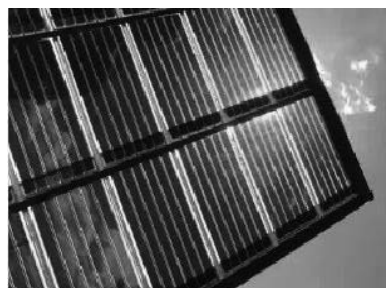
Poza ogniwami I generacji stosuje się też ogniwa II generacji, tzw. cienkowarstwowe i III generacji, w których można wyróżnić barwnikowe. Ogniwa cienkowarstwowe CIGS wykonane są z czterech pierwiastków: miedzi, indu, galu i selenu. Ich grubość nie wychodzi poza kilka mikrometrów, a sprawność wynosi w okolicach 12-15% [3-8]. Przykładowy panel wykonany z ogniw cienkowarstwowych pokazano na rysunku 5.



Rysunek 5. Panel fotowoltaiczny z ogniw cienkowarstwowych [8]

Figure 5. Thin-film photovoltaic panel [8]

Ogniwa barwnikowe DSSC natomiast charakteryzują się przezroczystą anodą pokrytą półprzewodzącą warstwą tlenkową, na której osadzony jest barwnik. Panel wykonany z ogniw barwnikowych pokazano na rysunku 6. Najczęściej wykorzystywanym materiałem tlenkowym jest dwutlenek tytanu (TiO_2), tlenek cynku (ZnO) lub tlenek niobu (Nb_2O_5). Ogniwa te charakteryzują się niewielką sprawnością (do 12,6%) ale także niską ceną. Zaletą tych ogniw jest nieskomplikowany proces produkcji i to, że są odporne na uszkodzenia mechaniczne. Dobrze działają przy świetle rozproszonym i odbitym [3-8].

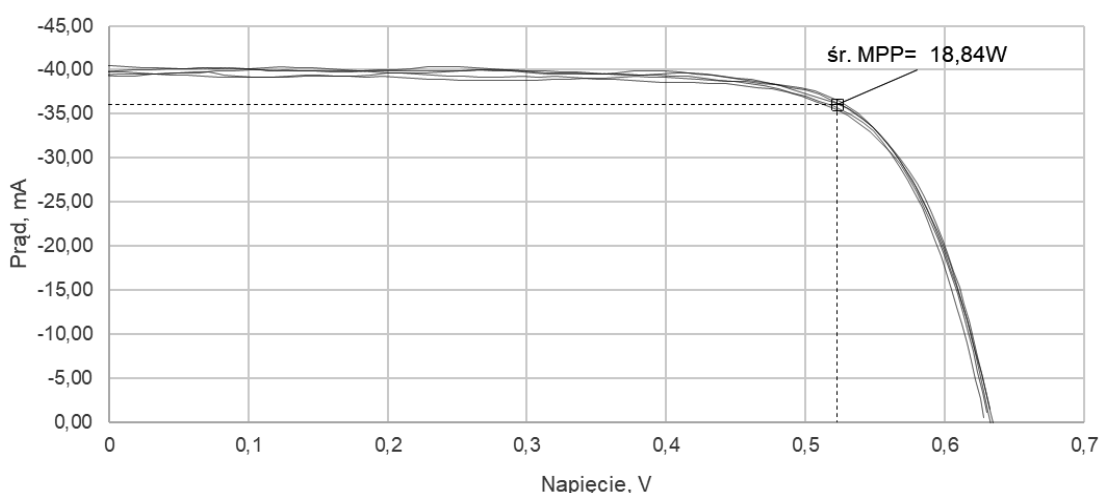


Rysunek 6. Panel wykonany z ogniw barwnikowych [8]

Figure 6. Dye sensitized solar cells photovoltaic panel [8]

2. POMIAR PARAMETRÓW OGNIW

W ramach realizowanych badań wykonano pomiary ogniw polikrystalicznych o powierzchni 25cm^2 . Charakterystyki prądowo-napięciowe zmierzonych ogniw pokazano na rysunku 8. W tabeli 1 zestawiono uzyskane wyniki pomiarów parametrów wybranego ogniwa fotowoltaicznego. Wyniki odniesiono do powierzchni wynoszącej 100cm^2 . Przy badaniach należy zadbać o poprawne wykonywanie pomiarów. Do badań wykorzystano symulator światła słonecznego Solar Simulator SS150AAA. Badania parametrów fotowoltaicznych dokonano w temperaturze 25°C oraz przy nasłonecznieniu $1000\text{W}/\text{m}^2$. Zbadano sprawność ogniw, maksymalną moc i współczynnik wypełnienia (FF).



Rysunek 8. Zestawienie charakterystyk prądowo-napięciowych ogniw polikrystalicznych
Figure 8. The current-voltage characteristics of polycrystalline solar cells

Tabela 1. Parametry ogniwa fotowoltaicznego, w przeliczeniu na powierzchnię 100cm^2

Parametr [jednostka]	V_{oc} [V]	I_{sc} [A]	V_m [V]	I_m [A]	P_m [W]	η [%]	FF
Wartość zmierzona dla ogniwa słonecznego polikrystalicznego	0,63	3,98	0,52	3,70	1,92	19,10	0,76

3. ANALIZA POMIARÓW I OBLICZENIA

Analiza wyników badań wybranych komercyjnych ogniw polikrystalicznych wykazała, że zbadane ogniwa polikrystaliczne generują moc na poziomie $1,92\text{ W}$.

Wykonano obliczenia umożliwiające określenie o jaki czas dodatkowe zasilanie z ogniw słonecznych wydłuży lot drona. Jeśli bateria wymaga zasilania 12 V , to korzystając z zależności napięcia i prądu przeskalowano te wartości. Pod uwagę brano następujące wartości:

- pojemność baterii 3200 mAh ;
- napięcie wejściowe baterii 12 V ;
- napięcie ogniwa polikrystalicznego $0,52\text{ V}$;
- natężenie prądu ogniwa polikrystalicznego $3,7\text{ A}$;

- moc ogniwa polikrystalicznego 1,92 W.

Do przeskalowania prądu z ogniwa na podstawie wymaganego napięcia przy ładowaniu użyto wzoru:

$$P [\text{W}] = U [\text{V}] \cdot I [\text{A}].$$

Po podstawieniu wartości do wzoru, otrzymano równanie:

$$1,92 [\text{W}] = 12 [\text{V}] \cdot I [\text{A}],$$

dzięki któremu, po przekształceniu, obliczono, że natężenie prądu wyniesie:

$$I = 0,16\text{A}.$$

W celu obliczenia o ile dodatkowe zasilanie wydłuży lot drona wykonano szereg następujących działań. Przeliczono amperogodziny na watogodziny, zgodnie z zależnością:

$$3200 \text{ mAh} \cdot 12 \text{ V} = 3,2 \text{ Ah} \cdot 12 \text{ V} = 38,4 \text{ Wh}.$$

Obliczone w ten sposób watogodziny posłużyły następnie do obliczenia czasu potrzebnego do pełnego naładowania baterii litowo-polimerowej drona w czasie spoczynku z ogniwa fotowoltaicznego, w temperaturze 25°C oraz przy nasłonecznieniu 1000W/m²:

$$\frac{38,4}{1,91} = 1206 \text{ min} = 20,1\text{h}.$$

Zatem do pełnego naładowania baterii litowo-polimerowej drona przy użyciu ogniwa słonecznego potrzeba 20h i 6 min. Przy założeniu, że lot drona na w pełni naładowanej baterii litowo-polimerowej trwa 30 minut, obliczono ile energii w tym czasie dostarczy ogniwo słoneczne. Energia uzyskana z ogniwa słonecznego w czasie 30 minut wyniesie:

$$\frac{3200 \cdot 0,5}{20,1} = 79,6 \text{ mAh},$$

a to z kolei, uwzględniając wcześniejsze założenia, zgodnie z zależnością:

$$\frac{79,6 \cdot 0,5}{3200} = 0,01 \text{ h} = 36 \text{ s},$$

wydłuży lot drona o 36 sekund.

4. WNIOSKI

Na podstawie otrzymanych wyników badań i ich analizy stwierdzono, że przy zastosowaniu polikrystalicznych krzemowych ogniw słonecznych możliwe jest wydłużenie czasu lotu bezałogowego statku powietrznego. Czas wydłużenia lotu wyniósł 36 sekund w przypadku

zainstalowania na dronie ogniw polikrystalicznych o powierzchni 100cm². W zależności od konstrukcji samego BSP czas ten może być większy wraz ze zwiększeniem możliwości zagospodarowania powierzchni ogniwami słonecznymi. Można także zastosować inne inne ogniwa słoneczne, o większej sprawności konwersji, typu CIGS. Dodatkowo zwrócić należy uwagę na to, że obliczeń dokonano w warunkach standardowych, przy nasłonecznieniu 1000W/m². Na końcowy wynik wpływ może mieć wartość nasłonecznienia w warunkach rzeczywistych oraz kąt jego padania. Prawdopodobnie w rzeczywistych warunkach czas lotu może ulec zmianie, dlatego w dalszym etapie badań planowane jest zrealizowanie eksperymentu w warunkach rzeczywistych.

LITERATURA

1. P. Bukowski, G. Szala „Bezzałogowe Statki Powietrzne – geneza, teraźniejszość i przyszłość”, 2018, Wydawnictwa Uczelniane Politechniki Bydgoskiej im. Jana i Jędrzeja Śniadeckich
2. J. Kim, S. Kim, C. Ju and H. I. Son, "Unmanned Aerial Vehicles in Agriculture: A Review of Perspective of Platform, Control, and Applications," in IEEE Access, vol. 7, pp. 105100-105115, 2019, doi: 10.1109/ACCESS.2019.2932119.
3. Siuzdak, K., Klein, M., Łapiński, K., & Cenian, A., “Barwnikowe ogniwa słoneczne”, 2015, Rynek Energii, 5, Article 5.
4. Shockley, W. & Queisser, H. J. Detailed balance limit of efficiency of p–n junction solar cells. J. Appl. Phys. 32, 510–519 (1961).
5. Nayak, P.K., Mahesh, S., Snaith, H.J. et al. Photovoltaic solar cell technologies: analysing the state of the art. Nat Rev Mater 4, 269–285 (2019).
6. N. Czechowski „Pomiar pojemności i stopnia naładowania akumulatorów”, 2021, Grupa MEDIUM Sp. z o.o. Sp.k.-a.
7. pv-manufacturing.org/all-back-contact-solar-cells/, dostęp na dzień 04.01.2023
8. <http://solartechindia.in>, dostęp na dzień 04.01.2023
9. <https://ekofachowcy.pl/>, dostęp na dzień 04.01.2023



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Polilaktyd w zastosowaniach medycznych

K. Sośniak^a, M. Ścieszka^a, D. Biela^a, D. Szalaty^a, A. Włodarczyk-Fligier^b, M. Polok-Rubiniec^b,
A. Kania^b

^a Studenci kierunków Mechanika i Budowa Maszyn oraz Inżynieria Produkcji i Zarządzanie na Wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej

email: kamisos652@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

Streszczenie: Polilaktyd (PLA) otrzymuje się z surowców pochodzenia naturalnego. Charakteryzuje go biodegradowalność, nietoksyczność oraz dobre własności mechaniczne podobne do powszechnych tworzyw sztucznych. Substratem używanym do produkcji PLA jest kwas mlekowy. Polilaktyd znajduje zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu, a w szczególności w medycynie i farmacji.

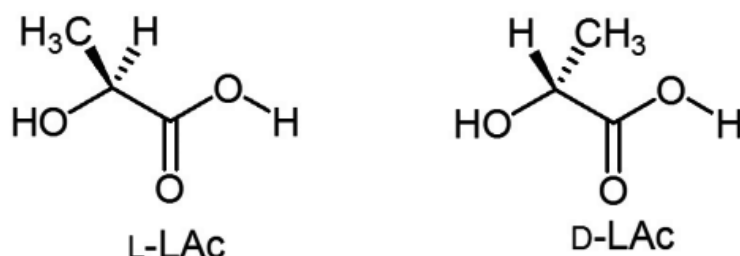
Abstract: Polylactide (PLA) is obtained from natural materials. It is characterized by biodegradability, non-toxicity and good mechanical properties, similar to common plastics. The substrate used for the production of PLA is lactic acid.- Polylactide is used in many industries, in particular in medicine and pharmacy.

Słowa kluczowe: PLA, biodegradowalność, własności mechaniczne, zastosowanie

1. WSTĘP

Polilaktyd (PLA) jest zaliczany do grupy polimerów termoplastycznych i otrzymywany jest z surowców pochodzenia naturalnego. Charakteryzują go dobre własności mechaniczne, zbliżone do popularnych polimerów takich jak PET (politereftalan etylenu) oraz PS (polistyren). PLA cechuje się biodegradowalnością, biogodnością oraz nietoksycznością, dzięki czemu znalazł szerokie zastosowanie w przemyśle [1].

Główną, powtarzalną jednostką budującą PLA jest kwas mlekowy (łac. acidum lacticum), określany jako słaby, rozpuszczalny w wodzie kwas organiczny składający się z asymetrycznego atomu węgla. Występuje on w postaci dwóch różnych enancjomerów: D(-)-LAc oraz L(+)-LAc (rys. 1) [1]. Kwas ten można uzyskać drogą syntezy chemicznej jak i biologicznej. Podczas syntezy chemicznej otrzymywana jest mieszanina racemiczna LAc, zaś podczas syntezy biologicznej istnieje możliwość uzyskania obydwu czynnych optycznie odmian enancjomerów, co sprawia, iż metoda biologiczna jest często metodą preferowaną [2].



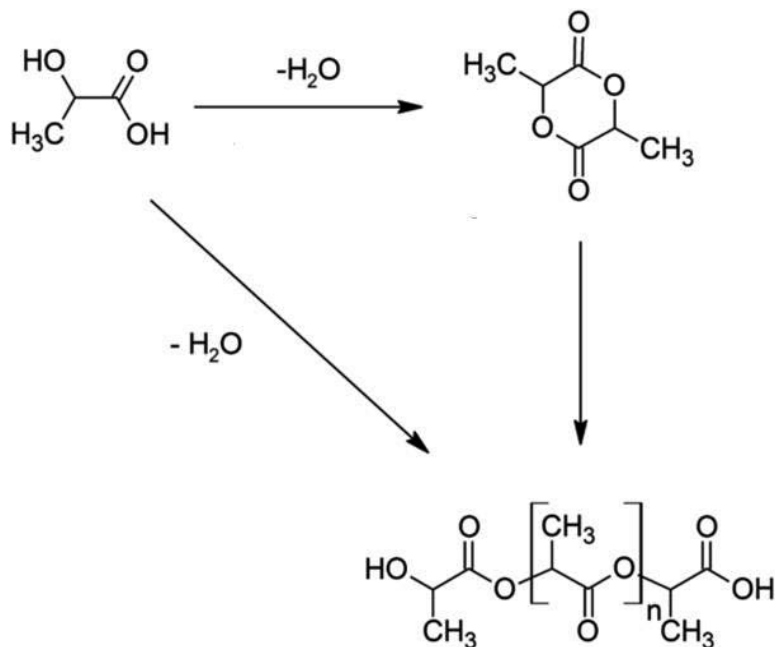
Rysunek 1. Enancjomery kwasu mlekowego [1]

Figure 1. Enantiomers of lactic acid [1]

2. TECHNOLOGIA PRODUKCJI PLA

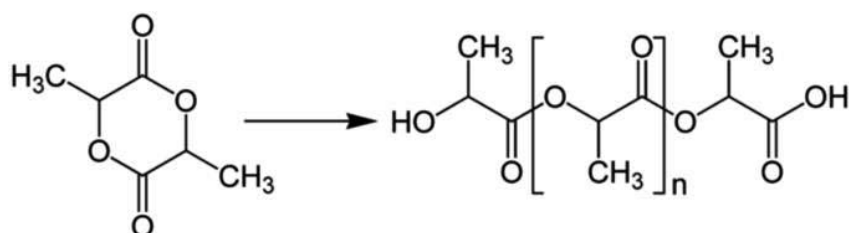
Polilaktyd otrzymać można dwoma różnymi metodami. Pierwszą z nich jest polikondensacja kwasu mlekowego (rys. 2) z wydzieleniem wody jako produktu małowcząsteczkowego. Produktem następującej w tym procesie reakcji jest niskocząsteczkowy PLA o masie molowej $M_n < 10$ kg/mol. W celu uzyskania polimeru o większym ciężarze cząsteczkowym wykonywane jest dodatkowo azeotropowe usuwanie wody prowadzące do uzyskania w zakresie M_n 10-60 kg/mol [3].

Kolejną najczęściej wykorzystywaną metodą w technologii produkcji polilaktydu jest polimeryzacja z otwarciem pierścienia laktydu (ROP) (rys. 3). Proces ten wymaga obecności katalizatora, a otrzymywanym produktem jest PLA o dużej masie molowej ($M_n > 100$ kg/mol) i małej dyspersyjności. Ważną zaletą metody ROP jest również brak racemizacji produktu, co umożliwia przewidywanie określonych właściwości polilaktydu [1].



Rysunek 2. Polikondensacja kwasu mlekowego [4]

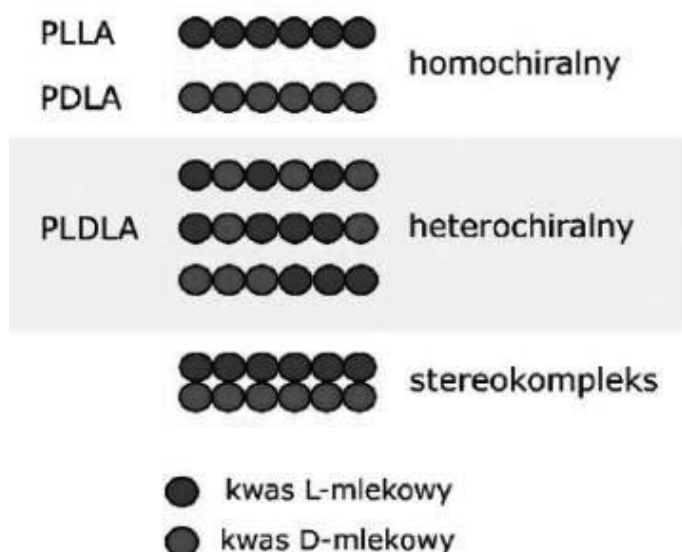
Figure 2. Polycondensation of lactic acid [4]



Rysunek 3. Polikondesacja kwasu mlekowego [4]
 Figure 3. Ring opening polymerization of lactide[4]

3. WŁASNOŚCI PLA

Wieloletnie badania pozwoliły na wyznaczenie wielu własności PLA. Głównym czynnikiem wpływającym na jego własności jest skład stereochemiczny jednostek powtarzalnych oraz ich rozkład wzdłuż łańcucha poliestru. Wielocząsteczkowy PLA jest stereoregularnym, izotaktycznym polimerem, którego temperatura zeszklenia równa jest $T_g = 55-65\text{ }^\circ\text{C}$, zaś temperatura topnienia $T_i = 170-183\text{ }^\circ\text{C}$. Ataktyczny PLA (PLLA/PDLA) (rys. 4) zbudowany z heterochiralnych jednostek PLDLA jest polimerem amorficznym o $T_g = 59\text{ }^\circ\text{C}$, który nie wykazuje temperatury topnienia. Z kolei mieszanina homochiralnych łańcuchów PLLA oraz PDLA zdolna jest do wytworzenia stereokompleksów o temperaturze topnienia poniżej $230\text{ }^\circ\text{C}$ [3].



Rysunek 4. Izomery PLA [3]
 Figure 4. PLA isomers [3]

Produkty wykonane z PLA cechuje szeroki zakres własności mechanicznych od elastycznych i miękkich, po bardziej wytrzymałe i twarde, które zależą przede wszystkim od masy molowej polimeru. PLLA wraz ze wzrostem masy molowej zwiększa bowiem swoją wytrzymałość na zginanie, zaś w przypadku PLDLA jej wzrost powoduje zarówno poprawę wytrzymałości na zginanie jak i na rozciąganie [5]. Szczegółowe zestawienie własności mechanicznych PLA przedstawiono w tabeli 1 [6].

Tablica 1. Własności mechaniczne PLA
Table 1. Mechanical properties of the PLA

Parametr	PLA	PLLA	PLDLA
Gęstość [g/cm^3]	1,21 – 1,25	1,24 – 1,30	1,25 – 1,27
Wytrzymałość na rozciąganie [MPa]	21 – 60	15,5 – 150	27,6 – 50
Moduł Younga [GPa]	0,35 – 0,5	2,7 – 4,14	1 – 3,45
Wydłużenie po zerwaniu [%]	2,5 – 6	3,0 – 10,0	2,0 – 10,0
Temperatura zeszklenia T_g [°C]	45 – 60	55 – 65	50 – 60
Temperatura topnienia T_t [°C]	150 – 162	170 – 200	Amorficzny (brak T_t)

4. BIODEGRADOWALNOŚĆ PLA

Szczególną cechą polilaktydu jest jego biodegradowalność, której przebieg w środowisku naturalnym odbywa się w dwóch etapach i uzależniony jest od obecności wody. Degradacja hydrolityczna jest pierwszym z etapów. Polega ona na przenikaniu wody w głąb PLA, co w konsekwencji powoduje hydrolizę wiązań estrowych polimeru do nietoksycznych oligomerów kwasu mlekowego, które w kolejnym etapie metabolizmu przekształcane są w cyklu kwasu cytrynowego do dwutlenku węgla i wody [7].

Degradacja PLA w środowisku płynów fizjologicznych jest bardzo zbliżona, jednak w jej procesie mikroorganizmy zastępowane są enzymami hydrolitycznymi, głównie esterazami. W efekcie hydrolizy polimer rozkładany jest do kwasu mlekowego, który podobnie, jak w środowisku naturalnym przekształcany jest do CO_2 i H_2O . Degradacja w organizmie przebiega znacznie szybciej, z uwagi na wyższą temperaturę równą około 37 °C oraz ze względu na zróżnicowane pH, które w żołądku ma charakter kwaśny, zaś w jelitach zasadowy [1].

5. ZASTOSOWANIE PLA

Dzięki doskonałym własnościom organoleptycznym PLA znajduje zastosowanie m.in w gastronomii. Jest całkowicie neutralny w przypadku kontaktu z żywnością. Z tego powodu wykonuje się z niego różnego rodzaju opakowania, pojemniki, szuflce, butelki. Bardzo często stosuje się go również do produkcji worków na śmieci lub reklamówek [8].

Dodatkowo PLA zaczęto stosować do produkcji filamentów używanych w domowych i zaawansowanych drukarkach 3D wykorzystujących polimer w technologii addytywnej polegającej na nakładaniu kolejnych warstw materiału, w wyniku czego powstaje trójwymiarowy obiekt.

Jednak najważniejszymi branżami w których PLA znalazło zastosowanie jest medycyna i farmacja. Te dziedziny wymagają wysokiej dokładności i spełnienia wielu norm dotyczących bezpieczeństwa. Polilaktyd gwarantuje nietoksyczność w przypadku kontaktu z ciałem. Dodatkowo proces rozkładu w organizmie odbywa się krótko i nie wpływa negatywnie na funkcjonowanie jakichkolwiek tkanek lub narządów. Po określonym czasie polilaktyd rozkłada się do nietoksycznych substancji [1,9,10].

W ortopedii powszechnie stosuje się implanty metalowe mające na celu wzmocnienie mechaniczne układu kostnego, co wiąże się z koniecznością ponownego zabiegu, mającego na celu usunięcie zastosowanego implantu. W przypadku PLA zagwarantowano, że po okresie rekonwalescencji materiał samoczynnie rozpuści się w ciele nie wywołując negatywnych skutków w układzie kostnym. Oprócz tego zaczęto stosować nici oraz szwy wykonane z tego materiału do zabiegów wewnętrznych i zewnętrznych, aby zapobiec dodatkowym zabiegom mających na celu ich usunięcie [1].

Polilaktyd stosowany jest obecnie również do rekonstrukcji tkanek w celu zbudowania rusztowania polimerowego, na którym zostaną zaszczerpione komórki. Po okresie rekonwalescencji rusztowanie ulega resorpcji. Dodatkowo materiał polimerowy wzbogaca się o substancje korzystnie wpływające na wzrost tkanek [11].

PLA używany jest też w medycynie estetycznej oraz w farmacji. W obu przypadkach polimery wykorzystywane są jako nośniki substancji aktywnych [12].

6. PODSUMOWANIE

Polilaktyd otrzymywany jest z surowców pochodzenia naturalnego. Charakterystycznymi dla niego cechami są przede wszystkim biodegradowalność, biogodność oraz nietoksyczność. Głównym, powtarzalnym elementem, biorącym udział w technologii produkcji PLA jest kwas mlekowy.

Własności mechaniczne i termiczne cechujące polimer umożliwiają wytwarzanie produktów od elastycznych i miękkich, po wytrzymałe i twarde.

PLA znalazł zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu. Powszechnie stosuje się go w gastronomii do produkcji różnego typu opakowań, szućców itp. Wykorzystywany jest również jako filament do drukarek 3D co pozwoliło na znaczne zintensyfikowanie procesu prototypowania. Jednak najważniejszym obszarem zastosowania PLA jest medycyna, a w szczególności dział ortopedii, inżynierii tkankowej, kardiochirurgii oraz medycyny estetycznej. W tym zakresie polimer pełni funkcję regeneracji ubytków lub obudowy całkowicie zniszczonych tkanek. Innym obszarem stosowania polilaktydu jest farmacja, gdzie używany jest jako nośnik substancji aktywnych.

Duża popularność stosowania materiałów biodegradowalnych, sprawia że PLA jest materiałem, nad którym badania prowadzone są w sposób ciągły. Z pewnością zwiększy to jeszcze bardziej zakres jego zastosowania.

LITERATURA

1. P. Ruśkowski Polilaktyd w zastosowaniach medycznych, Tworzywa Sztuczne w Przemysle, Volume 2, 2017, 32-35.
2. D.J. Sawyer, Bioprocessing – No Longer a Field of Dreams, Macromol, Volume 201, 2003, 271-281.
3. B. Nowak, J. Pająk, Biodegradacja polilaktydu (PLA), Archiwum Gospodarki Odpadami i Ochrony Środowiska, Volume 12, 2010. 1-10.
4. H. Krawiec, Polilaktyd (PLA), Akademia Górniczo-Hutnicza, 2021.
5. Y. Doi, A. Steinbuchel, Biopolymers, Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim, Volume 4, 2002, 374-378.

6. T. Casalini, A perspective on Polylactic Acid-Based Polymers Use for Nanoparticles Synthesis and Applications, *Frontiers Bioengineering and Biotechnology*, Volume 7, 2019, 33-48.
7. A. Gadomska-Gajadhur, Otrzymywanie sfer polilaktydowych zawierających paracetamol, *Przemysł Chemiczny*, Volume 10, 2015, 50-52.
8. <https://slowpack.pl/Polilaktyd-PLA-bioplastik-ktory-warto-wykorzystac-blog-pol-1627651885.html>, 2022.
9. W. Szlezynger, *Tworzywa sztuczne*, Wydawnictwo Oświatowe FOSZE, Rzeszów, 2012
10. M.A. Woodruff, The Return of a Forgotten Polymer-Polycaprolactone in the 21st Century, *Progress in Polymer Science* Volume 35, 2010, 1217-1256.
11. A. Kruk, P. Gadomska-Gajadhur, A. Ruśkowski, L. Chwojnowski, Synoradzki, Preparation of polylactide scaffolds with squashy structure for cell culture – a preliminary research and optimization, *Polimery*, Volume 62, 2017, 118-126.
12. S. Słomkowski, S. Sosnowski, M. Gadzinowski, Dispersion polymerization of dilactide and *e*-caprolactone, *Polimery*, Volume 47, 2002, 7-8.

Praca powstała w wyniku realizacji projektu Project Based Learning (PBL) pt:
„Opracowanie praktycznych i wytrzymałych materiałów przeznaczonych do zastosowania w medycynie wytworzonych technologią druku 3D”.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Mikrostruktura rurowego złącza spawanego stali P91 po wyżarzaniu przez 3000 h

Karol Sówka^{1,2}, Marek Sroka¹

¹ Silesian University of Technology, Department of Engineering Materials and Biomaterials, S.Konarskiego 18A, 44-100 Gliwice, Poland.

² ZRE Katowice, Gen. Jankego 13, 40-615 Katowice, Poland.

e-mail: marek.sroka@polsl.pl , karol.sowka@polsl.pl

Streszczenie: W pracy zbadano wpływ oddziaływania temperatury 600°C i 650°C przez 3000 h na jednoimienne złącze spawane ze stali P91. Spawanie doczołowe rur wykonano metodą spawania elektrodą wolframową w osłonie gazu obojętnego dla warstwy graniowej i elektrodami otulonymi do wypełniania spoiny i lica. Starzenie próbek prowadzono bez przyłożonego obciążenia do badanych próbek. Z pomocą mikroskopii skaningowej przeprowadzono badania mikrostruktury próbek w stanie wyjściowym i po wyżarzaniu. Badania nieniszczące powierzchni i objętości złącza spawanego wypadły pomyślnie, nie stwierdzono niezgodności spawalniczych.

Abstract: The work investigated the impact of the temperature impact of 600°C and 650°C for 3000 h on a similar welded joint made of P91 steel. Pipe butt weld was performed by tungsten inert gas welding method on root-weld and shielded metal arc welding electrodes for filling the metal-weld and weld-face. The ageing of specimens was performed without applied load on the testing samples. Scanning electron microscopy carried out the microstructure tests for as-welded state and annealed state samples. Surface and volume non-destructive testing of welded joint were successful, no welding imperfections were observed.

Słowa kluczowe: X10CrMoVNb9-1, P91, złącze spawane jednoimienne, spoina, mikrostruktura, twardość, wyżarzanie.

Keywords: X10CrMoVNb9-1, P91, similar welded joint, microstructure, hardness testing, annealing.

1. WSTĘP

Konstrukcja kotłów na parametry pary nadkrytycznej i ultranadkrytyczne powoduje konieczność prowadzenia badań w celu określenia wytrzymałości poszczególnych elementów ciśnieniowych. W największym stopniu dotyczy to elementów ciśnieniowych o najwyższych

parametrach eksploatacyjnych, takich jak rurociągi i kolektory pary. Dominującym czynnikiem powodującym degradację materiału rurociągów i kolektorów zbiorczych jest pełzanie [1].

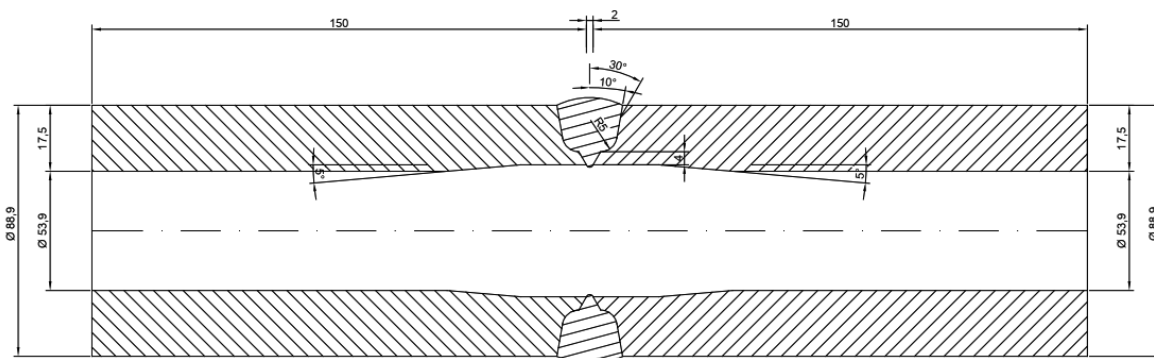
Złącza spawane elementów ciśnieniowych kotłów parowych są potencjalnie najsłabszymi miejscami pod kątem ich żywotności. Są więc miejscem, w którym podczas długotrwałej eksploatacji może dojść do utraty ciągłości materiału w rejonie spoiny, zwykle w strefie wpływu ciepła [2].

P91 (X10CrMoVNb9-1), żaroodporna stal martenzytyczna z grupy stali z 9% zawartością chromu, stosowana jest na części wysokociśnieniowe współczesnych bloków energetycznych na nadkrytyczne parametry pary kotłowej. W porównaniu do standardowej stali X20CrMoV11-1 zmodyfikowano skład chemiczny poprzez dodanie wanadu i mikrodotyków niobu, boru i azotu oraz zmniejszenie zawartości węgla (do ok. 0,1%) i molibdenu. Dzięki temu stal charakteryzuje się dobrymi właściwościami wytrzymałościowymi, korozyjnymi, odpornością na pełzanie w podwyższonych temperaturach oraz względnie dobrą spawalnością [2-3].

2. MATERIAŁ DO BADAŃ

Na potrzeby badań wykonano grubościennie doczołowe złącza spawane ze stali T/P91 rur o wymiarach $\text{Ø}88,9 \times 17,5$ mm. Schematyczny przekrój geometrii złącza spawanego przedstawiono na Rys. 1. Stosunek średnicy do grubości rury został dobrany tak aby odpowiadał stosunkowi rur grubościennych rurociągów wysokoprężnych w nowoczesnych blokach na parametry nadkrytyczne.

Warstwa graniowa złącza spawanego została wykonana metodą TIG (ang. Tungsten Inert Gas) gdzie łuk jarzy się między nietopliwą elektrodą wolframową a metalem spawanym. Jeziorko płynnego metalu i nietopliwa elektroda są chronione przed dostępem powietrza, obojętnym chemicznie gazem wypływającym z dyszy oraz od strony grani, w tym wypadku w osłonie argonu. Wypełnienie oraz warstwa licowa wykonane zostały metodą MMA (ang. Manual Arc Welding) polegającą na łączeniu elementów przy użyciu metalowej elektrody, która stapiając się w łuku elektrycznym, tworzy razem z nadtopionym metalem spawanym spoinę. Jest to elektroda w postaci metalowego pręta o określonej średnicy i długości, pokryta sprasowaną osłoną o właściwościach specjalnych [5].



Rysunek 1. Geometria rurowego złącza spawanego 88,9x17,5

Figure 1. The geometry of the tubular weld joint 88,9x17,5

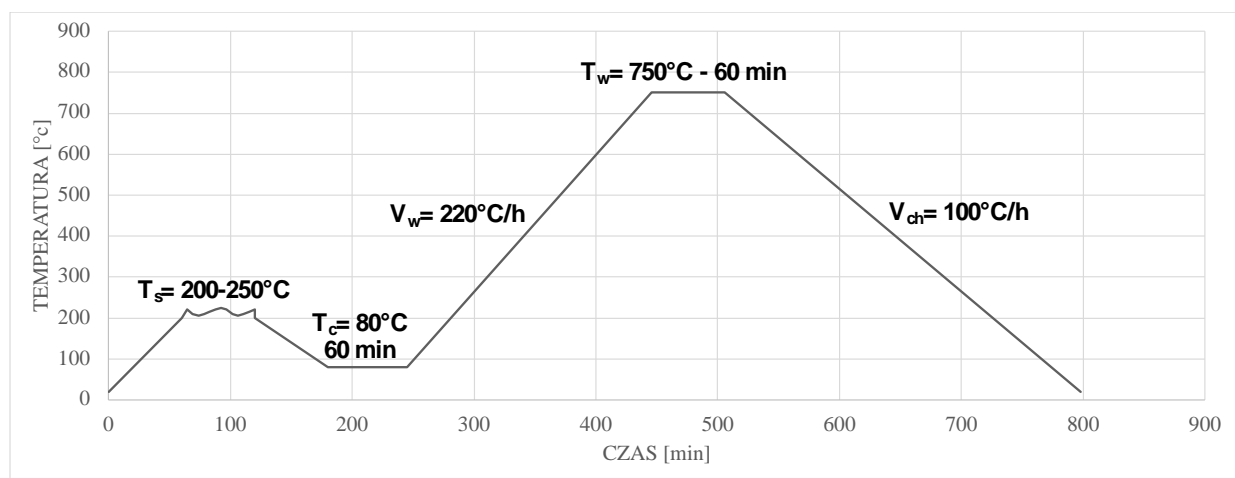
Do wykonania złącza użyto drutów spawalniczych oznaczonych W CrMo91 zgodnie z PN-EN ISO 21952 oraz elektrod oznaczonych jako E CrMo91 zgodnie z PN-EN ISO 3580. Procentowy skład chemiczny materiałów użytych do spawania przedstawiono na Rys. 2.

Aby zapewnić prawidłowe właściwości materiału złącze spawano z zachowaniem reżimu temperaturowego. Wykres temperaturowy cyklu spawalniczego charakterystyczny dla stali P91 przedstawiono na Rys. 3.

Norma materiałowa	Gatunek	C	Si	Mn	P max	S max	Nb	Ti	V	Zr
PN-EN 10216-2: Rury stalowe bez szwu do zastosowań ciśnieniowych	X10CrMoVNb9-1 1.4903	0,08 to 0,12	0,20 to 0,50	0,30 to 0,60	0,02	0,005	0,06 to 0,10	0,01 max	0,18 to 0,25	0,01 max
		Cr	Mo	Ni	N	Al tot	Cu	B	W	
		8,0 to 9,5	0,85 to 1,05	≤ 0,40	0,030 to 0,070	≤ 0,02	-	-	-	
Norma materiałowa	Oznaczenie / Gatunek	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Nb	V	
PN-EN ISO 21952: Materiały dodatkowe do spawania - druty, pręty i stopiwa dla stali odpornych na pękanie	W CrMo91 / X10CrMoVNb9-1 1.4903	0,10	0,30	0,50	9,00	0,90	0,50	0,06	0,20	
Norma materiałowa	Oznaczenie / Gatunek	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Nb	V	N
PN-EN ISO 3580: Materiały dodatkowe do spawania - elektrody otulone dla stali odpornych na pękanie	E CrMo91 / X10CrMoVNb9-1 1.4903	0,10	0,20	0,60	8,50	1,00	0,50	0,06	0,20	0,04

Rysunek 2. Skład chemiczny materiałów użytych do wykonania złącza spawanego (acc. to PN-EN10216-2, PN-EN ISO 3580, PN-EN ISO 21952)

Figure 2. The chemical composition of the materials used to make the welded joint (acc. to PN-EN10216-2, PN-EN ISO 3580, PN-EN ISO 21952)



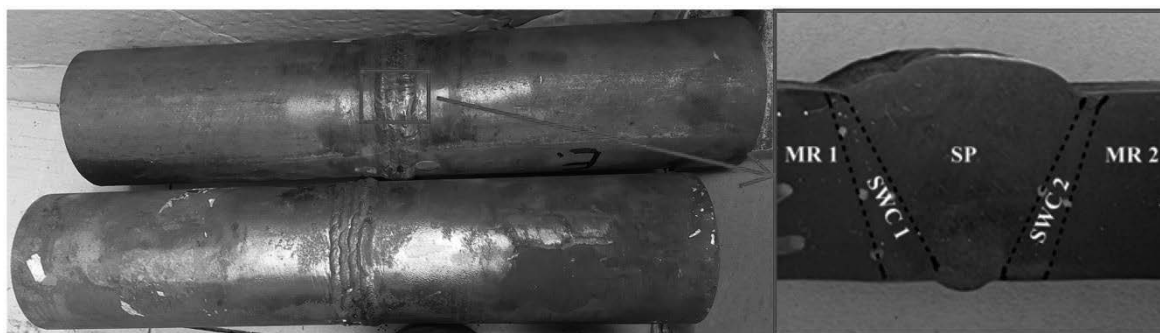
Rysunek 3. Parametry spawania badanego złącza oraz obróbki cieplnej po spawaniu (T_s - temp. spawania, T_c - temp. schłodzenia, V_w - szybkość podgrzewania do OC, T_w -temp. wytrzymałości, V_{ch} - szybkość chłodzenia)

Figure 3. Welding parameters of the tested joint and heat treatment after welding (T_s - welding temperature, T_c - cooling temperature, V_w - heating rate to OC, T_w - holding temperature, V_{ch} - cooling rate)

3. METODY BADAWCZE

Celem badań jest porównanie próbek pod kątem mikrostruktury złącza spawanego w stanie wyjściowym oraz po symulacji w warunkach podwyższonej temperatury i naprężenia. Wykonane złącza spawane zostały pocięte wzdłużnie, przygotowano z nich próbki przeznaczone do badań w stanie wyjściowym, próbki do wyżarzania przez 3000h w temperaturze 600°C oraz 650°C. Wyżarzanie próbek odbywało się w piecach produkcji własnej Sieci Badawczej Łukasiewicz – Instytut Metalurgii Żelaza w Gliwicach, które umożliwiają prowadzenie badań w temperaturze od 550°C do 900°C.

Analizę mikrostrukturalną złącza wykonanego ze stali P91 przeprowadzono, na zglądach metalograficznych z ujawnieniem stref złącza (rys. 2). Zgłady wykonano na przekroju poprzecznym wycinków złącza rurowych poprzez szlifowanie i polerowanie mechaniczne oraz trawienie. Następnie wycinki te zostały zainkludowane, aby możliwa była obserwacja obrazów mikrostrukturalnych. Przegląd stanu mikrostruktury wykonano wykorzystując skaningowy mikroskop elektronowy Inspect F przy powiększeniu do 5000x.



Rysunek 4. Strefy rurowego złącza spawanego
Figure 4. Zones of a pipe weld joint

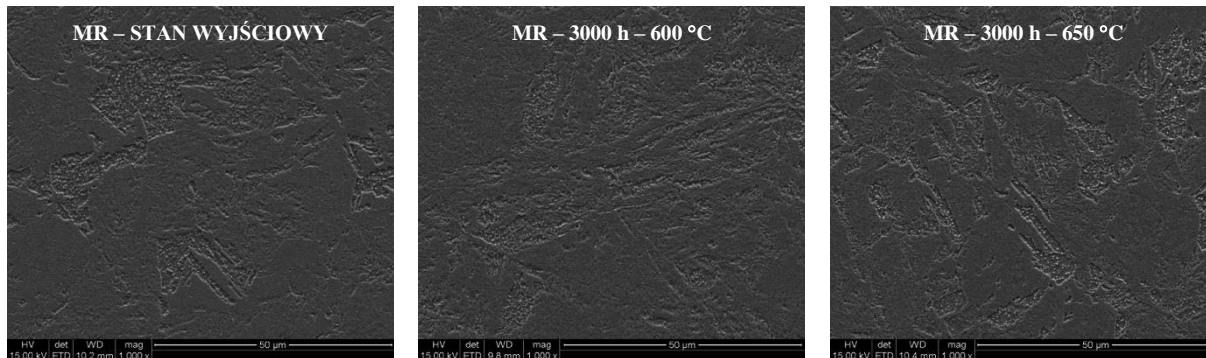
Badania twardości złącza spawanego wykonano na maszynie wytrzymałościowej Zwick Z250 z maksymalnym obciążeniem na poziomie 250 kN. Próbki przebadano zgodnie z normą wykonawczą PN-EN ISO 6892-1:2016-09. Badania twardości przeprowadzono zarówno dla próbek złącza spawanego w stanie wyjściowym jak i dla próbek po wyżarzaniu przez 3000h w temp. 600°C oraz 650°C.

4. WYNIKI BADAŃ

Obserwacje materiału rodzimego w stanie dostawy dla obu stron złącza wykazały strukturę odpuszczonego martenzytu listwowego z niewielką ilością austenitu szczątkowego oraz licznymi wydzieleniami typu MX i $M_{23}C_6$ co jest prawidłowe dla stanu wyjściowego badanej stali. Obecność tego typu wydzieleni powoduje utwardzanie wydzieleniowe materiału co niewątpliwie wpływa na poprawienie odporności na pełzanie [2-4].

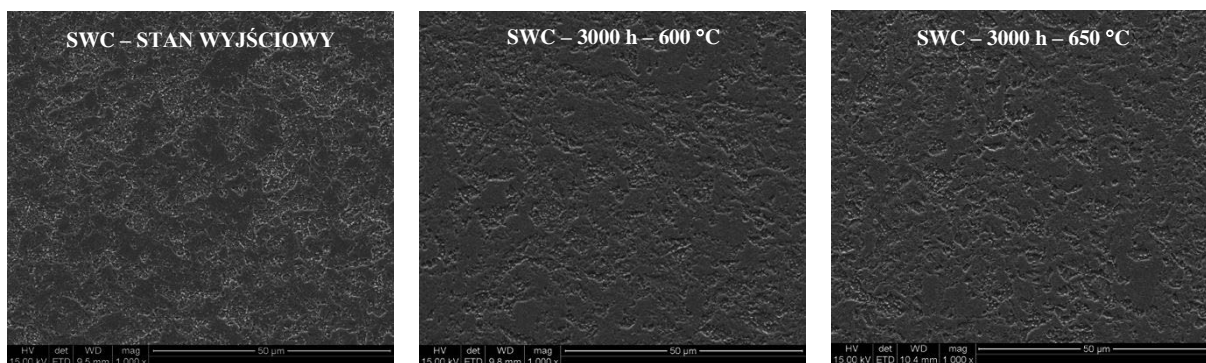
Przedstawiono opis zmian mikrostrukturalnych strefy materiału rodzimego (Rys. 3), strefy wpływu ciepła (Rys. 4) oraz strefy spoiny (Rys. 5). Wykazano zmiany w morfologii struktury z podziałem na omawiane strefy oraz parametry wyżarzania próbek w piecu - tj. wyżarzania przez

3000h w temp. 600°C oraz wyżarzania przez 3000h w temp. 650°C bez przyłożonego obciążenia do badanych próbek.



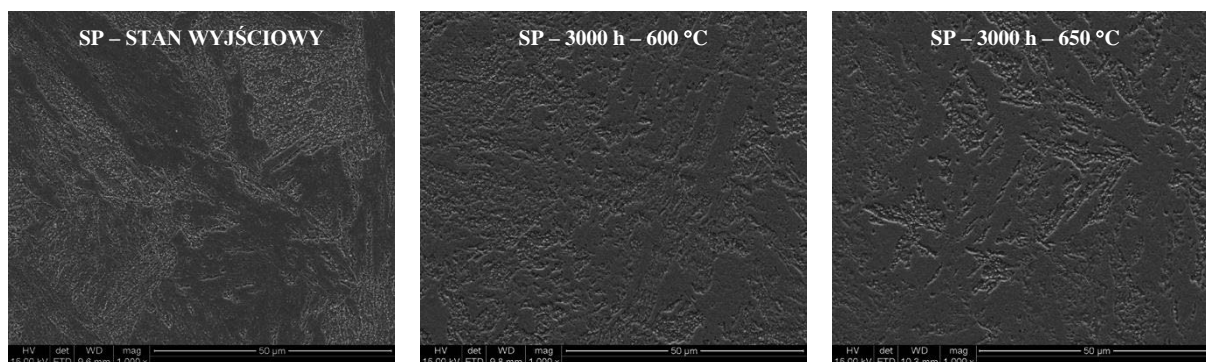
Rysunek 5. Mikrostruktura badanego złącza – materiał rodzimy w stanie dostawy, po wyżarzaniu przez 3000h w 600°C i 650°C

Figure 5. Microstructure of the tested joint - basic material in the delivery condition, after annealing for 3000h at 600°C and 650°C



Rysunek 6. Mikrostruktura badanego złącza – strefa wpływu ciepła w stanie dostawy, po wyżarzaniu przez 3000h w 600°C i 650°C

Figure 6. Microstructure of the tested joint - heat affected zone as delivered, after annealing for 3000h at 600°C and 650°C



Rysunek 7. Mikrostruktura badanego złącza – strefa spoiny w stanie dostawy, po wyżarzaniu przez 3000h w 600°C i 650°C

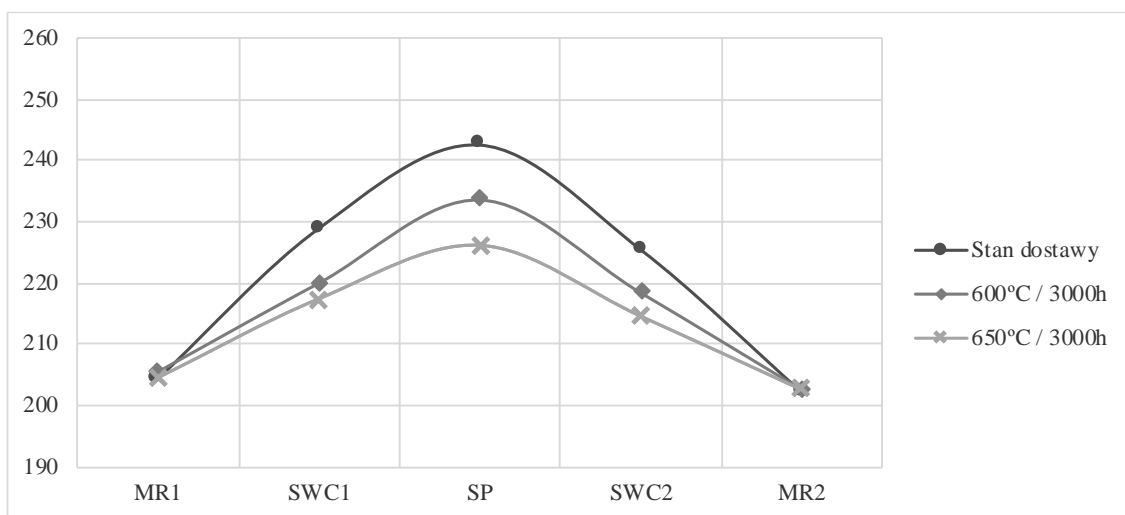
Figure 5. Microstructure of the tested joint - weld zone as delivered, after annealing for 3000h at 600°C and 650°C

Badania mikrostruktury jednoimiennego złącza spawanego po wyżarzaniu w temperaturze 600°C wykazały bardzo zbliżoną strukturę do stanu wyjściowego tzn. strukturę odpuszczonego martenzytu listwowego z zauważalnym, jednakże bardzo nieznacznym wzrostem wielkości wydzieleni, głównie po granicach ziaren byłego austenitu.

Badania mikrostruktury jednoimiennego złącza spawanego po wyżarzaniu w temperaturze 650°C wykazały zbliżoną strukturę do stanu wyjściowego tzn. strukturę odpuszczonego martenzytu listwowego z zauważalnym, nieznacznym wzrostem wielkości pojedynczych wydzieleni, głównie po granicach ziaren byłego austenitu z licznymi wydzieleniami na granicach ziaren byłego austenitu i listwach martenzytu. Zaobserwowano lokalnie wzrost wielkości pojedynczych wydzieleni i ich koagulację w odniesieniu do stanu wyjściowego oraz wyżarzania w temperaturze 600°C.

Uśredniony rozkład twardości na przekroju złącza dla stanu wyjściowego, złącza po wyżarzaniu przez 3000h w temp. 600°C oraz złącza po wyżarzaniu przez 3000 h w temp. 650°C przedstawiono na Rys. 8.

Twardość badanego złącza we wszystkich strefach obniża się adekwatnie do zastosowanych warunków wyżarzania w piecu. Dla wyższej temperatury wyżarzania, zaobserwowano większy spadek wartości twardości HV10 badanych próbek.



Rysunek 8. Twardości HV10 badanego złącza ze stali P91

Figure 8. HV10 hardness of the tested P91 steel joint

5. WNIOSKI

Badania mikrostruktury materiału rodzimego złącza spawanego w stanie wyjściowym oraz po wyżarzaniu nie ujawniły obecności mikropęknięć i nieciągłości, co świadczy o dobrze dobranych parametrach i poprawnie wykonanej obróbce cieplnej po spawaniu.

Wyżarzanie przez 3000 godzin w temperaturze 600 i 650°C złącza spawanego wykonanego ze stali X10CrMVNb9-1 (P91) wykazało, że w mikrostrukturze można zauważyć niewielkie zmiany w postaci procesów wydzieleniowych tj. koagulacji i poligonizacji wydzieleni, głównie

po granicach ziaren byłego austenitu i listwach martensytu. Dynamika procesu wydzieleniowego jest zauważalnie większa w temperaturze wyżarzania 650°C.

Wykonane badania twardości wykazują obniżenie wartości HV10 w poszczególnych strefach badanego złącza spawanego. Spadek wartości twardości jest większy dla próbek, które poddane zostały wyżarzaniu w wyższej temperaturze.

6. BIBLIOGRAFIA

1. A. Zieliński, G. Golański, M. Sroka, *Mat. Sci. Eng. A-Struct.* 796 (2020) 139944.
2. A. Zieliński, M. Miczka, B. Boryczko, M. Sroka, *Arch.Civ.Mech.Eng.*, 4, 2016, 813-824.
3. A. Hernas, J. Dobrzański, J. Pasternak, S. Fudali, *Characteristics of the new generation of materials for the energy sector*. Publishing house of the Silesian University of Technology (2015).
4. A. Zieliński, *Trwałość eksploatacyjna żarowytrzymałych stali o osnowie ferrytycznej w warunkach długotrwałego oddziaływania temperatury*, 2016, ISBN: 978-83-938130-4-9.
5. K. Ferenc, *Spawalnictwo*, WNT, 2015, ISBN 978-83-7926-064-5, s. 29-37.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Vplyv tryskania povrchu konštrukčných ocelí na ich tribologické vlastnosti

Peter Špuro^a, Martin Vicen^a, František Nový^a, Mirosław Bonek^b

^a Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra materiálového inžinierstva, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina.

email: spuro@stud.uniza.sk

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18A, 44-100 Gliwice, Poland

Abstrakt: Článok popisuje teoretické aspekty ovplyvňovania tribologických vlastností úpravou povrchu u konštrukčných ocelí. Podrobnejšie je vysvetlený vplyv na zvýšenie tlakových zvyškových napätí metódou shot peening, t.j. mechanickým spevnením - tryskaním určeného tryskacieho média na povrch súčiastky.

Abstract: The article describes the theoretical aspects of the influence of surface treatment on the tribological properties of structural steels. The influence on the increase of compressive residual stresses by the shot peening method, i.e. by mechanical hardening - blasting a specified blasting medium on the surface of the component, is explained in detail.

Kľúčové slová: oceľ C55, shot peening, tribologia, koeficient trenia, zvyškové napätia

1. ÚVOD

Výsledok nekompromisne rýchleho rozvoja techniky viedol k tomu, že sú požadované čoraz väčšie nároky materiálov na odolnosť voči opotrebeniu. Preto sa vedci čoraz častejšie venujú tribológii, ktorá skúma tieto vlastnosti. Zistilo sa, že okrem povlakovania sa dá rôznymi povrchovými úpravami zlepšiť koeficient trenia, ktorý je spojený s opotrebovaním a životnosťou súčiastky. Medzi jednu z najúčinnějších a vedcami často skúmanú metódu patrí tryskanie. Prišlo sa na to, že efekt tryskania dokáže rapidne znížiť proces opotrebenia a znížiť koeficient trenia v mazaných súčiastkach, avšak bez prídania maziva koeficient trenia stúpne [1].

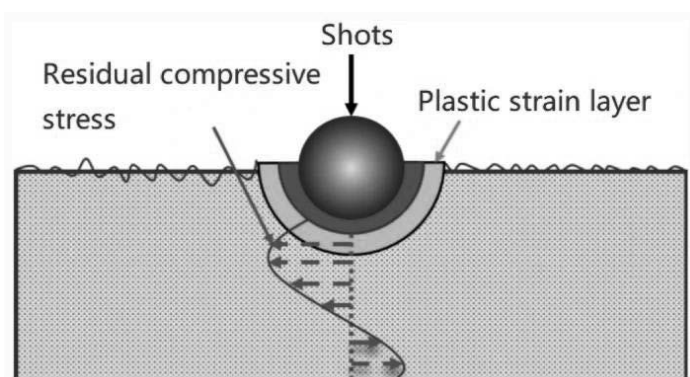
Oceľ C55 má tiež označenie STN 41 2060. Ako už napovedá názov, ide o oceľ s obsahom uhlíka 0,6 %, ktorá sa radí medzi stredneuhlíkovú a používa sa na výrobu hriadeľov, ozubených kolies, vretien, čapov, ozubených vencov a iných konštrukčných súčastí. Tieto mechanické súčiastky bývajú často vystavené vysokému treniu a opotrebeniu [2]. Z toho dôvodu je veľmi dôležité neustále skúmať, ako sa dá znížiť opotrebenie vplyvom trenia, prípadne naopak ako zvýšiť koeficient trenia, napr. pedále automobilu, aby nedochádzalo k sklzu nohy s pedálom.

Preto bývajú často krát podrobené procesu povrchového spevňovania, s cieľom zlepšenia únavových a tribologických vlastností.

Z hľadiska zvyškových napätí je možné napätia rozdeliť na tlakové a ťahové. Ťahové napätia majú negatívny vplyv na únavovú životnosť a maximálne mechanické zaťaženie, pretože dochádza rýchlejšiemu vzniku trhliny. Opačom sú tlakové zvyškové napätia, ktoré pozitívne vplyvajú na zlepšenie únavových vlastností a opotrebovaní materiálu. Najefektívnejší vplyv na zvýšenie tlakových zvyškových napätí má metóda shot peening, čo v preklade znamená tryskanie. Metóda shot peening sa rozdeľuje na vysoko energetický shot peening – SSP a konvenčný shot peening - CSP. Tieto metódy sa líšia rôznymi parametrami, ako sú napríklad pokrytie alebo intenzita tryskania. Taktiež veľký účinok na výsledný efekt má aj druh tryskacieho média. Metóda shot peening býva často predmetom výskumu, pretože je veľa parametrov, ktoré ovplyvňujú finálny efekt. Cieľom príspevku je stanoviť vplyv tryskania povrchu (t.j. shot peeningu) konštrukčných ocelí na ich tribologické vlastnosti [3].

2. SHOTPEENING

Rôzne súčiastky v leteckom, automobilovom alebo strojárskom priemysle bývajú vystavované únavovému zaťaženiu. V prípade, že súčiastka obsahuje ťahové zvyškové napätia, je to dokonalý predpoklad na vznik trhlín, prípadne korózie pod zaťažením. Únava materiálu sa skúma už veľa rokov a hľadajú sa efektívne riešenia ako ju zlepšiť. Počas dlhých rokov výskumu sa prišlo nato, že shot peening je veľmi efektívna metóda, ktorá zvyšuje únavovú životnosť. Shot peening, alebo inak povedané tryskanie, je proces, ktorý sa vykonáva za studena a jeho podstata spočíva v tryskaní určitého tryskacieho média na povrch súčiastky (obr. 1).



Obr. 1. Povrchové spevňovanie [3]

Figure 1. Surface strengthening [3]

Keď tryskacie médium zasiahne povrch súčiastky, vytvorí sa malý zárez, ktorý natiadne povrch súčiastky a vznikne povrchové napätie. V súčiastke dôjde k zjemneniu zrna a k nárastu dislokačnej hustoty [4]. Niekedy sa stáva, že vplyvom tryskania môže dôjsť k fázovým zmenám v materiály. Napr. môže nastať jav, kedy sa vplyvom tryskania zvyškový austenit v oceli transformuje na martenzit, a tak dôjde k zvýšeniu tvrdosti [4]. V prípade, že médium naďalej naráža na súčiastku, dochádza k deformácii po celom povrchu a na povrchu sa vytvorí súvislá vrstva tlakového napätia. Takto sa nahradia ťahové napätia na povrchu súčiastky tlakovými napätiami. Tlaková vrstva priaznivo pôsobí na únavovú životnosť, pretože zastavuje

šírenie trhlín a vznik korózie pod napätím. Povrchové tlakové napätie (obr. 1) zaručuje, že súčiastka bude odolná voči praskaniu, odieraniu a erózii [5].

Od použitia tryskacieho média závisí finálna podoba povrchu materiálu. Výber tryskacieho média závisí hlavne od účelu tryskania, či sa ide povrchovo spevňovať, upravovať povrch alebo čistiť.

- Ostrohranné tryskacie médium zanecháva ostré záseky na povrchu súčiastky. Používa sa najmä na čistenie povrchu, kde ostré hrany odrezávajú povrchové usadeniny, ale aj k dosiahnutiu požadovanej drsnosti.
- Gul'ovité tryskacie médium sa používa na spevňovanie povrchu. Mali by byť relatívne hladké.
- Sekaný drôt sa vyrába z oceľového drôtu, ktorý ma pevnosť od 1600 - 2200 MPa [4].

3. TRIBOLÓGIA

Tribológiu je možné charakterizovať ako multidisciplinárnu vedu, ktorá sa zaoberá opotrebovaním, trením a mazaním povrchov napríklad konštrukčných súčiastok. Taktiež sa zaoberá tým, ako sa vzájomné povrchy a iné tribologické prvky chovajú pri relatívnom pohybe v prirodzených a umelých systémoch. Názov tribológia vznikol vďaka Petrovi Jostovi, ktorý v roku 1966 napísal článok „Tribológia je veda a technológia o interagujúcich povrchoch v relatívnom pohybe a o praktikách s tým súvisiacich“. Tribológia zahŕňa rôzne vedy od strojárstva, materiálového inžinierstva, chemického inžinierstva, fyziky a matematiky. Je to veľmi široký odbor, a preto aj veľmi zaujímavý, ale zložitý. Cieľom tribológie je pochopenie interakcii medzi povrchmi, aby sa dosiahlo zníženie trenia a opotrebovania. S tribológiou sa je možné stretnúť v produktoch alebo zariadeniach, ktoré pravidelne používame. Jedná sa o produkty, prípadne procesy, ktoré sa používajú napr. v športe, zdravotníctve a pod. V niektorých prípadoch je požiadavka trenie maximalizovať, napr. na podrážke topánky, aby nedochádzalo k pošmyknutiu. V inom prípade môžu byť požiadavky opačné, t.j. cieľom je trenie minimalizovať, napr. v klznej časti lyží [6].

Väčšina mechanických komponentov obsahuje jednu alebo viac pohyblivých častí. Z toho vyplýva, že sa nejaký povrch pohybuje voči inému povrchu, takže prebieha tribológia. V niektorých komponentoch je účel dosiahnuť minimálny odpor proti kĺzaniu, prípadne odvaľovaniu v dôsledku minimálnych strát energie. Naopak, v iných komponentoch, ako sú brzdy a spojky, je snaha zabezpečiť maximálny klzný odpor, aby sa obmedzili relatívne pohyby [7].



Obr. 2. Príklady súčiastok s požiadavkou na minimálne a maximálne trenie [7]

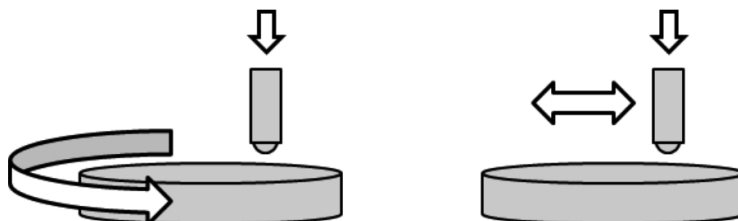
Figure 2. Examples of parts with minimum and maximum friction requirements [7]

V dôsledku trenia vzniká opotrebovanie, čím dochádza k porušovaniu povrchových vrstiev. To má za následok zhoršenie funkčných vlastností materiálu a v konečnom dôsledku dochádza

k narušeniu celého systému. Preto je potrebné, už pri konštruovaní zohľadňovať poznatky tribológie.

Trenie sa meria pomocou tribometra. Na tomto prístroji sa vyhodnocuje bočná sila (trenie) a normálová sila (zaťaženie) pri vzájomnom pohybe dvoch telies. Na

Obr. 3 je možné vidieť možnosti pohybu dvoch telies voči sebe. Pohyb môže byť alebo rotačný, kedy sa jedno teleso pohybuje po kruhovej dráhe voči druhému alebo sa jedno teleso posúva tam a späť voči druhému [8].

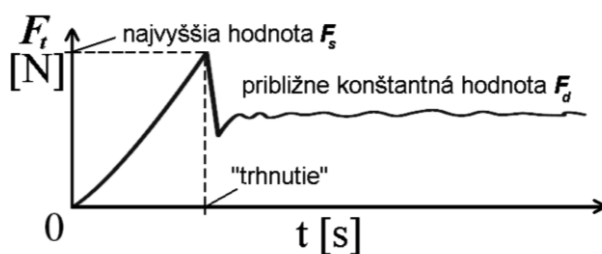


Obr. 3. Znáznornenie možnosti pohybu telies voči sebe na tribometri [8]

Figure 3. Representation of the possibility of movement of bodies relative to each other on a tribometer [8]

3.1 Trenie

Odpor voči relatívnemu pohybu je možné definovať ako trenie. Sily, ktoré spomaľujú pohyb po povrchu súčastky sa nazývajú trecie. Na vygenerovanie trecej sily je potrebné, aby na seba navzájom pôsobili povrchové atómy interagujúcich telies. Veľkosť odporu závisí od materiálov, geometrie a povrchových vlastností telies, prípadne prevádzkových podmienok a prostredia. Keď sa jeden materiál začne pohybovať po druhom, najskôr dôjde ku krátkodobému spojeniu a potom k sklzu stykových plôch. Pri samotnom uvádzaní telesa do pohybu je trecia sila vždy väčšia, ako keď je teleso v pohybe, čo je možné vidieť na obr. 4 [8].



Obr. 4. Priebeh trecej sily [9]

Figure 4. Course of friction force [9]

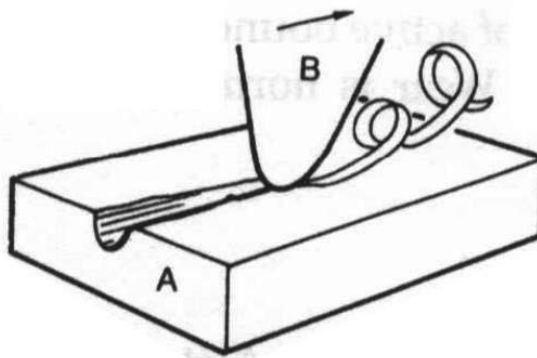
Dôležitým ukazovateľom odolnosti materiálov proti opotrebovaniu je tzv. koeficient trenia. Menší koeficient trenia predstavuje menšie opotrebenie. Podľa toho pri akom pohybe trenie vzniklo, je ho možné rozdeliť buď na šmykové trenie alebo valivé. Pri posuvnom pohybe vzniká šmykové trenie a pri valivom pohybe valivý odpor. Keď nepravidelnosti na povrchu do seba zapadajú a odporujú recipročnému pohybu telies, vzniká šmykové trenie. Valivé trenie

vzniká pri valivom pohybe jedného telesa po druhom telese. Hlavným zdrojom trenia pri valivom odpore je energia, ktorá sa podieľa na deformácii telies [8-9].

3.2 Opotrebenie

Vo všeobecnosti sú povrchové interakcie spájané s materiálovými vlastnosťami, podmienkami kontaktu, konštrukčným riešením, podmienkami prevádzky, chemickým, chemicko-tepelným spracovaním materiálu a majú za následok stratu energie (trenie) a materiálové straty (opotrebenie). Opotrebenie je možné definovať ako stratu materiálu, ktorá je spôsobená najčastejšie trením medzi dvoma funkčnými povrchmi, prípadne medzi určitým médiom a funkčným povrchom. Málokedy sa stáva, že sa dve pevné telesa po sebe kĺžu, alebo medzi nimi dochádza k dotyku bez straty materiálu. Ide o univerzálny jav, ktorý je súčasťou každodenného života. Ceruzka sa opotrebuje po sklznutí po papieri, koľajnica sa opotrebuje vplyvom odvaľovania kolies vlaku. Iba živé veci napr. svaly, kosti, kĺby je možné považovať za imúnne voči trvalému poškodeniu, ktoré je spôsobené opotrebovaním, pretože majú schopnosť regenerácie. Pri opotrebovaní v strojárskych praxi rozlišujeme opotrebenie adhezívne, abrazívne, erozívne, kavitačné, únavové, vibračné [10].

Príčinou porúch, ktoré môžu byť vyvolané účinkom častíc pôsobiacich na povrchoch, je abrazívne alebo erozívne opotrebenie. Abrazívne opotrebenie je vyvolané prítomnosťou tvrdých častíc medzi funkčnými povrchmi, ktoré sú v relatívnom pohybe. Vyskytuje sa pri klzných dvojiciach, kde vznikajú tvrdé nečistoty medzi nedostatočne utesnenými funkčnými povrchmi. Abrazívne opotrebenie taktiež vzniká ak pri relatívnom pohybe dvoch telies vnikajú nerovnosti povrchu tvrdšieho telesa B do povrchu telesa mäkkšieho A. Typickým poškodením povrchu pri abrazívnom opotrebení sú ryhy (obr. 5) [10].



Obr. 5. Abrazívne opotrebenie [10]

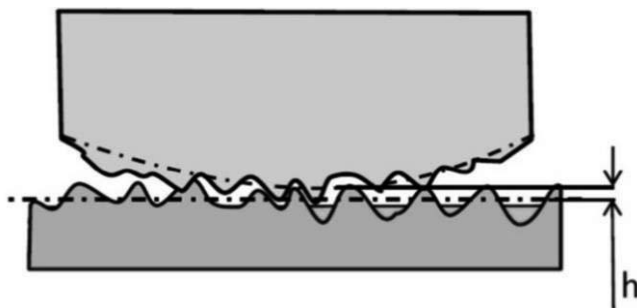
Figure 5. Abrasive wear [10]

3.3 Mazanie

Mazanie je možné definovať, ako aplikáciu maziva (lubrikantu) medzi pohyblivými povrchmi, ktoré sú v kontakte za účelom zníženia trenia a opotrebovania. Mazivo je látka, ktorá sa používa aby sa zmenšilo trenie medzi povrchmi alebo predmetmi. Mazivo môže byť buď tekutá, tuhá, prípadne plastická látka. Kvapalné mazanie zaručuje, že odpor voči šmyku je v dôsledku viskozity menší, ako pri suchom kĺzaní. Výkon mazaného kontaktu je do určitej miery riadený viskozitou. Viskozita je odpor tekutiny voči tečeniu, respektíve vyjadruje

vnútorné trenie kvapaliny. Mazivá sa dajú rozdeliť, na tekuté (oleje), polotuhé (tuky, silikónové gély), alebo tuhé (teflon, grafit) a plynné. Mazivá zložené z oleja obsahujú aditíva, ktoré zlepšujú vlastnosti základného oleja. Množstvo prísad závisí druhu oleja a aplikácie, na ktorú má byť použitý [11].

Pri hraničnom mazaní sú valivé a klzné telesá oddelené len niekoľkými vrstvami molekúl maziva a hrúbka filmu sa pohybuje od 1 do niekoľkých desiatok nanometrov (obr. 6). Hraničné mazanie sa využíva tam, kde neje možné vytvoriť, prípadne udržať tekutý film v dôsledku veľkého zaťaženia, nízkej rýchlosti, respektíve nedostatočného prísunu maziva. V reálnej praxi sa chcú konštruktéri hraničnému mazaniu vyhnúť všade tam, kde je to možné. Je to z toho dôvodu, že trenie počas hraničného mazania je na vysokej úrovni. Najväčšie trenie vzniká pri spúšťaní a vypínaní strojov. Dôležitým faktorom pri optimalizácii medzného mazania je zvolenie správnej viskozity maziva. Mazivá, ktoré majú príliš nízku viskozitu spôsobia, že kovové povrchy nie sú od seba oddelené a dochádza ku kontaktu kov na kov. Naopak mazivo s veľmi vysokým molekulárnym trením oleja má za následok, že vrstvy oleja klžu jedna po druhej a tým sa zvyšujú prevádzkové teploty a straty energie. Aby sa zabránilo tomuto javu, je možné použiť mazivo, ktoré obsahuje aditíva proti opotrebovaniu a extrémnemu tlaku. Toto mazivo pri reakcii dvoch povrchov za vysokej teploty a tlaku vytvorí tvárny film na povrchu kovu. Tento film ma obetný charakter, čiže keď kovové povrchy rolujú po sebe opotrebuje sa chemický film a nie kovový povrch súčiastky [12].



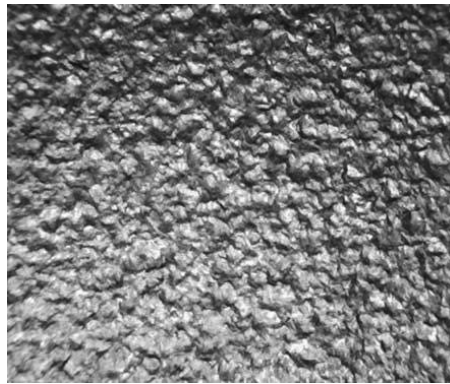
Obr. 6. Hraničné mazanie [13]

Figure 6. Boundary lubrication [13]

3.4 Trenie a opotrebenie povrchov po tryskaní

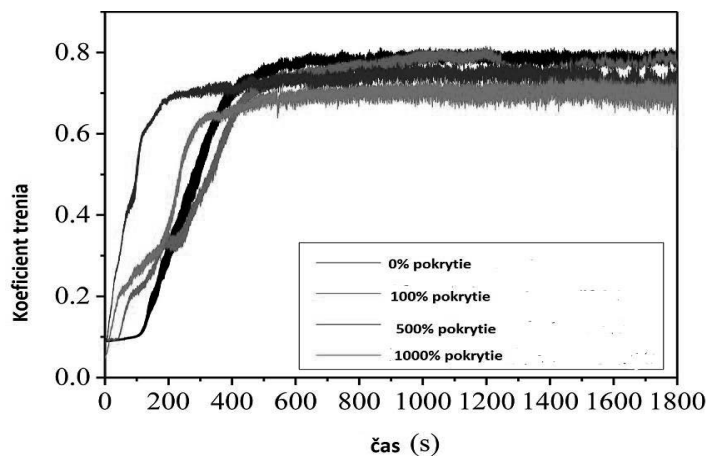
Veľkosť trenia a opotrebovania je jedným z najdôležitejších faktorov pri výbere materiálu. Vznik opotrebenia sa často vyskytuje vo vysokovýkonných nápravových prevodoch v dôsledku veľkého zaťaženia, vysokých krútiacich momentov a slabého mazania. V prevodových systémoch sa opotrebovanie prejaví v znížení životnosti a hlučnosti. Ak dôjde k opotrebovaniu povrchu zubov, môže to ovplyvniť kontakt ozubených kolies. V dôsledku toho sa zmení rozloženie napätia a zaťaženia v ozubených kolesách a to sa môže prejaviť vo výskyte iných porúch.

Opotrebenie obrobkov je citlivé na vlastnosti povrchu, ako je zvyškové napätie, drsnosť povrchu, tvrdosť, mikroštruktúra atď. Aj keď proces tryskania sa používa najmä na zvýšenie odolnosti voči únave, zistilo sa, že veľký význam má aj pri zlepšení voči opotrebeniu a prenose tepla. Po tryskaní sa v materiáli vytvorí plastická deformácia, ktorá sa prejaví vo forme jamiek. Obr. 7 dokumentuje jamky po tryskaní [14].



Obr. 7. Povrch tryskaného materiálu [15]
 Figure 7. The surface of the sprayed material [15]

Tieto jamky slúžia ako zachytávače maziva. Ich prítomnosť zvyšuje hydrodynamické mazanie a tak dochádza k oddeleniu kontaktných plôch. Taktiež vysoké pokrytie tryskania zaručuje zníženie koeficientu trenia (obr. 8). Pokrytie je možné definovať, ako percento plochy, ktorá bola tryskaná v danom čase k percentu celkovej plochy. Je dôležité poznamenať, že ak by sa ale tryskaná súčiastka použila bez maziva, koeficient trenia by stúpol. Tento prípad je priaznivý tam, kde chceme dobrý kontakt s povrchom, napr. pedál automobilu, valčekové dopravníky [1].



Obr. 8. Závislosť koeficientu trenia od pokrytia tryskania [16]
 Figure 8. Dependence of the friction coefficient on the jet coverage [16]

4. ZÁVER

Tribológia je veľmi dôležitá veda z hľadiska konštruktérskych a technologicko – materiálových riešení. Vhodnou aplikáciou či už povlakov alebo povrchovou úpravou, možno ovplyvniť tribologické vlastnosti.

Tryskanie ma veľký vplyv na zmenu koeficientu trenia. Okrem zvyškových napätí sa mení aj topografia povrchu z dôvodu vzniku plastickej deformácie. Plastická deformácia vyvoláva v materiáli dislokácie a tak dochádza k spevňovaniu materiálu. Vplyvom tryskania môže nastať

jav, kedy sa zvyškový austenit transformuje na martenzit a tak dôjde k zvýšeniu tvrdosti v povrchovej vrstve ocele. To má za následok zníženie opotrebovania súčiastky.

Podľa názoru viacerých výskumníkov je možné zlepšovaním tribologických vlastností predĺžiť životnosť súčiastky. Ovplyvňovaním životnosti súčiastky sa zníži počet náhradných dielov a tým pádom sa nebude plývať surovinami pre výrobu materiálov a menej enviromentálne zaťažovať planétu. Taktiež sa to prejaví v znížení počtu recyklovaných kusov.

POĎAKOVANIE

Príspevok vznikol v rámci riešenia spoločného slovensko-poľského projektovo orientovaného vzdelávania - PBL, v súťaži VIII v rámci programu Iniciatíva excelentnosti – Politechnika Śląska, Gliwice ako výsledok spolupráce medzi Politechnikou Slaskou (Poľsko) a Žilinskou univerzitou v Žiline a projektu KEGA č. 004ŽU-4/2023.

LITERATÚRA

1. M. Babić, S. Mitrović, D. Adamović, D. Džunic, F. Živić, The Effect of Shot Peening on Tribological Behavior of Alloyed, <https://www.shotpeener.com/library/pdf/2011074.pdf>
2. <http://www.tprom.cz/wiki/ocel/12060>
3. E. Maleki, S. Bagherifard, O. Unal, M. Bandini, G. Farrahi, M. Guagliano, Introducing gradient severe shot peening as a novel mechanical surface treatment. <https://www.nature.com/articles/s41598-021-01152-2>
4. M. Ábel, J. Brezinová, D. Draganovská, Vlastnosti povrchu predupraveného tryskaním, <https://www.sjf.tuke.sk/transferinovacii/pages/archiv/transfer/6-2003/pdf/84-87.pdf>
5. https://www.upce.cz/sites/default/binary_www_old/fcht/uchtml/12-onhop/studijni-materialy/mater-vstrojar-vyrobe.pdf
6. https://www.stle.org/files/What_is_tribology/Tribology_Everyday.aspx
7. https://www.stle.org/files/What_is_tribology/Tribology_Applications.aspx
8. https://www.stle.org/files/What_is_tribology/Tribology_Friction.aspx
9. <https://fyzika.uniza.sk/wpcontent/uploads/2020/09/05.pdf>
10. <http://mtfdca.szm.com/subory/opotrebenie.pdf>
11. <https://www.ggbearings.com/en/tribou/tribology#:~:text=Tribology%20is%20the%20science%20of,in%20natural%20and%20artificial%20systems>
12. F. Sadeghi, Tribology and Dynamics of Engine and Powertrain. Woodhead Publishing, 2010.
13. T. Obán, Tribologie pístních kroužků spalovacích motorů: Bakalářská práce. VUT Brno 2014.
14. O. Unal, R. Varol, Wear behaviour of low carbon steel after severe shot peening. 2013, <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/1433075X13Y.0000000106>
15. http://www.uk-finishing.org.uk/N-COAT70/mech_surf_treat.htm
16. H. Yan, P. Zhu, Z. Chen, H. Zhang, Y. Zhang, Effect of shot peening on the surface properties and wear behavior of heavy-duty-axle gear steels. <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2238785421015696>.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Zastosowanie analizy MES do wydruków modeli 3D

D. Szalaty^a, D. Biela^a, K. Sośniak^a, M. Ścieszka^a, M. Polok-Rubinięc^b, A. Kania^b,
A. Włodarczyk-Fligier^b

^a Studenci kierunków Mechanika i Budowa Maszyn oraz Inżynieria Produkcji i Zarządzanie na Wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej
email: dawisza786@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

Streszczenie: W artykule dokonano analizy MES dla zagadnień przestrzennych. Następnie zaproponowano 3 modele o różnych strukturach wypełnień, które zostaną wytworzone technologią druku 3D i zastosowane w medycynie. Każdy z modeli spełnia określone założenia, jest skonstruowany z materiału PLA, a badania MES pozwoliły określić najlepszy sposób wypełnienia modelu.

Abstract: The article discusses three-dimensional FEM analysis for 3 models with different filling structures. Models are meant to be used in medicine. Every model fulfills the assumptions, is made of PLA material, and FEM analysis helped define the best filling structure.

Słowa kluczowe: druk 3D, PLA, analiza MES, CAE, CAD

1. WSTĘP

Druk 3D coraz częściej znajduje swoje zastosowanie w medycynie. Drukowane są między innymi ortozy oraz implanty. Aby mieć pewność, że skonstruowany model będzie spełniał ustalone założenia dotyczące wytrzymałości podczas jego eksploatacji, często wykorzystuje się analizę MES (Metoda Elementów Skończonych) przy użyciu oprogramowania do komputerowego wspomaganie prac inżynierskich CAE (Computer-aided Engineering). W trakcie analizy MES otrzymuje się istotne informacje dotyczące modelu takich, jak, na przykład naprężenia, przemieszczenia, a także przepływ ciepła i cieczy.

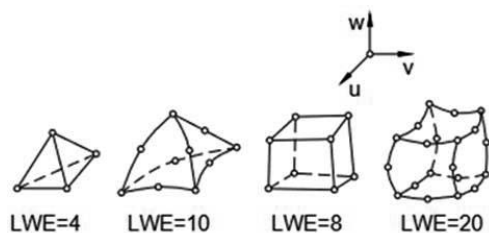
Metoda elementów skończonych jest metodą numerycznego rozwiązywania problemów brzegowych, która polega na zastosowaniu interpolacji (jedno-, dwu- lub trójwymiarowej) poszukiwanej funkcji, na dyskretnym zbiorze jej węzłów powstających w wyniku dyskretyzacji dziedziny jej określoności na tzw. elementy skończone [1,2].

2. ANALIZA MES

2.1. MES dla zagadnień przestrzennych

W rozwiązywaniu zagadnień przestrzennych obiekt dzieli się na trójwymiarowe elementy skończone o określonej liczbie węzłów (LWE), których przykłady pokazano na rysunku 1. Proces ten nazywany jest dyskretyzacją. Dokładność dyskretyzacji badanego modelu numerycznego wzrasta zgodnie z [3]:

- dokładnością przyjętych funkcji kształtu, która zależy od ilości węzłów w elemencie,
- wzrostem liczby elementów skończonych generowanych w rozważanym układzie.



Rysunek 1. Przykłady trójwymiarowych elementów skończonych [4]

Figure 1. Examples of three dimensional FEM elements [4]

Dwu- i trójwymiarowe problemy teorii sprężystości w MES formułowane są dzięki twierdzeniu o minimum całkowitej energii potencjalnej. Jest ona określona wzorem (1) [4-6]:

$$V = U - W_z = \frac{1}{2} \int_{\Omega} \sigma_{ij} \varepsilon_{ij} d\Omega - \int_{\Omega} X_i u_i d\Omega - \int_{\Gamma} p_i u_i d\Gamma \quad (1)$$

gdzie: Ω – obszar zajmowany przez ciało, Γ – brzeg obszaru, ε_{ij} – tensor stanu odkształcenia, σ_{ij} – tensor stanu naprężenia, u_i – pole przemieszczeń, p_i – obciążenie brzegowe, X_i – siły objętościowe.

Po przekształceniach równanie metody elementów skończonych dla e-tego elementu przyjmuje postać (2) [4-6]:

$$[K^e]\{u^e\} = \{Q^e\} \quad (2)$$

gdzie: $[K^e]$ – macierz sztywności elementu skończonego, $\{Q^e\}$ – macierz sił węzłowych.

2.2. Analiza MES w systemach CAE/CAD

Obecnie metoda elementów skończonych zazwyczaj powiązana jest z oprogramowaniem komputerowym, a konkretnie z systemami CAE i CAD (computer-aided design). Zintegrowanie MES z takim oprogramowaniem sprawia, iż praca projektanta staje się znacznie efektywniejsza, dzięki możliwości zastosowania jednego oprogramowania, zarówno w celu projektowania (modelowania konstrukcji), jak i wykonywania analiz inżynierskich. Analizę

MES wykonywaną przy pomocy oprogramowania komputerowego przeprowadza się według określonego schematu, którego etapy przedstawiono poniżej [7].

- Etap I – przygotowanie geometrii

Model geometryczny poddany analizie MES nie musi być dokładnym odzwierciedleniem obiektu rzeczywistego. Wszystkie konstrukcje inżynierskie są obiektami trójwymiarowymi, pomimo tego analiza MES może zostać przeprowadzona za pomocą elementów prętowych lub przy wykorzystaniu modeli dwuwymiarowych. Dodatkowo badany model geometryczny może zostać uproszczony przez usunięcie drobnych szczegółów obiektu rzeczywistego nieistotnych z punktu widzenia celu analizy. Uproszczenia takie pozytywnie wpływają na czas analizy oraz często korzystnie wpływają na dokładność obliczeń.

- Etap II – przypisanie warunków brzegowych

Rozwiązywanie modeli MES możliwe jest dopiero po uprzednim uwzględnieniu przemieszczeniowych warunków brzegowych zgodnych z rzeczywistym podparciem konstrukcji. Proces ten związany jest z odebraniem badanemu obiektowi takiej liczby stopni swobody, aby uniemożliwić mu poruszanie się jako ciało swobodne, a jednocześnie nie ograniczać swobody deformacji. Na etapie tym wprowadzane są również odpowiednie wymuszenia wpływające na analizowaną konstrukcję. Przykładami takich wymuszeń mogą być obciążenia mechaniczne lub termiczne.

- Etap III – wybór elementu skończonego

Analiza modelu geometrycznego za pomocą metody elementów skończonych wymaga wyboru właściwego elementu skończonego, który posłuży do obliczeń. Dokładniejsze rozwiązania obliczeń uzyskuje się w przypadku wyboru elementu skończonego, który na krawędziach posiada więcej niż dwa węzły. Większa liczba węzłów na krawędzi elementu pozwala bowiem na bardziej szczegółowe odwzorowanie krzywoliniowego brzegu ciała oraz dokładniejszą aproksymację pola przemieszczeń wewnątrz elementu.

- Etap IV – dyskretyzacja modelu

Przedostatnim etapem przed wykonaniem obliczeń jest dyskretyzacja, polegająca na utworzeniu siatki obliczeniowej na geometrii analizowanego modelu. Siatka zbudowana z elementów o jednakowych rozmiarach oraz o równomiernej gęstości zwykle niekorzystnie wpływa na uzyskiwane rozwiązania, powodując wzrost błędu obliczeń numerycznych. Analizując model geometryczny wymaga się zagęszczenia dyskretyzacji w obszarach szczególnie narażonych na koncentracje naprężeń, uzyskując w ten sposób wyniki bardziej dokładne.

- Etap V – obliczenia i analiza wyników

Ostatnim etapem związanym z analizą MES jest interpretacja wyników obliczeń. Korzystając z MES należy zwrócić uwagę, że uzyskane wyniki obliczeń są wartościami przybliżonymi oraz często są obciążone błędem, który zależy od wielu czynników. Konieczna jest więc znajomość czynników powodujących te błędy, aby uniknąć ewentualnych pomyłek przy analizie i interpretacji wyników.

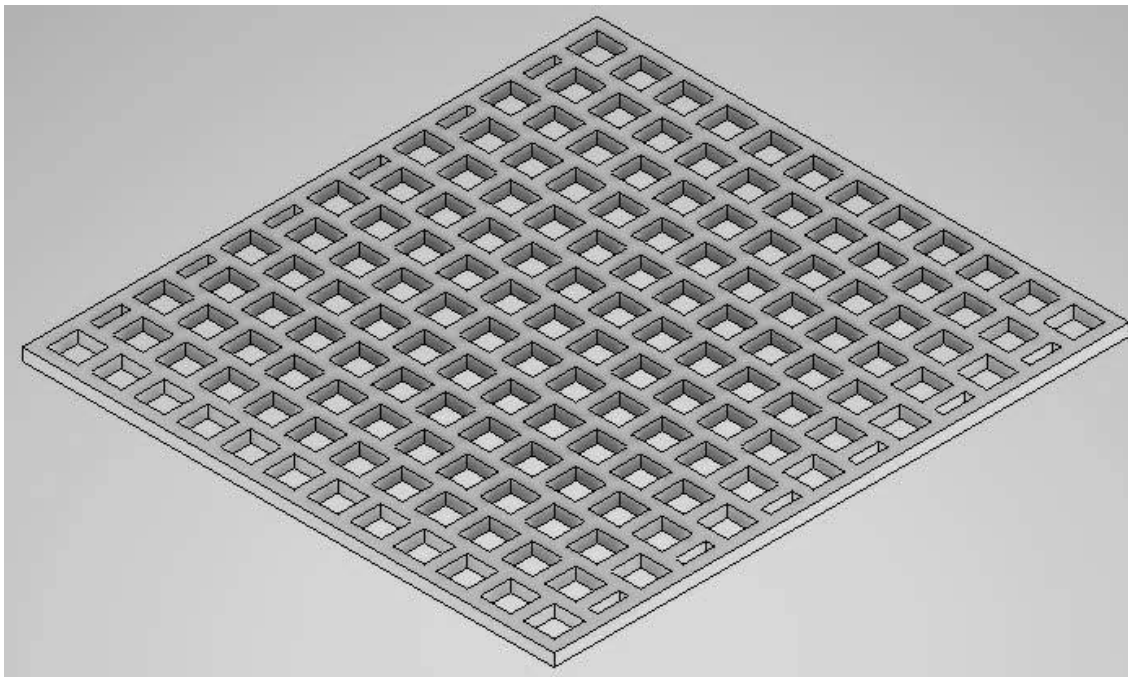
3. BADANIA WŁASNE

3.1. Tworzenie modeli przy użyciu CAD

Tworzenie modeli odbyło się w środowisku programu Inventor, który jest podstawowym programem komputerowym typu CAD, rozpowszechnianym przez firmę Autodesk. Program ten umożliwia parametryczne modelowanie trójwymiarowych części oraz złożeń, w celu opracowania gotowego projektu konstrukcji (urządzenia). Na podstawie gotowego modelu trójwymiarowego, oprogramowanie pozwala na wykonanie dokumentacji technicznej oraz na przeprowadzenie wielu analiz, między innymi analizy wytrzymałościowej MES.

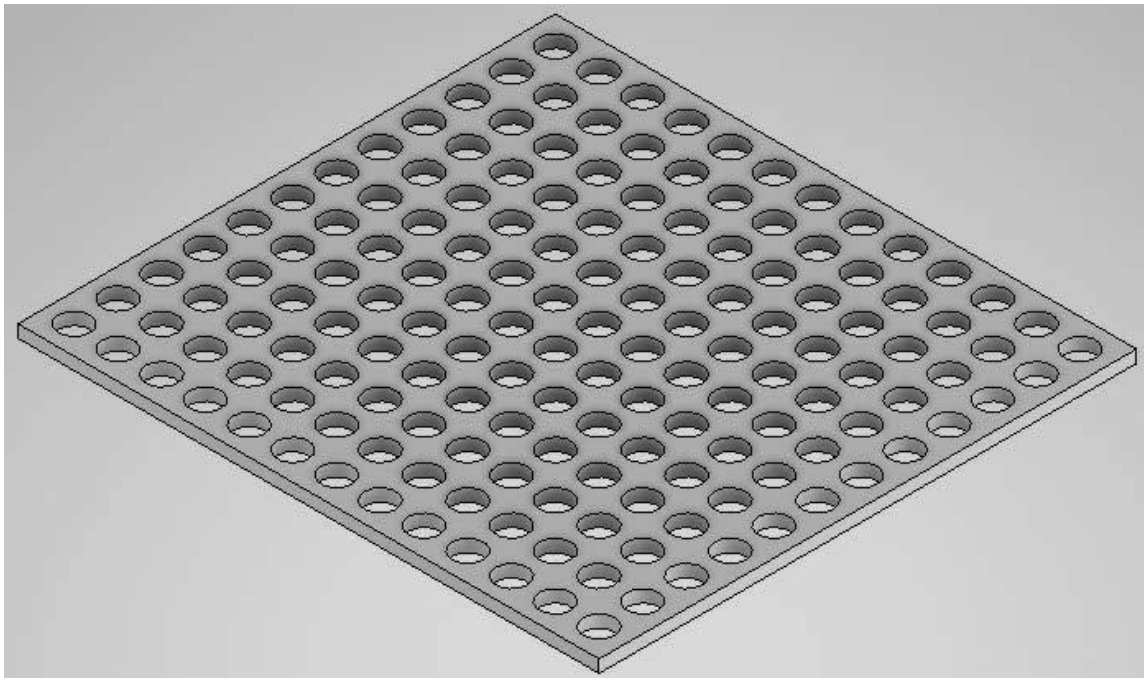
Zaproponowano 3 modele o różnych sposobach wypełnienia, w celu zbadania zmian wyników zależnych od określonej struktury. Szczególnie ważne było zachowanie identycznych wymiarów opisujących figury geometryczne wypełniające model oraz ustawienie jednakowej grubości ścianek, równej 2 mm.

W pierwszym przypadku zaproponowano strukturę zachodzących na siebie kwadratów w połowie ich długości. Każdy kwadrat miał wymiary 10x10 mm. W drugim modelu wykonane zostały otwory o średnicy 10 mm, natomiast w trzecim modelu zastosowano sześciokąty foremne o przekątnych 10 mm w formie „plastra miodu”. Wszystkie modele zostały przedstawione na rysunkach 2-4:



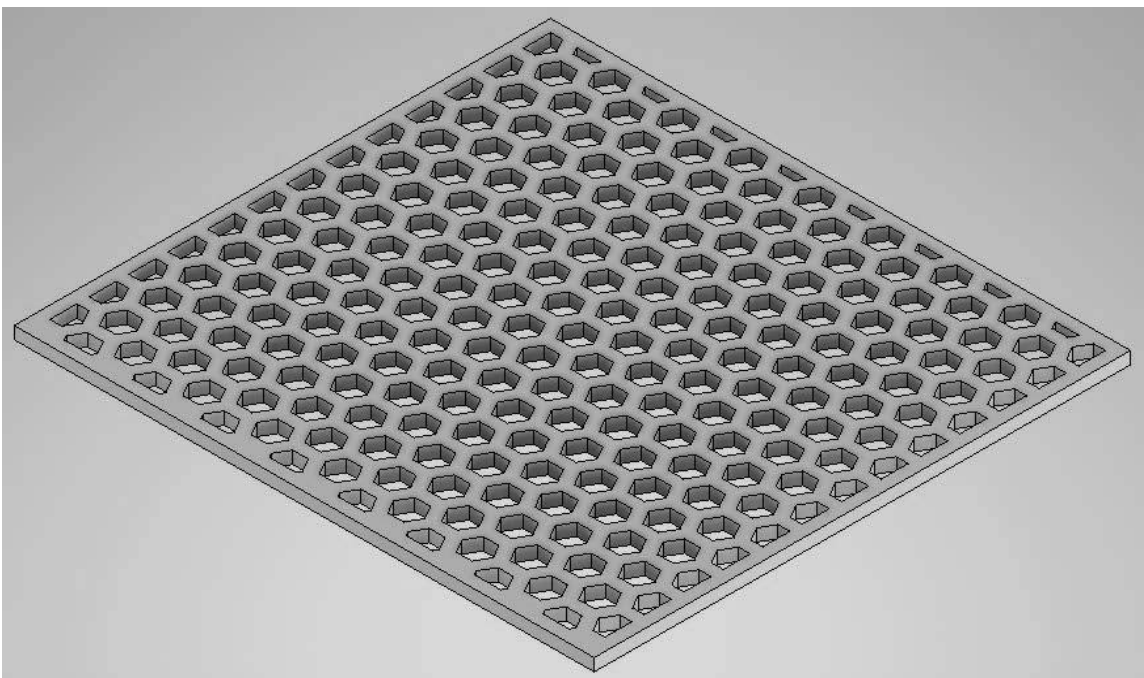
Rysunek 2. Graficzne przedstawienie modelu 1

Figure 2. Graphical representation of the model 1



Rysunek 3. Graficzne przedstawienie modelu 2

Figure 3. Graphical representation of the model 2



Rysunek 4. Graficzne przedstawienie modelu 3

Figure 4. Graphical representation of the model 3

3.2. Parametry wejściowe analizy MES

Ze względu na postać modeli oraz sposób ich obciążenia, model obliczeniowy dla każdego z nich został utworzony za pomocą liniowych elementów czworosiecznych definiowanych przez cztery węzły narożne, połączone sześcioma prostymi krawędziami. Utworzona siatka została dodatkowo zagęszczona w miejscach przewężeń i ostrych załamania, czyli w obszarach najbardziej narażonych na koncentrację naprężeń. Parametry dotyczące ustawień siatki znajdują się w tabelicy 1.

Tablica 1. Ustawienia wielkości siatki

Table 1. Grit size settings

Srednia wielkość elementu	0,1
Minimalna wielkość elementu	0,2
Współczynnik gradacji	1,5

Zdefiniowano również siłę wywierającą nacisk na środkową, górną część modelu o wartości 100 [N] oraz określono wiązania nieruchome dla 4 bocznych ścian modelu. Ostatnim etapem, przed analizą MES było ustalenie szczegółowych własności materiałowych określających polilaktyd (PLA), którego parametry zestawiono w tabelicy 2.

Tablica 2. Własności materiałowe PLA

Table 2. Material properties of the PLA

Moduł Younga [GPa]	3,5
Współczynnik Poissona	0,33
Moduł Kirchhoffa [MPa]	1202
Gęstość [g/cm ³]	1,3
Granica plastyczności [MPa]	45
Wytrzymałość na rozciąganie [MPa]	60

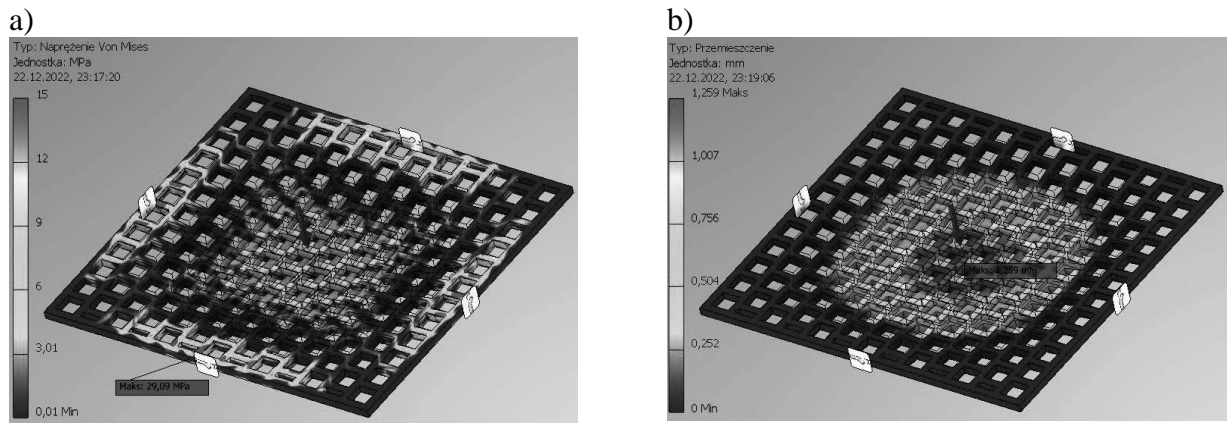
3.3. WYNIKI ANALIZY

Analiza MES pozwoliła uzyskać wartości naprężeń Von Misses'a, przemieszczeń oraz współczynnika bezpieczeństwa. Zaobserwowano, iż największe naprężenia dla każdego z modeli występują blisko ich zewnętrznych krawędzi, w okolicach punktów utwierdzenia. Wysoką wartość naprężenia zauważyć można również w miejscu przyłożenia siły. Największe przemieszczenia widoczne są w środkowej części modeli. Ich wartość znacznie maleje odwrotnie proporcjonalnie do odległości od przyłożenia siły. Przeprowadzona analiza pozwoliła również wyznaczyć współczynnika bezpieczeństwa. Wyniki graficzne wszystkich przeprowadzonych analiz przedstawiono na rysunkach 5-7, zaś wartości liczbowe zestawiono w tabelicy 3.

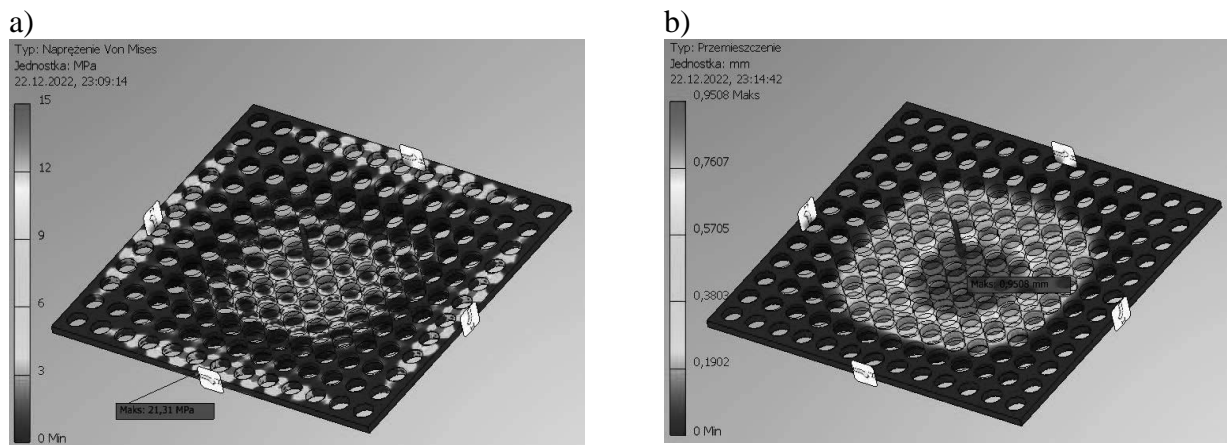
Tablica 3. Wartości parametrów uzyskane analizą MES

Table 3. Parameter values obtained by FEM analysis

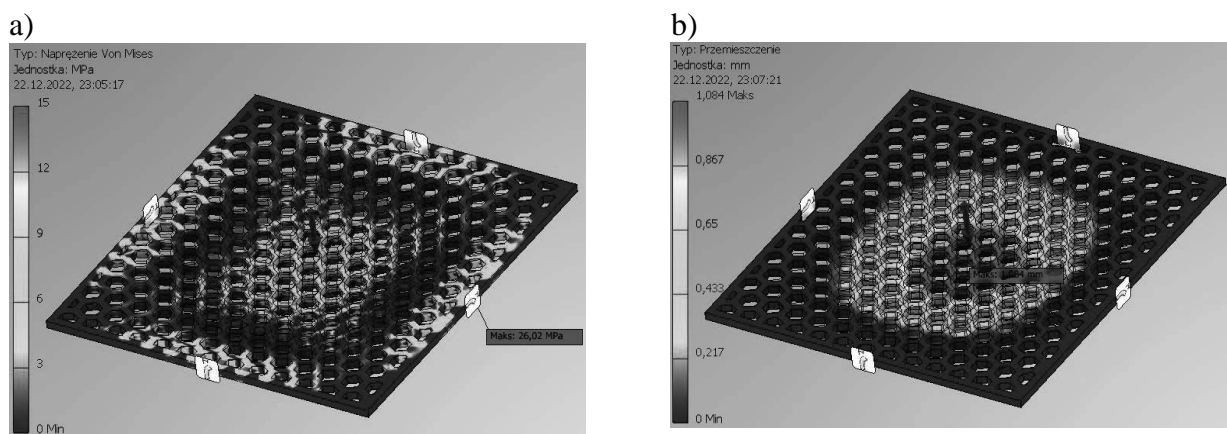
Model	1	2	3
Maks naprężenia główne [MPa]	29,09	19,58	26,02
Maks przemieszczenie [mm]	1,26	0,95	1,08
Min współczynnik bezp.	1,2	2,11	1,55



Rysunek 5. Graficzne wartości naprężeń (a) oraz przemieszczeń (b) dla modelu 1
 Figure 5. Graphical stress (a) and displacements (b) results for model number 1



Rysunek 6. Graficzne wartości naprężeń (a) oraz przemieszczeń (b) dla modelu 2
 Figure 6. Graphical stress (a) and displacements (b) results for model number 2



Rysunek 7. Graficzne wartości naprężeń (a) oraz przemieszczeń (b) dla modelu 3
 Figure 7. Graphical stress (a) and displacements (b) results for model number 3

4. PODSUMOWANIE

Wykorzystanie oprogramowania CAD oraz CAE pozwoliło na parametryczne modelowanie trójwymiarowych części i analizę wytrzymałościową MES. Z badań wynika, iż model 2 z otworami o średnicy 10 mm cechuje się najniższymi wartościami naprężeń Von Mises'a oraz przemieszczeń, a także największym współczynnikiem bezpieczeństwa. Sugeruje to, że taki sposób wypełnienia modelu jest optymalny. Modelem o najgorszych parametrach pod wpływem działania siły skupionej o wartości 100 N jest model 1 o strukturze w postaci kwadratów, o bokach 10 mm.

LITERATURA

1. S. Rzydzik, Rozproszony system komputerowego wspomaganie procesu projektowo – konstrukcyjnego, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2013.
2. K. Filipowicz, A. Kowal, M. Kuczaj, Rysunek techniczny, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2013.
3. P. Nowakowski, Wybrane techniki komputerowe w projektowaniu i wytwarzaniu, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2006.
4. G. Krzesiński, T. Zagrajek, P. Marek, P. Borkowski, Metoda elementów skończonych w mechanice materiałów i konstrukcji, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa, 2015.
5. W. Śródka, Trzy lekcje metody elementów skończonych, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 2004.
6. L. Fedorowicz, MES w analizie sprężystej układów prętowych, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2018.
7. R. Bąk, T. Burczyński, Wytrzymałość materiałów z elementami ujęcia komputerowego, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 2013.

Praca powstała w wyniku realizacji projektu Project Based Learning (PBL) pt: „Opracowanie praktycznych i wytrzymałych materiałów przeznaczonych do zastosowania w medycynie wytworzonych technologią druku 3D”.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Kompozyty polimerowe oparte na polilaktydzie modyfikowane haloizytem

A. Świerzko ^a, K. Gołombek ^b, M. Lis ^b, G. Matula ^c

^a Studentka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych
email: agataswierzko@gmail.com

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Badania Materiałów

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych

email: klaudiusz.golombek@polsl.pl

email: mateusz.lis@polsl.pl

email: grzegorz.matula@polsl.pl

Streszczenie: W pracy zbadano i przeanalizowano wpływ dodatku glinokrzemianu - haloizytu jako napelnacza na własności i strukturę kompozytów opartych na biodegradowalnym polimerze - polilaktydzie. Materiały kompozytowe wytworzono z gęstwy metodą formowania wtryskowego. Scharakteryzowano strukturę i własności z wykorzystaniem mikroskopu stereoskopowego oraz mikroskopu SEM z analizą składu chemicznego EDS oraz badań udarności i wytrzymałości na zginanie.

Abstract: In this study, the effect of the addition of aluminosilicate - halloysite as a filler on the properties and structure of composites based on biodegradable polymer - polylactide was examined and analyzed. Composite materials were produced from slurry by injection molding. The structure and properties were characterized using a stereoscopic microscope and an SEM microscope with the analysis of the chemical composition of the EDS as well as impact and flexural strength tests.

Słowa kluczowe: kompozyty polimerowe, PLA, haloizyt, SEM

1. WSTĘP

Materiały kompozytowe o osnowie polimerowej stanowią najbardziej rozpowszechnioną grupę kompozytów. Globalna produkcja tych materiałów przypadająca na 2014 r. wyniosła 311 mln. t., a opakowania jednorazowe obejmowały 40% tej wartości [1-4].

Polimery biodegradowalne, czyli materiały najczęściej otrzymywane z surowców odnawialnych (cukier, skrobia, oleje roślinne, celuloza, ligniny), stanowią doskonałą odpowiedź w dobie rosnących wymagań w zakresie ochrony środowiska. Korzystne własności polimerów

biodegradowalnych, takie jak łatwość w utylizacji i recyklingu są zaletą, dzięki której z łatwością znajdują zastosowanie w przeróżnych gałęziach przemysłu przy jednoczesnym zminimalizowaniu szkodliwego oddziaływania na środowisko naturalne [5-10]. Ich rosnąca popularność jest nie tylko związana ze światowym trendem ekologicznym, ale także m.in. z podwyższeniem cen zasobów petrochemicznych, a co z tym wiąże zwiększeniem cen polimerów syntetycznych, stopniowym wyczerpywaniem tradycyjnych zasobów surowców i materiałów, nadmiernym zanieczyszczeniem ekosystemu, nowymi, surowymi przepisami związanymi z ochroną środowiska naturalnego, które obowiązują producentów i przetwórców, rozwojem badań związanych z polimerami biodegradowalnymi – nowe biopolimery posiadające dobre właściwości oraz akceptowalne ceny, czy też z pozyskiwaniem biopolimerów z recyklingu np. z odpadów po produkcji papieru [11-12].

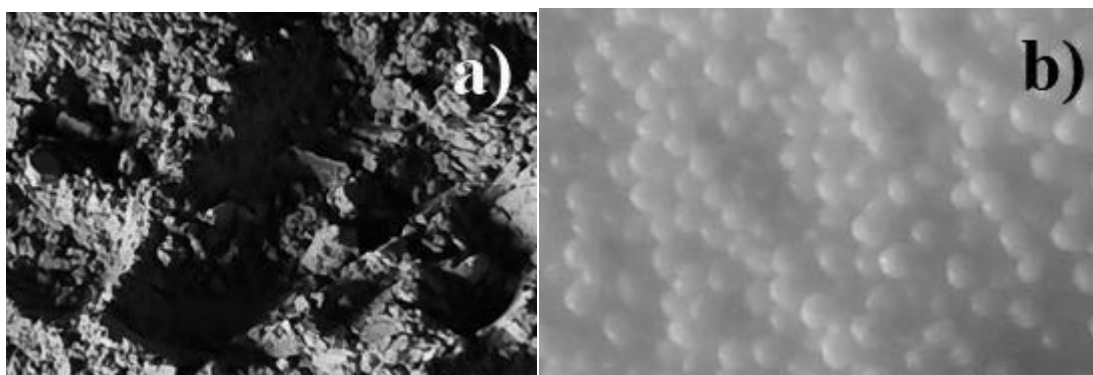
Modyfikowanie materiałów kompozytowych przez wprowadzanie napełniaczy, w tym napełniaczy opartych na glinokrzemianach, m.in. haloizytu, ma na celu przede wszystkim poprawę bądź nadanie pożądanych właściwości funkcjonalnych gotowego produktu, zmniejszenie kosztów produkcji, a także pozytywny wpływ na procesy przetwórcze materiałów kompozytowych opartych na polimerach [13-17].

Celem pracy jest zbadanie wpływu haloizytu na właściwości i strukturę kompozytów polimerowych opartych na polilaktydzie.

2. BADANIA WŁASNE

Celem pracy było zbadanie wpływu haloizytu na właściwości i strukturę kompozytów polimerowych opartych na biodegradowalnym polimerze - polilaktydzie. Wykonano kompozyty składające się z czystego polimeru oraz haloizytu o różnym udziale fazy wzmacniającej. Zakres badań obejmował: wykonanie gęstw, formowanie wtryskowe, badanie wytrzymałościowe na zginanie, pomiar udarności oraz badania strukturalne mikroskopowe z wykorzystaniem elektronowego mikroskopu skaningowego SEM z mikroanalizą składu chemicznego EDS i mikroskopu stereoskopowego.

Materiałami do badań był proszek haloizytu z kopalni „Dunino” oraz polilaktyd (PLA) firmy NatureWorks. Materiał do badań został przedstawiony na rysunku 1.



Rysunek 1. Materiał: a) haloizyt, b) PLA
Figure 1. Material: a) halloysite, b) PLA

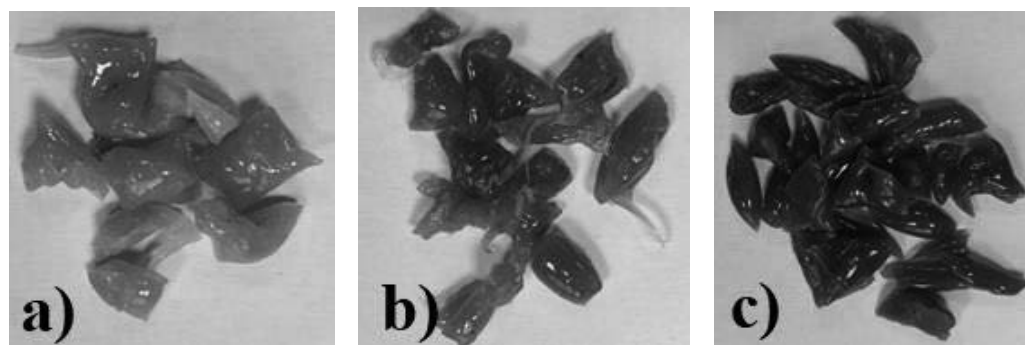
W celu wykonania badań przygotowano gęstwę PLA z proszkiem haloizytu. Na początku wysuszono polimer w suszarce w temperaturze 50°C w celu odprowadzenia z niego wilgoci. Następnie odważono składniki za pomocą wagi laboratoryjnej firmy Radwag (tablica 1).

Tablica 1. Udział masowy składników

Table 1. Mass fraction of the components

Zawartość haloizytu [%]	PLA	Haloizyt
	Masa [g]	
0,5	35,82	0,12
1	35,64	0,24
3	34,92	0,72

Z odważonych składników wytworzono gęstwy za pomocą gniotownika firmy Zamak Mercator. Gniotownik rozgrzano do temperatury 220°C. Do komory gniotownika poprzez lej zasypowy wsypywano połowę ilości polimeru potrzebnego do wykonania jednej mieszanki w celu jej uplastycznienia. Po upływie 5 min. uzupełniono komorę resztą polimeru oraz dodano haloizyt. Następnie mieszano składniki przez 5 min., z prędkością 10 obr./min., po czym zwiększano prędkość do 20 obr./min. i mieszano przez kolejne 5 min. Po upływie tego czasu wyłączono mieszanie. Gotową gęstwę cięto i pozostawiono do wystygnięcia.



Rysunek 2. Gęstwy polimerowo-proszkowe o zawartości haloizytu: a) 0,5%, b) 1%, c) 3%
Figure 2. Polymer-powder slips with haloisite content: a) 0.5%, b) 1%, c) 3%

Następnie wykonano formowanie wtryskowe. W pierwszym etapie użyto wylączarki (rys. 3a) w celu uplastycznienia materiału. Parametry wylączania: 10-30 obr/min, obciążenie 1 Nm, siła 84 N. Następnie po napełnieniu cylindra wtryskarki (rys. 3b) przystąpiono do procesu wtryskiwania. Parametry wtrysku przedstawiono w tablicy 2.

Tablica 2 Parametry wtrysku

Table 2. Injection parameters

Temperatura komory cylindra [°C]	230
Temperatura formy [°C]	55
Ciśnienie wtrysku [bar]	5,3
Czas wtrysku [sek]	20

Wykonane próbki poddano badaniu udarności przy pomocy maszyny wytrzymałościowej Zwick/Roell HIT25P. Próbę udarności przeprowadzono za pomocą młota wahadłowego typu Charpy o energii początkowej wynoszącej 5J.

Badanie wytrzymałości na zginanie próbek wykonano na maszynie wytrzymałościowej Zwick/Roell Z020. Przed przystąpieniem do próby zginania przeprowadzono pomiar wymiarów

próbek, za pomocą suwmiarki. Zainstalowane oprogramowanie komputerowe wykorzystano do analizy otrzymanych wyników oraz do opracowania wykresów wytrzymałości na zginanie.

a)



b)



Rysunek 3. Wyłaczarka (a) i wtryskarka (b) firmy Zamak Mercator

Figure 3. Extruder (a) and injection molding machine (b) by Zamak Mercator

Wykonano obserwację struktury próbek po badaniach wykorzystując mikroskop stereoskopowy firmy Zeiss, model SteREO Discovery.V12, przy powiększeniu 10x-45x oraz skaningowy mikroskop elektronowy ZEISS SUPRA 35 wyposażony w detektor EDS. Przed przystąpieniem do badań w SEM na powierzchnię nieprzewodzących próbek napyłano ciekłą przewodzącą powłokę ze stopu Au/Pd w napyłarce próżniowej Bal-Tec SCD 050. Parametry procesu PVD przedstawiono na tablicy 3.

Tablica 3. Parametry procesu PVD

Table 3: PVD process parameters

Parametr	Wartość
Czas napyłania [s]	90
Temperatura stolika [°C]	21
Natężenie prądu [mA]	40
Napięcie [V]	460

3. WYNIKIBADAŃ

3.1 Badanie wytrzymałości na zginanie

W tablicy 4 zestawiono wyniki badań wytrzymałości na zginanie dla próbek wykonanych z PLA i haloizytu. Na podstawie otrzymanych wyników obliczono średnie wartości dla każdej zawartości haloizytu.

Tablica 4. Wyniki badań wytrzymałości na zginanie

Table 4. Results of the bending strength tests

Oznaczenie próbki	Wytrzymałość na zginanie [MPa]
PLA_0%H	111
PLA+0.5%H	95
PLA+1%H	109
PLA+3%H	110

3.2 Wynik badania udarności

W Tabelicy 5 przedstawiono wyniki badań udarności.

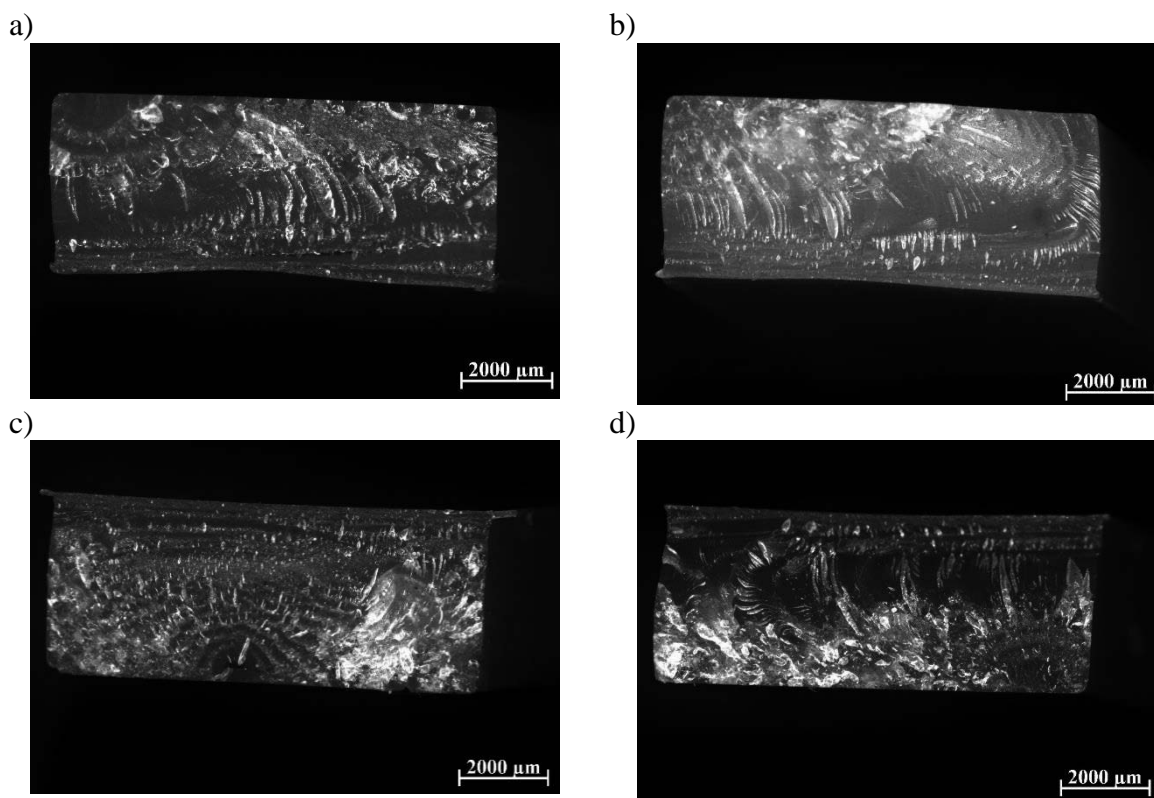
Tablica 5. Wyniki badań udarności

Table 5. Results of the impact tests

Oznaczenie próbki	Siła [J]
PLA_0%H	0,83
PLA+0.5%H	0,60
PLA+1%H	0,59
PLA+3%H	0,53

3.3 Wyniki badań na mikroskopie stereoskopowym

Po próbie udarności zbadano strukturę przełamów próbek za pomocą mikroskopu stereoskopowego. Wybrane obrazy mikroskopowe przedstawiono na rysunku 5.

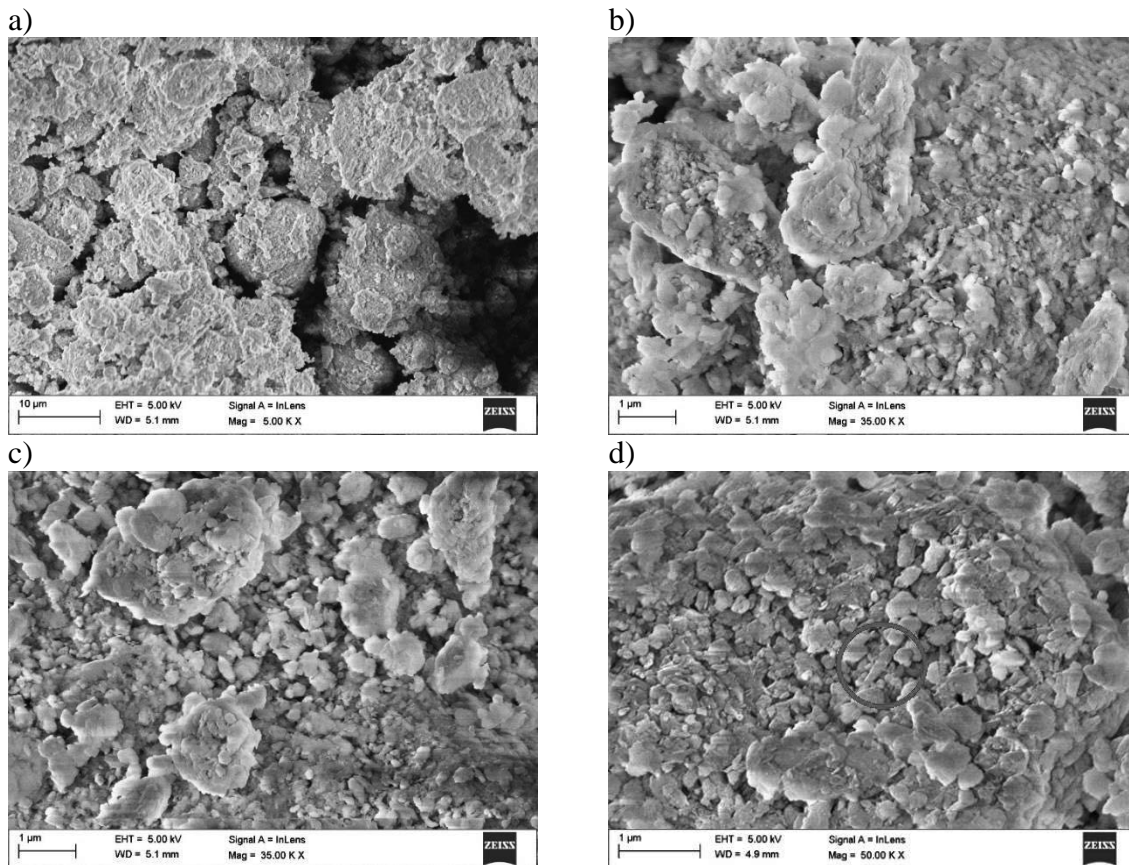


Rysunek 5. Powierzchnia przełomu próbek z zawartością haloizytu: a) 0%, b) 0,5%, c) 1%, d) 3%

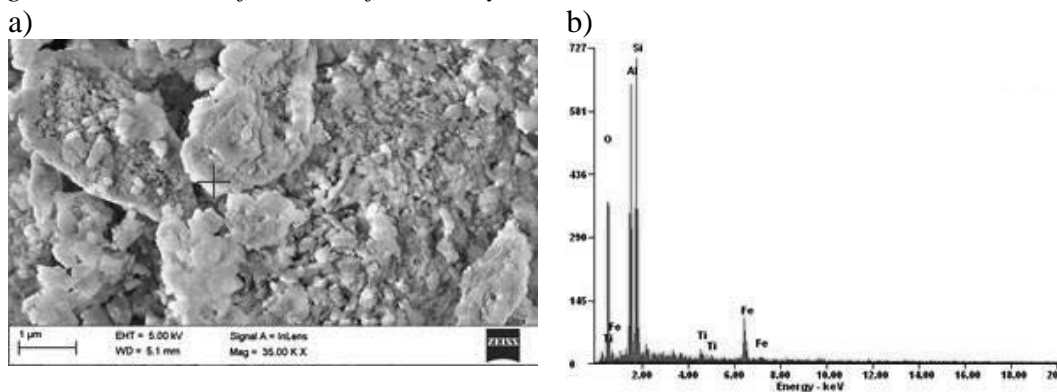
Figure 5. Fracture surface of samples with halloysite content: a) 0%, b) 0,5%, c) 1%, d) 3%

3.4. Wynik badań w skaningowym mikroskopie elektronowym

Badania powierzchni przełamów oraz analizy składu chemicznego w wybranych mikoobszarach wykonano z wykorzystaniem SEM i detektora EDS (rysunki 6-8).

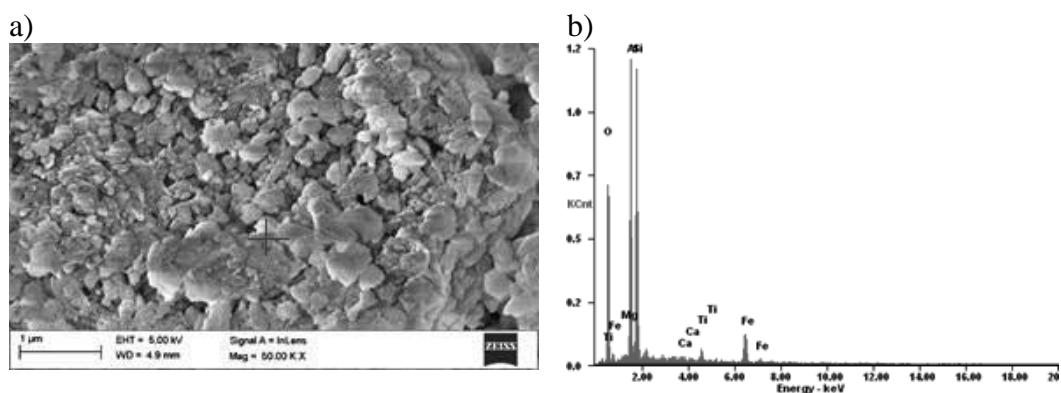


Rysunek 6. Struktura modyfikatora - haloizytu
 Figure 6 Structure of the modifier halloysite



	<i>O</i>	<i>Al</i>	<i>Si</i>	<i>Ti</i>	<i>Fe</i>
Masowo %	35.5	21.0	27.2	2.0	14.3
Atomowo %	51.9	18.4	22.4	1.1	6.2

Rysunek 7. a) Struktura haloizytu z zaznaczonym miejscem analizy EDS oraz b) widmo energii rozproszonego promieniowania rtg dla punktu jak na rysunku 7a
 Figure 7. a) Structure of halloysite with the EDS analysis site marked and (b) the x-ray energy spectrum for the point as in Figure 7a



	<i>O</i>	<i>Mg</i>	<i>Al</i>	<i>Si</i>	<i>Ca</i>	<i>Ti</i>	<i>Fe</i>
Masowo %	37.4	0.3	21.4	27.1	0.7	2.1	11.0
Atomowo %	53.6	0.3	18.1	22.1	0.4	1.0	4.5

Rysunek 8. a) Struktura haloizytu z zaznaczonym miejscem analizy EDS oraz b) widmo energii rozproszonego promieniowania rtg dla punktu jak na rysunku 8a

Figure 8. a) Structure of halloysite with the EDS analysis site marked and (b) the x-ray energy spectrum for the point as in Figure 8a

4. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

W ramach badań określono wpływ udziału fazy wzmacniającej w postaci proszku haloizytu na własności kompozytów polimerowych opartych na biodegradowalnym polilaktydzie. W tym celu wytworzono poprzez i formowanie wtryskowe próbki do badań z czystego polimeru oraz z gęstwy polimerowo-proszkowej. Dobór parametrów wtrysku określono na podstawie badań wstępnych i zaproponowano następujące parametry wtrysku: temperatura komory cylindra wynoszącej 230°C, temperatura formy równej 55°C, ciśnienie wtrysku o wartości 5,3 bary oraz czas wtrysku wynoszącego 20 sekund są właściwymi warunkami procesu w celu wytworzenia próbek.

Wyniki otrzymane w próbie zginania wykazują wyraźny brak wpływu zawartości haloizytowej fazy wzmacniającej na wzrost wytrzymałość na zginanie kompozytu. Wartości pracy łamania (tab. 4) dla poszczególnych kompozytów z różną zawartością haloizytu są porównywalne i zawierają się w zakresie od 95 MPa do 111 MPa.

Analizując wyniki badań pomiaru udarności (tab. 5) można zaobserwować zmniejszanie się wartości pracy potrzebnej do złamania próbek wraz ze wzrostem udziału fazy wzmacniającej w postaci haloizytu. Czysty polimer wykazuje najwyższe wartości pracy łamania, średnia wartość pracy łamania w przypadku próbki PLA_0%H, wynosi 0,83 J. Najniższą średnią wartość pracy potrzebnej do złamania uzyskały próbki z 3% zawartością haloizytu PLA+3%H wynoszącą 0,53 J.

Na podstawie badań strukturalnych stwierdzono płatkową strukturę haloizytu z nielicznymi obszarami bogatymi w struktury rurkowe (zaznaczony obszar na rys. 6d). W wyniku mikroanalizy rentgenowskiej w badanych obszarach cząstek haloizytowych stwierdzono występowanie takich pierwiastków jak: aluminium, magnez, krzem, wapń, żelazo i tytan (rys. 7, 8). Na podstawie wyników analizy EDS stwierdzono średnie wysokie stężenie masowe żelaza wynoszące 12,8%. Obecność żelaza w strukturze haloizytu związana jest z jego zanieczyszczeniem i jego niedostatecznym oczyszczeniem.

Analizując wyniki przeprowadzonych badań można sformułować następujące wnioski:

- zaproponowane w badaniach metody formowania wtryskowego są właściwe do wytwarzania produktów z polilaktydu modyfikowanych proszkiem haloizytu;
- wzrastający udział fazy wzmacniającej w postaci haloizytu nie ma znaczącego wpływu na wytrzymałość na zginanie kompozytu polilaktyd-haloizyt;
- udział fazy wzmacniającej w postaci haloizytu obniża udarność kompozytu;
- na jakość próbek decydujący wpływ ma dobór odpowiednich parametrów wtryskiwania, w szczególności temperatury oraz ciśnienia.

LITERATURA

1. L.A. Dobrzański, Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo, Materiały inżynierskie z podstawami projektowania materiałowego, WNT, 2002, 1054-1076
2. G.W. Ehrenstein, Żaneta Brocka-Krzemińska, Materiały polimerowe struktura właściwości zastosowanie, PWN, 2016, 161-163
3. W. Królikowski, Polimerowe kompozyty konstrukcyjne, PWN, 2012, 15-20
4. K. Kurzydłowski, M. Lewandowska, Nanomateriały inżynierskie konstrukcyjne i funkcjonalne, Wydawnictwo naukowe PWN, Warszawa, 2011, 45- 47, 213-218
5. H. Żakowska, Biodegradowalne materiały opakowaniowe z kwasu polimlekowego (PLA), Opakowanie, 2014/4, 79-87
6. A. Duda, Polilaktyd – tworzywo sztuczne XXI wieku?, Przemysł chemiczny, 2003, 82, 8-9
7. K.Janczak, A. Raszowska-Kaczor, A. Stasiak, G. Dąbrowska, Wybrane modyfikacje polilaktydu (PLA) ze szczególnym uwzględnieniem procesu parowania, Innowacje w Polskiej Nauce – przegląd aktualnej tematyki badawczej branży chemicznej, Wydawnictwo Naukowe Sophia, Katowice, 2016, 60-64
8. J. Gołębiowski, E. Gibas, R. Malinowski, Wybrane polimery biodegradowalne - otrzymywanie, właściwości, zastosowanie, Polimery 2008, 53, 11-12
9. R. Malinowski, D. Łubkowski, Zmiany wybranych właściwości polilaktydu zachodzące pod wpływem jego trzykrotnego przetwarzania, Inż. Ap. Chem. 2012, 51, 1, 10-12
10. L. Zhua, J. Qiu, W. Liu, E. Sakai, Mechanical and thermal properties of rice Straw/PLA modified by nano Attapulgit/PLA interfacial layer, Composites Communications Volume 13, 2019, 18-21
11. A. Zwierzyński, Biopolimery – uwarunkowania wtrysku, Mechanik, 4/2015, 271-276
12. H. Pińkowska, Zielona chemia polimerów, Polimery, 2006, 51, nr 11-12, 836-840
13. H. Kuczyńska, E. Kamińska-Tarnawska, J. Sołtys, Kopalina z pokładów „Dunino” jako nanosurowiec do otrzymywania farb, Przemysł chemiczny, 90/1, 2011, 138-147
14. M. Łach, Ocena produktów alkalicznej aktywacji metakaloinu oraz haloizytu poprzez obserwacje SEM, Technical Issues 4/2015, 26-31
15. M. Lutyński, P. Sakiewicz, S. Lutyńska, Characterization of Diatomaceous Earth and Halloysite Resources of Poland, Minerals, 2019
16. J. Matusik, Minerality z grupy kaolinitu jako prekursorzy nanorurek mineralnych, Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie, Kraków, 2010
17. J. L. Keeling, The Mineralogy, Geology and Occurrences of Halloysite, Apple Academic Press, Canada, 2015.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Ocena obciążenia człowieka podczas pracy fizycznej na wybranym stanowisku

M. Tomala^a, M. Spilka^b

^a Studentka, Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Zarządzanie i Inżynieria Produkcji

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
email: monika.spilka@polsl.pl

Streszczenie: W artykule przedstawiono problematykę obciążenia organizmu człowieka pracą. Przeprowadzono ocenę obciążenia pracownika wykonywaną pracą fizyczną z wykorzystaniem metody chronometryczno-tabelarycznej Lehmana na stanowisku górnika.

Abstract: This article presents the problem of workload on the human body. An assessment of an employee's physical workload at the miner's workplace using the chronometric-tabular method by Lehmann was carried out.

Słowa kluczowe: stanowisko pracy, praca fizyczna, obciążenie pracą, ocena obciążenia człowieka pracą fizyczną, metoda Lehmana

1. WSTĘP

Warunki pracy wpływają na przebieg i jakość życia zawodowego człowieka, a nieraz na całe jego życie, dlatego ocena obciążeń podczas wykonywania różnych czynności roboczych jest tak ważna przy ustalaniu odpowiednich warunków pracy. Obciążenie organizmu pracą to zewnętrzne warunki i wymagania związane z wykonywaniem czynności roboczych (obciążenie zewnętrzne) oraz wpływ obciążenia pracą na stan psychofizyczny człowieka (obciążenie wewnętrzne). Obciążenie pracą odnosi się do całości bodźców oddziałujących na pracownika w środowisku roboczym, na które jest narażony. Wyodrębnia się dwa rodzaje: wysiłek psychiczny (obciążenie psychiczne) i wysiłek fizyczny (obciążenie fizyczne), które są odczuwalne indywidualnie i subiektywnie przez każdego człowieka [1-4].

Przy ocenie narażenia pracownika na fizyczne obciążenie pracą należy uwzględnić rodzaj obciążenia pracą (np. statyczne, dynamiczne, monotypowe), organizację pracy (np. metody pracy, czas trwania zmiany, częstotliwość wykonywanych czynności), chronometrą pracy (rodzaj powierzonych zadań, długość ich trwania), indywidualne predyspozycje człowieka (np. kondycja fizyczna, sprawność fizyczna, wiek, ogólny stan zdrowia) oraz pomiary i obliczenia:

postawy ciała przy pracy, zużycie energii, warunki środowiska roboczego (w tym poziom czynników szkodliwych dla zdrowia, np. mikroklimat) [1-5].

Niewłaściwa pozycja podczas pracy, duża waga przedmiotów i obsługiwanych narzędzi, niewłaściwa częstość powtórzeń operacji, a także prowadzenie siedzącego trybu życia, prowadzą do chronicznego przeciążenia organizmu, a co za tym idzie do przeciążenia i uszkodzenia różnych struktur ciała, jak: mięśnie, stawy, nerwy, kości, ścięgna, więzadła. Zaburzenia mięśniowo-szkieletowe stanowią w Europie największy odsetek problemów zdrowotnych związanych z pracą. Obecnie uznawane są za chorobę społeczną, dlatego też bardzo ważne jest ustalenie obciążenia związanego z wykonywaną pracą pod względem wysiłku fizycznego i możliwości występowania dolegliwości mięśniowo-szkieletowych [6].

2. METODYKA BADAŃ

W celu oceny obciążenia pracownika pracą fizyczną wykorzystano metodę szacunkowo-tabelaryczną wydatku energetycznego zaproponowaną przez G. Lehmana, w której wydatek jest obliczany na podstawie dokładnej analizy wszystkich czynności wykonywanych w ciągu dnia roboczego i wyrażany jest jako suma energii potrzebnej na utrzymanie ciała i jego ruchu oraz zapotrzebowania na energię wydatkowaną przez poszczególne mięśnie podczas pracy.

Aby ocenić poziom obciążenia podczas pracy fizycznej na stanowisku pracy za pomocą tej metody, należy kolejno [7]:

- dokonać identyfikacji czynności wykonywanych przez pracownika podczas pracy (opracować chronometraż pracy),
- zdefiniować i oszacować wydatek energetyczny dla przyjmowanych pozycji roboczych (wskaźnik W_a) oraz stopień zaangażowania grup mięśniowych (wskaźnik W_b) na podstawie tabeli 1 i 2,
- oszacować całościowy wydatek energetyczny dla wyróżnionych czynności roboczych (wskaźnik W_c),
- dokonać oceny stopnia uciążliwości ruchów, w zależności od liczby powtórzeń, dokładności i obciążenia zewnętrznego.

Obciążenie fizyczne na podstawie wydatku energetycznego metodą Lehmana ocenia się poprzez porównanie uzyskanych wartości z danymi zawartymi w tabelach.

Tabela 1. Jednostkowy wydatek energetyczny W_a dla różnych pozycji ciała [7]

Table 1. Unit energy expenditure W_a for different body positions [7]

Pozycja ciała	Wydatek energetyczny	
	kcal/min	kJ/min
Siedząca	0,3	1,26
Na kolanach	0,5	2,10
Kuczna	0,5	2,10
Stojąca	0,6	2,51
Stojąca pochylona	0,8	3,35
Chodzenie	1,7-3,5	7,12-14,65

Tabela 2. Jednostkowy wydatek energetyczny W_b dla różnego zakresu obciążenia grup mięśni [7]Table 2. Unit energy expenditure W_b for a different range of muscle groups load [7]

Zakres obciążenia mięśni		Wydatek energetyczny	
		[kcal/min]	[kJ/min]
Praca palców, dłoni i przedramion	Lekka	0,3-0,6	1,3-2,5
	Średnia	0,6-0,9	2,5-3,8
	Ciężka	0,9-1,3	3,8-5,0
Praca jednego ramienia	Lekka	0,7-1,2	2,9-5,0
	Średnia	1,2-1,7	5,0-7,1
	Ciężka	1,7-2,2	7,1-9,2
Praca obu ramion	Lekka	1,5-2,0	6,3-8,4
	Średnia	2,0-2,5	8,4-10,5
	Ciężka	2,5-3,0	10,5-12,6
Praca całego ciała (mięśni kończyn i tułowia)	Lekka	2,5-4,0	10,5-16,7
	Średnia	4,0-6,0	16,7-25,1
	Ciężka	6,0-8,5	25,1-35,6
	Bardzo ciężka	8,5-11,5	35,6-48,1

Uzyskany końcowy wynik badania obciążenia fizycznego pracownika metodą Lehmana składa się z cząstkowych ocen będącymi:

- oceną wydatku energetycznego podczas całego dnia roboczego,
- oceną stopnia obciążenia statycznego pozycji ciała przy pracy,
- oceną stopnia uciążliwości ruchów monotypowych przy pracy.

3. OCENA OBCIĄŻENIA PRACOWNIKA WYKONYWANĄ PRACĄ FIZYCZNĄ Z WYKORZYSTANIEM METODY CHRONOMETRAŻOWO-TABELARYCZNEJ LEHMANN NA STANOWISKU GÓRNIKA

Badania przeprowadzono na stanowisku górnika w jednej z kopalń węgla kamiennego w Polsce. W badaniu uczestniczył pracownik kopalni, który wykonuje pracę na stanowisku: górnik kombajnista, na zmianie roboczej w godzinach od 6:00 do 13:30 (zgodnie z Rozporządzeniem Rady Ministrów z dnia 30 grudnia 1981 r. w sprawie szczególnych przywilejów dla pracowników górnictwa, Rozdział 4 § 12: „Czas pracy pracowników zatrudnionych w kopalniach głębinowych pod ziemią wynosi 7,5 godziny na dobę i 37,5 godziny na tydzień przy pięciodniowym tygodniu pracy.” [8]).

W celu oceny wysiłku fizycznego na rozpatrywanym stanowisku pracy opracowano chronometraż czasu pracy w typowym dniu roboczym, a następnie obliczono składowe oceny wydatku energetycznego w_a , w_b , w_c . Wyniki analizy zestawiono w tabeli 3.

Ze sporządzonego chronometrażu czasu pracy wynika, że około 75% czasu pracy górnika kombajnisty chodnikowego stanowi aktywny fizycznie czas pracy (w tym chodzenie i stanie). Operacje robocze wykonywane są w różnych pozycjach, często wymuszonych i w ograniczonej przestrzeni. Obejmują one między innymi takie czynności jak: ładowanie urobku, zabudowa odrzwi obudowy, zabudowa opinki z siatki zaczepowej lub betoników okładzinowych, w trakcie których odnotowuje się przyjmowane przez górnika kombajnistę nienaturalne,

wymuszone pozycje, gdzie skręt tułowia połączony jest z podnoszeniem ramion ponad linię barków.

Tabela 3. Chronometraż dnia pracy górnika z obliczonym wydatkiem energetycznym W_c

Table 3. Chronometry of a miner's working day with calculated energy expenditure W_c

Nr czynności	Nazwa (opis) czynności	Pracochłonność – wartości średnie [min]	Pozycja ciała W_a [kJ/min]	Zakres obciążenia mięśni W_b [kJ/min]	Wydatek energetyczny $W_c=(W_a+W_b)*t$ [kJ]
1.	przygotowanie do zjazdu	5	Stojąca	Lekka praca całego ciała	65
			2,51	10,5	
2.	zjazd szybem kopalnianym	7	Stojąca	Lekka praca całego ciała	94
			2,51	10,9	
3.	przejazd koleją podziemną	15	Siedząca	Lekka praca całego ciała	197
			1,26	11,9	
4.	dojście do stanowiska pracy	14	Chodząca	Lekka praca całego ciała	386
			13,4	14,2	
5.	prace przygotowawcze przed urabianiem	46	Chodząca	Lekka praca całego ciała	861
			7,12	11,6	
6.	urabianie kombajnem na zabiór 0,8m	50	Siedząca	Średnio ciężka praca całego ciała	1078
			1,26	20,3	
7.	ładowanie urobku	26	Chodząca	Średnio ciężka praca całego ciała	786
			7,12	23,1	
8.	zabudowa odrzwi obudowy	39	Stojąca	Ciężka praca obu ramion	624
			2,51	13,5	
9.	zabudowa opinki z siatki zaczepowej lub betoników okładzinowych	31	Stojąca	Lekka praca całego ciała	530
			2,51	14,6	
10.	przerwa	30	Siedząca	Lekka praca całego ciała	353
			1,26	10,5	
11.	urabianie kombajnem na zabiór 0,8m	50	Siedząca	Średnio ciężka praca całego ciała	1078
			1,26	20,3	
12.	ładowanie urobku	26	Chodząca	Średnio ciężka praca całego ciała	786
			7,12	23,1	
13.	zabudowa odrzwi obudowy	39	Stojąca	Ciężka praca obu ramion	624
			2,51	13,5	
14.	zabudowa opinki z siatki zaczepowej lub betoników okładzinowych	31	Stojąca	Lekka praca całego ciała	530
			2,51	14,6	
15.	dojście do kolei podziemnej	14	Chodząca	Lekka praca całego ciała	386
			13,4	14,2	
16.	przejazd koleją podziemną	15	Siedząca	Lekka praca całego ciała	197
			1,26	11,9	
17.	przygotowanie do wyjazdu	5	Stojąca	Lekka praca całego ciała	65
			2,51	10,5	
18.	wyjazd szybem kopalnianym	7	Stojąca	Lekka praca całego ciała	94
			2,51	10,2	
Ogółem			450		8736

Następnie dokonano oceny słownej i punktowej uzyskanego wyniku z wykorzystaniem danych zawartych w tabeli 4.

Tabela 4. Klasyfikacja ciężkości pracy na podstawie wielkości wydatku energetycznego W_c [7]
Table 4. Classification of work severity based on energy expenditure W_c [7]

Klasa ciężkości pracy		Mężczyźni	
Słownie	Punktowo	[kJ/min]	[kJ/8h]
Bardzo lekka	0	≤5	≤1 250
Lekka	1-25	5-10	1250-3500
Średnio ciężka	26-50	10-20	3500-6300
Ciężka	51-75	20-30	6300-8400
Bardzo ciężka	76-100	>30	8400-12500
Wartości, które nie powinny być przekraczane		>30	>12500

Wydatek energetyczny górnika kombajnisty dla 450-minutowej zmiany roboczej wyniósł 8736 kJ, co klasyfikuje wykonywaną pracę jako bardzo ciężką w ocenie ciężkości pracy.

Kolejno przeprowadzono ocenę obciążenia statycznego pracownika podczas prowadzonych robót górniczych. Obciążenie statyczne dotyczy skurczów izometrycznych mięśni szkieletowych, czyli rodzaju aktywności organizmu związanej ze zmianą napięcia mięśni bez zmiany ich długości [9]. Skurcze izometryczne dotyczą głównie mięśni stabilizujących postawę ciała. Do oceny obciążenia statycznego pracownika wykorzystano tabelę 5.

Tabela 5. Stopień obciążenia statycznego dla różnych pozycji ciała [1]

Table 5. Degree of static load for different body positions [1]

Ocena stopnia obciążenia statycznego		Pozycja ciała przy pracy
Słownie	Punktowo	
Małe	1-10	siedząca niewymuszona
	11-20	stojąca niewymuszona, ze zdolnością do okresowej zmiany pozycji na siedzącą
	21-30	siedząca lub stojąca na przemian z chodzeniem
Średnie	31-40	siedząca wymuszona nie pochylona bądź nieznacznie pochylona
	41-50	stojąca niewymuszona, bez zdolności do okresowej zmiany pozycji na siedzącą
	51-60	stojąca wymuszona, nie pochylona ze zdolnością do zmiany pozycji na siedzącą
Duże	61-70	siedząca wymuszona, bardzo pochylona
	71-80	stojąca wymuszona, nie pochylona, bez zdolności do zmiany pozycji na siedzącą
	81-90	stojąca wymuszona, pochylona, niezależnie od zdolności do zmieniania pozycji
	91-100	klęcząca, w przysiadzie i inne nienaturalne pozycje

Wartość obciążenia statycznego dla analizowanego stanowiska górnika kombajnisty sklasyfikowano jako duże, ze względu na przeważający udział pozycji siedzącej wymuszonej, bardzo pochylonej w ciągu dnia pracy.

Następnym etapem oceny obciążenia pracą fizyczną jest ocena monotypowości ruchów roboczych. Monotypia to powtarzanie pewnych ruchów przez pracownika. Czynność, która jest

mało męcząca przy jednorazowym wykonaniu, może przy wielokrotnym powtarzaniu stać się źródłem dużego zmęczenia, który w rezultacie przyczynia się do spadku wydajności pracy i może prowadzić do wzrostu liczby wypadków i urazów. Obciążenie ruchami monotypowymi można scharakteryzować w oparciu o liczbę powtórzeń tych ruchów podczas dnia pracy oraz siły potrzebnej do ich wykonania [10]. Zastosowana metoda klasyfikuje monotypowość ruchów w trzystopniowej skali jako: mały, średni oraz duży. Zależność ta została przedstawiona w tabeli 6.

Tabela 6. Ocena stopnia uciążliwości w zależności od liczby powtórzeń, precyzji i obciążenia zewnętrznego [10]

Table 6. Evaluation of the degree of strenuousness depending on the number of repetitions, precision and external load [10]

Stopień uciążliwości		Liczba powtórzeń operacji roboczej	
Słownie	Punktowo	Siła zewnętrzna do 98 [N]	Siła zewnętrzna ponad 98 [N]
Mały	1-25	do 800	do 300
Średni	26-50	801-1600	301-800
Duży	51-75	1601-3200	801-1600
Bardzo duży	76-100	>3200	>1600

Na podstawie przeprowadzonych badań na temat czynności roboczych wykonywanych przez górnika kombajnisty i wykorzystując tabelę 6 wyznaczono stopień uciążliwości ruchów monotypowych na analizowanym stanowisku pracy jako średni. Podczas obserwacji i analizy typowego dnia pracy górnika kombajnisty chodnikowego, dokonano zliczenia liczby powtórzeń operacji roboczych z podziałem na działającą siłę zewnętrzną do 98 N (950 powtórzeń) oraz siłę zewnętrzną ponad 98 N (650 powtórzeń).

W tabeli 7 przedstawiono zbiorcze wyniki oceny ciężkości pracy uzyskane podczas oceny obciążenia pracą fizyczną pracownika na stanowisku górnika kombajnisty chodnikowego z wykorzystaniem metody chronometrażowo-tabelarycznej Lehmana.

Tabela 7. Wyniki oceny ciężkości pracy, stopnia obciążenia statycznego i uciążliwości ruchów monotypowych uzyskane metodą Lehmana

Table 7. The results of assessment of the severity of work, the degree of static load and the nuisance of monotype movements obtained by the Lehmann method

	Ocena ciężkości pracy na podstawie wielkości wydatku energetycznego W_c	Ocena stopnia obciążenia statycznego	Ocena stopnia uciążliwości ruchów monotypowych
Słownie	bardzo ciężka praca – wydatek energetyczny dla zmiany roboczej górnika kombajnisty wyniósł 8736kJ	duże obciążenie – pozycja siedząca wymuszona, bardzo pochylona	średnia uciążliwość – siła zewnętrzna od 801 do 1600 N
Punktowo	76-100	61-70	26-50

4. PODSUMOWANIE

Wyniki przeprowadzonych w pracy badań oceny obciążenia fizycznego jednoznacznie wskazują na bardzo duże obciążenie pracą fizyczną na analizowanym stanowisku pracy

górnika kombajnisty chodnikowego. Obciążenie to wynika zarówno ze sposobu wykonywania pracy (niewłaściwe techniki), jak i z niesprzyjających warunków ograniczenia przestrzeni roboczej.

Wykorzystanie metody chronometryczno-tabelarycznej Lehmana na stanowisku górnika kombajnisty chodnikowego do oceny obciążenia fizycznego pracą wykazało wydatek energetyczny na poziomie 8736 kJ, co oznacza bardzo ciężką pracę fizyczną. Czynnością, która cechowała się największym wydatkiem energetycznym było urabianie kombajnem (1078 kJ). Biorąc pod uwagę znaczny udział (około 36%) pozycji siedzącej wymuszonej, bardzo pochylonej w ciągu zmiany roboczej obciążenie statyczne pracownika zostało określone jako duże. Badania dotyczące oceny stopnia uciążliwości ruchów monotypowych na stanowisku górnika kombajnisty chodnikowego określiły ten stopień jako średni, ponieważ liczba powtórzeń operacji roboczej do wartości 98 N działającej siły zewnętrznej zawiera się w przedziale od 801 do 1600 (950 powtórzeń), a w przypadku wartości siły zewnętrznej ponad 98 N zawiera się w przedziale od 301 do 800 powtórzeń (650 powtórzeń).

Z uwagi na specyfikę branży górniczej, która z reguły cechuje się znacznym obciążeniem fizycznym, występującym przy współdziałaniu zagrożeń naturalnych oraz technicznych, konieczne jest przeprowadzanie szczególnie dokładnej analizy obciążenia fizycznego pracowników.

LITERATURA

1. D. Koradecka (red.), *Nauka o pracy – bezpieczeństwo, higiena, ergonomia*, Wydawnictwo. CIOP, Warszawa, 2000.
2. M. Wykowska, *Ergonomia jako nauka stosowana*, Uczelniane Wydawnictwo Naukowo-Dydaktyczne AGH, Kraków, 2009.
3. M. Błaszczok, *Ergonomia bezpiecznej i higienicznej pracy*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2018.
4. A. Zawada-Tomkiewicz, B. Storch, *BHP i ergonomia dla inżynierów. Projektowanie ergonomiczne procesów pracy i stanowiska roboczego*, Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej, Koszalin, 2017.
5. E. Janosik, E. Kułagowska, S. Marzec, K. Mazur-Kajta, *Wpływ fizycznych czynników środowiska pracy na obciążenia pracą monotypową*, *Zeszyty Naukowe Małopolskiej Wyższej Szkoły Ekonomicznej w Tarnowie* 38/2 (2018) 121-137.
6. J. de Kok, P. Vroonhof, J. Snijders, G. Roullis, M. Clarke, K. Peereboom, P. van Dorst, I. Isusi, *Work-related musculoskeletal disorders: prevalence, costs and demographics in the EU*, Publications Office of the European Union, Luxemburg, 2019.
7. *Pomiar wydatku energetycznego metodą Lehmana*, <https://orz.pl/pl/blog/pomiar-wydatku-energetycznego-metoda-lehmana-1637329866.html>, 2021.
8. Rozporządzenie Rady Ministrów z dnia 30 grudnia 1981 r. w sprawie szczególnych przywilejów dla pracowników górnictwa - Karta górnika, 1982 (Dz.U. 1982 nr 2 poz. 13).
9. M. Malińska, M. Młynarczyk, *Wysiłek fizyczny typu dynamicznego – wybrane zagadnienia*, *Hygeia Public Health* 55/1 (2020) 7-13.
10. *Monotypia jako czynnik uciążliwy w pracy*, <https://asystentbhp.pl/monotypia-jako-czynnik-uciazliwy-w-pracy/>, 2018.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Projektowanie i wytwarzanie kompozytów polimerowych o zwiększonej wytrzymałości

K. Trojacka^a, J. Chudy^a, A. Poniewierski^a, O. Kurzacz^a, M. Kowalik^a, W. Maciejewski^a,
M. Król^b, B. Chadzima^c, D. Kajánek^c

^a Silesian University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Engineering Materials and Biomaterials
email: julichu884@student.polsl.pl

^b Silesian University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Engineering Materials and Biomaterials
email: mariusz.krol@polsl.pl

^c Research Centre UNIZA, University of Zilina, Univerzítina 8215/1, 010 26 Zilina, Slovakia

Streszczenie: W niniejszej pracy przedstawiono wpływ kształtu wzmocnienia oraz rodzaju materiału i osnowy na własności wytrzymałościowe komponentów wytwarzanych techniką druku 3D metodą FFF. Wytworzono próbki z dwóch materiałów: TPU oraz PLA. Następnie próbki zostały poddane obserwacji na mikroskopie świetlnym oraz badaniom wytrzymałości na zginanie.

Zakres pracy obejmował zaprojektowanie różnego rdzenia kompozytów oraz analiza wytrzymałościowa kompozytów polimerowych. Projektowanie próbek zostało przeprowadzone w programie Autodesk Inventor Professional 2022. Materiały na podstawie których były prowadzone badania: TPU oraz PLA były naprzemiennie stosowane zarówno jako osnowa oraz wzmocnienie.

Abstract: This paper presents the influence of the shape of the reinforcement and the type of material and matrix on the strength properties of components produced using the FFF 3D printing technique. Specimens were fabricated from two materials: TPU and PLA. The samples were then subjected to light microscope observation and bending strength tests.

The scope of the work included the design of various composite cores and strength analysis of the polymer composites. The design of the specimens was carried out in Autodesk Inventor Professional 2022. The materials used for the tests: TPU and PLA were alternately used as both the matrix and reinforcement.

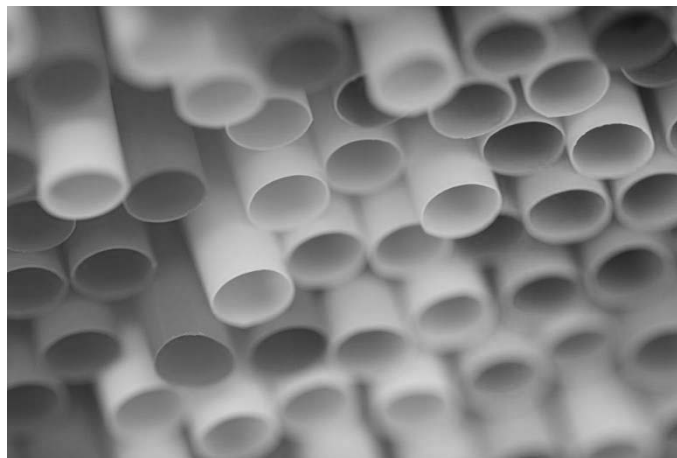
Słowa klucze: PLA, TPU, technologia FFF, druk 3D, kompozyty

1. WSTĘP

Technologie druku 3D charakteryzują się wytwarzaniem przestrzennego obiektu na podstawie zapisu cyfrowego warstwa po warstwie. Do tych technologii zalicza się m.in. technologia przyrostowa *Fused Filament Fabrication* czyli FFF. Druk 3D w FFF polega na osadzaniu

warstwa po warstwie wytłaczanego uplastycznionego materiału – filamentu. Po osiągnięciu przez ekstruder założonej temperatury, zależnej od wytłaczanego materiału, materiał w formie żyłki wprowadzany jest do głowicy drukującej, w której następuje jego przekształcenie do stanu półpłynnego. Roztopione tworzywo sztuczne jest wyciskane oraz rozprowadzane warstwa po warstwie na platformie roboczej, aż do uzyskania pełnej wysokości drukowanego elementu, zgodnie z zaprogramowanym kodem zwanym gcode. Nałożone warstwy materiału łączą się z poprzednimi wskutek chłodzenia, a następnie ich zastygania. Pełne wykonanie elementu wymaga wielokrotnego przejścia głowicy drukującej [1-3].

Jednym z materiałów najczęściej stosowanych w technice druku FFF jest PLA-kwas polimlekowy-jest to materiał o niskiej temperaturze topnienia. W określonych warunkach PLA ulega biodegradacji. Produkty wytwarzane z są podatne na kompostowanie w instalacjach przemysłowych (rysunek 1), gdzie można kontrolować temperaturę (powyżej 70°C) i wilgotność (min. 70% RH). Ponieważ PLA jest tworzywem higroskopijnym, w większości przypadków granulaty wymaga suszenia przed rozpoczęciem procesu przetwarzania. Wszystkie gatunki PLA są biokompostowalne, co potwierdza zgodność z normą EN 12342. Biopolimery PLA występuje często w mieszankach z innymi tworzywami biodegradowalnymi co pozwala osiągnąć polepszenie właściwości mechanicznych [4-6].



Rysunek 1. Zastosowanie PLA na jednorazowe opakowania i słomki eko [7]
Figure 1. Application of PLA for disposable packaging and eco straws [7]

Innym często stosowanym materiałem w druku FFF, charakteryzujący się odmiennymi nieco właściwościami mechanicznymi niż PLA jest termoplastyczny poliuretan TPU- który w pewnym stopniu przypomina gumę, jest giętki, ale posiada wysoką odporność na ścieranie oraz odporność chemiczną - zwłaszcza na oleje i smary. Najogólniej mówiąc jest to materiał o właściwościach plastycznych. Właściwości tego materiału przypominają w strukturze gumę, dlatego jest on chętnie stosowany przez producentów, którzy tworzą etui, które będzie łatwe do założenia i ściągnięcia w każdym momencie. Elastyczność to główna domena tego materiału, co sprawia, że etui wykonane z tego materiału są chętnie wybierane przez samych użytkowników. Materiał ten wyróżnia się niezwykle dużą odpornością na różnego rodzaju ścieranie i odporność na warunki atmosferyczne. Nie są mu straszne smary oraz rozpuszczalniki, co stawia produkty wykonane z tego materiału jeszcze wyżej jeśli chodzi o skuteczną ochronę naszego smartfona (rys. 2) [8].



Rys. 2. Zastosowanie TPU na etui telefonu [9]

Fig. 2. Application of TPU for smartphone cover [9]

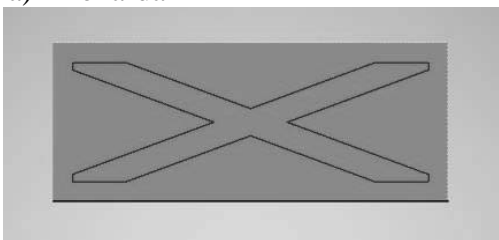
2. Materiał do badań

Projekty próbek zostały wykonane w programie Autodesk Inventor Professional 2022, a następnie przygotowane do druku w programie FlashPrint, który jest dedykowanym slicerem do drukarki 3d. Druk odbył się na drukarce Creator Pro 2 firmy Flashforge, charakteryzująca się zastosowaniem w swojej budowie dwóch oddzielnych ekstruderów. Temperaturę wytłaczania ustalono 210 °C dla obu dysz, oraz podgrzewanie platformy roboczej do temperatury 40 °C.

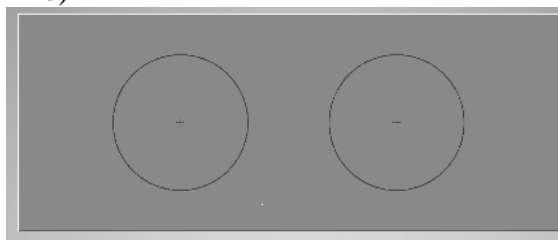
Materiały użyte do wykonania próbek to TPU oraz PLA stosowane zamiennie jako wzmocnienie i osnowa w kompozycie. Próbki do badań wytrzymałości na zginanie wykonano zgodnie z normą i wymiary wynosiły 10 x 4 x 80 mm.

Pierwszym krokiem w projekcie było zamodelowanie próbek o różnym kształcie wzmocnienia. Do badań wybrano i zaprojektowano następujące kształty jak na rysunku 3.

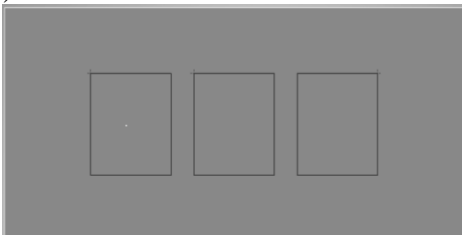
a) Kokarda



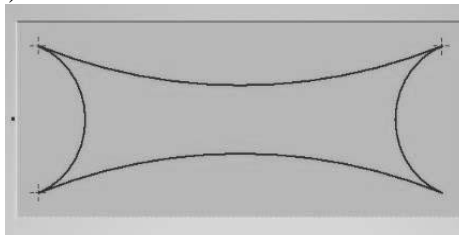
b) Kółka



c)



d)



Rysunek 3. Zaprojektowany kształt wzmocnienia w kompozytach

Figure 3. Designed shapes of reinforcement in composites

3. Przebieg badań

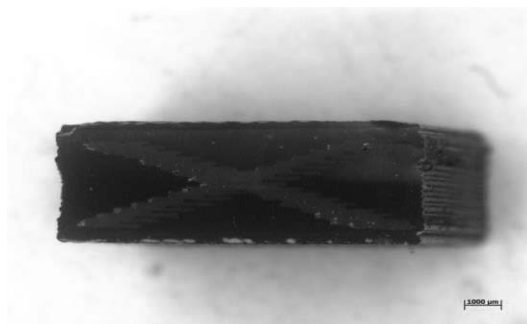
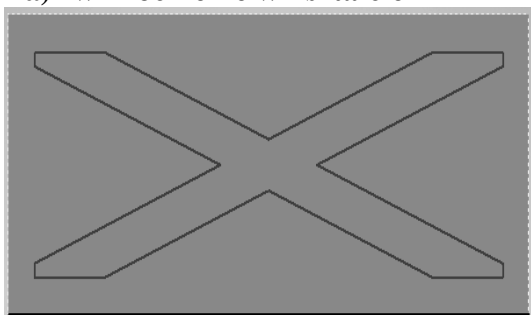
Próbie zginania przeprowadzono zgodnie z normą PN-EN ISO 178:2019-06 dzięki której określono naprężenie jakie jest potrzebne do odkształcenia próbki do wartości 4 % zgodnie z wymienioną wyżej normą. Badanie przeprowadzono za pomocą uniwersalnego urządzenia do badań wytrzymałościowych ZWICK Röell Z020. Badane próbki podparte na dwóch końcach obciążono punktowo, prostopadłe do jej osi podłużnej. Prędkość przesuwu belki poprzecznej wynosiła 0,1 mm/min. Siła w płaszczyźnie swojego przyłożenia powodowała powstanie naprężenia rozciągającego.

Do oceny przekroju próbek wykorzystano mikroskop cyfrowy. Przygotowane wcześniej próbki obserwowano na mikroskopie świetlnym przy powiększeniu 10x. Otrzymane obrazy zostały porównane z przekrojami jakie zakładał projekt próbek wykonany w programie Autodesk Inventor Professional 2022.

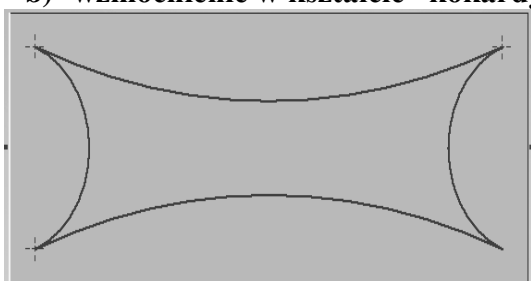
4. Omówienie wyników badań

Na rysunku 4 przedstawiono, wykonane na mikroskopie świetlnym, przekroje poprzeczne wykonanych kompozytów, gdzie osnowę stanowiło PLA a wzmocnienie TPU

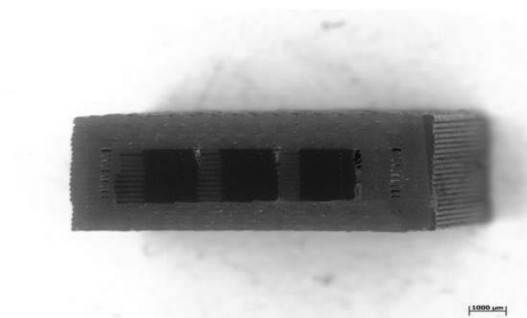
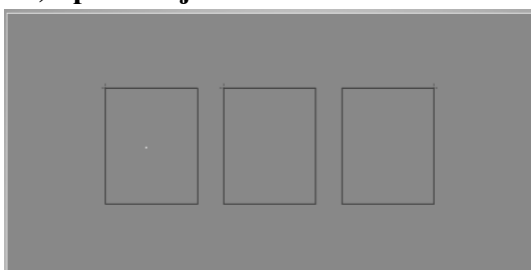
a) wzmocnienie w kształcie "X"



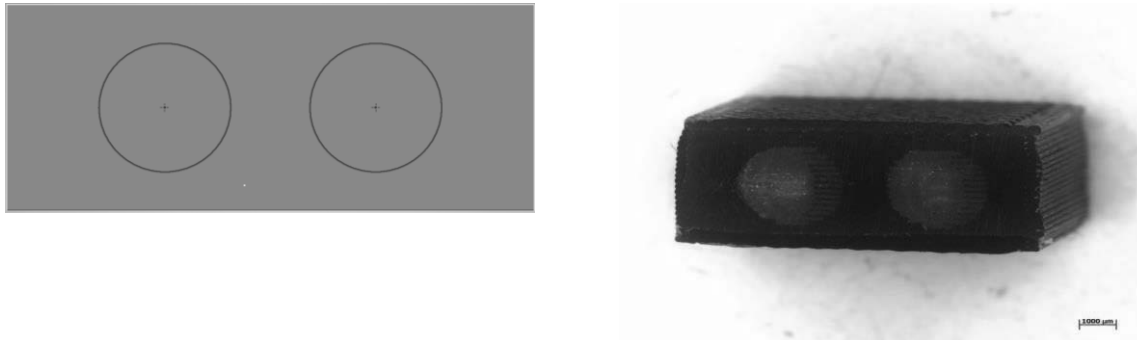
b) wzmocnienie w kształcie "kokardy"



c) przekrój w kształcie "trzech kwadratów"



d) przekrój w kształcie “kólek”



Rysunek 4. Przekrój poprzeczny otrzymanych kompozytów
Figure 4. Cross-section of designed composites

Porównując projekty oraz zdjęcia przekrojów można stwierdzić, że modele zostały wykonane prawidłowo i kształty próbek odpowiadają założeniom zawartym w projekcie. Ponadto widoczny jest podział warstwowy modelu charakterystyczny dla druku 3d. Ponadto wzmocnienie, które zostało ustawione skośnie względem orientacji druku występuje efekt schodkowy spowodowany podziałem na warstwy. W celu uniknięcia, lub zminimalizowania efektu zaleca się zmniejszenie grubości warstwy.

Badania wytrzymałości na zginanie

Zestawienie średnich wyników badań statycznej próby zginania dla poszczególnych komponentów przedstawiono w tablicy 1 i 2, a zależność naprężenia od odkształcenia badanych kompozytów przedstawiono na rysunku 5 i 6.

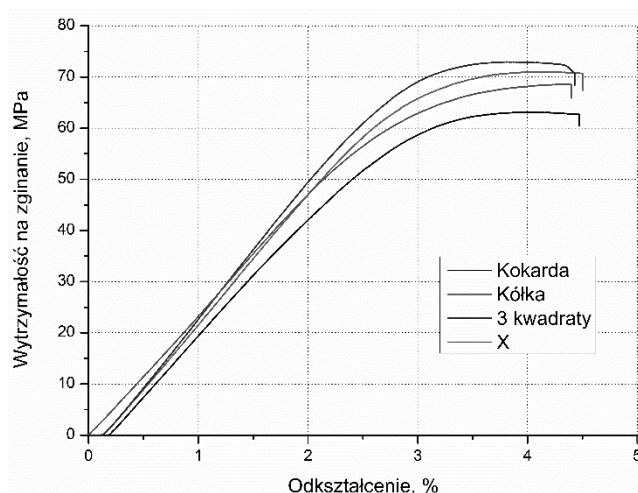
Tablica 1.

Wyniki wytrzymałości na zginanie badanych komponentów wykonanych z wzmocnienia TPU oraz osnowy PLA

Table 1.

Flexural strength results of tested components made of TPU reinforcement and PLA matrix

Rodzaj wzmocnienia	Wytrzymałość na zginanie, MPa	Odchylenie standardowe
Kokarda PLA-TPU	63,65	1,68
Kółka PLA-TPU	72,06	2,10
3 kwadraty PLA-TPU	71,43	3,51
X PLA-TPU	67,79	1,10



Rysunek 5. Wytrzymałość na zginanie komponentów wykonanych z osnowy w postaci PLA i wzmocnienia TPU

Figure 5. Flexural strength of components made from a PLA matrix and TPU reinforcement

Wytrzymałość na zginanie próbki wykonanej w całości z PLA wynosi 69,21 MPa a z TPU wyniosła 2,97 MPa.

Wyniki badań wykazały, że najwyższą wytrzymałość na zginanie charakteryzował się kompozyt o wzmocnieniu wykonanego z TPU w kształcie „kółek” i wyniosła 72,06 MPa, co stanowi wzrost wytrzymałości na zginanie o ok. 5%, a najmniejszą charakteryzował się kompozyt ze wzniesieniem w kształcie „kokardy”. Wytrzymałość na zginanie dla tego typu kompozytu wyniosła 63,65 MPa. Zastosowanie tego typu wzmocnienia spowodowało obniżenie wytrzymałości na zginanie o ok 9%. Pozostałe dwa rodzaje wzmocnienia tj „3 kwadraty” i „X” charakteryzowały się wytrzymałością na zginanie odpowiednio 71,43 i 67,79 MPa.

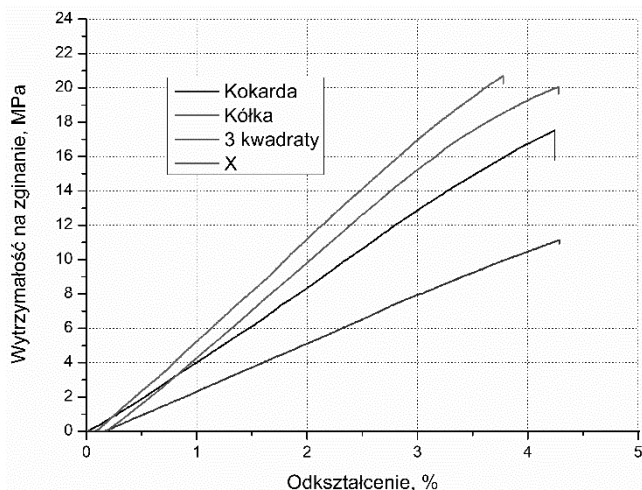
Tablica 2.

Wyniki wytrzymałości na zginanie badanych komponentów wykonanych z wzmocnienia PLA oraz osnowy TPU

Table 2.

Flexural strength results of tested components made of PLA reinforcement and TPU matrix

Rodzaj wzmocnienia	Wytrzymałość na zginanie, MPa	Odchylenie standardowe
Kokarda PLA-TPU	17,30	0,17
Kółka PLA-TPU	18,44	2,88
3 kwadraty PLA-TPU	11,01	0,27
X PLA-TPU	20,26	0,53



Rysunek 6. Wytrzymałość na zginanie komponentów wykonanych z osnowy w postaci TPU i wzmocnienia PLA

Figure 6. Flexural strength of components made of TPU matrix and PLA reinforcement

Wyniki badań wytrzymałości na zginania wykazały że, najwyższą wytrzymałość na zginanie uzyskał kompozyt o wzmocnieniu wykonanego z PLA w kształcie „X” i wyniosła 20,26 MPa, co stanowi wzrost wytrzymałości na zginanie prawie sześciokrotnie. Najmniejszą wytrzymałością na zginanie charakteryzował się kompozyt ze wzniesieniem w kształcie „trzy kwadraty”. Wytrzymałość na zginanie dla tego typu kompozytu wyniosła 11,01 MPa. Zastosowanie tego typu wzmocnienia spowodowało poprawę wytrzymałości na zginanie o ok 260 %. Kompozyty o wzmocnieniu w kształcie „kółka” i „kokardy” charakteryzowały się wytrzymałością na zginanie odpowiednio 18,44 i 17,30 MPa.

5. Podsumowanie

W wyniku przeprowadzonych badań opracowano nowe rodzaje kompozytu składającego się ze wzmocnienia w postaci TPU i PLA. Opracowano różne rodzaje wzmocnienia, które wpływają na końcowe własności mechaniczne. Najlepszym typem wzmocnienia dla TPU wykazał się typ „kółka”, a dla wzmocnienia z TPU wykazał się typ „X”.

Dzięki nowo opracowanym rodzajom kompozytów możliwe jest zmniejszenie masy gotowego produktu, a także poprawę jego odporności na korozję, działanie sił zewnętrznych czynnych i biernych, zwiększenie sztywności oraz wpływ na wiele innych właściwości fizycznych i chemicznych.

PODZIĘKOWANIE

Niniejsze opracowanie powstało w ramach działań Studenckiego Koła Naukowego „GYROID” działającego przy Katedrze Materiałów inżynierskich i Biomedycznych na wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej w Gliwicach.

Praca powstała w wyniku realizacji projektu w ramach kształcenia zorientowanego projektowo-PBL, w konkursie VII w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza, Politechnika Śląska.

The publication is result of cooperation within the Visegrad Scholarship Program 2022/2023.

•
• Visegrad Fund
•
•

Bibliografia

1. Śleżiona J.: Podstawy technologii kompozytów. Wyd. PŚl., Gliwice 1998
2. <https://botland.com.pl/blog/filamenty-pla-przyklady-zastosowan-i-charakterystyka/>
3. <https://drukarki3d.pl/technologie/technologie-fdm-fff/>
4. Valerga, Ana Pilar ; Batista, Moisés ; Salguero, Jorge ; Girot, Frank, Influence of PLA filament conditions on characteristics of FDM parts Materials, 2018, Vol.11 (8), p.1322
5. Atakok, Gurcan ; Kam, Menderes ; Koc, Hanife Bukre, Tensile, three-point bending and impact strength of 3D printed parts using PLA and recycled PLA filaments: A statistical investigation, Journal of materials research and technology, 2022, Vol.18, p.1542-1554
6. Sasse, Jana ; Pelzer, Lukas ; Schön, Malte ; Ghaddar, Tala ; Hopmann, Christian, Investigation of Recycled and Coextruded PLA Filament for Additive Manufacturing Polymers, 2022, Vol.14 (12), p.2407
7. <http://prostemiasta.pl/tworzywo-pla/>
8. Haryńska, Agnieszka ; Gubanska, Iga ; Kucinska-Lipka, Justyna ; Janik, Helena, Fabrication and characterization of flexible medical-grade TPU filament for Fused Deposition Modeling 3DP technology, Polymers, 2018, Vol.10 (12), p.1304<https://doapple.pl/>
9. <https://www.mobilemania.pl/>



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIAAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Influence of nanofiller on the stiffness of open-cell macroporous polymers

Y.M. Tseko^a

^a Silesian University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Engineering Materials and Biomaterials
email: yao.tsekp@polsl.pl

Abstract: Open-cell architecture are bioinspired designed which have found a lot of useful application in science and engineering. In this study, the stiffness of an open-cell microporous structure (OcMS) produced from polydimethylsiloxane (PDMS) using the sacrificial template method. Bentonite and magnetite employed as nanofillers to improve the stiffness PDMS OcMS by forming PDMS/bentonite composite (PB) and PDMS/bentonite/magnetite composite (PBNP).

The microscopic analysis revealed a uniform distribution the nanofillers within the polymer matrix. The hardness values obtained for PB and PBNP significantly higher than of the control.

Keywords: open-cell microporous structures, hardness, polydimethylsiloxane, bentonite, magnetite

1. INTRODUCTION

In the 21st century, the quest to economise materials is crucial to ensure a sustainable environment and the globe [1-3]. Hence, in designing novel material architectures, it is essential to archive the best functionality with the least amount of material. This is done by achieving a high surface area with minimal volumes. To achieve this increased surface area, intricate porous structures must be created in the smallest volumes. Open-cell macroporous architectures have since followed this line of thought.

Open-cell macroporous architecture is drawn from bioinspired sources such as corals, alveoli of mammals, and bamboo, to mention a few [4]. The scientific community has used this material architecture in separation, catalyst, insulation, light harvesting, electrical conductivity, magnetism and actuators [5]. As an engineer and scientist, this inspiration has led me to look at real-world applications where open-cell macroporous architecture can be applied to real-world problems to improve processes and/or be a solution without compromising efficiency.

Open-cell macroporous structures (OcMS) can be fabricated from metals, polymers, ceramics and composites. Popular among these materials are polymers because of their low cost, ease of fabrication and lightweight [6]. Polymers like polyurethane, polystyrene, epoxy, polydimethylsiloxane, polytetrafluoroethylene, etc. The drawback to using pure polymers or polymer-polymer composites for OcMS is their need for more stiffness [7]. This is particularly

important in separation operations like filtration and adsorption, where flow rate, inflow pressures, stirrer speeds, temperature and chemical factors may cause the degradation of the properties of these polymers[8].

This work focuses on introducing nanofillers into the polymer matrix of polydimethylsiloxane (PDMS) to improve its stiffness for separation applications. The nanofillers used in this study are bentonite nanoclay particles and magnetite nanoparticles. These macroporous composites were subject to microscopic analysis to ascertain the mixing efficiency between the nanofiller and the polymer matrix. Also, a hardness test was performed to determine the stiffness of the composites produced.

2. MATERIALS AND METHOD

2.1 Sample preparation

Without any further purification, bentonite clay powder (<50 nm, Sigma-Aldrich) was used as received. Green synthesis was also utilised to make magnetite nanoparticles [9, 10]. Dow Corning Corporation provided the Polydimethylsiloxane (PDMS) prepolymer and curing agent (Sylgard 184). A nearby convenience store provided the sugar particles

Sugar was used as a sacrificial template for the production of pure PDMS OcMSs, Bentonite/PDMS OcMSs (PB) and Bentonite/Magnetite nanoparticles/PDMS (PBNP) OcMSs. A sugar template was fabricated by kneading sugar particles into a 1 cm × 1 cm × 1 cm mould and then sun-drying it. To get the final sugar template, the sugar block was carefully removed from the mould [11-13]. A 10:1 mixture of PDMS prepolymer and curing agent was mixed up and poured over the final sugar template. The PDMS-filled template was degassed in a vacuum for 1 hour and cured overnight [13, 14]. The sugar/PDMS template was then immersed in water at 80 °C for 2 hours to dissolve the sugar and create a foam-like structure [12, 15]. After washing with deionised water and drying in an oven at 100 °C, the final PDMS open cell structure was achieved.

Table 1. Chemical composition

<i>Material</i>	<i>Sugar</i>	<i>Bentonite</i>	<i>Magnetite Nanoparticles</i>
<i>[mg]</i>	5600	400	8

Similarly, PB and PBNP OcMSs were prepared with the mass of materials stated in Tab. 1. The templates were achieved by uniform hand mixing and kneading to achieve the PB and PBNP templates. The earlier steps were followed similarly to make the final PB and PBNP OcMSs. Using sugar as a sacrificial template, three-dimensional OcMS of PDMS, PB and PBNP composites were created with PDMS as the control.

2.2 Characterisation

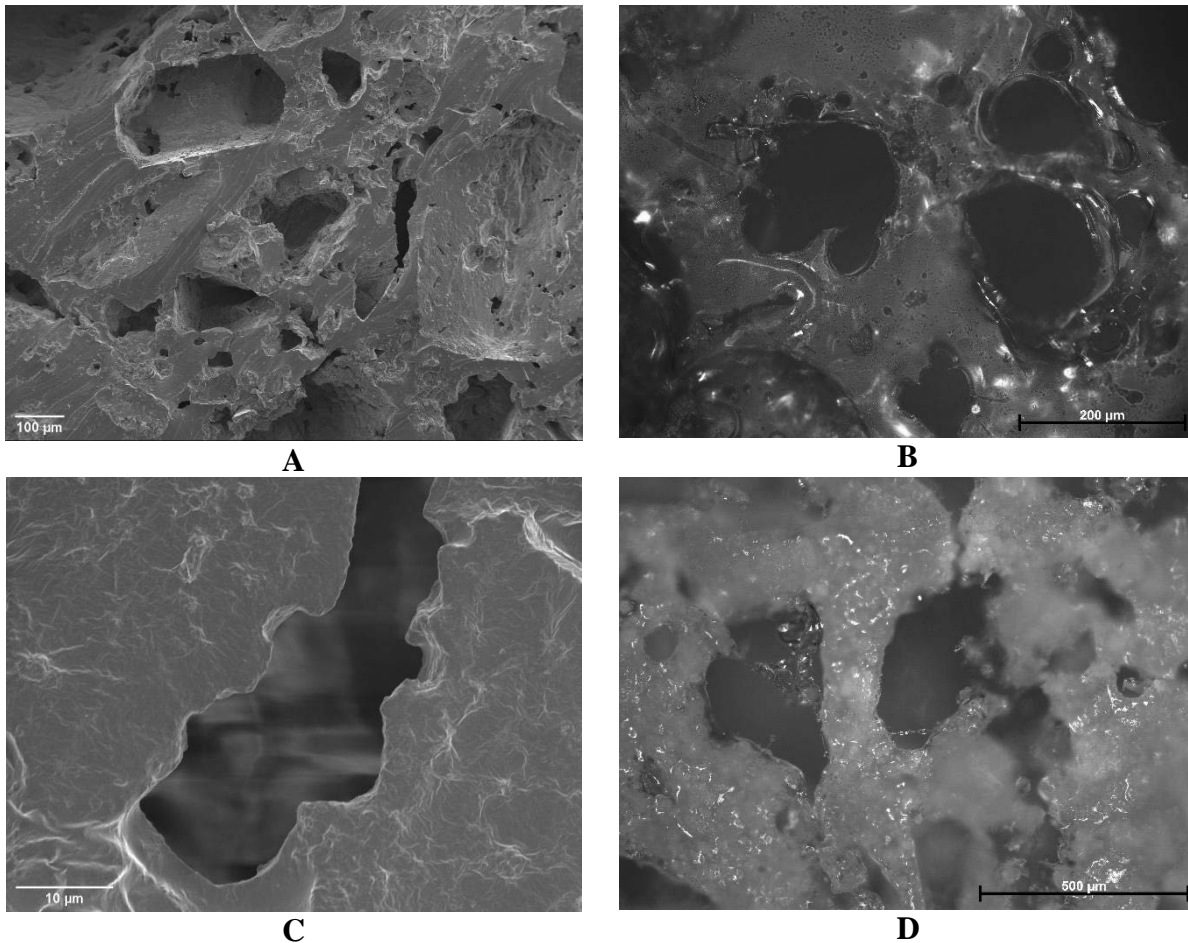
A Supra 35 (Zeiss, Oberkochen, Germany) scanning electron microscopy (SEM) was used to examine the morphology of PDMS, PB, and PBNP OcMSs. The SEM image was complemented with images from an AxioVision optical microscope (ZEISS, Jena, Germany). A Shore Sauter HBA 100-0 A hardness test was performed using a Durometer (Sauter GmbH,

Balingen, Germany). The durometer read the corresponding Shore hardness grade after an 8 N force was applied. Measurements were carried out three times to guarantee data uniformity and averaged across the entire sample area.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Morphology

Scanning electron and optical microscopy were used to observe PDMS, PB and PBNP composites. Figure 1 shows the presence of three-dimensional connected pores within all three structures, pointing to the evidence of the sacrificial template being removed and forming pores. They can be seen as irregular in shape and size. The average pore size observes across all three samples is 350 microns. It can also be seen in figures 1C-1F the presence of bentonite particles and bentonite particles/magnetite particles which indicate that they are incorporated in the PDMS matrix.



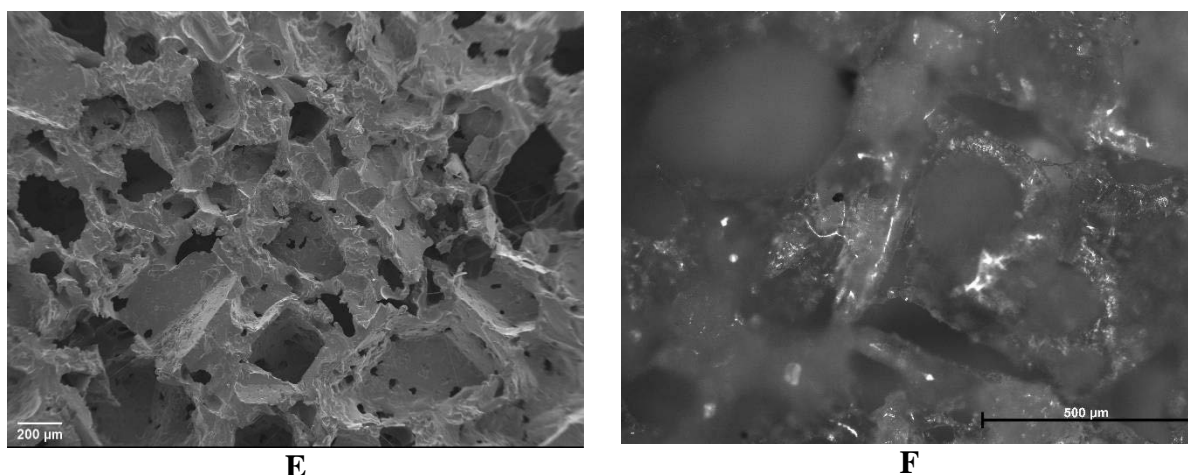


Figure 1. Images of (A)PDMS by SEM (B)PDMS by optical microscopy (C) PB by SEM (D) PB by optical microscopy (E) PBNP by SEM (F) PBNP by optical microscopy

3.2 Hardness

The findings demonstrate that the hardness of the samples increased with the addition of nanofillers (Figure 2). According to the ASTM D-2240 standard, materials with Shore A hardness values of 3-20 are classified as soft [16, 17]. From the values obtained in figure 2, it can be seen the OcMS produced are the soft region of the scale. Hardness (Shore A) values increased significantly with the addition of bentonite and/or magnetite to the respective samples. The increased hardness can be attributed to the uniform mixing and lack of aggregation within the polymer matrix resulting in the maintenance of polymer chains and hence increasing the mechanical properties of the composite [14, 18]. Also, the increased hard particles the bentonite and magnetite provided caused resistance to the indentation [19, 20].

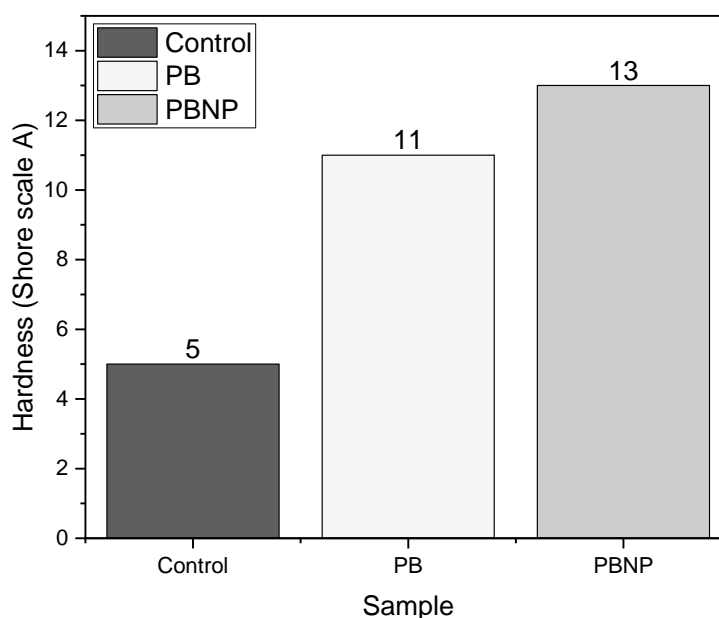


Figure 2. A plot of hardness values observed

4. CONCLUSION AND RECOMMENDATION

The study shows the utilisation of bentonite and magnetite as nanofiller in an open-cell microporous structure produced from PDMS. After the fabrication using the sacrificial template method, the mixing of the nanofillers and polymer matrix formed uniformly was observed. This uniform distribution within the polymer matrix is evident in this study's hardness archived for PB and PBNP. This is proven by the influence of nanofillers increasing the stiffness of OcMS. I recommend that other production techniques and nanostructures be employed in the creation of OcMS and their mechanical properties ascertained.

ACKNOWLEDGEMENT

Appreciation is extended to Dr.hab. Tomasz Tański, prof. PŚ and Dr.inz. Paweł Jarka

REFERENCES

1. Hart, S.L., *Beyond greening: strategies for a sustainable world*. Harvard business review, 1997. **75**(1): p. 66-77.
2. Rai, P., et al., *Recent advances in the sustainable design and applications of biodegradable polymers*. Bioresource technology, 2021. **325**: p. 124739.
3. Singh, S., *Introduction to Sustainability of Manufacturing and Materials Processing Technologies*, in *Sustainable Advanced Manufacturing and Materials Processing*. 2023, CRC Press. p. 1-8.
4. Zhu, D., S. Handschuh-Wang, and X. Zhou, *Recent progress in fabrication and application of polydimethylsiloxane sponges*. Journal of Materials Chemistry A, 2017. **5**(32): p. 16467-16497.
5. Jiang, S., S. Agarwal, and A. Greiner, *Low-Density Open Cellular Sponges as Functional Materials*. Angewandte Chemie International Edition, 2017. **56**(49): p. 15520-15538.
6. Sanjay, M.R., G. Arpitha, and B. Yogesha, *Study on mechanical properties of natural-glass fibre reinforced polymer hybrid composites: A review*. Materials today: proceedings, 2015. **2**(4-5): p. 2959-2967.
7. Zahid, M., et al., *A comprehensive review on polymeric nano-composite membranes for water treatment*. J. Membr. Sci. Technol, 2018. **8**(2): p. 1-20.
8. Buruga, K., et al., *A review on functional polymer-clay based nanocomposite membranes for treatment of water*. Journal of Hazardous Materials, 2019. **379**: p. 120584-120584.
9. Asimeng, B.O., et al., *Characterization and Inhibitory Effects of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles Synthesized from Plant Extracts on HeLa Cells*. International Journal of Biomaterials, 2020. **2020**: p. 2630735-2630735.
10. Jiang, W., et al., *The effect of [Fe³⁺]/[Fe²⁺] molar ratio and iron salts concentration on the properties of superparamagnetic iron oxide nanoparticles in the water/ethanol/toluene system*. Journal of Nanoparticle Research, 2011. **13**(10): p. 5135-5145.
11. Amjadi, M., K. Min Seong, and I. Park. *Flexible and sensitive foot pad for sole distributed force detection*. in *14th IEEE International Conference on Nanotechnology*. 2014.

12. Choi, S.-J., et al., *A Polydimethylsiloxane (PDMS) Sponge for the Selective Absorption of Oil from Water*. ACS Applied Materials & Interfaces, 2011. **3**(12): p. 4552-4556.
13. Montazerian, H., et al., *Permeability and mechanical properties of gradient porous PDMS scaffolds fabricated by 3D-printed sacrificial templates designed with minimal surfaces*. Acta Biomaterialia, 2019. **96**: p. 149-160.
14. Konku-Asase, Y., A. Yaya, and K. Kan-Dapaah, *Curing Temperature Effects on the Tensile Properties and Hardness of γ -Fe₂O₃ Reinforced PDMS Nanocomposites*. Advances in Materials Science & Engineering, 2020.
15. Hossain, S. and D.-M. Chun, *ZnO decorated polydimethylsiloxane sponges as photocatalysts for effective removal of methylene blue dye*. Materials Chemistry and Physics, 2020. **255**: p. 123589-123589.
16. Klaassen, M., E.G. de Vries, and M.A. Masen, *Friction in the contact between skin and a soft counter material: Effects of hardness and surface finish*. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2019. **92**: p. 137-143.
17. Thiele, K., et al., *Bio-Based Epoxy Resins Based on Linseed Oil Cured with Naturally Occurring Acids*. Polymers, 2019. **11**(9): p. 1409.
18. Nobrega, A.S., et al., *influence of adding nanoparticles on the hardness, tear strength, and permanent deformation of facial silicone subjected to accelerated aging*. the journal of prosthetic dentistry, 2016. **116**(4): p. 623-629. e1.
19. Verma, N., S. Zafar, and M. Talha, *Influence of nano-hydroxyapatite on mechanical behavior of microwave processed polycaprolactone composite foams*. Materials Research Express, 2019. **6**(8): p. 85336-85336.
20. Anadão, P., *The use of montmorillonite clay in polymer nanocomposite foams*. Polymer Nanocomposite Foams, 2013: p. 149-168.

Struktura i własności stali H13 wytwarzanej metodą Metal FDM

E. Waclawik-Macura^a, K. Matula^b, K. Gołombek^c, G. Matula^d

^a Doktorant Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych, email: ewaclawikmacura@gmail.com

^b Student Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Badania Materiałów, email: klaumat998@student.polsl.pl

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Badania Materiałów, email: klaudiusz.golombek@polsl.pl

^d Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych, email: grzegorz.matula@polsl.pl

Streszczenie: Dynamiczny rozwój przemysłu produkcyjnego, dyktuje konieczność stosowania materiałów i technik, które spełniają wysokie wymagania konstrukcyjne, eksploatacyjne i technologiczne. W artykule przedstawiono wyniki badań stali narzędziowej do pracy na gorąco H13, wytworzonej metodą przyrostową Metal FDM (ang. Metal Fused Deposition Modeling). Do badań wykorzystano filament komercyjny Zetamix H13. W celu wykonania badań wytrzymałości na zginanie, zaprojektowano i wydrukowano odpowiednie próbki, które następnie poddano degradacji lepiszcza i spiekaniu. Jako atmosferę spiekania zastosowano próżnię oraz mieszaniny gazów azot-wodór i argon-wodór. Na podstawie uzyskanych wyników badań wykazano, że otrzymane spieki charakteryzują się wysokimi własnościami mechanicznymi, przy czym najlepsze efekty w postaci wysokiej twardości i wytrzymałości otrzymano po spiekaniu w atmosferze bogatej w azot, który powoduje wydzielanie się węglikoazotków i umacnianie stali narzędziowej.

Abstract: The rapid development of the manufacturing industry, necessitates the use of materials and techniques that meet the high demands of construction, operation and technology. This article presents the results of testing H13 hot-work tool steel, formed by the Metal FDM (Metal Fused Deposition Modeling) additive method. A commercial filament Zetamix H13, was used for the tests. In order to perform bending strength tests, suitable samples were designed and printed, which were then binder degraded and sintered.

As sintering atmosphere: vacuum, nitrogen-hydrogen and argon-hydrogen gas mixtures were used. Based on the results, it was shown that the obtained sinters have high mechanical properties, with the best results in the form of high hardness and strength obtained after sintering in a nitrogen-rich atmosphere. It causes the release of carbide-nitrides and strengthening of the tool steel.

Słowa kluczowe: stal narzędziowa, wytwarzanie przyrostowe, druk 3D, FDM, spiekanie

1. WSTĘP

Od kilkunastu lat, druk 3D wykazuje potencjał jako proces produkcyjny. Najczęściej stosowaną techniką przyrostową jest FDM (ang. Fused Deposition Modeling), pozwalającą na wytwarzanie elementów 3D, zaprojektowanych w środowisku CAD (ang. Computer-Aided Design). Jako technika szybkiego prototypowania (ang. Rapid Prototyping), FDM znalazło zastosowanie w wielu branżach i gałęziach przemysłu - głównie w mechanice, robotyce, medycynie oraz militariach, gdzie istotne jest zapewnienie minimalizacji błędów technologicznych. W związku z możliwością druku elementów o zaawansowanej geometrii, druk 3D, jako szybkie prototypowanie, pozwala na wytworzenie pojedynczych elementów, w celu weryfikacji modelu, zanim trafi on do produkcji wielkoseryjnej. Technika ta, jest obecnie częściej stosowana, niż standardowe metody, jak frezowanie lub formowanie wtryskowe, ze względu na ogólnodostępność maszyn i materiałów oraz niskie koszty wydruku [1-4].

Metal Fused Deposition Modeling (Metal FDM) jest stosunkowo nową techniką, opartą na procesie FDM. Jest to konkurencyjna metoda, dla znanego SLM (ang. Selective Laser Melting). Metal FDM, wykorzystuje materiał składający się z proszku metalu lub proszku ceramicznego i termoplastycznego spoiwa [5].

Proces druku polega na wytłaczaniu uplastycznionego materiału o osnowie termoplastycznej z filamentu w postaci drutu. Filament, wprowadzany jest do dyszy, gdzie jest nagrzewany do odpowiedniej temperatury, a następnie, jako stopiony materiał jest wyprowadzany z głowicy – ekstrudera. Materiał osadzany jest na stole roboczym drukarki warstwa po warstwie metodą przyrostową. Dla złożonych kształtów, stosuje się podpory, które po zakończeniu druku są odrywane od głównej bryły. Możliwe jest stosowanie drukarki z dwoma głowicami, gdzie materiał podporowy jest inny niż materiał główny i możliwe jest jego usunięcie poprzez zastosowanie odpowiedniego rozpuszczalnika [6].

W metodzie Metal FDM, konieczne jest przeprowadzenie obróbki końcowej, co w standardowej metodzie FDM, ze względu na stosowany materiał, nie jest konieczne. W celu otrzymania finalnego elementu metodą Metal FDM, konieczne jest przeprowadzenie procesu degradacji (chemicznej lub cieplnej) oraz procesu spiekania wysokotemperaturowego [7].

Zaletami metody Metal FDM, jest między innymi możliwość produkcji elementów o skomplikowanym kształcie, na co nie pozwala klasyczna metalurgia proszków polegająca na prasowaniu i spiekaniu oraz szkieletów o dużej porowatości, które można jedynie wytworzyć kosztowną metodą SLM. Do wad zaliczyć można niejednorodność struktury, konieczność stosowania podpór przy bardziej skomplikowanych kształtach, oraz konieczność stosowania obróbki, w celu otrzymania finalnego produktu [7-8].

Niniejsza praca opisuje wyniki badań struktury i własności stali H13. Próbkę do badań w postaci belek do trójpunktowego zginania, wykonano przy użyciu techniki Metal FDM. Kształt próbek umożliwił wykonanie podstawowych badań takich jak pomiar skurczu, gęstości, mikrotwardości oraz badań strukturalnych po odpowiednim ich przygotowaniu. Wybór tej stali jest podyktowany możliwością zastosowania jej do wytwarzania elementów maszyn, do pracy na zimno i gorąco. Przykładem są: matryce do wytłaczania, formy odlewnicze oraz elementy form wtryskowych o wysokiej wytrzymałości [9, 10]. W dalszych zadaniach badawczych planowane jest wytwarzanie materiałów porowatych i lito-porowatych, które będą infiltrowane ciekłymi metalami o wysokiej przewodności cieplnej. Własności takich materiałów mogą być wykorzystane w produkcji wkładek matrycowych do form wtryskowych, które będą szybciej odprowadzały ciepło z elementów formowanych wtryskowo.

2. MATERIAŁY ORAZ METODYKA BADAŃ

Do wydruku próbek - belek, o wymiarach 55x10x4mm, zastosowano komercyjny filament "Zetamix H13", firmy Zetamix by NANOE. Filament wykonany jest na bazie proszku o wielkości 5-20 μm oraz termoplastycznego tworzywa [7].

Wydruk próbek wykonano na drukarce Prusa i3 MK3S+, stosując temperaturę ekstrudera i stołu odpowiednio 190 i 50°C, prędkość druku 12mm/s, wysokość warstwy 0,2mm, ilość obrysów 3 oraz wypełnienie 100%.

Następnie, zastosowano degradację lepiszcza polimerowego oraz spiekanie. Spieki poddano badaniom gęstości, twardości, wytrzymałości na zginanie oraz badaniom strukturalnym. Badanie gęstości wykonano metodą hydrostatyczną w oparciu o prawo Archimedesesa, przy użyciu wagi analitycznej, RADWAG AS 110/C/2. Pomiar mikrotwardości metodą Vickersa wykonano na twardościomierzu Future-Tech FM-700 przy obciążeniu wynoszącym 0,98N. Statyczną próbę trójpunktowego zginania wykonano na maszynie wytrzymałościowej ZWICK Z020. Do badań wykorzystano przystawkę dedykowaną dla materiałów prasowanych i spiekanych. Odległość między podporami wynosiła 25mm. Oprogramowanie urządzenia umożliwia na automatyczny pomiar wytrzymałości na zginanie, zapisując wcześniej grubość i szerokość zginanej belki. Badania strukturalne wykonano na przełomach, które powstały w wyniku zginania oraz przygotowanych zglądach metalograficznych. Obserwacji próbek dokonano w wysokorozdzielczym skaningowym mikroskopie elektronowym SUPRA 35, firmy ZEISS. Ilościową i jakościową mikroanalizę rentgenowską oraz analizę rozkładu powierzchniowego pierwiastków wykonano na szlifowanych i polerowanych zglądach dzięki detektorowi rozproszenia promieniowania rentgenowskiego EDS.

3. WYNIKI BADAŃ

Dobór warunków usuwania lepiszcza z wydrukowanych belek polegał na degradacji rozpuszczalnikowej w acetonie oraz degradacji cieplnej. Z uwagi na wady powstające w wyniku degradacji rozpuszczalnikowej (rys. 1) po wstępnych badaniach, w dalszym etapie stosowano jedynie degradację cieplną lepiszcza, wydłużając jej czas do 32 godzin. Krótszy cykl powoduje powstawanie pęcherzy gazowych na powierzchni (rys. 2). Cykl degradacji cieplnej przedstawiono na rysunku 3. W wyniku degradacji cieplnej w atmosferze ochronnej, polimerowe lepiszcze ulega pirolizie, a produkty degradacji w postaci węgla resztkowego zanieczyszczają reaktor pieca podczas spiekania oraz spieki. Węgiel resztkowy osadzony na ściankach pieca rurowego oraz spiekanych próbkach reaguje z materiałem podczas spiekania, inicjując ten proces i obniżając temperaturę spiekania. Prowadzi to do niekontrolowanego procesu i przy stałej temperaturze wynoszącej 1380°C oraz przepływie mieszaniny gazów ochronnych wynoszącym 0,1l/min może dojść do całkowitego stopienia próbki. Udział węgla w takim materiale jest znacznie większy od udziału węgla w zastosowanym proszku. Temperatura topnienia stali H13 wynosi powyżej 1420°C, zatem podczas spiekania materiału w czystym reaktorze, w temperaturze 1380°C, niezależnie od zastosowanej atmosfery (Ar-10%H₂, N₂-10%H₂, próżnia), nie dochodzi do nadtopienia spiekanych próbek. Aby uniknąć wzrostu stężenia węgla podczas spiekania, próbki w postaci wydrukowanych belek były wstępnie poddane degradacji cieplnej w piecu niskotemperaturowym. Rurę stalową tego urządzenia można w łatwy sposób wyczyścić z produktów degradacji. Maksymalna temperatura degradacji w tym urządzeniu wynosiła 460°C. Wyższa temperatura prowadzi do całkowitego usunięcia lepiszcza, co może spowodować uszkodzenie próbek podczas przekładania ich do pieca

wysokotemperaturowego, w celu spiekania. Podczas nagrzewania do temperatury spiekania w piecu wysokotemperaturowym, zastosowano przystanek izotermiczny w temperaturze 500°C, wynoszący 1 godzinę i następnie nagrzewano materiał z szybkością 5°C/min do temperatury spiekania. Czas spiekania wynosił 30min. Niezależnie od atmosfery i temperatury spiekania wszystkie próbki charakteryzowały się metalicznym połyskiem. Wyniki badań gęstości przedstawione w tablicy 1, wykazały, że niezależnie od warunków spiekania, wytworzone stale narzędziowe H13 charakteryzują się niższą gęstością w stosunku do materiału litego, która wynosi 7,8g/cm³ [11]. Jest to związane z porowatymi kanałami powstającymi podczas druku. Mimo 100% wypełnienia podczas druku, kanały te jednak powstają i są zależne od wielkości otworu dyszy. W zastosowanej drukarce użyto dyszy zgodnie z zaleceniami producenta tj. 0,4mm. Niestety, niezależnie od zastosowanej atmosfery, kanały te nie ulegają zagęszczeniu, co przedstawiono na rysunkach od 5 do 7. Ulegają one wypełnieniu jedynie po przetopieniu próbki (rys. 8). Gęstość próbki przetopionej jest również niższa od gęstości litej stali komercyjnej z uwagi na lokalnie występujące pory. Wyniki badań mikrotwardości, przedstawiono w tablicy 1.

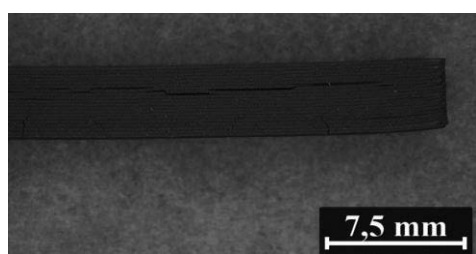
Najwyższą twardością, charakteryzują się próbki spiekane w atmosferze bogatej w azot. Jest to spowodowane tym, że podczas spiekania wydzielają się azotki lub węglukoazotki. Fazy te są również widoczne w próbce stopionej na rysunku 7. Wyniki badań materiałów spiekanych w próżni, wskazują na ich niższą gęstość od pozostałych próbek, natomiast wyniki wytrzymałości na trójpunktowe zginanie (rys. 4) są wyższe od próbek spiekanych w atmosferze azot-wodór i niższe od próbek spiekanych w atmosferze argon-wodór.

Najniższą wytrzymałością na zginanie, cechują się próbki spiekane w atmosferze azot-wodór, które wykazały najwyższą twardość materiału – materiał ten jest twardy, lecz kruchy.

Tablica 1. Wyniki badań gęstości i mikrotwardości oraz wytrzymałości na zginanie

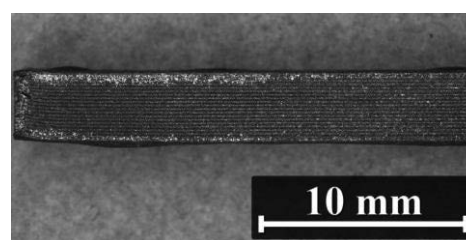
Table 1. Results of density and microhardness and bending strength tests

Atmosfera podczas spiekania	Ar-10%H ₂	N ₂ -10%H ₂	Próżnia	N ₂ -10%H ₂ stopiona
Gęstość, g/cm ³	7,12	7,18	6,72	7,62
Mikrotwardość HV0,1	601	677	564	524
Wytrzymałość na trójpunktowe zginanieR _g , MPa	1750	1570	1616	-



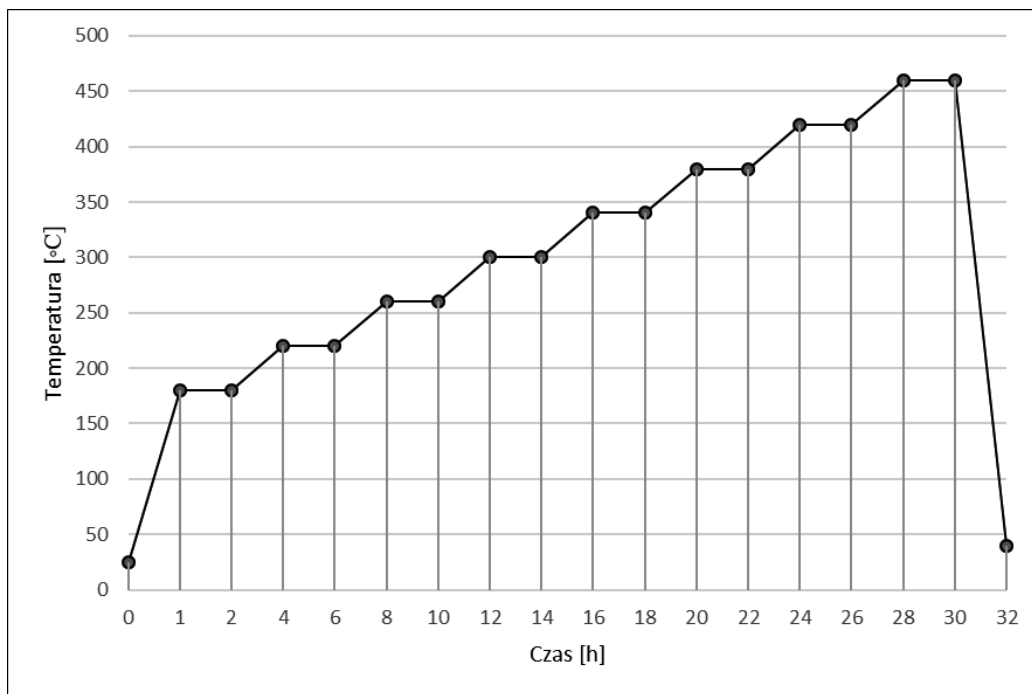
Rysunek 1. Widok próbki po degradacji rozpuszczalnikowej- pęknięcia między warstwami

Figure 1. View of the sample after solvent degradation - cracks between the layers

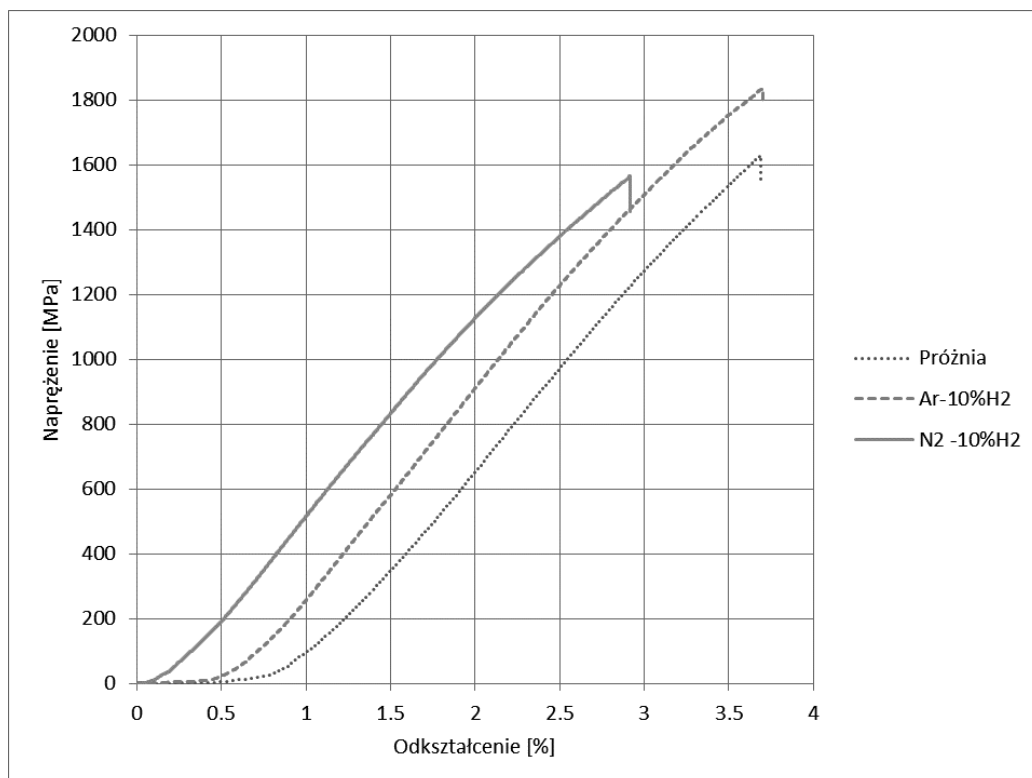


Rysunek 2. Widok próbki po nieprawidłowej degradacji cieplnej –pęcherze gazowe

Figure 2. View of the sample after thermal debinding - gas bubbles

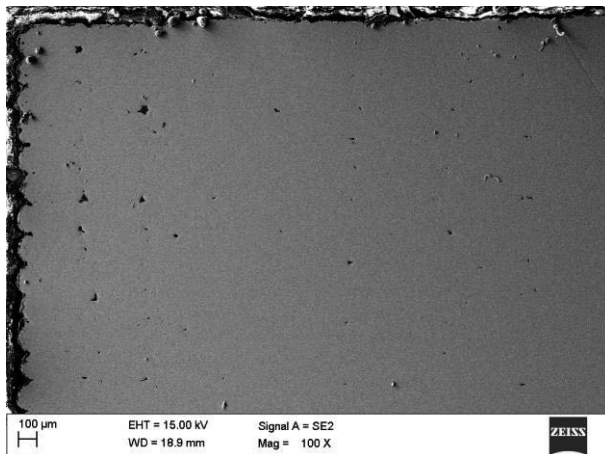


Rysunek 3. Cykl degradacji cieplnej

Figure 3. Heat degradation cycle

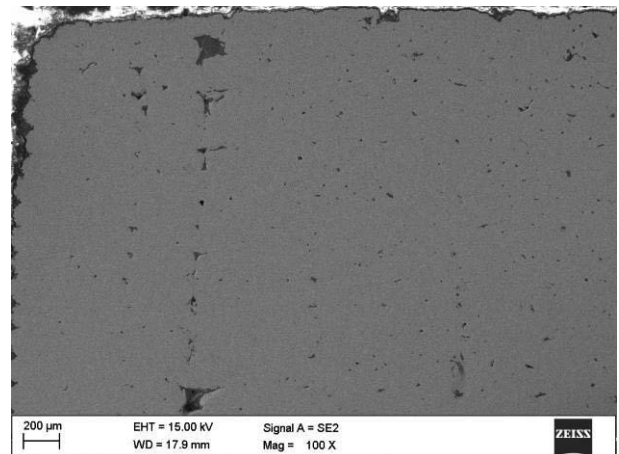
Rysunek 4. Wykres zależności odkształcenia od naprężenia – trójpunktowa próba zginania

Figure 4. Diagram of the stress-strain curve during a three-point bending test



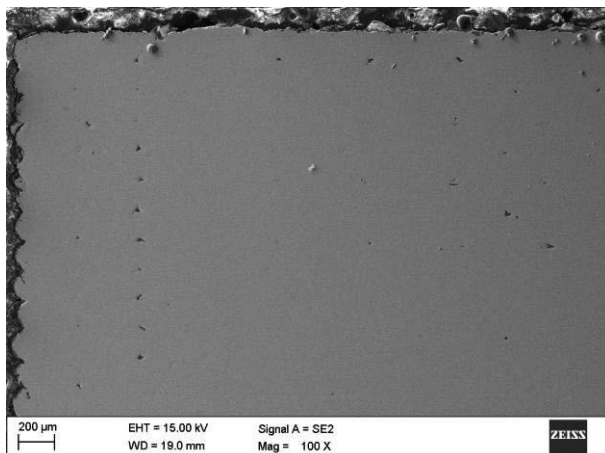
Rysunek 5. Struktura stali H13 drukowanej i spiekanej w atmosferze $N_2-10\%H_2$ w temperaturze $1380^\circ C$

Figure 5. Structure of H13 steel printed and sintered in $N_2-10\%H_2$ atmosphere at $1380^\circ C$



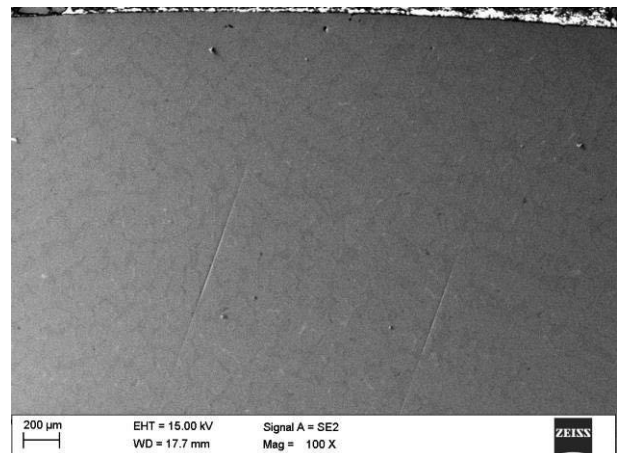
Rysunek 6. Struktura stali H13 drukowanej i spiekanej w atmosferze $Ar-10\%H_2$ w temperaturze $1380^\circ C$

Figure 6. Structure of H13 steel printed and sintered in $Ar-10\%H_2$ atmosphere at $1380^\circ C$



Rysunek 7. Struktura stali H13 drukowanej i spiekanej w próżni

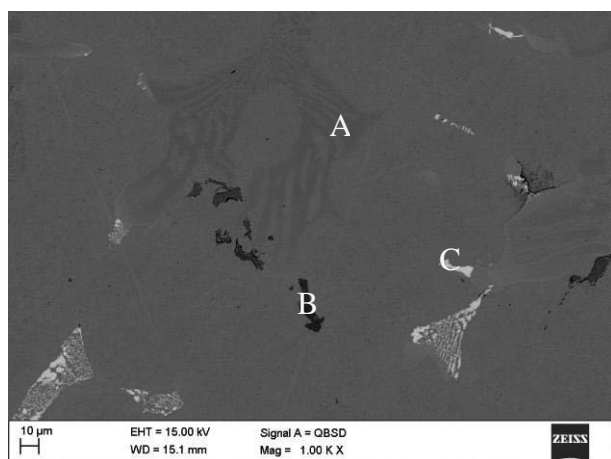
Figure 7. Structure of H13 steel printed and sintered in vacuum



Rysunek 8. Struktura stali H13 drukowanej i spiekanej w atmosferze $N_2-10\%H_2$ w temperaturze $1380^\circ C$, przetopionej

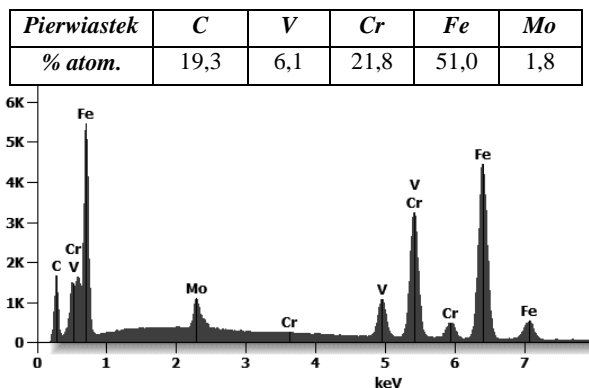
Figure 8. Structure of H13 steel printed and sintered in $N_2-10\%H_2$ atmosphere at $1380^\circ C$, melted

Regularne kanały widoczne na rysunkach od 5 do 7 występują w obrysie drukowanych belek, w obszarze środkowym widoczne są jedynie lokalnie występujące pory. Prawdopodobnie po zmianie sposobu lub zastosowaniu głowicy o mniejszym otworze kanały będzie można bardziej zagęścić podczas spiekania, lub całkowicie wyeliminować. Analizując wyniki badań metodą EDS (rys. 9 i 11) nie można dokładnie określić czy w strukturze stali H13, w obszarze B, wydzielił się azotek czy też węglikoazotek. Udział atomowy węgla w analizowanym wydzieleniu wynosi 9,2%, jednak wynik ten może być obarczony dużym błędem. W pozostałych analizowanych obszarach wydzieliły się węgliki bogate w chrom i żelazo (obszar A) oraz molibden (obszar C).



Rysunek 9. Struktura stali H13, stopionej podczas spiekania w atmosferze bogatej w azot z zaznaczonymi obszarami badań składu chemicznego

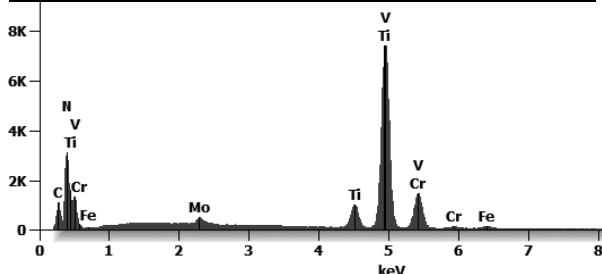
Figure 9. Structure of H13 steel melted during sintering in nitrogen enriched atmosphere with marked areas of chemical composition tests



Rysunek 10. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego dla obszaru A oraz wyniki analizy ilościowej

Figure 10. Diagram of scattered X-ray energy for area A and results of quantitative analysis

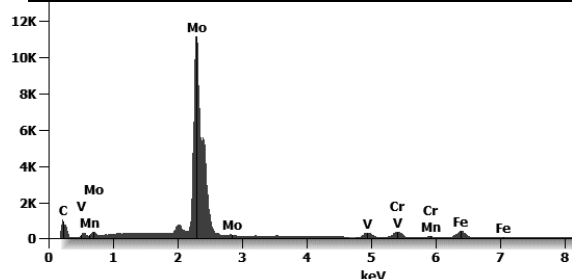
Pierwiastek	C	N	Ti	V	Cr	Fe
% atom.	9,2	28,6	5,0	51,2	4,1	1,3



Rysunek 11. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego dla obszaru B oraz wyniki analizy ilościowej

Figure 11. Diagram of scattered X-ray energy for area B and results of quantitative analysis

Pierwiastek	C	V	Cr	Fe	Mo
% atom.	36,9	4,9	3,6	7,7	46,6



Rysunek 12. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego dla obszaru C oraz wyniki analizy ilościowej

Figure 12. Diagram of scattered X-ray energy for area C and results of quantitative analysis

4. WNIOSKI

Zastosowanie techniki Metal FDM do wytwarzania elementów z materiałów metalowych, pozwala na uzyskanie znacznie niższych kosztów wydruku elementu jednostkowego, w porównaniu z innymi metodami, ze względu na niższy koszt urządzeń (drukarek). W tej technologii konieczny jest odpowiedni dobór parametrów degradacji lepiszcza, aby proces nie wpłynął na wzrost węgla resztkowego. W przypadku zastosowania jedynie degradacji cieplnej, proces zachodzi od powierzchni w głąb materiału tak jak w przypadku elementów wytwarzanych metodą formowania wtryskowego proszku i jest zależny od ich wielkości. Stąd w materiałach litych wymagany jest długi czas degradacji cieplnej. Niezależnie od warunków

spiekania, wytworzone stale narzędziowe H13 charakteryzują się niższą gęstością w stosunku do materiału litego, która wynosi $7,8\text{g/cm}^3$. Mimo to wyniki badań wykazały, że własności mechaniczne są względnie wysokie. Należy dodać, że stale te nie były poddane obróbce cieplnej, która powinna jeszcze bardziej zwiększyć wytrzymałość na trójpunktowe zginanie i twardość. Najwyższą wytrzymałością na zginanie charakteryzują się spieki wytwarzane w atmosferze Ar-10%H₂. Wartość ta wynosi 1750 MPa. Należy zauważyć, że węglidotwórcze dodatki stopowe w tych stalach niezależnie od atmosfery spiekania prowadzą do wydzielenia węglików, a w przypadku atmosfery bogatej w azot również węglikoazotków. Wszystkie te wydzielenia umacniają wytworzone spieki, co również obniża ich plastyczność. Odształcenie spieków podczas zginania wynosi jedynie ok. 3% niezależnie od atmosfery spiekania. Niewątpliwie wadą tej technologii jest duży skurcz materiału podczas spiekania, który wynika z zastosowania dużej ilości lepiszcza przez producenta filamentu. Mimo to technologia ta wydaje się być bardzo interesująca z uwagi na relatywnie niskie koszty oraz możliwość wytwarzania elementów stalowych o wysokich własnościach przewyższających własności polimerów i kompozytów o osnowie polimerowej. Ciekawym zastosowaniem tej technologii jest możliwość wytwarzania elementów prototypowych lub zużytych części maszyn które trudno pozyskać lub są wycofane z produkcji.

PODZIĘKOWANIA

Pracę zrealizowano częściowo w ramach projektu finansowanego przez NCBR o numerze LIDER/49/0196/L-9/17/NCBR/2018

LITERATURA

1. Cader M., Trojnecki M.: Analiza możliwości zastosowania technologii przyrostowych do wytwarzania elementów konstrukcji robotów mobilnych. *Pomiary Automatyka Robotyka* 2013, vol. 17, nr 2, s. 200–207.
2. Skawiński P., Siemiński P., Błazucki P.: Zastosowanie przyrostowej metody FDM/FFF do wytwarzania kół przekładni zębatych. *Mechanik* 2015, vol. 88, nr 12, s. 173-179.
3. Olszewski J.: Analysis of material properties in respect of material interior styles used in Fused Deposition Modeling. *Pomiary Automatyka Robotyka* 2011, vol. 15, nr 9, s. 80-83.
4. Szust, G. Adamski, Using thermal annealing and salt remelting to increase tensile properties of 3D FDM prints, *Engineering Failure Analysis*, 2021.
5. Ramzani H., Kami A.: Metal FDM, a new extrusion-based additive manufacturing technology for manufacturing of metallic parts: a review, *Progress in Additive Manufacturing* 2022, vol. 7, s. 609–626.
6. <https://centrumdruku3d.pl/dwukrotnie-szybsze-rozpuszczanie-struktur-podporowych-w-przemyslowym-druku-3d-fdm/> [dostęp 06/01/2023]
7. <https://get3d.pl/metalowe/zetamix-h13-steel/> [dostęp 06/01/2023]
8. <https://drukarki3d.pl/technologie/technologie-fdm-fff/> [dostęp 06/01/2023]
9. Huang g., Wei K., Zeng X.: Microstructure and mechanical properties of H13 tool steel fabricated by high power laser powder bed fusion, *Materials Science and Engineering* 2022, vol. 868
10. <https://www.shlionmetal.com/pl/products/mold-steel/h13-hot-work-tool-steel/> [dostęp 07/01/2023]
11. https://www.matweb.com/search/datasheet_print.aspx?matguid=e30d1d1038164808a85cf7ba6aa87ef7 [dostęp 06/01/2023]



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Obróbka plastyczna na gorąco stali wielofazowej z Ti i V

A. Wojtacha^a

^aPolitechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
email: anna.wojtacha@polsl.pl

Streszczenie: W pracy zbadano wpływ warunków obróbki plastycznej na gorąco na zmiany naprężenia uplastyczniającego oraz stopień mięknięcia w nowo opracowanej stali wielofazowej z mikrododatkami Ti i V. Badania przeprowadzono na symulatorze termomechanicznym GLEEBLE 3800 przy użyciu próbek osiowosymetrycznych o średnicy 10 mm i długości 15 mm. W celu wyznaczenia krzywych σ - ϵ przeprowadzono próby ciągłego ściskania próbek do odkształcenia rzeczywistego $\phi=0.69$. Próbki po austenitowaniu w temperaturze 1150°C odkształcano plastycznie w zakresie temperatury od 900°C do 1100°C z szybkością 0.1s⁻¹, 1s⁻¹ oraz 10s⁻¹. Wyznaczona energia aktywacji procesu odkształcenia plastycznego wynosi 375 kJ·mol⁻¹. Przeprowadzono również dwuetapowe ściskanie próbek z wytrzymaniem izotermicznym trwającym od 1 s do 50 s. Otrzymane wyniki wskazują, że w badanym zakresie parametrów odkształcenia na gorąco spadek umocnienia odkształceniowego jest głównie wynikiem przebiegu procesu rekrytalizacji dynamicznej. Skład chemiczny stali, w szczególności oddziaływanie Mo i mikrododatków Ti i V, ma wpływ na hamowanie przebiegu procesów aktywowanych cieplnie, powodujących zanik umocnienia odkształceniowego austenitu.

Abstract: The work examined the effect of hot working conditions on changes in yield stress and softening degree in the newly developed multiphase steel with Ti and V microadditions. The tests were carried out on the GLEEBLE 3800 thermomechanical simulator using axisymmetric samples with a diameter of 10 mm and a length of 15 mm. In order to determine the σ - ϵ curves, continuous compression tests of the samples to the real deformation $\phi=0.69$ were carried out. After austenitizing at 1150°C, the samples were plastically deformed in the temperature range from 900°C to 1100°C at the rate of 0.1s⁻¹, 1s⁻¹ and 10s⁻¹. The determined activation energy of the plastic deformation process was 375 kJ mol⁻¹. Two-stage compression of the samples with isothermal holding lasting from 1 s to 50 s was also carried out. The obtained results indicate that in the tested range of hot deformation parameters, the decrease in strain hardening is mainly the result of the dynamic recrystallization process. The chemical composition of the steel, in particular the impact of Mo and Ti and V microadditions, has an impact on inhibiting the course of thermally activated processes, causing the deformation hardening of austenite to disappear.

Słowa kluczowe: stale wielofazowe, odkształcenie plastyczne na gorąco, rekrytalizacja dynamiczna

1. WSTĘP

Nowoczesne stale wielofazowe z austenitem szcążkowym stanowią odpowiedź na aktualne wymagania branży motoryzacyjnej. Wymagania stawiane innowacyjnym materiałom konstrukcyjnym stosowanym na odkuwki są związane z zapewnieniem wysokiej wytrzymałości, ciągliwości, odporności na pękanie (także w temperaturze obniżonej) oraz wysokiej wytrzymałości zmęczeniowej [1-3]. Uzyskanie oczekiwanych własności powinno odbywać się przy możliwie jak najmniejszych kosztach, co jest także związane z ograniczeniem ilości wprowadzonych do stali dodatków stopowych [4-6].

Obecność w strukturze metastabilnego austenitu jako fazy o największej plastyczności spośród wszystkich składników strukturalnych umożliwia jednocześnie zwiększenie wytrzymałości i ciągliwości [7-8]. Stale wielofazowe posiadają dodatek krzemu, który zapobiega wydzielaniu się cementytu w ferrycie bainitycznym, działając korzystnie na udarność stali [9,10]. W efekcie następuje większe wzbogacenie austenitu szcążkowego w węgiel, co wpływa na wzrost jego ilości oraz stabilizację w temperaturze pokojowej. Stale wielofazowe są przedmiotem badań naukowców już od kilkunastu lat, jednak do tej pory nie opracowano optymalnych warunków obróbki plastycznej na gorąco i profili temperaturowo-czasowych kilkietapowego chłodzenia [11-17]. Jednym z zasadniczych problemów jest brak jednorodności ziarn austenitu szcążkowego, a w szczególności niekontrolowana przemiana martenzytyczna, co może być przyczyną inicjacji i propagacji pęknięć [18,19].

Istotne znaczenie dla projektowania technologii przemysłowych obróbki plastycznej na gorąco ma znajomość szybkości przebiegu procesu rekrytalizacji w funkcji temperatury oraz wielkości utworzonych ziarn w metalu uprzednio odkształconym plastycznie. Zapewnia to otrzymanie wyrobów nie tylko o właściwej postaci geometrycznej, tolerancjach wymiarowych i gładkości powierzchni, lecz również o wymaganych własnościach mechanicznych. W przerwach pomiędzy dwoma etapami odkształcenia występuje zanik umocnienia odkształceniowego w wyniku zdrowienia statycznego oraz rekrytalizacji statycznej. Rekrytalizacja statyczna austenitu kończy się w momencie zetknięcia się rosnących ziarn i wyczerpania osnowy odkształconej plastycznie. Wtedy austenit zrekrystalizowany ma drobnoziarnistą strukturę o wielkości ziarn zależnej od składu chemicznego stali, pierwotnej wielkości ziarn tej fazy przed odkształceniem oraz warunków odkształcenia plastycznego. Istotny wpływ na kinetykę rekrytalizacji statycznej stopów wywiera oddziaływanie atomów domieszek i składników stopowych rozpuszczonych w roztworze stałym oraz obecność dyspersyjnych cząstek faz obcych na szybkość zdrowienia i ruchliwość frontu rekrytalizacji. Oddziaływanie pierwiastków rozpuszczonych, takich jak Mo, V czy Nb, sprowadza się do wydłużenia czasu zdrowienia i zmniejszenia szybkości rekrytalizacji wskutek segregacji atomów tych pierwiastków w polu odkształceń dyslokacji oraz na frontach rekrytalizacji, zmniejszającej ich ruchliwość [20-22].

Poznanie przebiegu mechanizmów aktywowanych cieplnie podczas odkształcenia plastycznego nowo opracowanej stali wielofazowej ma duże znaczenie dla opracowania optymalnych warunków technologii wytwarzania odkuwek. Sterowanie parametrami odkształcenia plastycznego, takimi jak temperatura, odkształcenie, szybkość odkształcenia oraz czas przerw między kolejnymi odkształceniami, ma na celu wytworzenie wyrobów hutniczych o pożądanej mikrostrukturze, stabilnej pod względem własności wytrzymałościowych jak i odporności na pękanie w zadanych warunkach eksploatacji. Stąd celem pracy było wyznaczenie krzywych σ - ϵ , krzywych kinetyki rekrytalizacji austenitu odkształconego

plastycznie oraz zbadanie mikrostruktury nowo opracowanej stali wielofazowej z mikrodotatkami Ti i V.

2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

W pracy zbadano stal o składzie chemicznym zestawionym w **tablicy 1**. Zaprojektowany skład chemiczny pozwala na wytworzenie odkuwek o strukturze wielofazowej z austenitem szczałkowym. Do stali wprowadzono ok. 1% krzemu, który podczas przemiany bainitycznej będzie hamował wydzielanie węglków, a nadmiar węgla będzie dyfundował do austenitu sprzyjając jego stabilizacji termicznej [23]. Wprowadzony do stali dodatek Mo oraz mikrodotatki Ti i V mają na celu rozdrobnienie i umocnienie struktury.

Wsad metalowy z żelaza Armco z dodatkiem grafitu syntetycznego, żelazostopu FeSi75A oraz, w przypadku jednej ze stali, określoną ilością czystego Mo, Ti i V, topiono w piecu elektrycznym indukcyjnym VEM I20. Temperaturę zalewania, wynoszącą 1650°C mierzono przy użyciu termoelementu Pt-PtRh10. Skład chemiczny określono przy użyciu optycznego spektrometru emisyjnego ze wzbudzeniem jarzeniowym LE-CO GDS500A.

Tablica 1. Skład chemiczny badanych stali

Table 1. Chemical composition of investigation steels

C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ti	V
0.175	1.870	1.020	0.014	0.020	0.028	0.218	0.031	0.022

Badania plastometryczne przy użyciu symulatora termomechanicznego GLEEBLE 3800 przeprowadzono na próbkach osiowosymetrycznych o średnicy 10 mm i długości 15 mm. W celu wyznaczenia krzywych σ - ϵ oraz energii aktywacji przeprowadzono próby ciągłego ściskania próbek do odkształcenia $\phi=0.69$. Aby zmniejszyć tarcie pomiędzy powierzchniami czołowymi próbek a powierzchnią kowadełek, użyto podkładek grafitowo-tantalowych. Próbki nagrzewano oporowo w próżni z szybkością 3°C/s do osiągnięcia temperatury austenitzowania wynoszącej 1150°C, wygrzewano przez 30 s i chłodzono do temperatury odkształcenia plastycznego: 900°C, 950°C, 1000°C, 1050°C i 1100°C. Ściskanie próbek realizowano z szybkością 0.1s⁻¹, 1s⁻¹ oraz 10 s⁻¹. Po zadanym odkształceniu próbki hartowano w wodzie.

Energię aktywacji procesu odkształcenia plastycznego na gorąco wyznaczono korzystając z programu komputerowego Energy 4.0, wykorzystując następującą zależność [24]:

$$\dot{\epsilon} = A[\sin(\alpha\sigma)]^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

gdzie:

A, α , n – stałe,

$\dot{\epsilon}$ – szybkość odkształcenia,

σ – wartość naprężenia odpowiadająca maksimum naprężenia uplastyczniającego,

T – temperatura odkształcenia,

R = 8,314 J·mol⁻¹·K⁻¹ – stała gazowa.

W celu wyznaczenia kinetyki rekrytalizacji austenitu odkształconego plastycznie przeprowadzono przerywane próby ściskania próbek na zadane odkształcenie rzeczywiste 0.2. Proces przeprowadzono w zakresie temperatury od 900°C do 1100°C z wytrzymaniem

izotermicznym pomiędzy odkształceniami przez czas od 1 s do 50 s. Stopień zaniku umocnienia odkształceniowego wyznaczono korzystając z następującej zależności:

$$X = (\sigma_1 - \sigma_2) / (\sigma_1 - \sigma_0) \quad (2)$$

gdzie:

σ_0 – naprężenie potrzebne do zapoczątkowania odkształcenia plastycznego,

σ_1 – naprężenie występujące w momencie przerwania odkształcenia plastycznego w pierwszym etapie,

σ_2 – naprężenie potrzebne do zapoczątkowania odkształcenia plastycznego w drugim etapie, po upływie czasu Δt pomiędzy tymi etapami.

Kinetykę rekrytalizacji austenitu odkształconego plastycznie opisano z wykorzystaniem równania Johnsona-Mehla:

$$y = 1 - \exp(-k \cdot t^n) \quad (3)$$

gdzie:

y – udział austenitu zrekrystalizowanego po czasie t,

k – stała,

n – wykładnik potęgowy.

W celu przeprowadzenia badań na mikroskopie świetlnym przygotowano zgłady metalograficzne. Zgłady wykonano w płaszczyźnie zgodnej z osią próbki, w odległości 1/3 od środka próbki, a następnie szlifowano na papierze na bazie SiC oraz polerowano z użyciem pasty diamentowej 6, 3 i 1 μm . W celu ujawnienia struktury stali zastosowano trawienie 5% nitaliem. Obserwacje metalograficzne przeprowadzono za pomocą mikroskopu świetlnego Observer.Z1m firmy Zeiss.

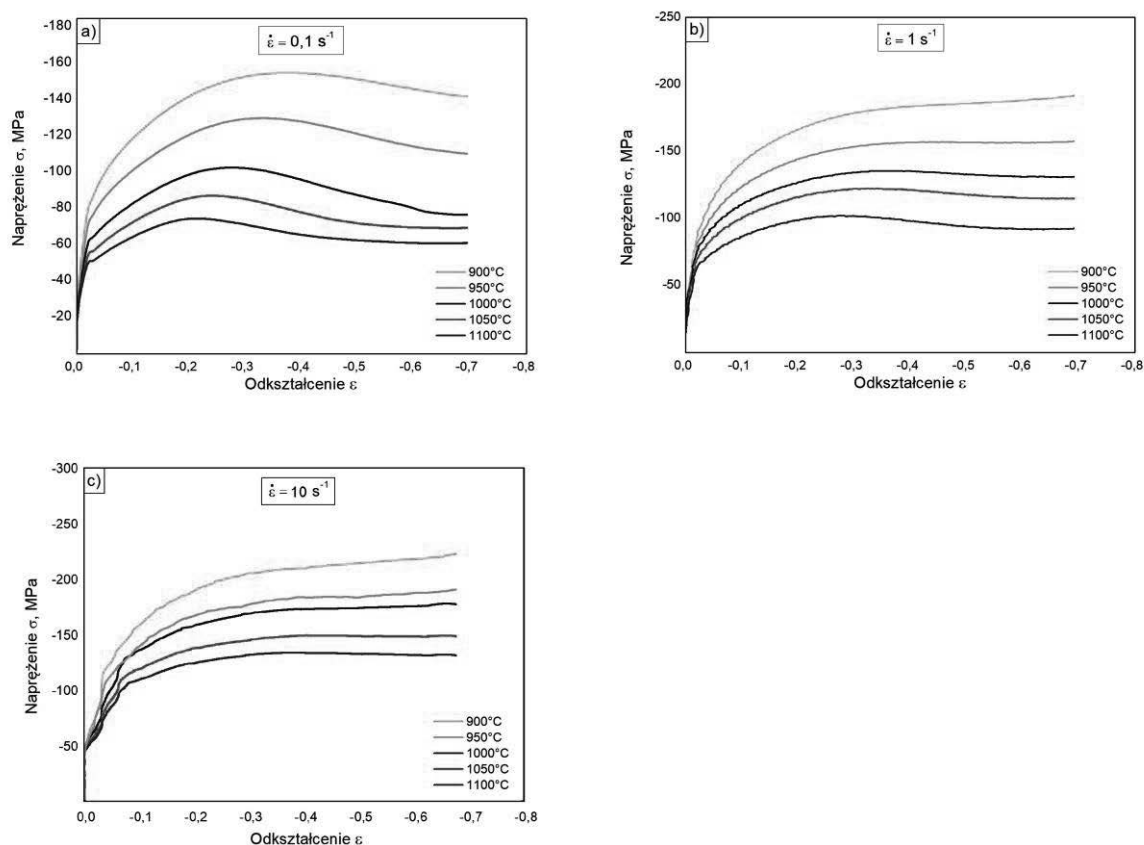
3. WYNIKI BADAŃ

Przeprowadzone próby ciągłego ściskania próbek z wykorzystaniem symulatora termomechanicznego GLEEBLE 3800 pozwoliły na określenie wpływu parametrów odkształcenia na przebieg krzywych umocnienia σ - ϵ . Badania przeprowadzono w zakresie temperatury od 900°C do 1100°C z szybkością 0.1s⁻¹, 1s⁻¹ oraz 10 s⁻¹ (rysunek 1).

W pierwszej fazie ściskania, w zakresie umocnienia odkształceniowego $\epsilon < 0.025$, na krzywych σ - ϵ występuje istotny wzrost naprężeń uplastyczniających, który jest spowodowany rosnącą gęstością dyslokacji generowanych w tym procesie. W kolejnej fazie ściskania, przy wzroście odkształcenia od ok. $\epsilon = 0.025$ do $\epsilon = \epsilon_m$, następuje łagodniejszy przyrost naprężeń. Jest to efekt jednoczesnego generowania przez źródła nowych dyslokacji podczas odkształcenia plastycznego oraz występowania procesów aktywowanych cieplnie, powodujących częściowy zanik wyemitowanych dyslokacji. Dla odkształcenia od $\epsilon = \epsilon_m$ do $\epsilon = 0.69$ krzywe umocnienia charakteryzują się niewielkim spadkiem naprężeń uplastyczniających do osiągnięcia stanu równowagi pomiędzy procesami umocnienia i jego spadkiem na skutek przebiegu procesów aktywowanych cieplnie.

Zarodkowanie i wzrost rekrytalizacji istotnie wpływa na powstawanie austenitu, jego rozkład przestrzenny i wynikającą z tego morfologię mikrostruktury [25]. Dostosowanie kinetyki rekrytalizacji może zatem być postrzegane jako sposób kontrolowania końcowej mikrostruktury i własności mechanicznych, poprzez dodanie niektórych mikrododatków opóźniających rekrytalizację. W pracach [26,27] Autorzy wykazali skuteczność oddziaływania mikrododatków Ti oraz Nb w hamowaniu procesu rekrytalizacji. Bellavoine i in. [27]

wykazali, że Ti i Nb wydzielają się w postaci węglikoazotków typu (Ti,Nb)(C,N) z możliwą synergią między Ti i Nb oraz zaproponowali metody modelowania racjonalizujące wpływ mikrododatki na rekrytalizację. Badana stal charakteryzuje się bardziej drobnoziarnistą strukturą wynikającą z obecności wydzielen zawierających mikrododatki Ti i V, hamujących rozrost ziarn austenitu. Ponadto stwierdzono, że w stalach o gruboziarnistej strukturze austenitu występuje mniejsza liczba potencjalnych miejsc dla zarodków rekrytalizacji dynamicznej [27].



Rysunek 1. Wpływ temperatury i szybkości odkształcenia na przebieg krzywych σ - ϵ : a) 0.1 s^{-1} , b) 1 s^{-1} , c) 10 s^{-1} .

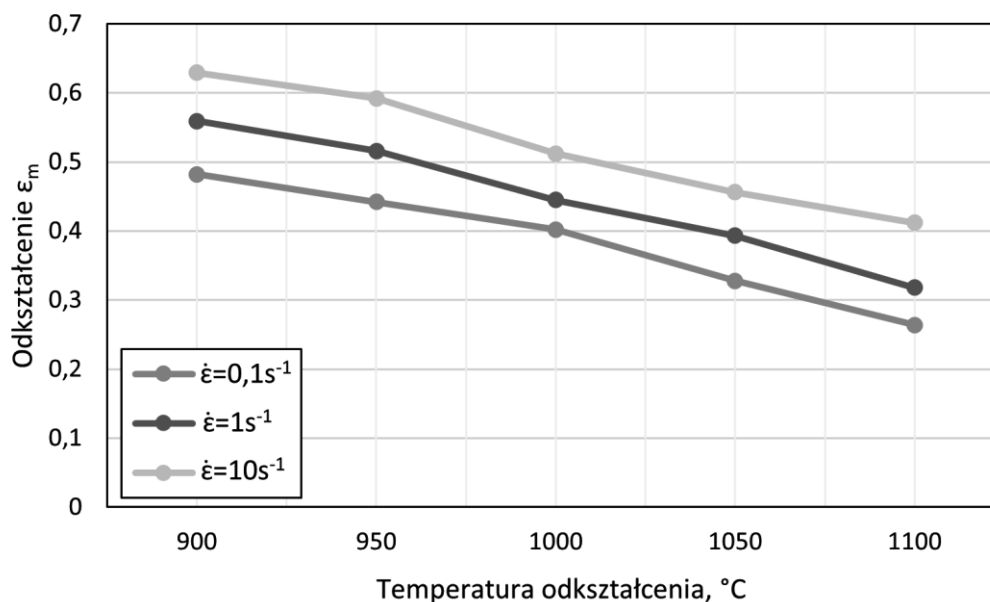
Figure 1. Influence of temperature and strain rate on σ - ϵ curves: a) 0.1 s^{-1} , b) 1 s^{-1} , c) 10 s^{-1} .

Kształt i przebieg krzywych uzyskanych w próbie ściskania z szybkością 0.1 s^{-1} (rysunek 1a) wskazuje, że spadek umocnienia odkształceniowego w zastosowanym zakresie temperatury jest wynikiem procesu rekrytalizacji dynamicznej o przebiegu ciągłym. Krzywe umocnienia badanej stali uzyskane po ściskaniu z szybkością 1 s^{-1} przedstawiono na rysunku 1b. W tym przypadku rekrytalizacja dynamiczna jest procesem kontrolującym przebieg odkształcenia plastycznego w zakresie temperatury od 1000°C do 1100°C . Natomiast w temperaturze 900°C i 950°C tym procesem jest zdrowienie dynamiczne. Podczas ściskania z szybkością 10 s^{-1} spadek umocnienia odkształceniowego w zakresie temperatury 1050°C do 1100°C jest wynikiem procesu rekrytalizacji dynamicznej, natomiast w temperaturze 900°C , 950°C i 1000°C dominującym procesem jest zdrowienie dynamiczne. Badania potwierdzają przeprowadzone obliczenia energii aktywacji odkształcenia plastycznego. Energia aktywacji odkształcenia plastycznego wynosi $Q=375 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, przy czym wartości stałych w równaniu 1

dla naprężeń odpowiadających odkształceniom ε_m wynoszą: $A=3.02 \cdot 10^{12}$, $\alpha=0.016$ oraz $n=3.9$. Uzyskana wartość energii aktywacji odkształcenia plastycznego jest znacznie wyższa od energii aktywacji samodyfuzji, kiedy procesem kontrolującym przebieg odkształcenia plastycznego jest wspinanie dyslokacji i kształtowanie się podziarn. Podobne wartości energii aktywacji odkształcenia plastycznego dla stali mikrostopowych otrzymano m.in. w pracach [28,29].

Wpływ temperatury badania i szybkości odkształcenia plastycznego na wartości odkształcenia ε_m , na wartości odpowiadających maksymalnym wartościom naprężenia uplastyczniającego przedstawiono na rysunku 2. Wraz z obniżaniem temperatury i wzrostem szybkości odkształcenia zaobserwowano wzrost wartości odkształcenia ε_m . Dla szybkości odkształcenia $0.1s^{-1}$ obniżenie temperatury odkształcenia plastycznego od $1100^{\circ}C$ do $900^{\circ}C$ powoduje wzrost maksymalnych naprężeń uplastyczniających σ_m od ok. 78 MPa do 160 MPa oraz odkształcenia ε_m od 0.26 do 0.48.

Obniżenie temperatury odkształcenia w tym samym zakresie temperatury przy ściskaniu z szybkością $1s^{-1}$ wpływa na wzrost σ_m od 117 MPa do 194 MPa. Dla opisanych parametrów występuje jednoczesny wzrost ε_m od 0.32 do 0.56. W trakcie ściskania stali z szybkością $10s^{-1}$ w temperaturze $900^{\circ}C$ wartość σ_m wynosi 221 MPa przy ε_m równym 0.63. Wraz ze zwiększeniem temperatury odkształcenia do $1100^{\circ}C$ występuje obniżenie wartości σ_m do 143 MPa przy ε_m równym 0.41.

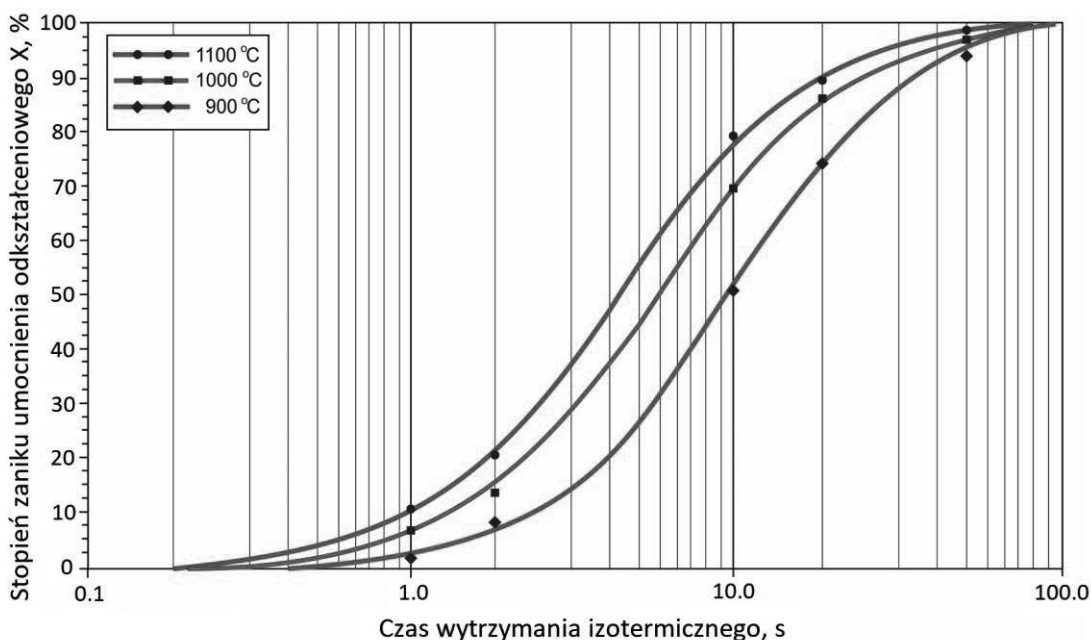


Rysunek 2. Wpływ temperatury i szybkości odkształcenia plastycznego na wartość odkształcenia ε_m .

Figure 2. Influence of temperature and rate of plastic deformation on the value of deformation ε_m .

W kolejnym etapie przeprowadzono dwuetapowe próby ściskania na gorąco, co pozwoliło na określenie wpływu temperatury badania na kinetykę procesów aktywowanych cieplnie. Zgodnie z oczekiwaniem, przerywane próby ściskania próbek na zadane odkształcenie wykazały, że w trakcie wytrzymania izotermicznego pomiędzy dwoma etapami odkształcenia następuje częściowy zanik umocnienia odkształceniowego. Przebieg procesu zaniku

umocnienia odkształceniowego jest zależny od temperatury odkształcenia oraz czasu wytrzymania izotermicznego. Jest to konsekwencją przebiegu procesów zdrowienia statycznego oraz rekrytalizacji statycznej. Szczegółowe dane dotyczące badań kinetyki rekrytalizacji austenitu w przerwach między dwoma etapami odkształcenia plastycznego, z zastosowaniem wytrzymania izotermicznego przez 1s, 2s, 5s, 10s, 20s i 50s pomiędzy pierwszym a drugim odkształceniem, przedstawiono graficznie na rysunku 3. Stopień zaniku umocnienia odkształceniowego pomiędzy dwoma etapami odkształcenia jest zależny od wartości σ_2 oraz σ_0 występujących w równaniu 2.



Rysunek 3. Wpływ temperatury badania na kinetykę rekrytalizacji statycznej stali odkształconej plastycznie w próbie ściskania na gorąco; szybkość odkształcenia $10s^{-1}$.

Figure 3. The influence of the test temperature on the kinetics of static recrystallization of plastically deformed steel in the hot compression test; strain rate $10s^{-1}$.

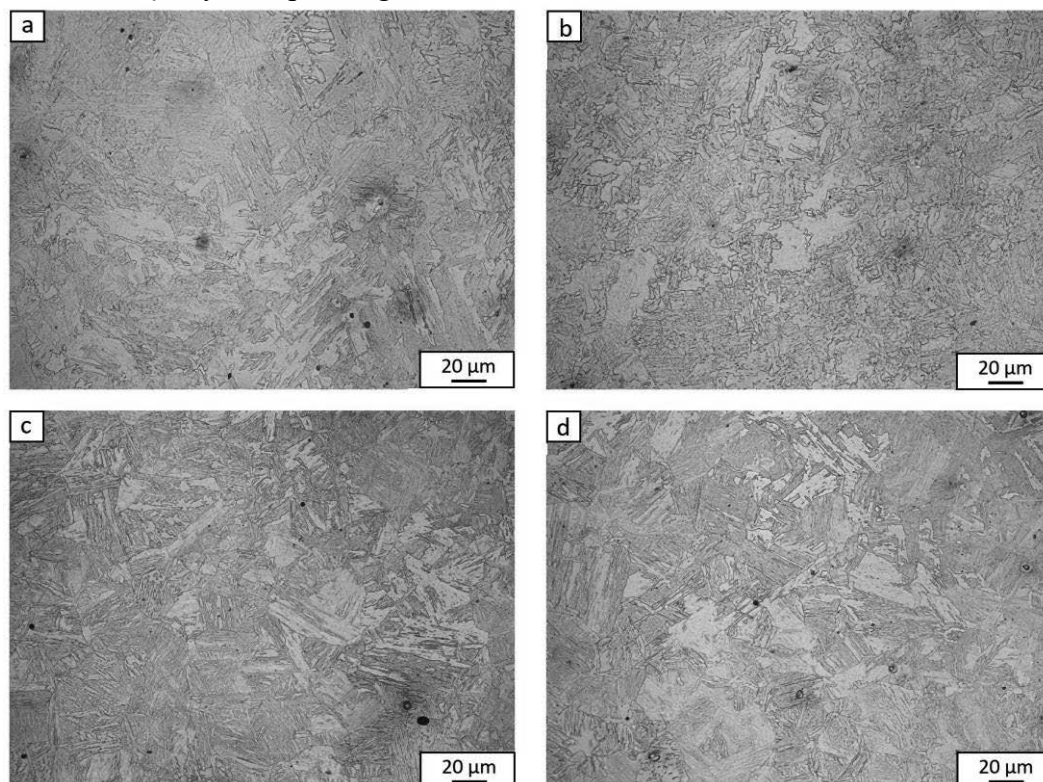
Oddziaływanie atomów składników stopowych rozpuszczonych w roztworze stałym oraz dyspersyjnych cząstek faz międzywęzłowych typu MX na szybkość zdrowienia i ruchliwość frontów rekrytalizacji wywiera istotny wpływ na kinetykę rekrytalizacji statycznej badanej stali. To oddziaływanie ilustrują krzywe zaniku umocnienia odkształceniowego austenitu (rysunek 3). Porównanie przebiegu krzywych na tym rysunku wskazuje, że obniżenie temperatury odkształcenia plastycznego i wygrzewania izotermicznego powoduje wydłużenie czasu zdrowienia i zmniejszenie szybkości rekrytalizacji austenitu. Jest to wynikiem malejącej wartości współczynnika samodyfuzji żelaza i współczynników dyfuzji objętościowej składników stopowych wraz z obniżeniem temperatury oraz oddziaływania ich atomów i dyspersyjnych cząstek faz międzywęzłowych wprowadzonych do stali mikrododatków Ti i V na prędkość migracji frontów rekrytalizacji. W temperaturze $1100^{\circ}C$ w stanie rozpuszczonym w austenicie jest Mo i V oraz częściowo Ti [30].

Oddziaływanie pierwiastków rozpuszczonych sprowadza się do wydłużenia czasu zdrowienia i zmniejszenia szybkości rekrytalizacji wskutek segregacji atomów pierwiastków w polu odkształceń dyslokacji oraz na frontach rekrytalizacji [31]. Największy wpływ na wydłużenie czasów zdrowienia i rekrytalizacji wywiera współdziałanie segregacji atomów

rozpuszczonych i dyspersyjnych cząstek faz międzywęzłowych. Jak wynika z rysunku 3, czas $t_{0.5}$ potrzebny do utworzenia 50% frakcji austenitu zrekrystalizowanego w temperaturze 1100°C wynosi ok. 4 s i wydłuża się do ok. 10 s wraz z obniżeniem temperatury odkształcenia plastycznego do 900°C. Jeszcze silniej wydłuża się czas całkowitej rekrytalizacji austenitu t_R , który w badanym zakresie temperatury zmienia się od ok. 50 s do ok. 90 s.

Przebieg analizowanych krzywych kinetyki wskazuje na możliwość opisanie ich zgodnie z modelem rekrytalizacji po odkształceniu na gorąco, uwzględniającym proces zdrowienia statycznego, rekrytalizacji metadynamicznej i statycznej. W niższej temperaturze badania zastosowany stopień odkształcenia był niższy od wymaganego dla zapoczątkowania procesu rekrytalizacji dynamicznej. Mimo to po odkształceniu stali w temperaturze 900°C z szybkością $10s^{-1}$ za spadek umocnienia odkształceniowego odpowiedzialny jest proces zdrowienia statycznego i rekrytalizacji statycznej, a w temperaturze 1000°C i 1100°C – proces zdrowienia statycznego, rekrytalizacji metadynamicznej i rekrytalizacji statycznej.

Po badaniach plastometrycznych przeprowadzono badania metalograficzne, które pozwoliły na określenie wpływu parametrów odkształcenia plastycznego na strukturę analizowanej stali. Przykładowo na rysunku 4 przedstawiono struktury badanej stali ujawnione po ciągłym ściskaniu próbek w temperaturze 1100°C z szybkością $1 s^{-1}$. Próbki badanej stali zahartowane w wodzie po uzyskaniu odkształcenia 0.2 i 0.69 wykazują strukturę martenzytyczną z niewielkim udziałem austenitu szczątkowego, którego obecność Autorzy potwierdzili m.in. w pracach [32,33]. Zgodnie z oczekiwaniem, większe rozdrobnienie struktury wykazują próbki odkształcone z większym stopniem gniotu.



Rysunek 4. Struktura martenzytyczna z niewielkim udziałem austenitu szczątkowego stali zahartowanej w wodzie po odkształceniu: 0.2, 0.69; temperatura odkształcenia plastycznego: 900°C (a, b); 1100°C (c, d).

Figure 4. Martensitic structure with a small amount of retained austenite of water-hardened steel after deformation: 0.2, 0.69; plastic deformation temperature: 900°C (a, b); 1100°C (c, d).

Badania procesu odkształcenia plastycznego na gorąco prowadzone w zakresie temperatury od 900°C do 1100°C z zastosowaniem szybkości odkształcenia 0.1 s⁻¹, 1 s⁻¹ i 10 s⁻¹ pozwoliły na określenie wpływu parametrów ściskania na przebieg krzywych umocnienia (rysunek 1). Próby ciągłego ściskania próbek na symulatorze GLEEBLE 3800 wykazały, że wraz z obniżeniem temperatury i wzrostem szybkości odkształcenia wartości odkształcenia ϵ_m , odpowiadającego maksymalnej wartości naprężenia uplastyczniającego, przemieszczają się w kierunku większych odkształceń. Zależność ta została potwierdzona m.in. przez Liu i innych [34]. Analiza kształtu i przebiegu krzywych uzyskanych w próbie ściskania pozwala stwierdzić, że w badanym zakresie parametrów odkształcenia na gorąco spadek umocnienia odkształceniowego stali zależy istotnie od temperatury i szybkości odkształcenia. Dla szybkości odkształcenia 0.1 s⁻¹ w całym zakresie temperatury procesem kontrolującym przebieg odkształcenia plastycznego jest rekrytalizacja dynamiczna. Podczas ściskania próbek z szybkością 1 s⁻¹ – spadek umocnienia odkształceniowego jest wynikiem przebiegu rekrytalizacji dynamicznej w zakresie temperatury od 1000°C do 1100°C oraz zdrowienia dynamicznego w zakresie temperatury od 900°C do 950°C. Natomiast podczas ściskania próbek z szybkością 10 s⁻¹ procesem odpowiedzialnym za spadek umocnienia odkształceniowego w temperaturze 1050°C i 1100°C jest rekrytalizacja dynamiczna, a w niższych temperaturach – zdrowienie dynamiczne. Energia aktywacji procesu odkształcenia plastycznego wynosi 375 kJ·mol⁻¹. Podobne wartości – dla stali z mikrodotkami o zbliżonym składzie chemicznym do analizowanej stali – uzyskano w pracach [28,29].

Przeprowadzone przerywane próby ściskania próbek na zadane odkształcenie z zastosowaniem wytrzymania izotermicznego przez czas od 1 s do 50 s, pozwoliły na wyznaczenie krzywych kinetyki rekrytalizacji austenitu (rysunek 3). Skład chemiczny stali, zwłaszcza oddziaływanie Mo, Cr oraz mikrodotku Ti decyduje, że procesy aktywowane cieplnie powodujące zanik umocnienia odkształceniowego austenitu po zakończeniu odkształcenia plastycznego, zachodzą stosunkowo wolno, przez co czas pełnej rekrytalizacji fazy γ jest długi, zwłaszcza w temperaturze 900°C, będącej często temperaturą końca odkształcenia plastycznego. Wyznaczony czas całkowitej rekrytalizacji austenitu t_R w zakresie temperatury od 1100°C do 900°C zmienia się od ok. 50 s do 90 s. Ponadto, należy mieć na uwadze, że znaczne odkształcenie z dużą szybkością oraz krótkotrwałe przerwy na przeniesienie wytwarzanego elementu z jednego do drugiego wykroju matrycy nie stwarzają dogodnych warunków do przebiegu rekrytalizacji statycznej, umożliwiającej rozdrobnienie ziarn austenitu [35]. Dlatego dla celów technicznych – zwłaszcza w przypadku stali mikrostopowych – większe znaczenie od czasu t_R ma czas $t_{0.5}$, pozwalający na wytworzenie 50% frakcji austenitu zrekrystalizowanego. Uzyskanie tego udziału austenitu zrekrystalizowanego statycznie wymaga ok. 4 s w temperaturze 1100°C i ok. 10 s w temperaturze 900°C.

4. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań można sformułować następujące wnioski:

- Analiza kształtu i przebiegu krzywych uzyskanych w próbie ciągłego ściskania pozwala stwierdzić, że spadek umocnienia odkształceniowego w zastosowanym zakresie temperatury jest wynikiem procesu rekrytalizacji dynamicznej o przebiegu ciągłym.

Potwierdzają to również wyniki obliczeń energii aktywacji procesu odkształcenia plastycznego badanych stali,

- W badanych stalach wytrzymywanych izotermicznie po odkształceniu plastycznym na gorąco zachodzą zjawiska zdrowienia i rekrytalizacja statyczna, których szybkość zależy głównie od temperatury odkształcenia i składu chemicznego stali, a w szczególności od wprowadzonych do stali mikrododatków. Czas $t_{0,5}$ potrzebny do utworzenia 50% frakcji austenitu zrekrystalizowanego w temperaturze 1100°C wynosi ok. 4 s i wydłuża się do ok. 10 s wraz z obniżeniem temperatury odkształcenia plastycznego do 900°C. Jeszcze silniej wydłuża się czas całkowitej rekrytalizacji austenitu t_R , który w badanym zakresie temperatury zmienia się od ok. 50 s do ok. 90 s.
- Uzyskane wyniki stwarzają możliwość opracowania optymalnych warunków technologii obróbki cieplno-plastycznej do wytwarzania odkuwek ze stali wielofazowych.

LITERATURA

1. Sugimoto K., Sato S., Kobayashi J., Srivastava A.K.: Effects of Cr and Mo on mechanical properties of hot-forged medium carbon TRIP-aided bainitic ferrite steels. *Metals* 9, 2019, 1-13.
2. Sugimoto K., Hojo T., Srivastava A.K.: Low and medium carbon advanced high-strength forging steels for automotive applications. *Metals* 9, 2019, 1-14.
3. Sugimoto K., Hojo T., Srivastava A.K.: An Overview of fatigue strength of case-hardening TRIP-aided martensitic steels. *Metals* 8, 2018, 1-19.
4. Gramlich A., Middleton A., Schmidt R., Krupp U.: On the influence of vanadium on air-hardening medium manganese steels for sustainable forging products. *Steel Research International*, 2021, 1-7.
5. Gramlich A., Emmrich R., Bleck W.: Austenite reversion tempering-annealing of 4 wt.% manganese steels for automotive forging application. *Metals* 9, 2019, 1-10.
6. Sugimoto K., Hojo T., Kobayashi J.: Critical assessment of TRIP-aided bainitic ferrite steels. *Materials Science and Technology* 33, 2017, 1-4.
7. Grajcar A., Kilariski A., Kozłowska A.: Microstructure-Property Relationships in Thermomechanically Processed Medium-Mn Steels with High Al Content. *Metals* 8, 2018, 1-19.
8. Grajcar A., Skrzypczyk P., Kozłowska A.: Effects of temperature and time of isothermal holding on retained austenite stability in medium-Mn steels. *Applied Sciences* 8, 2018, 1-17.
9. Kuziak R., Kawalla R., Waengler S.: Advanced high strength steels for automotive industry. *Archives of Civil and Mechanical Engineering* 8, 2008, 103-117.
10. De Cooman B.C.: Structure – properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 8, 2004, 285-303.
11. Kaar S., Schneider R., Krizan D., Béal C., Sommitsch C.: Influence of the quenching and partitioning process on the transformation kinetics and hardness in a lean medium manganese TRIP Steel. *Metals* 2019, 9, 1-13.
12. Chandan A. K., Bansal G.K., Kundu J., Chakraborty J., Chowdhury S.G.: Effect of prior austenite grain size on the evolution of microstructure and mechanical properties of an

- intercritically annealed medium manganese steel. *Materials Science and Engineering: A* 768, 2019, 1-10.
13. Li Q., Huang X., Huang W.: Strain hardening behavior and deformation characteristic of multiphase microstructure in a medium-carbon quenching and partitioning bainitic steel. *Materials Science and Engineering: A* 707, 2017, 199–206.
 14. Ma Y., Song W., Zhou S., Schwedt A., Bleck W.: Influence of intercritical annealing temperature on microstructure and mechanical properties of a cold-rolled medium-Mn steel. *Metals* 2018, 8, 1-16.
 15. Lu J., Yu H., Duan X., Song C.: Study of deformation behavior and microstructural evolution in multiphase steel. *Materials* 2018, 11, 1-15.
 16. Christodoulou P.I., Kermanidis A.T., Krizan D.: Fatigue behavior and retained austenite transformation of Al-containing TRIP steels. *International Journal of Fatigue* 91, 2016, 220–231.
 17. Xiong Z.P., Kostryzhev A.G., Chen L., Pereloma E.V.: Microstructure and mechanical properties of strip cast TRIP steel subjected to thermo-mechanical simulation. *Materials Science and Engineering: A* 677, 2016, 356–366.
 18. Garcia-Mateo C., Morales-Rivas L., Caballero F.G., Milbourn D., Sourmail T.: Vanadium effect on a medium carbon forging steel. *Metals* 2016, 6, 1-12.
 19. Zhao P., Cheng C., Gao G., Hiu W., Misra R.D.K., Bai B., Weng Y.: The potential significance of microalloying with niobium in governing very high cycle fatigue behavior of bainite/martensite multiphase steels. *Materials Science and Engineering: A* 650, 2016, 438–444.
 20. Lin Y.C., Chen M.S., Zhong J.: Study of metadynamic recrystallization behaviors in a low alloy steel. *Journal of Materials Processing Technology* 209, 2009, 2477-2482.
 21. Sanz L., Pereda B., López B.: Effect of thermomechanical treatment and coiling temperature on the strengthening mechanisms of low carbon steels microalloyed with Nb. *Materials Science and Engineering: A* 685, 2017, 377–390.
 22. Zhou Q., Li Z., Wei Z.S., Wu D., Li J.Y., Shao Z.Y.: Microstructural features and precipitation behavior of Ti, Nb and V microalloyed steel during isothermal processing. *Journal of Iron and Steel Research International* 26, 2019, 102–111.
 23. Kozeschnik E., Bhadeshia H.K.D.H.: Influence of silicon on cementite precipitation in steels. *Materials Science and Technology* 24, 2008, 343-347.
 24. Schindler I., Hadasik E.: A new model describing the hot stress-strain curves of HSLA steel at high deformation. *Journal of Materials Processing Technology* 106, 2000, 131-135.
 25. Barbier D., Germain L., Hazotte A., Gouné M., Chbihi A.: Microstructures resulting from the interaction between ferrite recrystallization and austenite formation in dual-phase steels. *Journal of Materials Science* 50, 2015, 374-381.
 26. Capdevila C., Amigó V., Caballero F. G., García de Andrés C., Salvador M. D.: Influence of microalloying elements on recrystallization texture of warm-rolled interstitial free steels. *Materials Transactions* 51, 2010, 625-634.
 27. Bellavoine M., Dumont M., Drillet J., Maugis P., Hebert V.: Influence of Microalloying Elements Ti and Nb on Recrystallization during Annealing of Advanced High-Strength Steels. *Materials Science Forum* 879, 2016, 217–223.
 28. Lan L., Qiu C., Zhao D., Gao X., Du L.: Dynamic and static recrystallization behavior of low carbon high niobium microalloyed steel. *Journal of Iron and Steel Research International* 1, 2011, 55-64.

29. Uranga P., Fernandez A.I., López B., Rodriguez-Ibabe J.M.: Transition between static and metadynamic recrystallization kinetics in coarse Nb microalloyed austenite. *Materials Science and Engineering: A* 345, 2003, 319-327.
30. Opiela M.: Elaboration of thermomechanical treatment conditions of Ti-V and Ti-Nb-V microalloyed forging steels. *Archives of Metallurgy and Materials* 3, 2014, 1181-1188.
31. Cho S., Kang K., Jonas J.J.: The Dynamic, Static and Metadynamic Recrystallization of a Nb-Microalloyed Steel. *ISIJ International* 41, 2001, 63-69.
32. Wojtacha A., Opiela M.: Effect of plastic deformation on CCT-diagram of multi-phase forging steel. *Advances in Science and Technology Research Journal* 15, 2021, 72–80.
33. Morawiec M., Wojtacha A., Opiela M.: Kinetics of austenite phase transformations in newly-developed 0.17C-2Mn-1Si-0.2Mo forging steel with Ti and V microadditions. *Materials* 2021, 14, 1-12.
34. Liu C. D., Bassim M. N.: Dislocation structure evolution in torsion of pure copper. *Metallurgical and Materials Transactions A* 24, 1992, 361–367.
35. Opiela M.: Effect of thermomechanical processing of the microstructure and mechanical properties of Nb-Ti-V microalloyed steel. *Journal of Materials Engineering and Performance* 9, 2014, 3379-3388.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Metody modyfikacji warstwy wierzchniej materiałów metalowych oraz charakterystyka połączeń nierozłącznych

A. Wójtowicz^a, M. Konieczny^a, K. Królikowska^a, M. Laskowski^a, N. Peters,
M. Bonek^b, C. Meran^c

^a Student/ka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

email: andrwoj101@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

email: mirosław.bonek@polsl.pl

^c Pamukkale University, Department of Mechanical Engineering, Denizli, Turkey.

Streszczenie: Poniższy artykuł przedstawia współcześnie używane i rozwijające się w przemyśle metody modyfikacji warstwy wierzchniej materiałów metalowych oraz koncepcje projektowanych i wykonywanych połączeń nierozłącznych. Każda z opisanych metod charakteryzuje się określonymi właściwościami odpowiednimi dla zastosowań w określonym i wyspecjalizowanym sektorze przemysłu.

Abstract: The following article presents the methods of surface layer modification of metallic materials used and developing in industry today, as well as the concepts of designed and manufactured non-separable joints. Each of the methods described is characterized by specific properties suitable for applications in a specific and specialized industrial sector.

Słowa kluczowe: Napawanie, Stopowanie, Modyfikacja warstwy wierzchniej, Połączenia nierozłączne, Lutowanie

1. WSTĘP

Jedną z najpopularniejszych metod spajania jest spawanie. Niestety pozostała część procesów bywa niedoceniana, a nawet niezauważalna w dzisiejszym świecie. Mimo tego niedocenienia, pozostałe metody prężnie rozwijają się w przeciągu ostatnich lat i śmiało można powiedzieć, że są głównymi aspektami technologicznymi w poszczególnych zakładach przemysłowych. Przykładem trwałego łączenia materiałów jest lutowanie, które było już znane w Egipcie i Mezopotamii mniej więcej 3000-4000 lat p.n.e. Łączenie elementów, materiałów w stanie stałym daje ogrom możliwości od blacharstwa samochodowego, gdzie lutowane są ocynkowane blachy, naprawach chłodziw samochodowych, przez naprawy odlewów po zamykanie puszek konserwowych. Proces nie wymaga wysokich temperatur do uzyskania

fizycznej ciągłości w połączeniu, przez co wykorzystywany jest nie tylko w przemyśle na produkcji, ale także w warunkach warsztatowych. Zakres technologiczny jest naprawdę szeroki i można go potwierdzić samym zakresem temperatur procesu w zależności od oczekiwanego połączenia i użytych materiałów. Jest bardzo dobrym przykładem wykorzystywanym bezpośrednio w celach eksperymentalnych i przemysłowych ze względu na opcję łączenia metali z materiałami niemetalicznymi, ceramicznymi i tak dalej [1].

Obecnie w przemyśle w przypadku układów elektronicznych stosuje się metody zwane lutowaniem „na fali” (z ang. Wave soldering) oraz lutowaniem bezdotykowym. Ze względu na specyfikację i mnożność elementów elektronicznych metody idealnie się sprawdzają i dalej ochoczo rozwijają. Pierwsza – technika, gdzie obwód z elementami elektronicznymi jest przesuwany nad ciekłym lutem i druga – technika rozgrzewania za pomocą podczerwieni lub gorącego powietrza zapewnia wysoką jakość i szczelność co udowadniają przeprowadzane próby wody, badania defektoskopowe, czy tak zwane próby na odrywanie [3].

Poboczną, dalej niezauważalną, ale bardzo wdzięczną metodą jest napawanie. W przemyśle najlepiej ogląda się gotowy produkt, wyrób często bagatelizując wszystkie czynności, które przyczyniły się do wytworzenia. Proces napawania może zostać użyty w kilku przypadkach, często w sytuacjach kryzysowych, na przykład, gdy konkretny detal został źle wycięty. Często także w sytuacjach, gdy mamy do czynienia z narzędziami obróbczymi, które są najbardziej podatne na ścieranie czy korozję. Mimo odpowiednich działań, konserwacji, starań, pewne procesy są nieuniknione, a napawanie jest dla producenta kołem ratunkowym, które nie skaże go na ogromny wydatek finansowy związany z zakupem nowego narzędzia. Jednak napawanie może zostać użyte także w celu wzbogacenia materiału, w celu nadania nowych właściwości. Te możliwości są powodem, dla którego producenci nie zrezygnują z tej metody w przeciągu wielu lat, szczególnie jeśli proces będzie zautomatyzowany w przyszłości. To samo tyczy się lutowania [4].

Cel natryskiwania jest podobny, jednak sposób powlekania zachodzi bez nadtapiania materiału podstawowego, a jedynie przez nałożenie warstwy np. regeneracyjnej za pomocą specjalnego pistoletu. W przypadku odpowiedniego nałożenia warstwy użytkowej zgodnie z założonymi parametrami, specyfikacją technologiczną, warstwa spełni swoje zadanie np. antykorozyjne, jednocześnie posiadając inne wysokie własności eksploatacyjne [5].

Jeszcze starszą metodą jest klejenie, które dziś poprzez łączenie materiałów różniamiennych, szybkość połączenia, jakościowej wytrzymałości złącza, łatwość łączenia uważane jest za metodę nowoczesną. Nie wymaga dużego wkładu pracy i finansów dając możliwość korzystania z metody w warunkach domowych, warsztatowych jak i na skalę światową – przemysłową [6].

2. METODY MODYFIKACJI WARSTWY WIERZCHNIEJ MATERIAŁU

2.1. Laserowe stopowanie

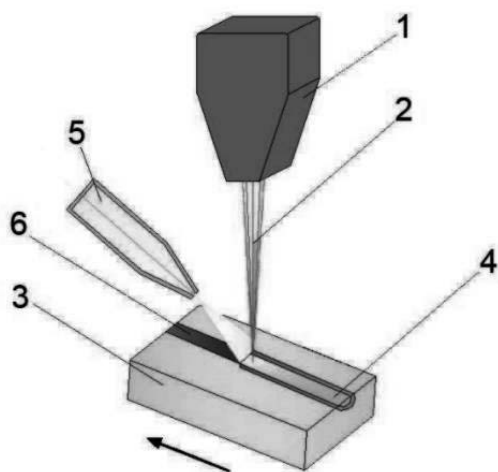
Laserowe stopowanie nazywane jest również wzbogacaniem (ang. Laser Surface Alloying). Jest to jedna z najefektywniejszych metod obróbki powierzchni za pomocą lasera [6].

Głównym celem modyfikacji laserowej jest zmiana właściwości chemicznych i fizycznych warstwy wierzchniej, a przez to zwiększenie trwałości elementów maszyn. Stopowanie laserowe wykorzystywane jest głównie jako obróbka zapewniająca wzrost odporności na zużycie oraz korozję, najczęściej poprzez wprowadzenie węglików pochodzących np. z WC, VC, TaC [7].

Istotą metody laserowego stopowania jest wprowadzenie i równomierne rozprowadzenie pierwiastków stopujących w górnej warstwie materiału obrabianego. Pierwiastki te mogą być wprowadzane w różnej postaci – foli, taśmy, płytki, powłoki galwanicznej lub pasty proszkowej. Zwykle grubość warstwy materiałów jest zbliżona do grubości otrzymanej warstwy wierzchniej, w przypadku grzania ciągłego wynosi od 0,3 do 1,0 mm, a grzania impulsowego od 0,3 do 0,4 mm [6].

Proces stopowania laserowego polega na stopieniu materiału dodatkowego oraz podłoża. Na skutek ruchu konwekcyjnego i grawitacyjnego dochodzi do intensywnego mieszania się cieczonej cieczy. Po zakrzepnięciu powstaje warstwa o składzie chemicznym oraz strukturze różniące się od materiału podłoża. Właściwości tej warstwy są z założenia lepsze i zależą od rodzaju wprowadzonego pierwiastka oraz parametrów obróbki laserowej [7].

Na Rysunek 1 pokazano schemat laserowego stopowania.



Rysunek 1 Schemat laserowego przetapiania; 1 – Głowica lasera, 2 – wiązka laserowa, 3 – próbka, 4 – przetapiany materiał stopujący, 5 – dysza z gazem, 6 - warstwa stopowana [6]

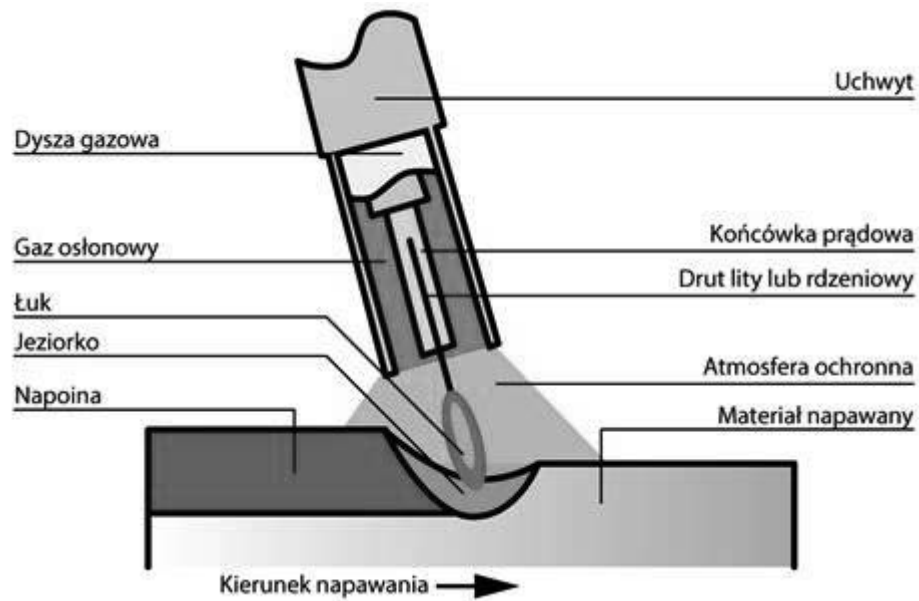
Figure 1 Schematic of laser remelting; 1 - Laser head, 2 - laser beam, 3 - sample, 4 - remelted alloying material, 5 - gas nozzle, 6 - alloyed layer [6]

2.2. Napawanie

Napawanie jest to proces nakładania metodami spawalniczymi warstwy stopionego materiału na produkt metalowy z przetopieniem powierzchni podłoża w celu wykonania nowych elementów lub też regeneracji już istniejących, zużytych elementów w celu przywrócenia pierwotnego kształtu oraz własności [1].

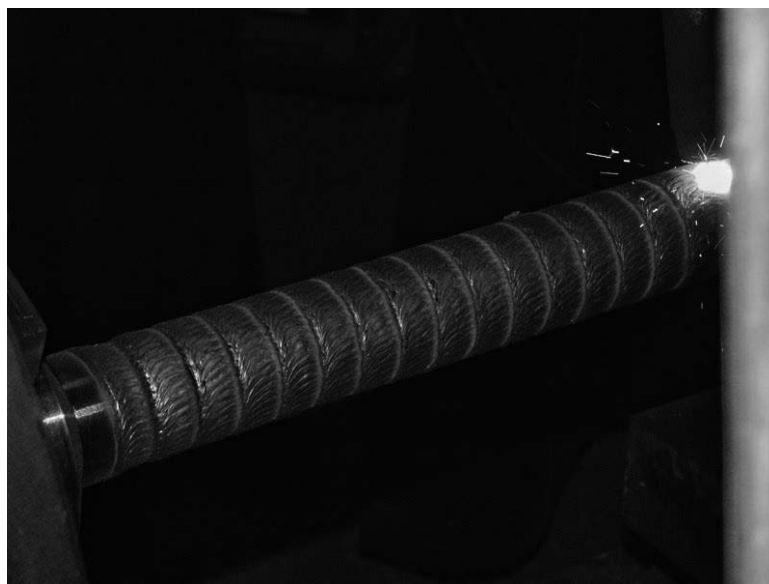
Napawanie polega na stopieniu spoiwa (materiału dodatkowego) wraz z nadtopionym materiałem podłoża. Źródłem ciepła może być łuk elektryczny, płomień gazowy lub też wiązka promieniowania lasera w zależności od wybranej techniki. Jednorazowo można nakładać warstwy o grubości od 0,05 do 100mm [8]

Na rysunku 2 pokazano schemat procesu napawania.



Rysunek 2 Schemat procesu napawania [9]
Figure 2 Schematic of the surfacing process [9].

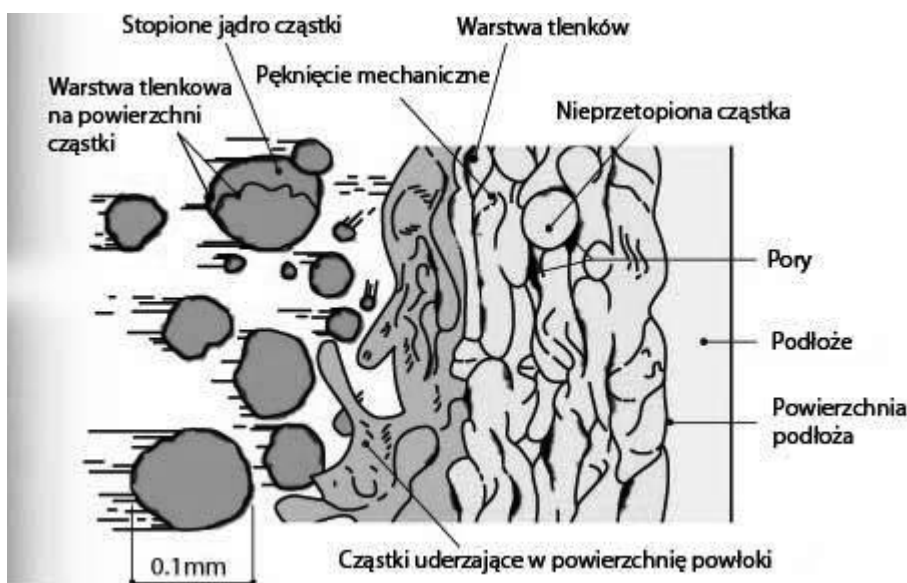
W przemyśle proces ten znajduje szerokie zastosowanie. W przypadku napawania - stosując materiał dodatkowy o innych właściwościach niż materiał rodzimy możliwe jest uzyskanie powierzchni odpornej na korozję, o wyższej odporności na ścieranie, szok termiczny, czy środowisko chemiczne. Na Rysunku 3 przedstawiono przemysłowy przykład wykorzystania procesu napawania.



Rysunek 3. Napawanie powierzchni stellite [10]
Figure 3. Surface surfacing with stellite [10].

2.3. Natryskiwanie

Natryskiwanie cieplne, zwane również metalizacją natryskową jest procesem powlekania podgrzanego lub stopionego materiału na odpowiednio przygotowaną powierzchnię obrabianą. Za pomocą urządzenia metalizacyjnego materiał powłokowy w postaci drutu lub proszku zostaje stopiony, a następnie za pomocą strumienia sprężonego gazu dochodzi do rozpylenia. Dochodzi do oksydacji cząsteczek, które z kolei tworzą warstwę tlenków otaczających jądro metaliczne – następuje utworzenie powłoki. Proces nie wpływa na zmianę struktury materiału rodzimego, co za tym idzie – nie dochodzi do odkształceń materiału. Powłoka jest budowy niejednorodnej. Wpływ na warstwę ma rodzaj płomienia topiącego, czas lotu cząstki, rodzaj i prędkość gazu [11,12].



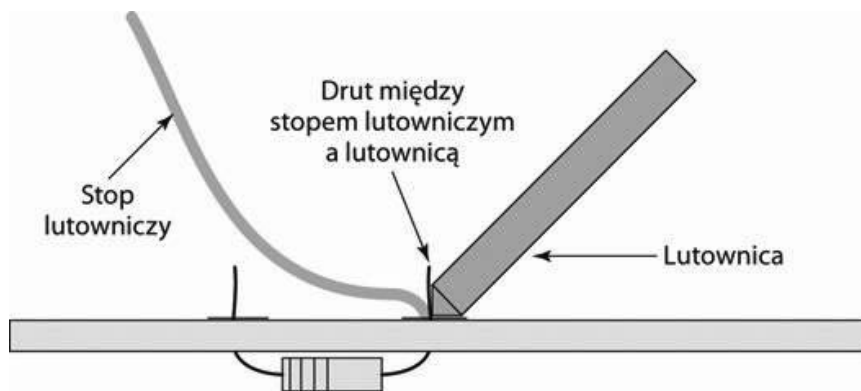
Rysunek 4: Schemat tworzenia się powłoki metalizacyjnej natryskiwanej cieplnie [12]
 Figure 4: Schematic of the formation of a thermal sprayed metallization coating [12].

3. POŁĄCZENIA NIEROZŁĄCZNE

3.1. Lutowanie

Lutowanie jest jednym z procesów łączenia materiałów. Polega na wykorzystaniu spoiwa jakim jest lut i spojenie nim dwóch elementów metalowych.

Proces wykorzystuje zjawiska dyfuzji oraz adhezji. Po stopieniu lutu następuje przedostawanie się małych cząsteczek do porów znajdujących się na powierzchni elementów tworząc wiązanie metaliczne. W celu osiągnięcia dobrego złącza należy dokładnie oczyścić te obiekty metalowe tak aby zmniejszyć znajdującą się na nich warstwę tlenków. Efektem końcowym jest otrzymanie trwałego i stabilnego łącza dwóch materiałów metalowych (Rysunek 5).



Rysunek 5. Proces lutowania [13]

Figure 5: The soldering process [13]

Dwoma powszechnie rozróżnianymi metodami są lutowanie miękkie i twarde. Główna właściwość odróżniająca te dwie metody to temperatura – lutowanie miękkie wykonuje się w o wiele niższej temperaturze (180°C - 280°C) niż twarde (nawet więcej niż 450°C) [14].

3.2. Klejenie

Proces klejenia wykorzystywany jest w momencie, gdy nie chcemy mechanicznie wpływać na złącze, ale chemicznie. Nie powstają przy nim dziury jak przy wierceniu jakie jest potrzebne przy złączach śrubowych, ani nie ma potrzeby wykorzystania dużej wiedzy ze spawalnictwa. Klejami wykorzystywanymi w celu połączenia metalowych elementów są żywice wytwarzane syntetycznie. Po dodaniu utwardzacza w odpowiedniej proporcji uzyskać można połączenie odporne na przykładowo temperaturę. Jak w każdej metodzie mającej na celu wykonanie połączeń elementów (jak przykładowo lutowanie, spawanie) należy uprzednio wyczyścić powierzchnię. Kleje posiadają dobre właściwości, natomiast po dokładnym oczyszczeniu dopiero otrzymamy złącze wykorzystujące ich potencjał. Ważnym warunkiem użytkowania takiego złącza jest zapoznanie się z właściwościami materiału łączącego. Jeżeli zostanie ono wystawione na nieodpowiednie warunki to może się to wiązać z przykładowym zmiękzeniem złącza i następnym rozdzieleniu elementów [15].

4. PODSUMOWANIE

Opisane metody posiadają ogromny wpływ na rozwój przemysłowy, dając szereg możliwości wykorzystania nie tylko w strefie przemysłowej, ale także w życiu codziennym. Należy te metody potraktować indywidualnie, a nie tylko jako metody wspomagające dane procesy wytwarzania. Wciąż mało jest zakładów zajmujących się procesami pokrewnymi, innymi od spawania czy zgrzewania. Zautomatyzowanie tych procesów wiązałoby się z zwiększeniem zysków, poprzez zaoszczędzenie czasu. W przypadku napawania proces jest dość czasochłonny. Nie mówiąc już o wszystkich negatywnych aspektach występujących podczas spawania. W przypadku lutowania ograniczone są dodatkowe naprężenia, odkształceniach materiału. Najcenniejszym aspektem jest jednak różnorodność rozwiązań

konstrukcyjnych polegająca na materiałach różnoimiennych, jak i różnych gabarytach danych elementów.

PODZIĘKOWANIE

Praca powstała w wyniku realizacji projektu w ramach kształcenia zorientowanego projektowo - PBL, w konkursie VIII w ramach programu Inicjatywa Doskonałości – Uczelnia Badawcza, Politechnika Śląska.

LITERATURA

1. J. Pilarczyk; „Poradnik Inżyniera 2 Spawalnictwo”; Wydawnictwo naukowe PWN; Warszawa; 2005
2. Robert H. Todd, Dell K. Allen and Leo Alting, “Manufacturing Processes Reference Guide”, Industrial Press Inc., New York, 1994
3. Aysel Yazici, ” Investigation of the reduction of mouldboard ploughshare wear through hot stamping and hardfacing processes”, Celal Bayar University, Turgutlu Higher Vocational School, Machinery Department Turkey, Manisa, 2011
4. Formanek B., Szymański K., Hernas A., „Trwałość Eksploatacyjna Natryskiwanych Ciepłnie Powłok Do Ochrony Ścian Kotłów Fluidalnych Cfb”, Politechnika Śląska, Katowice, 2012
5. Ambroziak A., „Techniki wytwarzania: Spawalnictwo; Laboratorium”, Politechnika Wrocławska, Wrocław, 2010
6. L.A. Dobrzański, T. Tański, A.D. Dobrzańska-Danikiewicz, M. Król, S. Malara, J. Domagała-Dubiel „Laserowa obróbka powierzchniowa stopów Mg-Al-Zn” <http://www.openaccesslibrary.com/vol11/6.pdf> dostęp: 30.12.2022
7. Joanna Radziejewska „Laserowa modyfikacja właściwości warstwy wierzchniej wspomaganą nagniataniem”, Instytut podstawowych problemów techniki Polskiej akademii nauk, Warszawa 2011
8. <https://allweld.pl/technika-napawania> dostęp: 30.12.2022
9. <https://www.plasmasystem.pl/uslugi/technologie-laserowe> dostęp: 30.12.2022
10. <https://metalexpert.pl/wp-content/uploads/2014/01/pk3-01.jpg> dostęp: 30.12.2022
11. Seiji Kuroda, Jin Kawakita, Makoto Watanabe, and Hiroshi Katanoda: Warm spraying - a novel coating process based on high-velocity impact of solid particles. 2008 Sep 10. [dostęp 2022-12-31].
12. <https://www.pnc.pl/natryskiwanie-cieplne/podstawy-procesu-metalizacji-natryskowej.html> (Dostęp 31.12.2022r.)
13. <https://strefainzyniera.pl/artykul/1048/lutowanie> , dostęp: 30.12.2022
14. Rozprawa doktorska „Określenie optymalnych parametrów wytwarzania taśm trójwarstwowych ze spoiw twardych na bazie srebra”, M. Karpiński, AGH Kraków 2015.
15. Prezentacja „Połączenia – połączenia nierozłączne – klejone”, Powiatowe Centrum Edukacji Zawodowej w Bytowie, Bytów 2020.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Wstępna ocena potencjału metody Total Productive Maintenance w działalności laboratorium badawczego

M. Wolska^a, A. Folek^a, T. Gorewoda^a, L. Gajda^b, M. Roszak^c

^a Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Metali Nieżelaznych
email: marta.wolska@imn.lukasiewicz.gov.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej, Katedra Technologii Materiałowych

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

Streszczenie: W artykule przedstawiono wstępną ocenę możliwości implementacji metody Total Productive Maintenance (TPM) w działalność laboratoriów badawczych na przykładzie Centrum Chemii Analitycznej, Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Metali Nieżelaznych. Analiza działalności laboratorium w aspekcie TPM wykazała potencjał do wdrożenia tej metody oraz pozwoliła zidentyfikować możliwe do osiągnięcia korzyści związane ze wzrostem wydajności i dostępności posiadanej infrastruktury technicznej laboratorium.

Abstract: The article presents a preliminary evaluation of the possibility of implementation of the Total Productive Maintenance (TPM) method in the activities of testing laboratories. The considered laboratory was the Analytical Chemistry Centre of the Łukasiewicz Research Network - Institute of Non-Ferrous Metals. The analysis of the laboratory activities in TPM aspect demonstrated a high potential for the implementation of the method and allow to identify possible benefits related to the increase in productivity and availability of the laboratory technical infrastructure.

Słowa kluczowe: laboratorium badawcze, TPM

1. WSTĘP

Zarządzanie zasobami infrastrukturalnymi przedsiębiorstwa stanowi jeden z kluczowych obszarów doskonalenia. Mając na uwadze koszty, wynikające ze stałej i nieraz wysokiej stawki amortyzacyjnej oraz rosnących cen materiałów eksploatacyjnych i usług serwisowania infrastruktury, które są trudne do zredukowania, organizacje poszukują rozwiązań, pozwalających na optymalne wykorzystanie zasobów infrastruktury.

Dynamika zmian na rynku wymaga wprowadzania ciągłych udoskonalień we wszystkich obszarach powiązanych z działalnością produkcyjną bądź usługową danego przedsiębiorstwa, w celu uzyskania i utrzymania przewagi konkurencyjnej. Tym samym, zarządzanie mające na celu zachowanie ciągłości realizowanych procesów z użyciem maszyn i/lub urządzeń,

intuicyjne i nieraz doraźne, wymaga nowatorskiego podejścia, narzędzi systemowych oraz uwzględnienia w strategii i planach rozwoju przedsiębiorstwa [1].

2. SPECYFIKA DZIAŁALNOŚCI LABORATORIUM BADAWCZEGO

Laboratorium badawcze, w najbardziej ogólnym rozumieniu, jest niezależną lub wydzieloną w strukturach danej organizacji komórką, której zadaniem jest prowadzenie badań i pomiarów na zlecenie innych komórek. Wysoka konkurencja na rynku wymusza na laboratoriach spełnianie coraz to wyższych wymagań klienta m.in. w zakresie terminowości realizacji zlecenia, jakości i kosztów badań. Podstawowymi składowymi, mającymi wpływ na wskazany powyżej aspekt, jest specyfika metod badawczych, indywidualność wymagań klienta, obciążenie/dostępność wyposażenia laboratorium, dostępność i kwalifikacje personelu oraz standaryzacja procesów w ramach wdrożonego w laboratorium systemu zarządzania.

Działalność laboratoriów badawczych jest niezwykle zróżnicowana, co często przekłada się na szeroko rozbudowaną infrastrukturą badawczą. Przykładem może być Centrum Chemii Analitycznej, działające w ramach Sieci Badawczej Łukasiewicz – Instytut Metali Nieżelaznych. Zakres działalności laboratorium obejmuje usługi analityczne z zakresu analizy m.in. metali i stopów metali, materiałów geologicznych i przemysłowych, wód, ścieków, osadów ściekowych, gleb, odpadów itp. Wyposażenie aparaturowe, będące podstawą powyższej działalności, skupia się wokół trzech głównych obszarów:

- wyposażenie do przygotowania próbek, w tym m.in. mineralizatory mikrofalowe, młynki, wyparki rotacyjne, wagi laboratoryjne, prasy, płyty grzewcze, piece itp.,
- wyposażenie do analiz właściwych, w tym m.in. spektrometry ICP-OES, XRF, AAS, ICP-MS, spektrofotometry UV/VIS, chromatografy GC/MS, HPLC, jonometry,
- wyposażenie zapewniające przepływ informacji w laboratorium, w tym komputery osobiste, oprogramowanie typu Laboratory Information Management System (LIMS).

Liczbowo można podsumować, iż Centrum w swoich zasobach infrastruktury, posiada około 150 sztuk wyposażenia laboratoryjnego znajdującego się pod stałym nadzorem.

Doświadczenie pracy w laboratorium badawczym wskazuje, iż niezbędnym jest podejmowanie działań mających na celu zagwarantowanie sprawności funkcjonowania wyposażenia badawczego i pomocniczego stanowiącego zasoby laboratorium.

Jakość, bezawaryjność i stabilność wyposażenia pomiarowego jest niezwykle istotna w procesach produkcyjnych, gdzie od wyniku pomiaru zależy ustawienie parametrów procesu produkcyjnego oraz kwalifikacja produktu w zakresie spełnienia lub nie wymagań, co ma bezpośrednie przełożenie na rachunek kosztów przedsiębiorstwa.

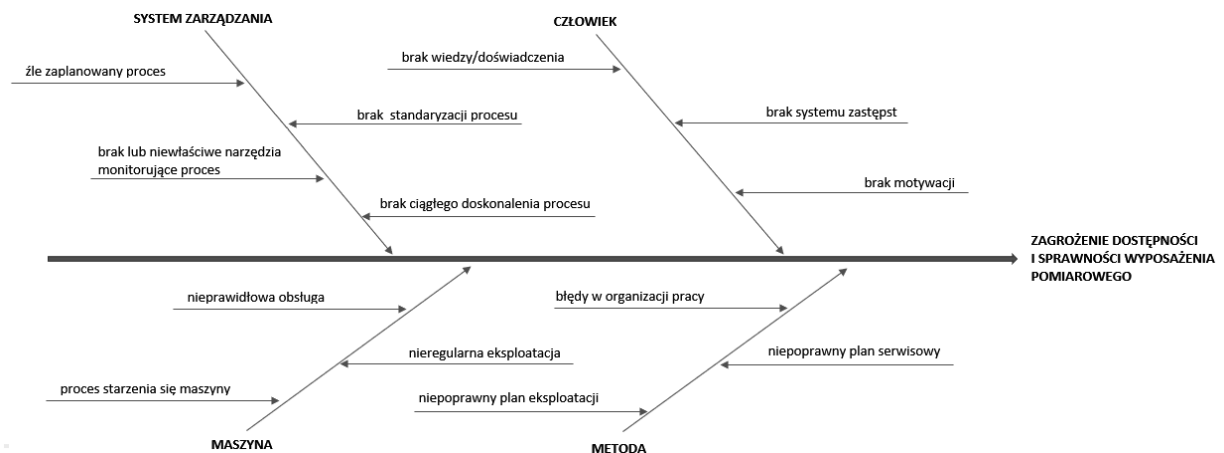
W przypadku kontroli jakości, gdzie pomiarom podlega próbka pobrana z partii produkcyjnej, od wyposażenia pomiarowego zależy wynik oceny statystycznej, za którym mogą potencjalnie iść inne dodatkowe działania i badania, co tym samym ma wpływ na pracochłonność, a więc i koszt wyrobu [2].

2.1 Potencjalne zagrożenia w zapewnieniu sprawnego działania infrastruktury w laboratorium badawczym

Wyposażenie pomiarowe stosowane w laboratorium badawczym musi być odpowiednio nadzorowane, jeżeli wyniki uzyskane przy jego użyciu mają być uznawane za ważne. Podstawowe zasady postępowania z wyposażeniem pomiarowym przywoływane są w wielu normach traktujących bezpośrednio lub pośrednio o działalności laboratoryjnej. W normie ISO

9001 w pkt. 7.1.5.2 szczególną uwagę zwrócono na metrologiczne aspekty nadzorowania wyposażenia pomiarowego: „wyposażenie pomiarowe należy wzorcować i/lub sprawdzać”, „należy zabezpieczyć przed adjustacjami, uszkodzeniem lub pogorszeniem stanu” [3]. Podobnie w normie ISO 10012 „wyposażenie pomiarowe jest zgodne z wymaganiami związanymi z jego zamierzonym użyciem i obejmuje zwykle wzorcowanie i weryfikację, a także wszelkie niezbędne adjustacje lub naprawy”, oraz w normie ISO/IEC 17025, pkt. 6.4: „laboratorium powinno mieć dostęp do wyposażenia (...), które jest wymagane do prawidłowej realizacji działalności laboratoryjnej i może mieć wpływ na wyniki”, „laboratorium powinno mieć procedurę dotyczącą postępowania, transportowania, przechowywania, użytkowania i planowych konserwacji wyposażenia, aby zapewnić jego właściwe funkcjonowanie i zabezpieczenie przed zanieczyszczeniem lub pogorszeniem stanu”[4,5].

Pogłębiona analiza ryzyka dotycząca utrzymania ciągłości w zakresie dostępności i sprawności wyposażenia pomiarowego w laboratorium badawczym pozwoliła na wytypowanie przykładowych uniwersalnych składowych mogących mieć wpływ na wystąpienie powyższego zagrożenia (Rysunek 1).



Rysunek 1. Składowe zagrożenia dostępności i sprawności wyposażenia pomiarowego na przykładzie Centrum Chemii Analitycznej. (opracowanie własne)

Figure 1. Components of the risk of availability and efficiency of measurement equipment - example of Analytical Chemistry Center. (own elaboration)

3. METODA TOTAL PRODUCTIVE MAINTENANCE (TPM)

Total Productive Maintenance (TPM) jest narzędziem związanym z filozofią Lean Manufacturing, który znajduje zastosowanie głównie w zakładach produkcyjnych. TPM można zdefiniować jako zestaw procesów, technik, strategii, skupionych na zwiększeniu efektywności produkcji, a także na podniesieniu jakości i bezpieczeństwa poprzez pracę ludzi, konserwację maszyn, wykorzystanie odpowiednich narzędzi oraz procesów optymalizacji. Przedmiotem strategii TPM jest wyposażenie – maszyny i urządzenia niezbędne do wytworzenia produktu / realizacji usługi. Metoda polega na maksymalizacji wydajności poszczególnych maszyn, urządzeń i pozostałych elementów wyposażenia, mającego wpływ na efektywność danego obszaru produkcyjnego. Wymaga ona odpowiedniego przeszkolenia pracowników zwiększającego ich świadomość w kwestii konserwacji, co w efekcie wspiera techniczną

dostępność maszyn - podstawowe czynności serwisowe podczas obsługi maszyny są wykonywane regularnie, a czas niezbędny do wykonania serwisu jest skrócony do minimum.

TPM wskazywany jest jako najskuteczniejszy sposób na znaczne podniesienie produktywności przedsiębiorstw, poprzez eliminowanie wszelkich zbędnych czynności, procesów czy inwestycji nie dodających wartości do produktu. Dane literaturowe wskazują, iż wdrożenie TPM poprawia całkowitą efektywność wyposażenia (OEE) oraz redukcję defektów wskazując tym samym na potencjał do szerszego zastosowania metody w innych branżach [6].

3.1 Potencjał TPM w ramach działalności laboratorium badawczego – analiza przypadku

Na przestrzeni ostatnich lat laboratoria badawcze wdrażały zróżnicowane koncepcje doskonalenia, dążące do zwiększenia wydajności pracy oraz elastycznego reagowania na potrzeby klienta. Niemniej jednak, TPM jest koncepcją nigdy wcześniej nie stosowaną w tego typu jednostkach. Podejście stosowane aktualnie przez laboratoria skupione jest głównie na ciągłym dążeniu do udoskonalenia metod badawczych przy jednoczesnej redukcji błędów ludzkich. Wyposażenie pomiarowe rozpatrywane jest najczęściej w kategorii zapewnienia ważności wyników pomiarowych. Problemy z nieplanowanymi przestojami, awariami, usterkami są rozpatrywane jedynie w sytuacji powiązania z badaniem laboratoryjnym – wydajność wyposażenia nie jest wskazywana jako obszar bezpośredniego zainteresowania. Idea wdrożenia koncepcji TPM w działalność laboratorium badawczego może stanowić istotny potencjał otwierający nowatorski obszar doskonalenia działalności laboratoriów.

Jako przykład obrazujący potencjał zastosowania TPM można wskazać problematykę wykorzystania wyposażenia w ramach wdrożonej w Centrum Chemii Analitycznej metody oznaczania związków polibromowanych w tworzywach sztucznych techniką GC/MS. Ogólne założenia metody przedstawiono w Tabeli 1.

Tabela 1. Ogólne założenia metody oznaczania PBB metodą GC-MS – Przypadek 1. (opracowanie własne)

Table 1. General principles of the method for the determination of PBB by GC-MS – Case 1. (own elaboration)

Nazwa etapu	Wyposażenie	Czas trwania
Przygotowanie	Młynek kriogeniczny (1 szt.)	15 minut
Ekstrakcja	Mineralizator mikrofalowy (rotor 16 stanowiskowy) (1 szt.) <i>alternatywnie: Aparat Soxhleta (2 szt.)</i>	60 minut 480 minut
Analiza	GC/MS (autosampler x stanowiskowy) (1 szt.)	40 minut

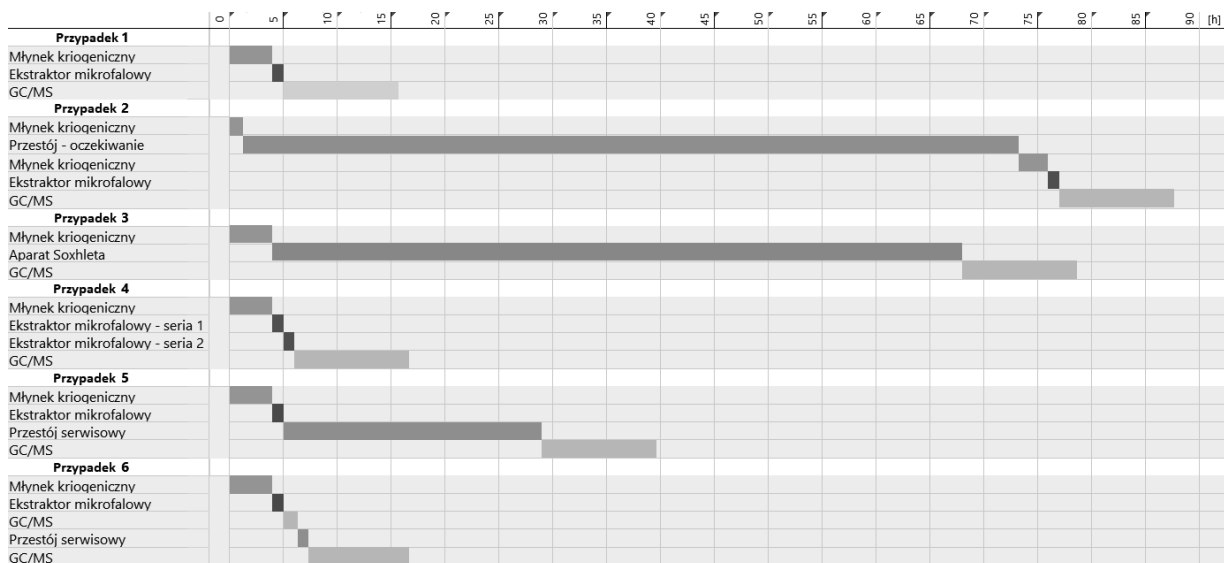
W ramach opracowanej procedury oznaczania wskazanych związków, na etapie ekstrakcji zalecane jest stosowanie aparatu do ekstrakcji mikrofalowej, jednakże możliwe jest również wykorzystanie w tym celu aparatu Soxhleta, z zaznaczeniem, iż czas ekstrakcji wydłuża się ośmiokrotnie.

Na podstawie przeglądu awarii oraz przestoju w działaniu wyposażenia, na przestrzeni ostatnich 2 lat można wykazać następujące sytuacje mające wpływ na ciągłość działalności w zakresie ww. metody badawczej:

1. Przerwa w użytkowaniu młynka kriogenicznego spowodowany niedoszacowaniem w zakresie prognozowanego zużycia azotu niezbędnego do chłodzenia wyposażenia – czas oczekiwania na nową dostawę azotu wyniósł 3 dni (Przypadek 2).

2. Awaria czujnika IR w aparacie do ekstrakcji mikrofalowej, która skutkowałą całkowitym wyłączeniem aparatu z użytkowania na okres 3 tygodni (czas oczekiwania na serwis oraz naprawę). W tym czasie ekstrakcja odbywała się z wykorzystaniem aparatu Soxhleeta (Przypadek 3).
3. Pęknięcie nasadki uszczelniającej jedno naczynie ekstrakcyjne. Brak na stanie części zamiennych skutkowałą koniecznością jednoczesnego wyłączenia 4 stanowisk ekstrakcyjnych, w celu zapewnienia równomierności rozłożenia naczyń ekstrakcyjnych przy jednoczesnej możliwości dalszego użytkowania ekstraktora (Przypadek 4).
4. Konieczność przeprowadzenia procesu czyszczenia podzespołów GC/MS, które uległy zanieczyszczeniu podczas pracy ze skomplikowanymi matrycami – wyłączenie z użytkowania na 24 godziny (Przypadek 5).
5. Rozszczelnienie układu dozowania próbek GC/MS, skutkujące jednorazowym 1 godzinnym przestojem aparatu w celu wymiany septy - działania rutynowe (Przypadek 6).

Na Rysunku 2 przedstawiono rzeczywisty czasowy przebieg badań dla przypadków 1-6, z uwzględnieniem faktu, iż czas trwania poszczególnych etapów procesu badania analitycznego został przeliczony na jedno zlecenie, które obejmuje 16 próbek.



Rysunek 2. Rzeczywisty czas trwania badań dla przypadków 1-6. (opracowanie własne)

Figure 2. Real testing time for Case 1-6. (own elaboration)

Na podstawie powyższych przykładów można stwierdzić, iż nagłe przerwy spowodowane nieoczekiwanymi awariami / przestojami powodują wydłużenie czasu trwania procesu badania analitycznego – np. awaria ekstraktora mikrofalowego (przypadek 3) spowodowała około 5-krotne wydłużenie czasu, co przy założeniu 8-godzinnego czasu pracy laboratorium spowodowało przekroczenie założonego terminu przekazania wyników o 10 dni. Dodatkowo, występujące awarie rzutują na pracę całego laboratorium – wyposażenie jest wyłączone czasowo z użytkowania, co uniemożliwia wykorzystanie go w innych procesach badań analitycznych, a tym samym możliwość przyjmowania oraz realizacji nowych zleceń zostaje znacznie ograniczona, co powoduje dodatkowe straty finansowe, a skrajnie może prowadzić nawet do utraty klienta.

Wskazane powyżej przykłady stały się przyczynkiem do rozważenia możliwości wdrożenia TPM w działalność laboratorium badawczego.

Badania rynkowe wykazują, iż implementacja metody TPM przynosi szereg korzyści dla przedsiębiorstwa, obserwowane jest 25-30% zmniejszenie kosztów utrzymania infrastruktury technicznej, 70-75% eliminacja awarii, 35-45% redukcja czasów przestoju oraz 20-25% wzrost produkcji [7].

Wdrożenie w laboratorium standaryzacji szeregu działań kontrolnych, w tym m.in. planowania prac profilaktycznych i prewencyjnych, opracowania i wdrożenia procedur postępowania w przypadku wystąpienia nieoczekiwanych awarii urządzeń, planowania i zapewnienia materiałów pomocniczych oraz części zamiennych pozwoliłoby na usprawnienie procesów nadzoru nad wyposażeniem co stanowiłoby niewątpliwe wsparcie dla wdrożonego systemu zarządzania w zakresie wykrywania i zapobiegania błędom. Dodatkowo wymierną korzyścią byłby wzrost kompetencji zawodowych pracowników, co wzmocniłoby szybkość komunikację w zakresie dostępności/obciążenia poszczególnego wyposażenia laboratoryjnego, a tym samym efektywności planowania realizacji zleceń.

4. PODSUMOWANIE

Właściwa realizacja procesu zarządzania infrastrukturą laboratorium wymaga wdrożenia systematycznych, planowanych i uzasadnionych ekonomicznie działań, ściśle powiązanych z budowaniem strategii konkurencyjności przedsiębiorstwa. Organizacje podejmują zróżnicowane działania mające na celu poprawę efektywności funkcjonowania maszyn i urządzeń. Na podstawie przedstawionych rozważań, ocenia się, iż istnieje duży potencjał wdrożenia metody TPM w działalność laboratorium badawczego. Realizacja systematycznych przeglądów oraz podejmowanie różnorodnych działań w celu eliminacji nieprzewidzianych przestojów i awarii mogłaby przynieść wymierne korzyści mierzone wzrostem wydajności i dostępności posiadanej infrastruktury technicznej.

W ramach przeprowadzonych rozważań zidentyfikowana została potrzeba kontynuacji dalszych badań pogłębiających tematykę implementacji TPM w laboratorium badawczym, którą należałoby dostosować w praktyce do indywidualnych warunków funkcjonowania laboratorium. Opracowanie procesu wdrożenia powinno objąć pogłębioną analizę założeń metody, uwzględnienie wymagań i problemów charakterystycznych dla zakresu działalności laboratorium, rodzaju świadczonych usług oraz rodzaju i stanu posiadanego wyposażenia laboratoryjnego.

LITERATURA

1. M. Pleskot, Bariery wdrażania Total Productive Maintenance w przedsiębiorstwach produkcyjnych, Zeszyty Naukowe Politechniki Łódzkiej, Organizacja i Zarządzanie, z.48, 2012.
2. R. Malesa, Rola akredytowanych laboratoriów wzorcujących w systemach zarządzania jakością, 16-17, PAK 1/2007.
3. PN-EN ISO 9001:2015-10 Zarządzanie jakością – Wymagania. PKN, Warszawa, 2015
4. PN-EN ISO 10012:2004 Systemy zarządzania pomiarami - Wymagania dotyczące procesów pomiarowych i wyposażenia pomiarowego. PKN, Warszawa, 2004
5. PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących. PKN, Warszawa, 2018

6. R. Polak, Adaptacja kluczowych miar efektywności strategii TPM w warunkach kopalni węgla kamiennego, *Zeszyty Naukowe Instytutu Gospodarki Surowcami Mineralnymi i Energią Polskiej Akademii Naukowej*, 49-68 (2014), 87.
7. <https://www.bradyid.com/applications/lean-visual-workplace/lean-visual-workplace-tpm> [dostęp: 03.01.2023r.].



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Próba oceny poziomu kultury bezpieczeństwa w wybranym przedsiębiorstwie

K. Zajączkowska^a, M. Spilka^b

^a Studentka, Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Zarządzanie i Inżynieria Produkcji

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
email: monika.spilka@polsl.pl

Streszczenie: W artykule opisano istotę kultury bezpieczeństwa, a także warunki i czynniki wpływające na skuteczne kształtowanie kultury bezpieczeństwa pracy. Przedstawiono również wyniki przeprowadzonych badań ankietowych celem pomiaru poziomu kultury bezpieczeństwa w wybranym przedsiębiorstwie. Stwierdzono, że stopień świadomości pracowników w zakresie bezpieczeństwa pracy w analizowanym przedsiębiorstwie jest utrzymywany na wysokim poziomie.

Abstract: The article describes the essence of safety culture, as well as the conditions and factors influencing the effective shaping of work safety culture. The results of a survey conducted in order to measure the level of safety culture in a selected enterprise were also presented. It was found that the level of employee awareness in the field of work safety in the analyzed enterprise is maintained at a high level.

Słowa kluczowe: bezpieczeństwo, kultura bezpieczeństwa pracy, świadomość w zakresie BHP, badania ankietowe

1. WSTĘP

Zdrowie i życie ludzkie są wartościami nadrzędnymi. Niewątpliwie należy je szczególnie chronić podczas każdej sytuacji codziennego życia. Szczególną uwagę w zakresie bezpieczeństwa należy zwrócić w kontekście wykonywania pracy zawodowej, gdyż niesie ona za sobą szereg zagrożeń. Nieomal cały ciężar odpowiedzialności za bezpieczeństwo pracownika spoczywa na pracodawcy. Z tego powodu powstaje wiele przedsięwzięć oraz zintegrowanych systemów mających na celu opracowanie procedur prawidłowego postępowania przy zapobieganiu wypadkom, a także nowych autorskich metod wpływających na polepszenie warunków pracy.

Całokształt tych działań można określić mianem kultury bezpieczeństwa. W obecnych czasach monitoring kultury bezpieczeństwa jest coraz częściej i chętniej stosowanym

narzędziem, które pozwala utrzymać granice między niezbędnym ryzykiem, będącym nieodłącznym elementem życia i rozwoju, a zapewnieniem bezpieczeństwa. Ponadto normuje wszelkie czynności związane z bezpieczeństwem i higieną pracy w przedsiębiorstwie. Ideą jest zaangażowanie kadry zarządzającej, jak i każdego pracownika na rzecz bezpieczeństwa pracy [1,2].

1.1. Pojęcie kultury bezpieczeństwa

Pojęcie kultury bezpieczeństwa w przedsiębiorstwie pojawiło się w literaturze przedmiotu w latach 80. dwudziestego wieku i do tej pory nie zostało zdefiniowane w jeden, określony sposób. Kulturę bezpieczeństwa można rozumieć jako całokształt działalności ludzkości w zakresie bezpieczeństwa (ochrony zdrowia i życia) utrwalany oraz wzbogacany w ciągu jej dziejów, przekazywany z pokolenia na pokolenie [3,4]. Termin ten jest definiowany również jako „Zbiór psychologicznych, społecznych i organizacyjnych czynników uruchamiających lub podtrzymujących działania chroniące życie i zdrowie zarówno w pracy, jak i w czynnościach pozazawodowych” [5]. Według Pidgeona kultura bezpieczeństwa jest to „System znaczeń, poprzez który określona grupa ludzi rozumie zagrożenia na świecie” i prezentuje, jaki stosunek do ryzyka, a także zagrożeń i bezpieczeństwa ma dana społeczność oraz jakie wartości w tym zakresie są dla niej istotne [5]. Autor wyróżnił trzy podstawowe aspekty kultury bezpieczeństwa, a mianowicie [1,5]:

- normy i zasady w zakresie radzenia sobie z ryzykiem – określają stopień ryzyka, dzieląc je na znaczące i wymagające odpowiedniej reakcji oraz na pomijalne, bądź na tyle małe, że nie wymaga się wprowadzenia żadnych działań korygujących;
- postawy wobec bezpieczeństwa – odnoszą się do indywidualnych przekonań związanych z zagrożeniami oraz ważnością bezpieczeństwa;
- „refleksyjność” – aspekt związany z bezpieczeństwem, polegający na uczeniu się – wyciąganiu wniosków z rezultatów wcześniej podjętych działań oraz odpowiedniego reagowania na nowe i nieznane zagrożenia.

Kluczowym elementem, łączącym powyższe aspekty jest konieczność kształtowania odpowiednich postaw na każdym poziomie.

1.2. Kształtowanie kultury bezpieczeństwa pracy

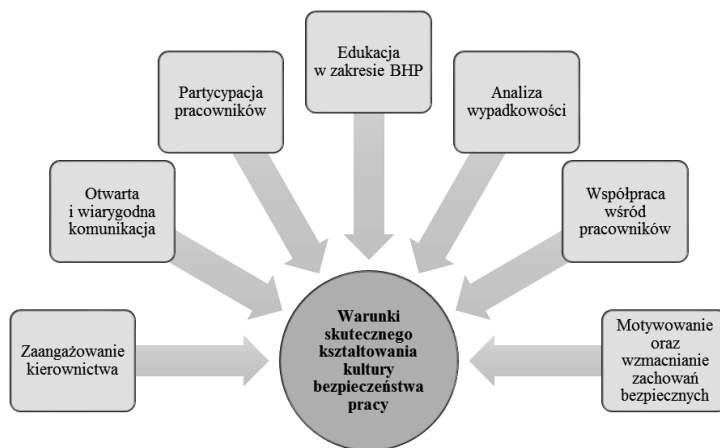
Kształtowanie kultury bezpieczeństwa jest procesem ciągłym i wielowymiarowym. E.S. Geller uważa, że kultura bezpieczeństwa pracy w przedsiębiorstwie jest kształtowana poprzez zaangażowanie każdego z pracowników, pracę w grupach oraz poczucie przynależności do firmy i prawidłową edukację. Istnieją trzy elementy, na które należy zwrócić szczególną uwagę, a mianowicie [1]:

- środowisko fizyczne pracy, tj. maszyny, narzędzia, organizacja stanowisk pracy;
- zachowania pracowników, tj. przestrzeganie przepisów BHP;
- cechy wewnętrzne pracowników, tj. umiejętności, kwalifikacje, zdobyta wiedza, motywacja.

Z kolei F. Jucha twierdzi, że akceptowalny poziom kultury bezpieczeństwa pracy jest sumą trzech czynników: barier, edukacji oraz ryzyka [1,6]. Bariera oznacza urządzenie i/lub procedurę, której zadaniem jest ograniczenie niepożądanego wpływu czynników materialnych środowiska pracy na człowieka lub zminimalizowanie ich szkodliwego oddziaływania. Edukacja obejmuje znajomość dziedziny bezpieczeństwa i higieny pracy oraz jej praktyczne zastosowanie, a także ocenę uzyskanych efektów (egzekwowanie). Ryzyko natomiast służy do

określenia czynników pozwalających na osiągnięcie kultury bezpieczeństwa na poziomie akceptowalnym, adekwatnym do stanu wiedzy, techniki oraz ograniczeń.

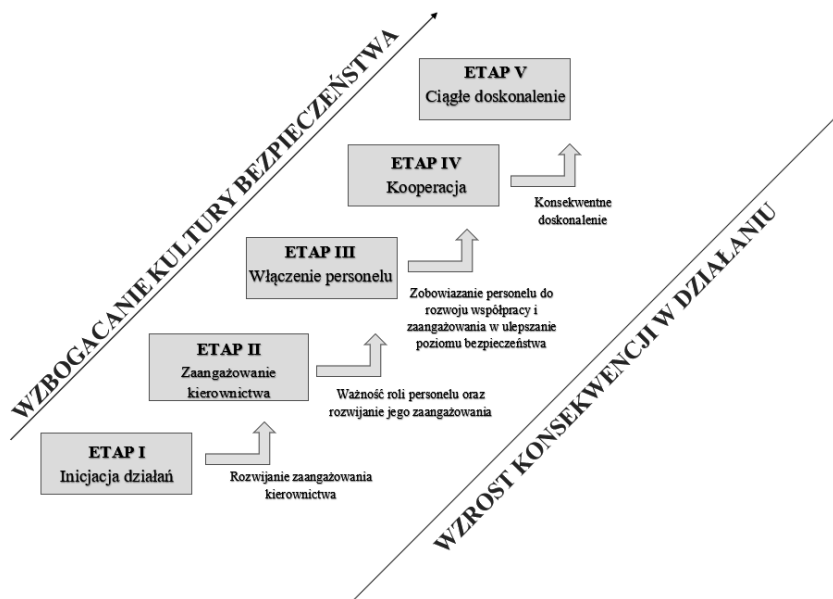
Wysoką kulturę bezpieczeństwa cechuje m.in. komunikacja, która opiera się na wzajemnym zaufaniu oraz rozumieniu ważności bezpieczeństwa ale można wyróżnić także szereg innych uwarunkowań skutecznego kształtowania kultury bezpieczeństwa pracy (rysunek 1).



Rysunek 1. Warunki skutecznego kształtowania kultury bezpieczeństwa pracy (opracowanie własne na podstawie [1,3])

Figure 1. Conditions for effective shaping of work safety culture (own elaboration based on [1,3])

R. Lardner, M. Fleming oraz P. Joyner opracowali model, w którym ujęli proces kształtowania kultury bezpieczeństwa w przedsiębiorstwie, składający się z pięciu etapów (rysunek 2).



Rysunek 2. Model kształtowania kultury bezpieczeństwa pracy w przedsiębiorstwie (opracowanie własne na podstawie [1,7])

Figure 2. A model of shaping work safety culture in an enterprise (own elaboration based on [1,7])

Podniesienie poziomu kultury bezpieczeństwa następuje w momencie przejścia z poziomu niższego na wyższy. Rolą następnych etapów jest eliminacja słabych stron, ujętych w etapie poprzedzającym [1,7,8]. W pierwszym etapie należy skupić się na stworzeniu odpowiednich podstaw do kształtowania kultury bezpieczeństwa. Trzeba mieć pewność o konieczności wprowadzenia zmian, które zmierzają do poprawy poziomu bezpieczeństwa i higieny pracy w przedsiębiorstwie. W etapie drugim należy zaangażować kierownictwo w działania dążące do osiągnięcia określonego celu (poprawa stanu bezpieczeństwa i higieny pracy). Kolejny etap poświęcony jest partycypacji wszystkich pracowników. W tej fazie wprowadzane są działania, których celem jest umożliwienie komunikacji i kooperacji na każdym szczeblu organizacji. Ostatni etap jest etapem nieskończonym i polega na ciągłym doskonaleniu. Analizie poddawany jest obecny stan i jego szczegółowa ocena, a następnie próba osiągnięcia korzystniejszych efektów w kwestii BHP [1].

2. BADANIA KULTURY BEZPIECZEŃSTWA W WYBRANYM PRZEDSIĘBIORSTWIE

Celem pomiaru poziomu kultury bezpieczeństwa przeprowadzono badania w wybranym przedsiębiorstwie sektora energetycznego z wykorzystaniem opracowanego kwestionariusza osobowego, składającego się z 25 pytań zamkniętych i 4 pytań otwartych odnoszących się do kwestii bezpieczeństwa na stanowiskach pracy oraz metryczki, w której określono płeć, wiek, wykształcenie, stanowisko pracy oraz staż pracy pracownika.

Pytania zawarte w kwestionariuszu podzielono na 5 grup:

Grupa I – Świadomość pracowników – wiedza na temat bezpieczeństwa pracy w firmie.

Grupa II – Wpływ pracowników na bezpieczeństwo pracy.

Grupa III – Szkolenia z zakresu BHP.

Grupa IV – Stosunek przełożonych do wymagań BHP.

Grupa V – Motywacja do bezpiecznych zachowań.

Badanie ankietowe zostało przeprowadzone wśród 100 pracowników na stanowiskach roboczych o podwyższonym poziomie ryzyka. Wśród ankietowanych największą grupę stanowili mężczyźni (98%), osoby w wieku 41-55 lat (48%), osoby z wykształceniem średnim (87%) oraz osoby ze stażem pracy 11 – 15 lat (5%).

Pomimo przeważającej liczby pracowników z długim stażem pracy zauważono, że kwestie procedur i wymagań BHP oraz podejścia do szkoleń z zakresu bezpieczeństwa i higieny pracy nie są pomijane i lekceważone. Pracownicy w trosce o swoje zdrowie przestrzegają zasad BHP i są odpowiednio przygotowani na ewentualne trudności. Uczestnicy badania nieomal jednogłośnie stwierdzili, że szkolenia są prowadzone w ciekawy sposób przez osoby kompetentne i wykształcone w tym zakresie.

Wyniki analizy ukazują, że bezpieczeństwo w firmie jest wartością nadrzędną na każdym szczeblu, a pracownicy nie czują się w żaden sposób zagrożeni podczas wykonywania swoich obowiązków, ani ignorowani w kwestii ich zdrowia i życia. Środowisko, warunki pracy oraz ochrona osobista są zgodne z wymaganiami prawnymi.

Zdecydowana większość pracowników biorących udział w ankiecie była zgodna co do udzielanych odpowiedzi. W uzyskanych wynikach nie zauważono wyraźnego podziału zdań. Wystąpiły drobne wychylenia, gdzie pracownicy najczęściej udzielali odpowiedzi „nie wiem”. Mogło to być spowodowane niepełnym zrozumieniem pytania bądź brakiem zdania na dany temat. Odpowiedź taką przyjęto za neutralną i jednocześnie pomijalną w wynikach analizy.

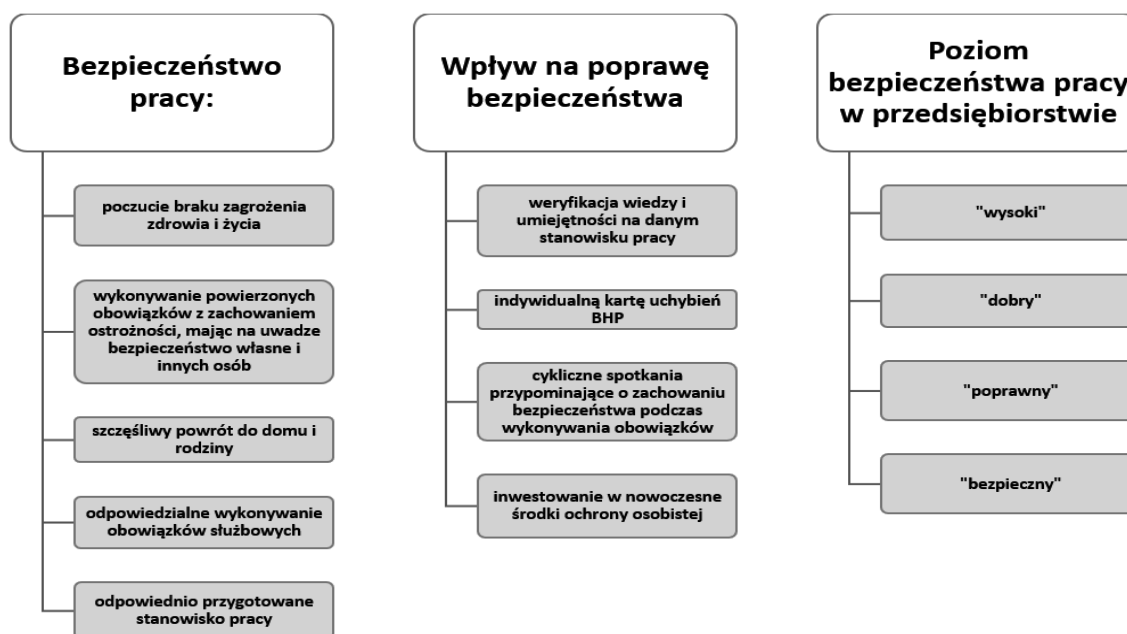
Niewielkie rozbieżności zauważono w pytaniach dotyczących: postrzegania pracy za bezpieczną, umiejętności zachowania się podczas zagrożenia życia lub zdrowia, wpływu na bezpieczeństwo, chęci angażowania się w tematykę bezpieczeństwa i jego poprawy, a także kwestii zwracania uwagi na niewłaściwe zachowanie współpracowników. Ostatnie zagadnienie powinno być tematem do przemyśleń, a jednocześnie wprowadzenia działań mogących wpłynąć na rozwiązanie tego „problemu”. Powinno się podjąć działania w celu uświadomienia pracowników jak ważna jest odpowiedzialność nie tylko za własne zdrowie i życie, ale i za współpracowników. Jedną z możliwości mogących wpłynąć na zwiększenie świadomości pracowników w tym obszarze jest poruszenie tej kwestii na szkoleniach BHP, np. z wykorzystaniem krótkiego filmu, ukazującego powagę i potrzebę reakcji na niewłaściwe zachowanie innych.

Drugi etap ankiety składał się z pytań otwartych, których celem było dokładniejsze poznanie analizowanego przedsiębiorstwa oraz obecnego w nim poziomu kultury bezpieczeństwa.

Pracowników poproszono o udzielenie odpowiedzi na następujące pytania:

- Co dla Pana/i oznacza bezpieczeństwo pracy?
- Jeżeli miałby/miałaby Pan/i możliwość wpływu na poprawę bezpieczeństwa, to co by Pan/i wprowadził/a?
- W jaki sposób polepszyłyby/polepszyłaby Pan/i warunki na swoim stanowisku pracy?
- Jak ocenia Pan/i poziom bezpieczeństwa pracy w firmie?

Większa część pracowników nie ma zastrzeżeń do dotychczasowego poziomu bezpieczeństwa w pracy i nie czuła potrzeby wypowiedzania się w szczegółowy sposób. Druga część pracowników chętnie podzieliła się swoimi odczuciami oraz zaproponowała czynności mogące wpłynąć na poprawę warunków pracy i bezpieczeństwa w przedsiębiorstwie (rysunek 3).



Rysunek 3. Odpowiedzi ankietowanych udzielone na pytania otwarte

Figure 3. Answers of respondents to open questions

Odpowiedzi udzielone przez pracowników pozwalają stwierdzić, że nie ma potrzeby wprowadzania w przedsiębiorstwie koniecznych i natychmiastowych działań korygujących, jednak zaleca się wprowadzenie zmian, mających na celu zwiększenie motywacji pracowników.

3. PODSUMOWANIE

Na podstawie przeprowadzonych badań i otrzymanych wyników można stwierdzić, że stopień świadomości i kultury bezpieczeństwa w analizowanym przedsiębiorstwie jest utrzymywany na wysokim poziomie. Wskazują na to cechy pracowników, tj.: świadomość na wysokim poziomie w kwestii bezpieczeństwa pracy, poczucie odpowiedzialności za zdrowie i życie własne oraz kolegów, postępowanie zgodnie z przepisami BHP oraz rozumienie ich ważności, a także brak akceptacji podejmowania ryzyka dla korzyści. Odpowiedzi ankietowanych można uznać za zgodne z „szablonem” podstawowych cech charakteryzujących wysoką kulturę bezpieczeństwa w zakładach pracy. Badania wykazały, że pracownicy przedsiębiorstwa są świadomi powagi bezpieczeństwa oraz współodpowiedzialności za jego poziom. Czują się odpowiednio przygotowani i bezpieczni podczas wykonywania swojej pracy, mimo, iż jest ona zaliczana do grupy wysokiego ryzyka. Należy jednak mieć na uwadze, że ocenę poziomu kultury bezpieczeństwa w przedsiębiorstwie powinno się poddawać systematycznym badaniom, dzięki którym możliwa jest identyfikacja obszarów wymagających poprawy, a jednocześnie zwiększanie poziomu kultury bezpieczeństwa.

Właściwie ukształtowana kultura bezpieczeństwa przynosi wiele korzyści. Dążenie do eliminacji wypadków przy pracy wpływa na minimalizowanie strat, co z kolei zwiększa wydajność i jakość pracy. Kultura bezpieczeństwa jest częścią wizerunku firmy nie tylko wśród pracowników, ale również klientów, wpływając pozytywnie na odnoszone sukcesy przedsiębiorstwa.

LITERATURA

1. J. Ejdyś, *Kształtowanie kultury bezpieczeństwa i higieny pracy w organizacji*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Białostockiej, Białystok, 2010.
2. R. Tyszkiewicz, *Istota kultury bezpieczeństwa pracy w systemie zarządzania*, Quality Production Improvement 2/11 (2019) 94-101.
3. M. Milczarek, *Kultura bezpieczeństwa pracy*, CIOP, Warszawa, 2002
4. A. Filipek, B. Gałek, *Współczesne bezpieczeństwo i kultura bezpieczeństwa*, Wydawnictwo Naukowe UPH, Siedlce, 2014.
5. A. Gembalska-Kwiecień, *Czynnik ludzki w zarządzaniu bezpieczeństwem pracy w przedsiębiorstwie. Wybrane zagadnienia*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2017.
6. K.J. Czarnocki, *Determinanty klimatu bezpieczeństwa w przedsiębiorstwach budowlanych*, Wydawnictwo TNOiK, Toruń, 2018.
7. J. Rydzewska, M. Sitarz, *Pomiar poziomu kultury bezpieczeństwa w przedsiębiorstwie kolejowym*, TTS 25/3 (2018) 18-26.
8. M. Kochańska, C. Kowalski, „Kultura bezpieczeństwa. Przegląd tematyki. Safety culture, Overview, Pomorskie Forum Bezpieczeństwa 1/10 (2021) 5-17.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Proces produkcji i aplikacji reklam na pojazdy na podstawie wybranej firmy graficznej

D. Zemełka^a, A. Kania^b

^a Student kierunku Zarządzanie i Inżynieria Produkcji na Wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej
email: dennzem890@student.polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
email: aneta.kania@polsl.pl

Streszczenie: Artykuł przedstawia proces produkcji oraz aplikacji grafik drukowanych na foliach polimerowych o wysokiej adhezji kleju, realizowany przez wyspecjalizowaną w tej dziedzinie działalność gospodarczą, prowadzoną przez studenta Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej. W pracy scharakteryzowano także maszyny drukujące, które swoją jakością zapewniają najwyższy poziom grafik w dziedzinie motorsportu.

Abstract: The article presents the production process and applications of graphics printed on polymer films with high adhesive glue. This area of activity was created by a student of the Faculty of Mechanical Engineering Silesian University of Technology. In the work the printing machines that are used to the correct level of graphics in the field of motorsports also were characterized.

Słowa kluczowe: reklama graficzna na karoserie pojazdów, motorsport, drukarki do drukowania folii, proces produkcji i aplikacji folii

1. WSTĘP

Firma UniqueGraphics produkuje specjalistyczne okleiny wykorzystywane w reklamach, np. motocyklowych. Oferuje również folie dekoracyjne do personalizacji pojazdów. Docelowymi klientami firmy są osoby fizyczne będące właścicielami pojazdów wyścigowych. Do pojazdów tych należą, między innymi: motocykle, quady, pojazdy terenowe, skutery wodne i skutery śnieżne.

Firma zapewnia klientom szeroki wachlarz możliwości. Obejmuje to unikalne prace graficzne, takie, jak:

- wykonywanie indywidualnych grafik,
- tworzenie konkretnego szablonu dla danego modelu,

- drukowanie obrazów o wysokiej przyczepności na folii wykonanej z polimerów,
- oklejanie różnych pojazdów.

Wytwarzane produkty przeznaczone są do oklejania pojazdów użytkowanych w trudnym terenie, dlatego powinny charakteryzować się następującymi własnościami:

- wysoką odpornością na ścieranie,
- odpornością na zabrudzenia,
- odpornością na działanie wody i różnych substancji chemicznych,
- odpornością na wysoką temperaturę,
- odpornością na promieniowanie UV.

Ponadto tworzywa sztuczne (m.in. polipropylen – PP, polietylen o dużej gęstości – HDPE, poliolefina – TPO), z których wykonane są części karoserii motocrossu, charakteryzują się niską przyczepnością, dlatego też wymagają stosowania specjalnych klejów o wysokiej przyczepności podczas procesu oklejania.

Naklejki przeznaczone na motocykle wykorzystywane w reklamie posiadają specyficzne cechy związane z procesem.

2. MASZYNY WYKORZYSTYWANE W PROCESIE PRODUKCJI FOLII/REKLAM

Firma początkowo korzystała z usług zewnętrznej drukarni do produkcji swoich grafik. Jednak po dwóch latach działalności zrezygnowała i zaczęła wykorzystywać druk wewnętrzny, dlatego też zakupiła pierwszą drukarkę wielkoformatową MutohValueJet VJ-1624X, w standardowej konfiguracji CMYK (4 kolory). Rysunek 1, poniżej, przedstawia zdjęcie drukarki MutohValueJet VJ-1624X [1].



Rysunek 1. Drukarka MutohValueJet VJ-1624X [1]

Figure 1. Printer MutohValueJet VJ-1624X [1]

Drukarka posiada ściśle określone parametry techniczne (np. szerokość druku wynosi 1625 mm) i precyzyjną konstrukcję mechaniczną. Maszyna wykorzystuje też najnowszą technologię piezoelektrycznej głowicy atramentowej. Drukarki MutohValueJet wyposażone są

w elektronikę najnowszej generacji oraz wysokiej jakości atramenty. Zgodnie ze specyfikacją produktu, drukarka oferuje prędkość produkcyjną do 29 m²/h, przy rozdzielczości 360x720 dpi. Maszyna ta dedykowana jest, między innymi, do drukowania folii do oklejania pojazdów, dzięki czemu posiada wiele innowacyjnych cech konstrukcyjnych. Funkcje tej drukarki obejmują: automatyczny mechanizm odrywania papieru, automatyczną kompensację grubości nośnika, funkcję zapobiegającą zwijaniu się, funkcję Smart Media Roll End i pochylany uchwyt kasety.

Obecnie firma korzysta także z drukarki wielkoformatowej Epson SureColor SC-S80610 do drukowania grafiki samochodowej [2]. Jest to maszyna eko-solwentowa z 10-kolorowym magazynkiem, która oferuje bardzo szeroką gamę kolorystyczną. Rysunek 2 przedstawia zdjęcie drukarki.



Rysunek 2. Drukarka Epson SureColor SC-S80610 [2]

Figure 2. Printer Epson SureColor SC-S80610 [2]

Ta drukarka jest wyposażona w głowice drukujące Dual PrecisionCore TFP najnowszej generacji i nową formułę atramentu UltraChrome GS3 firmy Epson, aby zapewnić wyraźne, żywe kolory wydruków. Funkcje tej drukarki obejmują: zaawansowaną automatyczną kontrolę naprężenia rolki (AD-ATC), podajnik o dużej średnicy i antystatyczną, elastyczną płytę dociskową.

Obecnie drukarki marki Mutoh służą do drukowania mniejszych grafik reklamowych, takich, jak banery czy małe naklejki. Natomiast drukarki Epson drukują tylko zamówienia wysyłane do grupy odbiorców sportów motorowych.

3. STOSOWANE MATERIAŁY

Materiał stosowany do aplikacji reklam w motorsporcie musi, przede wszystkim, charakteryzować się łatwością aplikacji, co jest w wielu przypadkach utrudnione, ze względu na wysoką adhezję kleju w początkowej fazie aplikacji już zadrukowanej folii.

Folie polimerowe można klasyfikować w następujący sposób:

- Folie z systemem kanalikowym, ułatwiające wyprowadzanie pęcherzy powietrza spod powierzchni klejonej. Charakteryzują się one kratownicą na warstwie klejącej. W przypadku tej folii postępuje się zgodnie z instrukcją, jak zapisano w rozdziale 4.
- Folie bez systemu kanalikowego, które charakteryzują się bardzo wysoką adhezją wstępną kleju, przez co możliwa jest instalacja tylko i wyłącznie „na mokro”. Aplikacja bez środka ułatwiającego pozycjonowanie może prowadzić do rozwarstwienia się filmu klejącego od podkładu folii lub doprowadzić do powstawania linii adhezyjnych, które w efekcie finalnym zostawiają bardzo negatywny efekt wizualny.

4. PROCES PRODUKCJI FOLII/REKLAM

W przypadku drukowania na folii, wybór właściwego ustawienia wstępnego w sterowniku drukarki ułatwia drukowanie. Jednak dobór najlepszego presetu do konkretnej drukarki jest trudniejszy. Konieczne jest zastanowienie się, w jaki sposób będzie wykorzystany drukowany materiał. Niektóre pomysły obejmują użycie go jako prezentacji lub formie ochronnej.

Ploter rolkowy eko solwentowy drukuje na różnych nośnikach, dostarczanych w rolkach. Proces produkcji reklam został przedstawiony etapami 1-7.

1. Podłoże (np. folia) nawinięte jest na rolkę umieszczoną z tyłu maszyny/plotera. Niekontrolowane podłoże jest przesuwane rolkami napędowymi plotera do głowicy drukującej.
2. W odpowiedniej odległości przed głowicą (od kilku do kilkudziesięciu centymetrów), podłoże przesuwa się po nagrzanej powierzchni urządzenia (temperatura może osiągnąć, w zależności od rodzaju drukowanego podłoża, nawet do 50 °C).
3. Podczas ogrzewania, w podłożu (np. folii) otwierane są mikroskopijne otwory, w których farba/tusz jest, w kolejnym etapie impregnowana nośnikiem (rozpuszczalnikiem organicznym).
4. W etapie drukowania podłoża, tusz nośny nanoszony jest na podłoże za pomocą końcówki plotera (głowicy drukarskiej).
5. Atrament zostaje wchłonięty w otwarte mikropory znajdujące się na powierzchni folii, a podkład folii (liner) w kontakcie z rozgrzanym podłożem powoduje wstępne związanie tuszu z materiałem.
6. Zadrukowane podłoże przesuwa się po kolejnych powierzchniach urządzenia wraz ze spadkiem temperatury – mikropory są zamykane poprzez schłodzenie podłoża.
7. Podczas sekcji suszenia/dosuszania, podłoże jest całkowicie schładzane – tusz zostaje trwale związany z materiałem, a reszta nośnika/rozpuszczalnika odparowuje.

Aby wyrób mógł być aplikowany, czas realizacji procesu od druku do aplikacji powinien wynosić minimalnie 24 godziny.

5. PROCES APLIKACJI FOLII/REKLAM

Proces aplikacji reklam, np. na pojazdy do użytkowania w ciężkich warunkach, składa się z kilku etapów. Folię nakłada się na pojazdy za pomocą specjalnych narzędzi, m.in.:

- papieru ściernego o gradacji 2500 – do wygładzania powierzchni,
- taśmy maskującej – do pozycjonowania grafiki,
- taśmy mierniczej – do pozycjonowania i wyrównywania arkusza,
- ostrza o szerokości 9 mm – do usuwania nadmiaru materiału,

- ręcznika z mikrofibry – do czyszczenia powierzchni,
- skrobaka – do usuwania większych zanieczyszczeń z karoserii,
- ściągaczki w formie kostki z filcu – do naklejania grafiki na karoserię pojazdu,
- ściągaczki z flamastrem – do naklejania naklejek.

Pierwszym krokiem podczas przyklejania folii/reklam na karoserie pojazdów jest odtłuszczenie powierzchni, na której zostanie umieszczona grafika. Pierwsze mycie odbywa się za pomocą wody i komercyjnego detergentu. Ostatni etap czyszczenia wykonuje się szmatką nasączoną roztworem płynu IPA i wody w stosunku 1:1. Przed przyklejeniem folii, powierzchnię tworzywa również wygładza się papierem ściernym. Przed nałożeniem grafiki na korpus, na gumową miotłę nakładany jest filcowy rękaw, który chroni jej krawędzie i zapobiega uszkodzeniu. Grafikę nanosi się mokrym gumowym pędzelkiem, mocno dociskając do podłoża. Następnie zwilża się twardą krawędź gumowej miotły wodą, aby nie uszkodzić powierzchni klejonej folii. W kolejnym kroku, za pomocą taśmy maskującej, umieszcza się grafikę na określonej powierzchni. Poszczególne elementy graficzne wycinane są nożem. Usunięcie warstwy podkładowej odbywa się poprzez pociągnięcie jednej strony arkusza przy jednoczesnym naciśnięciu drugiej strony klejonego arkusza. Podczas oklejania części motocyklowych często stosuje się połączenia doczołowe do łączenia wielu paneli, ponieważ zachodzenie na siebie grozi przesunięciem grafiki.

Pakowanie elementów odbywa się w temperaturze otoczenia, w zakresie od 16 do 32 °C. Ostatnim etapem aplikacji folii jest dociśnięcie każdego elementu grafiki i przeciągnięcie rakla po zewnętrznej krawędzi naklejki. Czynność ta zapewnia skuteczne przyleganie folii/reklam do podłoża i zapobiega ich rozdieraniu w najsłabszych miejscach.

6. PODSUMOWANIE

W artykule przedstawiono proces produkcji, kategoryzacji materiału oraz instalacji folii/reklam na pojazdach użytkowanych w ciężkim terenie. Aplikacje już gotowego wyrobu przedstawiono w szczegółowy sposób, wynikający z wieloletniego doświadczenia. Porównano również dwie maszyny drukujące oraz przedstawiono parametry dotyczące prędkości produkcji, które są przystosowane do drukowania na folii w bardzo wysokiej rozdzielczości.

LITERATURA

1. Mutoh products, https://www.mutoh.co.jp/en/products/vj/eco/vj_1624x.html, 2023.
2. Epson, https://www.epson.pl/pl_PL/produkty/drukarki/large-format/sc-s80610/p/20156, 2023.

Analiza numeryczna własności wytrzymałościowych drążka do podciągania w zależności od zastosowanego obciążenia

Z. Zielińska^a, P. Deja^a, R. Szymik^a, B. Papis^b, D. Śliwa^c, A. Dziwis^d, W. Mikołajko^d,
A. Śliwa^d, M. Sroka^d.

^a Student - Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej,
e-mail: zz304779@student.polsl.pl, pd301832@student.polsl.pl, rs301942@student.polsl.pl

^b Student - Politechnika Śląska, Wydział Matematyki,
e-mail: bartekpapis03@gmail.com

^c Uczeń –V Liceum Ogólnokształcące Mistrzostwa Sportowego w Bytomiu
e-mail: dominik.sliwa16@gmail.com

^d Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych,
e-mail: wojciech.mikolajko@polsl.pl, agata.sliwa@polsl.pl, amadeusz.dziwis@polsl.pl, marek.sroka@polsl.pl

Streszczenie: W pracy przedstawiono porównawczą analizę wytrzymałościową drążka do podciągania stosowanego do ćwiczeń w zależności od zastosowanego obciążenia 200 N, 500 N i 1000 N. Model został wykonany za pomocą programu SolidWorks2022 a zastosowanym materiałem na drążek była stal 201.

Abstract: The paper presents a comparative strength analysis of a pull-up bar used for exercises depending on the applied load of 200 N, 500 N and 1000 N. The model was made using the SolidWorks2022 program and the material used for the rod was 201 steel.

Słowa kluczowe: drążek do podciągania, analiza MES, naprężenia Von Mises'a, przemieszczenia

1. Wprowadzenie

Szeroko rozumiany sprzęt sportowy jest obecnie jednym z najczęściej sprzedawanych produktów ze względu na korzyści płynące z uprawiania sportu. Na efekty ćwiczeń poza rodzajem stosowanego sprzętu istotny wpływ odgrywa jego jakość. Jednakże im prostsze ćwiczenie tym prostsze mogą być owe przyrządy sportowe. Do jednych z najpopularniejszych sprzętów sportowych należą drążki które możemy podzielić na drążki rozporowe oraz drążki mocowane do ścian i sufitu. Rozporowe to najprostsze dostępne na rynku drążki treningowe. Ich zaletą jest sposób mocowania nie wymagający wykonywania otworów na śruby jak w przypadku drążków mocowanych do ścian i sufitu. Tym samym sposób demontażu jest również prosty. Są one popularne wśród osób nie posiadających wydzielonych miejsc do ćwiczeń. Ich

montaż polega na umieszczeniu ich w wąskich przejściach, często futrynach drzwi i poprzez rozpięcie usztywnieniu ich w wybranym miejscu. Ze względu na sposób mocowania są one wąskie i uniemożliwiają wykonywanie wszystkich możliwych ćwiczeń na drążku. Alternatywą do drążków rozporowych są drążki na stałe przytwierdzone do ściany albo sufitu. Dostępne są one w formie prostej jak i bardziej skomplikowanej pozwalającej ćwiczyć na różne sposoby [1,2].

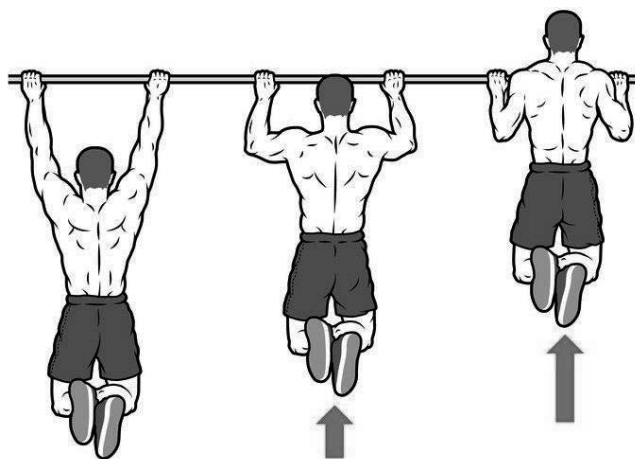


Rysunek 1. Przykładowy drążek do ćwiczeń firmy KDSport [1]

Figure 1. An example of a KDSport exercise bar [1]

Podciąganie się na drążku jest jednym z najbardziej podstawowych i najskuteczniejszych ćwiczeń budujących siłę górnych partii ciała. Ćwiczenie to wzmacnia mięśnie głębokie poprawiając sylwetkę i postawę a jedynym wymogiem ćwiczenia jest posiadanie drążka przeznaczonego do podciągania. Jest to bardzo popularny sprzęt sportowy powszechnie spotykany na siłowniach czy w parkach. Regularne ćwiczenie poprzez podciąganie się kreuje silne mięśnie pleców chroniące ramiona przed urazami i pozwolą utrzymać prawidłową, wyprostowaną postawę. Sam przebieg ćwiczenia składa się z trzech pozycji przedstawionych na rysunku 2. Są to kolejno [3]:

- Pozycja początkowa na dole
- Pozycja w podciąganiu
- Pozycja górna, z brodą ponad drążkiem



Rysunek 2. Kolejne etapy podciągania się na drążku[3]

Figure 2. Successive stages of pull-ups on the bar [3]

2. WYBRANY MATERIAŁ

Drażki do podciągania są wykonywane najczęściej z metali i ich stopów oraz tworzyw sztucznych. Wynika to z dobrej wytrzymałości tych materiałów, stosunkowo niskiej ceny oraz w przypadku polimerów oraz części stali odporności korozyjnej.

W przeprowadzonej symulacji zdecydowano się na zastosowanie nierdzewnej stali ferrytycznej i określenie czy jest to materiał właściwy na tego typu wyrób. Skład chemiczny oraz właściwości przedstawiono w tabelach 1 i 2. Głównymi właściwościami jakie posiada wybrana stal nierdzewna 201[4]:

- Odporność na korozję
- Estetyczny wygląd
- Niski koszt życia produktu
- Całkowicie podlega recyklingowi
- Neutralność biologiczna
- Łatwe w przeróbce i czyszczeniu
- Dobry stosunek wytrzymałości do wagi

Tabela 1. Skład chemiczny stali 201 [5]

Table 1. Chemical composition of steel 201[5]

Stopień	do	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
AISI 201	≤ 0,15	≤1,00	5,5-7,5	≤ 0,05	≤ 0,03	13,5-15,0	3.5-5.5

Tabela 2. Właściwości stali 201 [5]

Table 2. Properties of steel 201[5]

Właściwości	Wartość	Jednostki
Granica plastyczności	$2,92 \cdot 10^8$	N/m ²
Wytrzymałość na rozciąganie	$6,85 \cdot 10^8$	N/m ²
Współczynnik sprężystości wzdłużnej	$2,07 \cdot 10^8$	N/m ²
Współczynnik Poissona	0,27	–
Współczynnik rozszerzalności cieplnej	$1,7 \cdot 10^{-5}$	Kelvin
Masa właściwa	7 860	kg/m ³

3. MODEL GEOMETRYCZNY CAD

Analizie numerycznej poddano model drążka do podciągania powszechnie stosowanego do ćwiczeń. Drażki te dają szeroki wachlarz możliwości ćwiczenia górnych partii mięśni oraz ćwiczenia prawidłowej postawy ciała. Model geometryczny drążka został przedstawiony na rysunku nr. 3 natomiast rysunek nr. 4 pokazano model z nałożoną siatką elementów brzegowych. Zastosowano siatkę o najmniejszych rozmiarach ziaren. Model wykonano w

oparciu o rzeczywisty sprzęt sportowy oferowany przez firmę KDSport w programie SolidWorks2022.



Rysunek 3. Model geometryczny drążka do podciągania

Figure 3. Geometrical model of a pull-up bar



Rysunek 4. Model geometryczny drążka do podciągania z nałożoną siatką elementów skończonych

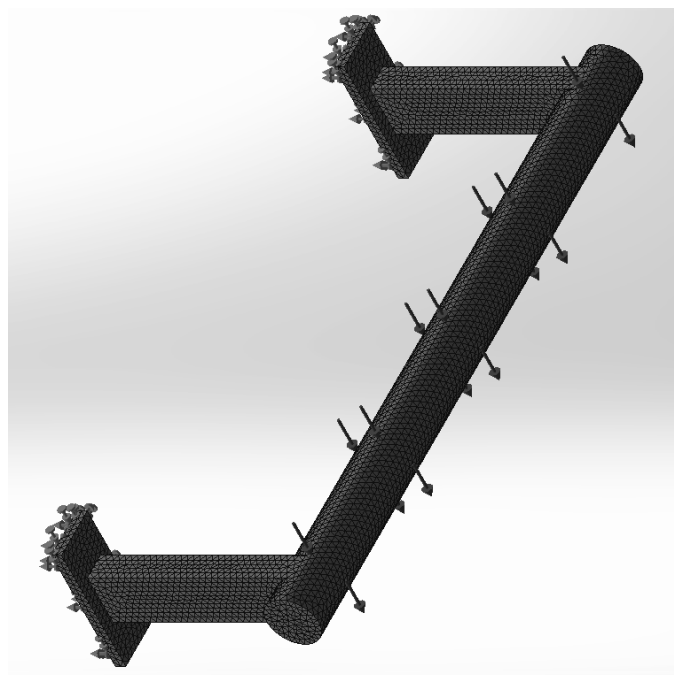
Figure 4. Geometrical model of a pull-up bar with a finite element mesh

4. WARUNKI BRZEGOWE

Symulację komputerową drążka do podciągania przeprowadzono w programie SolidWorks2022 z zastosowaniem następujących warunków brzegowych:

- Odebranie stopni swobody na powierzchniach przymocowywanych do ściany.
- Przyłożenie sił o wartości 200 N, 500 N oraz 1000 N.

Zastosowane siły mają odwzorowywać obciążenie drążka w trakcie ćwiczenia i mają określić czy przyjęty materiał wytrzyma w trakcie pracy drążka, granica plastyczności dla stali 201 wynosi 290 MPa. Model z nałożoną siatką elementów skończonych oraz zastosowanymi warunkami brzegowymi przedstawia rysunek 5.



Rysunek 5. Model geometryczny drążka do podciągania z nałożonymi warunkami brzegowymi
 Figure 5. Boundary conditions of a pull-up bar

5. WYNIKI ANALIZY NUMERYCZNEJ

Otrzymane mapy rozkładu naprężeń, przemieszczeń i odkształceń przedstawiono poniżej a zestawione maksymalne wartości zamieszczono w tabeli nr 3. Rysunki od 6 do 8 przedstawiają wyniki analizy naprężeń dla rosnącej wartości obciążenia. Kolejno rysunki od 9 do 11 przedstawiają wyniki przemieszczeń dla analizy statycznej i ostatecznie rysunki od 12 do 14 pokazują wartości odkształceń. Na rysunkach 8, 11 i 14 można zauważyć, że użyta siła doprowadziła do zniszczenia drążka wskutek przekroczenia granicy plastyczności.



Rysunek 6. Wartość naprężeń dla siły 200 N
 Figure 6. Stress value for force 200N



Rysunek 7. Wartość naprężeń dla siły 500 N
 Figure 7. Stress value for force 500N



Rysunek 8. Wartość naprężeń dla siły 1000 N
 Figure 8. Stress value for force 1000N



Rysunek 9. Wartości przemieszczeń dla siły 200 N
Figure 9. Value of displacements for force 200 N



Rysunek 10. Wartości przemieszczeń dla siły 500 N
Figure 10. Value of displacements for force 500 N



Rysunek 11. Wartości przemieszczeń dla siły 1000 N
Figure 11. Value of displacements for force 1000 N



Rysunek 12. Wartości odkształceń dla siły 200 N
Figure 12. Deformation value for force 200 N



Rysunek 13. Wartości odkształceń dla siły 500 N
Figure 13. Deformation value for force 500 N



Rysunek 14. Wartości odkształceń dla siły 1000 N
Figure 14. Deformation value for force 1000 N

Tabela 3. Zestawienie maksymalnych wyników dla symulacji

Table 3. Summary of the maximum results for the simulation

Wartości przyłożonej siły [N]	Naprężenia [MPa]	Przemieszczenia [mm]	Odształcenia
200	102,283	0,057	0
500	255,707	0,144	0,001
1000	511,414	0,287	0,001

6. PODSUMOWANIE

Artykuł przedstawia wpływ ustalonych wartości siły na model drążka do podciągania wykonanego z założonego materiału. Wyniki pokazały, że stal 201 nie jest odpowiednim materiałem do stosowania na drążki do podciągania. Pomimo niskich wartości odkształceń granica plastyczności w przypadku przyłożenia 1000 N została przekroczona co świadczy o zniszczeniu drążka. W przypadku obciążenia wynoszącego 200 N drążek jest w stanie bez problemu wytrzymać trening na nim, natomiast w przypadku obciążenia wynoszącego 500 N

granica plastyczności nie została przekroczona natomiast wartość naprężeń jest zbyt wysoka by drążek wykonany z tego materiału mógł być bezpiecznie użytkowany. W przypadku przemieszczeń widoczny jest trend do lokalizowania się ich w centralnej części drążka w przypadku każdej z użytych obciążeń. Miejscami występowania największych naprężeń są obszary łączenia się drążka z elementami przymocowywanymi do ściany. Oznacza to, że istnieje możliwość zoptymalizowania kształtu całego sprzętu sportowego pod wybrany w artykule materiał.

LITERATURA

[1] <https://kdsport.pl/>

[2] J. Wyród-Wróbel; „Jakość sprzętu sportowego a satysfakcja jego użytkowników”; Zeszyty naukowe politechniki łódzkiej

[3] Podciąganie na drążku – Kompletny przewodnik

[4] U. Wawrzaszek, J. Masalski; „Identyfikacja podatności na korozję międzykrystaliczną stali austenitycznej AISI 201”

[5] Baza materiałowa SolidWorks



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Analiza skanowanego trójwymiarowego obrazu elementu przestrzennego i możliwości jego powielania w technologii addytywno-subtraktywnej

Michalina Ziółkowska ^a, Przemysław Kołodziejczyk ^b, Michał Sładek ^b, Paweł Madeja ^b,
Jarosław Tłołka ^b, Magdalena Szindler ^c, Marek Szindler ^d

^a Studentka Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Konarskiego 18a, 44-100, Gliwice

^b Student Politechniki Śląskiej, Wydział Elektryczny, Akademicka 3, 44-100 Gliwice

^c Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich

i Biomedycznych, Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice

email: magdalena.szindler@polsl.pl

^d Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych, Towarowa 7, 44-100 Gliwice

email: magdalena.szindler@polsl.pl

Streszczenie: Technologia skanowania 3D jest często wykorzystywana do tworzenia cyfrowej repliki istniejącego obiektu fizycznego. Polega na rozdzielaniu istniejącego modelu i analizowaniu jego komponentów w celu stworzenia nowego produktu w oparciu o identyczne zasady. Skanowanie 3D umożliwia stworzenie bardzo dokładnego i szczegółowego cyfrowego modelu obiektu, który następnie można wykorzystać do analizy oraz zidentyfikowania wszelkich wad lub ulepszeń oraz stworzenia nowych projektów w oparciu o oryginalny produkt. W ramach niniejszej pracy posłużono się skanerem CR 01 firmy Creality. Skanowano modele znacznie się od siebie różniące w celu zapoznania się z możliwościami skanera światła strukturalnego. Porównania otrzymanych wyników dokonano na podstawie różnic w modelach cyfrowych, a także na podstawie stworzenia repliki rzeczywistego komponentu.

Abstract: 3D scanning technology is often used to create a digital replica of an existing physical object. It consists of separating an existing model and analysing its components to create a new product based on identical principles. 3D scanning allows you to create a very accurate and detailed digital model of the object, which can then be used to analyse and identify any defects or improvements and create new designs based on the original product. Within the scope of this work, the CR 01 scanner from Creality was used. Models that differ significantly from each other were scanned in order to get acquainted with the capabilities of the structured light scanner. Comparisons of the results were made on the basis of differences in digital models, as well as on the basis of creating a replica of the real component.

Słowa kluczowe: skanowanie 3D, druk 3D, inżynieria odwrotna

1. WSTĘP

Druk 3D jest stale rozwijającą się technologią, która znajduje coraz szersze zastosowanie. Wskutek istnienia znacznie większych oczekiwań dąży się, aby ta technologia była zarówno tania jak i cechowała się niskim nakładem pracy człowieka. Automatyzacja niesie za sobą takie korzyści jak powtarzalność procesu, eliminacja czynności monottonnych, wzrost wydajności procesu oraz obniżenie kosztów własnych produkcji. Jednak w zależności od sposobu druku koszt produkcji może się zwiększyć. Wszystko to jest zależne od zastosowanej w drukarce technologii, od komponentów składających się na urządzenie, konieczności wykonania obróbki wykańczającej, ceny materiałów oraz jakości wytworzonego komponentu. Tym sposobem zrozumiałe jest, że technologia wykorzystująca wiązkę lasera do utwardzenia poszczególnych warstw będzie technologią droższą niż taka, która w laser nie została wyposażona [1-3]. Jednak w obecnych czasach wybór technologii nie jest łatwy. Mimo, że druk 3D wynaleziono około 40 lat temu, dopiero od 25 lat jest technologią ogólnodostępną. Od tego czasu budziła na tyle duże zainteresowanie, że została rozszerzona o kilka metod również polegających na osadzaniu materiału warstwa po warstwie (ang. layer-by-layer). Sądzić można, że podjęcie decyzji o zastosowaniu odpowiedniej technologii w obecnych czasach ogranicza się do kosztów oraz dostępnych na rynku materiałów. Do najtańszych metod druku 3D nieustannie należy technologia FDM (ang. Fused Deposition Modelling) nazywana również technologią FFF (ang. Fused Filament Fabrication). O wzroście kosztów w tym przypadku najczęściej decyduje wykorzystany materiał [1,4]. Jednak łączącym czynnikiem wszystkie metody drukowania jest wygenerowanie odpowiedniego formatu pliku, który zapisany na nośniku danych i przekazany do drukarki zostaje przez nią odczytany. Zaprojektowane elementy nie tylko są publikowane na ogólnodostępnych platformach, ale również możliwe jest stworzenie projektu samodzielnie. Bez względu na technologię, w jakiej pracuje drukarka, materiał, z jakiego drukuje, czy też firmę jaka ją wprowadziła na rynek, każdy program typu CAD (ang. Computer-Aided Design) posiada możliwość generowania plików do formatu czytelnego dla drukarki 3D - plików o rozszerzeniu .stl (ang. Stereolithography). Program CAD dobierany jest w zależności od preferencji użytkownika. Jednak w niektórych sytuacjach możliwość pobierania plików lub generowania własnych modeli do druku jest niewystarczająca. W takim przypadku rozwiązaniem jest Inżynieria Odwrotna (ang. Reverse Engineering) nazywana również Inżynierią Wsteczną. Jako proces, którego celem jest odtworzenie w formie cyfrowej obiektu rzeczywistego, umożliwia pozyskanie modelu CAD lub dokumentacji technicznej elementu, komponentu czy nawet całej konstrukcji poprzez odwzorowanie całej geometrii wymaganych elementów, a następnie na podstawie pozyskanych danych można stworzyć ich model parametryczny, który może być dalej wykorzystany do projektowania, optymalizacji lub wykonania zamiennika [5,6]. Inżynieria Odwrotna staje się kluczową branżą wspierającą projektowanie, optymalizację i naprawy rzeczywistych części w wielu gałęziach przemysłu i nie tylko. Możliwość odwzorowania cyfrowo całej, nawet bardzo skomplikowanej geometrii, dzięki wykorzystaniu precyzyjnych skanerów 3D, pozwoliło na dynamiczny rozwój Inżynierii Wstecznej, która wspiera przeprojektowywanie i powstawanie nowych, zoptymalizowanych modeli CAD na bazie istniejących części. Na rynku dostępne są różnorodne oprogramowania do Inżynierii Odwrotnej m.in. GeoMagic Design X, ANSYS SpaceClaim oraz QuickSurface, przy pomocy których można stworzyć bardzo dokładnie odwzorowany model matematyczny na podstawie chmury punktów STL, naprawić, sparametryzować i zoptymalizować gotowy model CAD, stworzyć kompletną matematyczną mapę danych z niekompletnych danych

rzeczywistych, symulować gotowe elementy oraz złożenie, a także tworzyć pełną dokumentację 2D [5,7,8]. Inżynieria odwrotna znajduje swoje zastosowanie między innymi w przemyśle samochodowym do tworzenia części zamiennych, elementów karoserii, felg i zabudów; w przemyśle medycznym do tworzenia implantów, protez i ortez; oraz przemyśle metalowym do tworzenia konstrukcji stalowych i spawanych, renowacji zabytków i antyków. Obecnie na rynku dostępnych jest kilka rodzajów skanerów 3D [9]. Wyróżnia się skanery dotykowe i bezdotykowe [10]. W skanerach dotykowych, w sprężeniu współrzędnościowym lub na ramieniu pomiarowym umieszczona jest specjalna sonda stykowa. Szczegółowo analizuje ona kształt skanowanego przedmiotu poprzez dotknięcie we wcześniej zaprogramowanym punkcie. Głowice stykowe są wykorzystywane m.in. przy kontroli jakości gotowych produktów, w których zachowanie dokładnych wymiarów jest bardzo ważne, oraz w projektowaniu inżynierskim. Metoda ta jest niezwykle precyzyjna, ale niestety dość czasochłonna [11-13]. Również generowane są problemy w przypadku pomiarów obiektów o dużym rozwinięciu geometrii. Metoda bezdotykowa, czyli skanowanie 3D na odległość, jest mniej inwazyjna, ponieważ nie dochodzi w niej do kontaktu głowicy pomiarowej ze skanowanym przedmiotem [12]. Z tego względu stosowana jest tam, gdzie skanowanie wymaga obiekt o swobodnej, często niejednorodnej powierzchni albo posiadający wrażliwą, podatną na zniszczenie powierzchnię. W metodzie bezdotykowej wyróżnia się cztery metody skanowania 3D, do których należą skanery rejestrujące współrzędne za pomocą światła strukturalnego lub laserowego, skanowanie za pośrednictwem dalmierzy laserowych, skanowanie z użyciem tomografu komputerowego (ang. Computed Tomography) oraz za pomocą lustrzanek, czyli aparatów DSLR, które skanują na zasadzie fotogrametrii. Metody te w zależności od pełnionego zastosowania mogą spisywać się lepiej, bądź proces skanowania może zostać im utrudniony. Przed wyborem odpowiedniej metody należy zastanowić się nad tym, jaki można za jej pomocą osiągnąć efekt skanowania [10,14,15]. Jedną z głównych zalet wykorzystania skanowania 3D w inżynierii odwrotnej jest to, że umożliwia stworzenie bardzo dokładnego i szczegółowego cyfrowego modelu obiektu. Może to być szczególnie przydatne podczas pracy ze złożonymi lub skomplikowanymi obiektami, które mogą być trudne do zrozumienia lub analizy za pomocą tradycyjnych metod. Dodatkowo technologia skanowania 3D umożliwia tworzenie modelu cyfrowego, który może być łatwo udostępniany dla innych członków zespołu, co ułatwia pracę zarówno nad samym projektem jak również kompletnym produktem. Ponadto skanery światła strukturalnego charakteryzują się dużą szybkością skanowania, możliwością skanowania części ciała ludzi. Skanery te w porównaniu do skanerów laserowych mają niższą wagę oraz cenę. Są bardzo czułe. W ich przypadku występują liczne problemy ze skanowaniem na zewnątrz i w trudnych warunkach. W przypadku skanowania obiektów ciemnych i błyszczących światło jest pochłaniane (obiekty czarne) lub zbyt mocno odbijane (obiekty błyszczące) przez co urządzenie nie może poprawnie zarejestrować geometrii obiektu. Wymagane jest wtedy zmatowienie takich elementów, aby umożliwić wykonanie skanu z wykorzystaniem specjalnego sprayu. Skanowane obiekty często znajdują się na podłożu, przez co konieczne jest wykonywanie dodatkowej czynności jaką jest usuwanie tła, np. stolika, na którym znajduje się skanowany element [16].

Celem artykułu było zbadanie możliwości, jakie posiada skaner do skanowania 3D Creality CR 01. W ramach badań oceniono zdolność odwzorowania zeskanowanych powierzchni poprzez skanowanie obiektów różniących się od siebie stopniem rozwinięcia geometrii, wielkością, barwą oraz ostrością krawędzi, które tworzą skanowane modele.

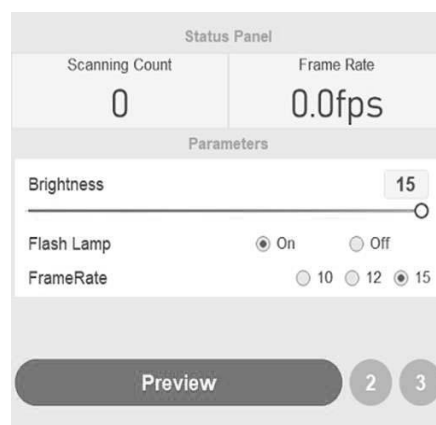
2. PRZYGOTOWANIE STANOWISKA BADAWCZEGO

W ramach niniejszego opracowania do badań wykorzystano skaner 3D Creality CR 01 (Rysunek 1). W ramach pracy wykonano proces skanowania obiektów wykazujących między sobą znaczne różnice, co umożliwiło wizualną ocenę odwzorowania powierzchni. Sprawdzone również skuteczność działania trybu manualnego oraz automatycznego.

Skanery światła strukturalnego z uwagi na rodzaj światła, jaki wykorzystują do skanowania obiektów wymagają odpowiedniego przygotowania stanowiska. Wyposażone są zazwyczaj w stół ze szczelinami na powierzchni, co zapewnia pochłanianie światła pochodzącego z otoczenia. Jednak w przypadku skanowania wewnątrz budynku, gdzie jednolite oświetlenie jest zaburzone poprzez światło wielopunktowe, stół może okazać się niewystarczający. Oprogramowanie oferuje opcje umożliwiające sterowanie parametrami lampy (Rysunek 2). Ponadto w celu zmniejszenia efektu odbicia światła wszystkie gładkie i błyszczące powierzchnie powinny zostać zmatowione. Powierzchnie zbyt intensywnie odbijające światło znaczeni wpływają na jakość końcowego modelu cyfrowego. Program w miejscu, gdzie ten efekt jest zauważalny, generuje czerwone pola w ekranie poglądowym, natomiast na ekranie użytkownika w miejscu obszarów czerwonych generuje się geometria z pominięciem wielu istotnych szczegółów. Dopiero odpowiednie dobranie parametrów umożliwia zeskanowanie obiektu.



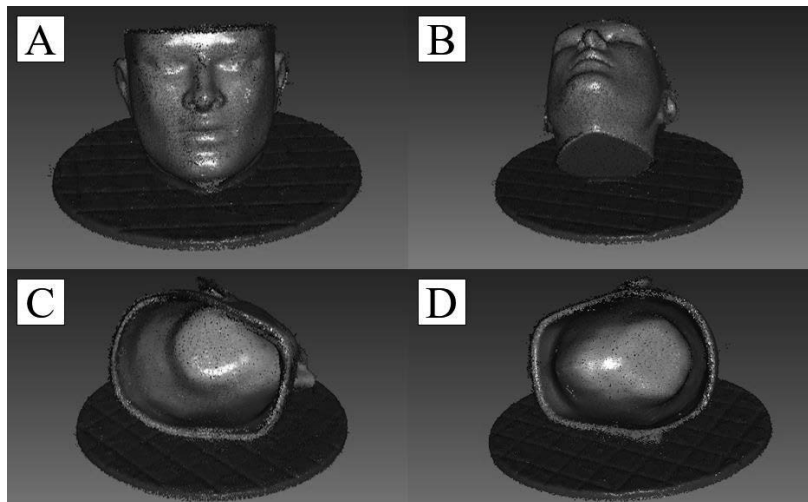
Rysunek 1. Skaner 3D Creality CR 01
Figure 1. Scanner 3D Creality CR 01



Rysunek 2. Ustawienia lampy skanera
Figure 2. Settings of scanner's lamp

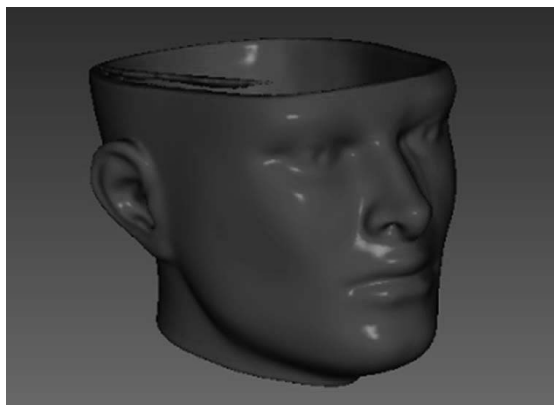
3. PROCES SKANOWANIA

W celu sprawdzenia możliwości skanera wybrano obiekty, które następnie poddano skanowaniu. W pierwszej kolejności rozpoczęto skanowanie obiektu o małym stopniu rozwinięcia powierzchni oraz rozmiarze około 20 cm. Skanowanie realizowano w czterech różnych płaszczyznach, co przedstawiono na Rysunku 3.



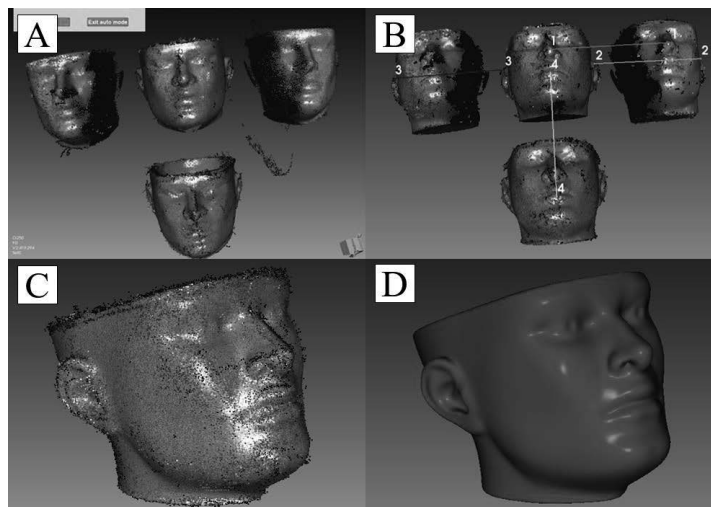
Rysunek 3. Skanowanie obiektu o małej szczegółowości
Figure 3. Scanning an object with low detail

Następnie przy użyciu trybu automatycznego wygenerowano płaszczyznę na podstawie utworzonej siatki, złożonej z chmury punktów. W przypadku trybu automatycznego może dojść do pewnych zakłóceń, co zauważyć można na Rysunku 4. Przyczyną tego może być cień, który rzuca płaszczyzna modelu lub nieodpowiednie nałożenie się na siebie skanów.



Rysunek 4. Efekt końcowy otrzymany w trybie automatycznym
Figure 4. Final effect obtained in automatic mode

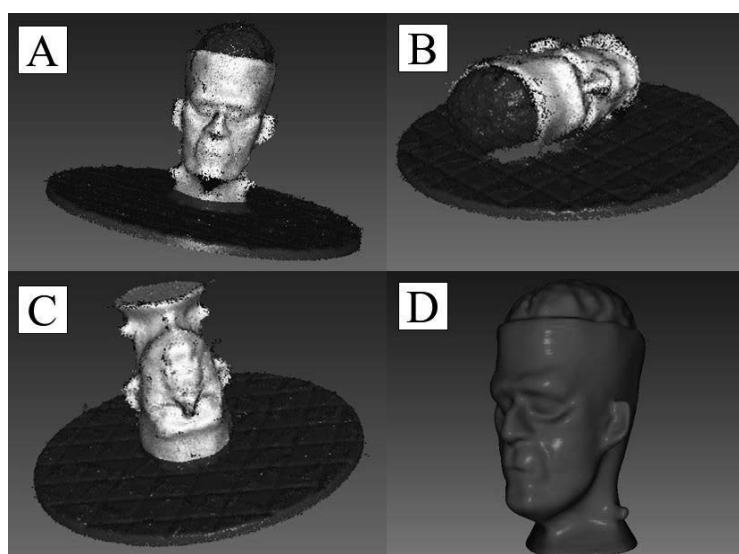
W przypadku błędnego złożenia skanów pomocny staje się tryb manualny. Wymaga on również wygenerowania skanów poprzez eksponowanie wielu płaszczyzn modelu, natomiast z uwagi na kolejne obrabianie wszystkich skanów jest to metoda dość czasochłonna. Wymaga ona usunięcia wszystkich punktów, które zostały błędnie odczytane przez skaner. Kolejno skany należy ze sobą scalić poprzez wyznaczenie punktów wspólnych. Konstrukcję modelu w trybie manualnym przedstawiono na Rysunku 5.



Rysunek 5. Proces tworzenia cyfrowego modelu w trybie manualnym: A - separacja skanów oraz usuwanie punktów nie pochodzących od modelu; B - wyznaczenie punktów wspólnych; C - scalenie płaszczyzn; D - efekt końcowy

Figure 5. Process of creating a digital model: A – separation of scans and removal of non-model points; B – designation of common points; C – plane merging; D – final effect obtained in manual mode

W kolejnym etapie wykonano skanowanie modeli stanowiących złożenie o większym stopniu rozwinięcia powierzchni. W tym przypadku wykonano skanowanie modelu w trzech różnych położeniach. Na Rysunku 6 przedstawiono ułożenie modelu na stole skanera oraz wynik końcowy. Skanowanie realizowano w trybie automatycznym, a wynik końcowy okazał się być wystarczająco zadowalający.



Rysunek 6. Proces skanowania w trybie automatycznym: A, B, C - skanowanie płaszczyzn; D - efekt końcowy

Figure 6. Scanning process: A, B, C – scanning of planes; D – final effect obtained in manual mode

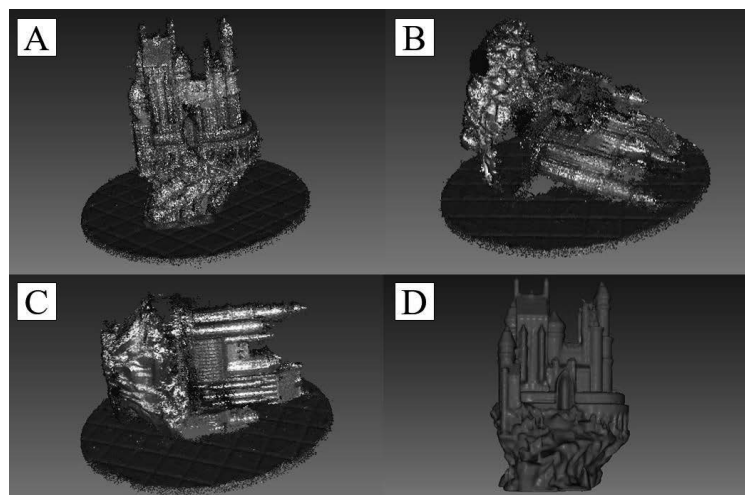
Na podstawie wygenerowanego modelu przystąpiono do druku modelu. W tym celu użyto drukarkę 3D MakerBot Sketch. Do wydruku zastosowano polilaktyd (PLA). Gęstość wypełnienia wynosiła 30%. Element powielony w inżynierii odwrotnej z użyciem skanera i drukarki 3D oraz jego oryginał przedstawiono na Rysunku 7.



Rysunek 7. Element powielony w inżynierii odwrotnej (A) i element oryginalny (B)
Figure 7. Element duplicated in reverse engineering (A) and original element (B)

Modele przedstawione na Rysunku 7 nie wykazują między sobą różnic w geometrii, odwzorowanie szczegółów jest poprawne.

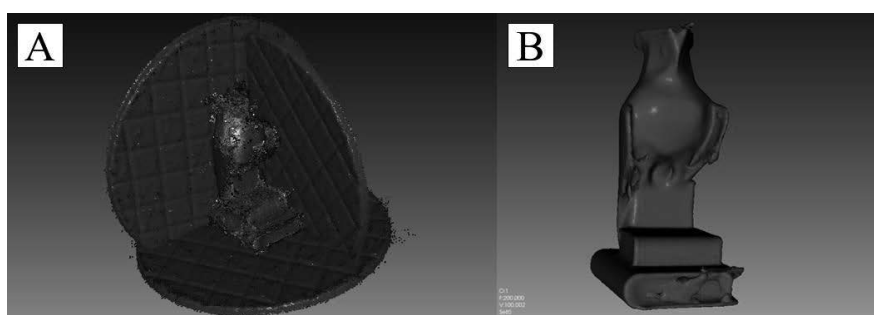
Następnie przystąpiono do skanowania elementu o szczegółowości zaawansowanej oraz rozmiarze wynoszącym około 25 cm. Skanowanie z uwagi na większy stopień rozwinięcia powierzchni odbyło się na płaszczyznach najbardziej uwydatniających szczegóły modelu, co przedstawiono na Rysunku 8.



Rysunek 8. Proces skanowania w trybie automatycznym: A, B, C - skanowanie płaszczyzn;
D - efekt końcowy
Figure 8. Scanning process: A, B, C – scanning of planes; D – final effect obtained in automatic mode

Na podstawie danych zamieszczonych na Rysunku 8 można wnioskować, że model jest zbyt skomplikowany jak na możliwości, którymi dysponuje skaner światła strukturalnego. Na Rysunku 8D dostrzec można brak odwzorowania wybranych szczegółów oraz zbyt duże zaokrąglenie krawędzi ostrych, na co wpływ także ma rodzaj filamentu, z którego wydrukowany został obiekt. W przypadku elementu poddanego skanowaniu światło skanera jest rozpraszane na krawędziach ostrych z uwagi na zbyt błyszczący materiał. W celu eliminacji podobnych błędów skanowania należy odpowiednio przygotować powierzchnię skanowanego modelu, np. poprzez jej zmatowienie.

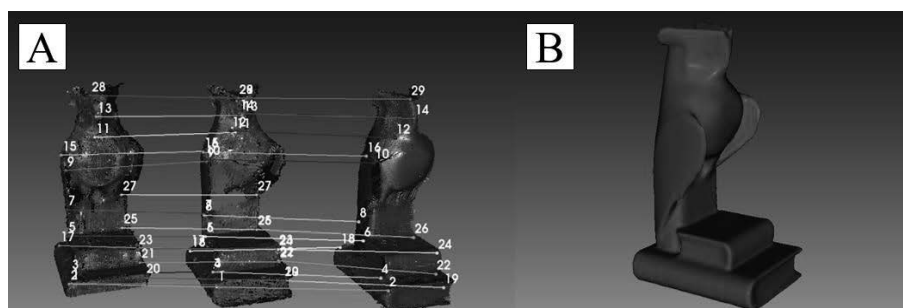
Następnie zeskanowano element o mniej złożonej geometrii natomiast o krawędziach różnego typu: zaokrąglonych oraz tych ostrych. Skupiono się na liniach równoległych jak i prostopadłych. Proces skanowania w trybie automatycznym przedstawiono na Rysunku 9.



Rysunek 9. Tryb automatyczny: A - zeskanowane płaszczyzny; B - efekt końcowy otrzymany w trybie automatycznym

Figure 9. Automatic mode: A – scanned planes; B – final effect obtained in automatic mode

Na Rysunku 9 zauważyć można, że dokładność odwzorowania w trybie automatycznym modelu o krawędziach równoległych i prostopadłych jest niska. Dostrzec można, że jedna z krawędzi poziomych rzuca cień na resztę modelu. Oprogramowanie interpretuje otrzymany sygnał jako sygnał pochodzący z płaszczyzny, której w rzeczywistości nie ma. Stąd też w przypadku takich geometrii wymaga się zastosowania trybu manualnego. Na Rysunku 10 przedstawiono rozdzielnie poszczególne skany, usunięcie punktów nie pochodzących od skanowanego elementu, wyznaczenie punktów wspólnych oraz wynik końcowy.



Rysunek 10. Tryb manualny: A - wybór punktów wspólnych; B - efekt końcowy otrzymany w trybie manualnym

Figure 10. Manual mode: A – selection of common points; B – final effect obtained in manual mode

4. OMÓWIENIE WYNIKÓW

Inżynieria odwrotna pełni wiele zastosowań w przemyśle motoryzacyjnym, urządzeniach medycznych i renowacji historycznych artefaktów. Na rynku dostępne są różne rodzaje skanerów 3D, w tym skanery laserowe i skanery światła strukturalnego, z których każdy ma swoje zalety i ograniczenia. Na podstawie wykonanych badań i interpretacji wyników można stwierdzić, że skaner światła strukturalnego jest skanerem dokładnym w przypadku obiektów o niskim stopniu złożoności geometrii, o powierzchniach zaokrąglonych i wypukłych oraz o średnich wymiarach. Dla elementów drobnych, o dużym stopniu skomplikowania powierzchni, dla elementów o powierzchniach wklęsłych lub w przypadku krawędzi ostrych skanowanie 3D nie przynosi zadowalających efektów. Również odpowiednie warunki skanowania muszą zostać spełnione, ponieważ skaner światła strukturalnego jest urządzeniem wrażliwym na wszelkie zakłócenia zewnętrzne powstałe w wyniku interakcji światła z gładkimi i błyszczącymi płaszczyznami elementu skanowanego, ale także i stołu, na którym jest umieszczony. W warunkach wewnętrznych zakłócenie dla skanera stanowi też wielopunktowe źródło światła sztucznego oraz oświetlające częściowo pomieszczenie światło naturalne. W niektórych przypadkach, gdy całkowite wyeliminowanie światła nie jest możliwe, skaner błędnie odczytuje skanowany obiekt. Szczególnie w przypadku krawędzi prostopadłych niejednokrotnie dochodzi do nadbudowy płaszczyzny, ponieważ skaner interpretuje rzucający przez model cień jako dodatkową płaszczyznę. Jednak błędy interpretacji urządzenia są możliwe do skorygowania poprzez zastosowanie trybu manualnego. Usuwanie błędnie naniesionych punktów jest procesem czasochłonnym, natomiast niesie za sobą pozytywne efekty umożliwiające odtworzenie istniejącego elementu z zadowalającą dokładnością.

5. WNIOSKI

Na podstawie wykonanych badań i interpretacji otrzymanych wyników można sformułować następujące wnioski:

- Na jakość skanu wpływ ma między innymi kształt powierzchni oraz krawędzi obiektu. Krawędzie ostre, o kierunku prostopadłym oraz płaszczyzny wklęsłe są trudne do odwzorowania.
- Kluczowym jest spełnienie odpowiednich warunków podczas skanowania. Zewnętrzne źródła oświetlenia może zaburzyć interpretację płaszczyzn przez urządzenie, co doprowadzić może do deformacji chmury punktów.
- W przypadku wygenerowanych przez urządzenie błędów możliwe jest manualne usunięcie niepożądanych punktów modelu. Jest to proces trwający od kilku minut do kilku godzin w zależności od stopnia błędu. Niemniej jednak rezultatem ręcznej obróbki może być odpowiednio poprawiony model, w którym artefakty w postaci nieistniejących płaszczyzn nie występują.

LITERATURA

1. N.O.E. Olson, E. Amica, R. Woods, J.A. Madrid, *Industry 4.0 in a project context: Introducing 3D printing in construction projects*, 2021, ScienceDirect, Project Leadership and Society 2.

2. R. Castagnoli, G. Büchi, R. Coeurderoy, M. Cugno, Evolution of industry 4.0 and international business: A systematic literature review and a research agenda, 2021, ScienceDirect, European Management Journal.
3. P.F. Jiang, C.H. Zhang, S. Zhang, J.B. Zhang, J. Chen, H.T. Chen, Additive manufacturing of novel ferritic stainless steel by selective laser melting: Role of laser scanning speed on the formability, microstructure and properties, 2021, ScienceDirect, Optics & Laser Technology 140.
4. I.J. Solomon, P. Sevel, J. Gunasekaran, A review on the various processing parameters in FDM, 2021, ScienceDirect, materialstoday: PROCEEDINGS 31 (2) 509-514.
5. Strona internetowa: https://www.invizion.pl/inzynieria-odwrotna/?gclid=Cj0KCQiAm5ycBhCXARIsAPldzoUXy2LB4OiiXhYmX3NZDze3DW8nk5UPAQ5THS43XU5F7bbFmECq4EaAip-EALw_wcB, stan na dzień 30.11.2022r.
6. A. Vazzana, O.A. Higgins, G. Oxilia, F. Lugli, S. Silvestrini, A. Nava, L. Bondioli, E. Bortolini, G. Di, D.F. Bernardini, C. Tuniz, L. Mancini, M. Bettuzzi, M.P. Morigi, M. Piperno, C. Collina, M. Romandini, S. Benazzi, High-accuracy methodology for the integrative restoration of archaeological teeth by using reverse engineering techniques and rapid prototyping, 2022, ScienceDirect, Journal of Archaeological Science: Reports 44.
7. M. Szilvsi-Nagy, G. Mátyási, Analysis of STL files, 2003, ScienceDirect, Mathematical and Computer Modelling 38 (7-9), 945-960.
8. J. Yang, N. Li, J. Shi, W. Tang, G. Zhang, F. Zhang, Chapter 2 - Foundation of 3D printing and CAD file formats used in the industry, 2021, ScienceDirect, Multimaterial 3D Printing Technology. 3D Printing Technology Series, 17-42.
9. R. Ottoni, S.M. SalazarMarocho, J.A. Griggs, M. Borba, CAD/CAM versus 3D-printing/pressed lithium disilicate monolithic crowns: Adaptation and fatigue behavior, 2022, ScienceDirect, Journal of Dentistry 123.
10. Strona internetowa: <https://b3d.com.pl/o-skanerach-3d-slow-kilka/>, stan na dzień 30.11.2022r.
11. L. Seok-Hee, K. Ho-Chan, H. Sung-Min, Y. Dong-Yol, STL file generation from measured point data by segmentation and Delaunay triangulation, 2002, ScienceDirect, Computer-Aided Design 34 (10), 691-704.
12. E. Béchet, J.C. Cuilliere, F. Trochu, Generation of a finite element MESH from stereolithography (STL) files, 2002, ScienceDirect, Computer-Aided Design 34 (1), 1-17.
13. D. Rypl, Z. Bittnar, Generation of computational surface meshes of STL models, 2006, ScienceDirect, Journal of Computational and Applied Mathematics 192 (1), 148-151.
14. R. Ammoun, S. Bencharit, Creating a digital duplicate denture file using a desktop scanner and an open-source software program: A dental technique, 2021, ScienceDirect, The Journal of Prosthetic Dentistry 125 (3), 402-406.
15. A. Manmadhachary, Y. Ravi Kumar, L. Krishnanand, Improve the accuracy, surface smoothing and material adaption in STL file for RP medical models, 2016, ScienceDirect, Journal of Manufacturing Processes 21, 46-55.
16. Strona internetowa: <https://cadxpert.pl>, stan na dzień 2.01.2023r.



27th January 2023
Gliwice, Poland

DEPARTMENT OF ENGINEERING MATERIALS AND BIOMATERIALS
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

INTERNATIONAL STUDENTS SCIENTIFIC CONFERENCE

Electrically conductive light-curing resins used in 3D printing

Michalina Ziółkowska^a, Patryk Radek^b, Bartłomiej Głodek^b, Przemysław Kołodziejczyk^b,
Jakub Bugła^a, Michał Brączek^a, Elizabeth Addae^c, Magdalena Szindler^d, Marek Szindler^e

^a Student at the Silesian University of Technology, Gliwice, Poland, Faculty of Mechanical Engineering, Konarskiego 18a, 44-100, Gliwice

^b Student of the Silesian University of Technology, Gliwice, Poland, Faculty of Electrical Engineering, 44-100 Gliwice

^c Student at the University of Ghana, Department of Materials Science and Engineering, Legon-Accra, Ghana

^d Department of Engineering Materials and Biomaterials, Faculty of Mechanical Engineering, Silesian University of Technology, Gliwice, Poland,

^e Scientific and Didactic Laboratory of Nanotechnology and Materials Technologies, Faculty of Mechanical Engineering, Silesian University of Technology, Gliwice, Poland

Abstract: This aim of the article was to developed and produced electrically conductive light-curing resins that can be used in 3D printing. The advancement of this sort of material allows for a broader application of additive methods to make electrically conductive polymer components for usage in the automobile and electronics industries. Platinum nanoparticles were added to light-curing resins which made them semiconducting. The surface morphology was studied using the KEYENCE 4K VHX-7000 digital microscope and also the absorbance, transmittance and the energy gap values were studied.

Keywords: 3D printing, laser treatment, light-sensitive resin, stereolithography

1. INTRODUCTION

Throughout the previous few decades, research into alternate renewable energy supplies has garnered increased focus as global demand for electricity and environmental degradation concerns have grown [1]. Semiconductor nanostructures, which were synthesized for the very first instance in the 1960s, quickly found use in optoelectronic gadgets and high speed devices [2]. These materials have several techniques in which they are fabricated or produced, however, in this project stereolithography was utilized to produce a semiconducting material. In the past few years, stereolithography has become a popular 3D printing technology [3]. Stereolithography (SLA) is a 3D printing technique used in industry to manufacture prototypes, concept models and sophisticated parts with intricate geometry. This process allows for a wide range of materials, exceptionally high feature resolutions, and high-quality surface finishes [4]. This experiment made use of a laser beam with a wavelength less than 420 nm. The

components created in this manner have great precision in replicating details as well as good surface quality. The majority of polymers are dielectrics, or non-conductive substances. As a result, the scientific goal of this research was to create and manufacture highly conductive light-curing polymers via 3D printing[5]. The advancement of this sort of material will allow for the greater application of additive methods to make electrically conductive polymer components for usage in the automotive and electronics industries[6]. These polymers may also be utilized to make electrode components for systems that detect and control biosignals including EMG, ECG, HRV, and EEG. In this project, a light-sensitive resin was mixed with platinum nanoparticles in order to introduce electrical conduction to the resin hence it becomes semiconductive.

2. MATERIALS AND METHODOLOGY

Industrial clear resins from Formlabs were employed, which was subsequently changed by the addition of platinum nanoparticles. The diameter of the chosen platinum nanoparticles (Merck) was less than 50 nm. The vials were filled with 5 and 20 mg of platinum nanoparticles, correspondingly and were then filled with 0.5 ml of unadulterated isopropyl alcohol (99.99%). To obtain a homogenous solution, the generated mixtures in the vials were put in an ultrasonic cleaner. Because nanoparticles are strongly accumulating/agglomerating materials, they were stirred continuously for 1 hour. The produced mixture was then added to 1000 mg of the resin, and sonication was resumed. The produced solution was placed on glass slides and hardened using UV radiation. Samples were made in three batches:

- Clear resin;
- Clear resin with the addition of isopropyl alcohol in a weight ratio of 2:1;
- Clear resin with the addition of isopropyl alcohol and platinum nanoparticles:
 - in a weight ratio of 200:100:1 and
 - in a weight ratio of 50:25:1.

The surface morphology was studied using the KEYENCE 4K VHX-7000 digital microscope as seen in Figure 1 and also the absorbance, transmittance and the energy gap values were studied. The chemical content of the plasma was also investigated.



Fig. 1. The KEYENCE 4K VHX-7000 digital microscope

3. RESULTS

3.1 Surface Morphology

For the surface morphology results, the images were captured in 4K resolution with magnification ranging from 1000 to 6000x as show in Fig. 2,3 and 4. Fig. 2 shows the formation of air bubbles that were mistakenly introduced during hand mixing of the thick resin. Such inclusions should, in the end, not exist in 3D printing. Fig. 3 shows that after adding platinum to the resin, typical agglomerates of nanoparticles were observed throughout the mass. Fig. 4 shows a picture obtained with the LIBS head where Clear resin with platinum added to the layer, was inspected with a laser beam. The measurement was performed ten different times for each of the sample's specified sites. The existence of platinum in the volume of the sample was therefore established. Elements identified in the resin included carbon, oxygen, hydrogen and sulphur.

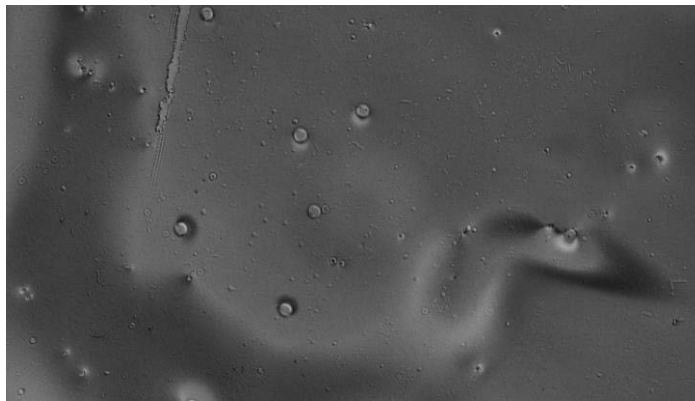


Fig. 2. Clear resin image obtained with KEYENCE 4K VHX-7000 digital microscope

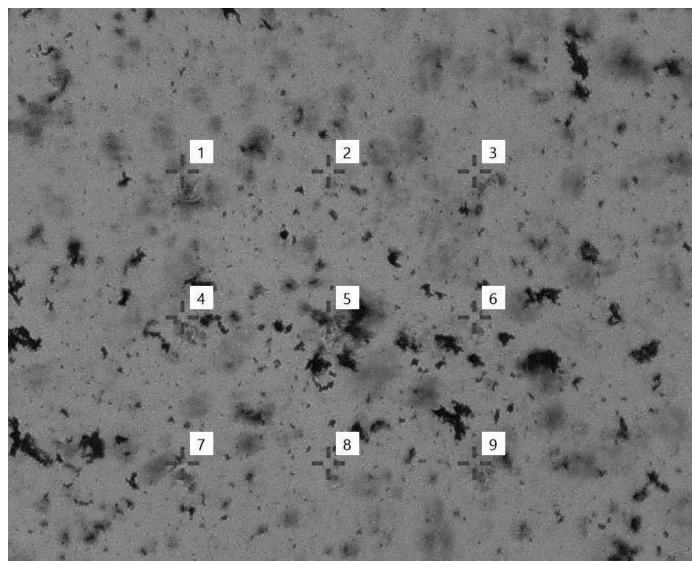


Fig. 3. Image of the hardened Clear resin with the addition of platinum obtained in the 4K VHX-7000 KEYENCE digital microscope, 1-9 - measurements places of the LIBS head on the surface sample

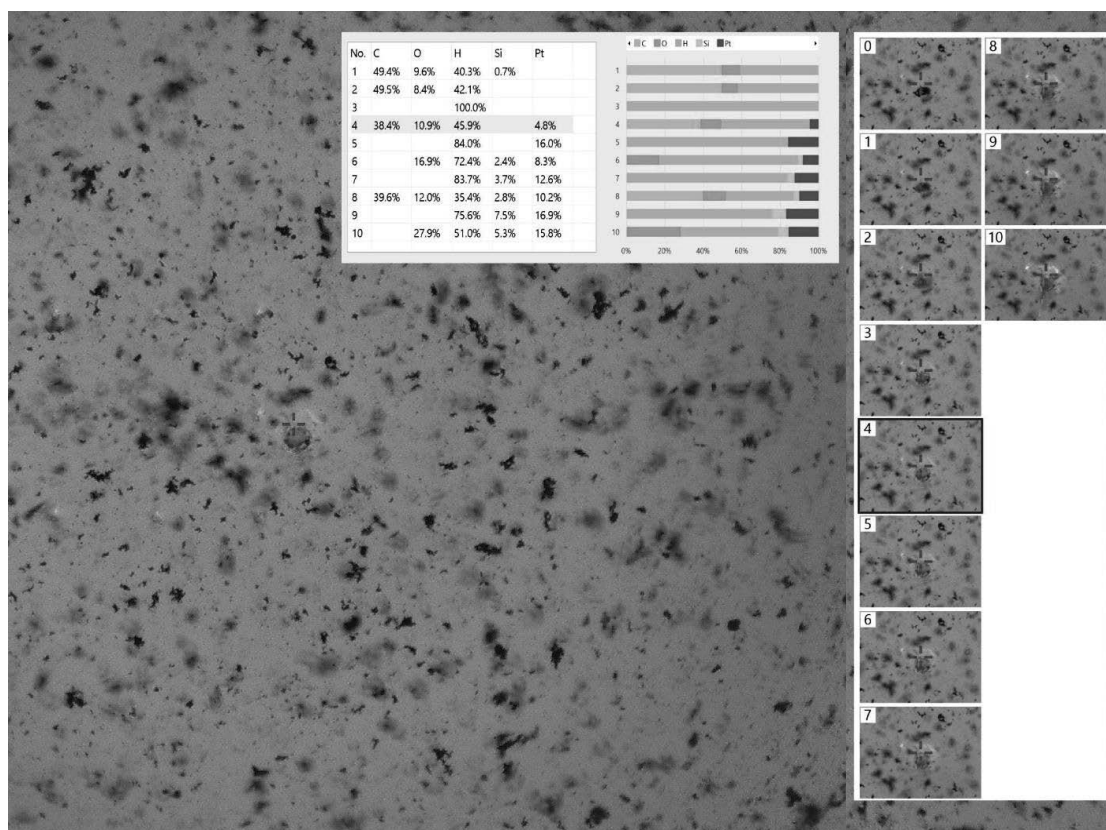


Fig. 4. Image of the hardened Clear resin with the addition of platinum obtained in the 4K VHX-7000 KEYENCE digital microscope, 1-10 - measurements of the LIBS head into the sample

3.2 Absorbance and Transmittance

The absorbance and transmittance measurements were performed using a Thermo Scientific UV-Vis Evolution 220 spectrophotometer within a wavelength range of 250-1100 nm. The investigation of the structure and characteristics of atoms, molecules, and atomic nuclei is made possible by the measurement of the spectra produced by the emission, absorption, scattering and reflection of electromagnetic radiation. The acquired spectra allowed us to calculate the optical energy gap E_g for the investigated materials.

Absorbance and transmittance measurements were conducted for a pure hardened Clear resin sample and a hardened Clear resin sample with platinum nanoparticles added. The absorbance measured ranged from 200 to 500 nm. The glass substrate on which the resin was placed was also spectroscopically recorded. The bands obtained from the resin, distinctive bands with lengths of 249 and 286 nm, were recorded on the reported spectra in Fig. 5 and 6. A band produced from the additive was also observed at 406 nm in the sample with the introduction of platinum nanoparticles.

Furthermore, the recorded findings were utilized to calculate the energy gap of the created materials, and the results are shown in Table 1.

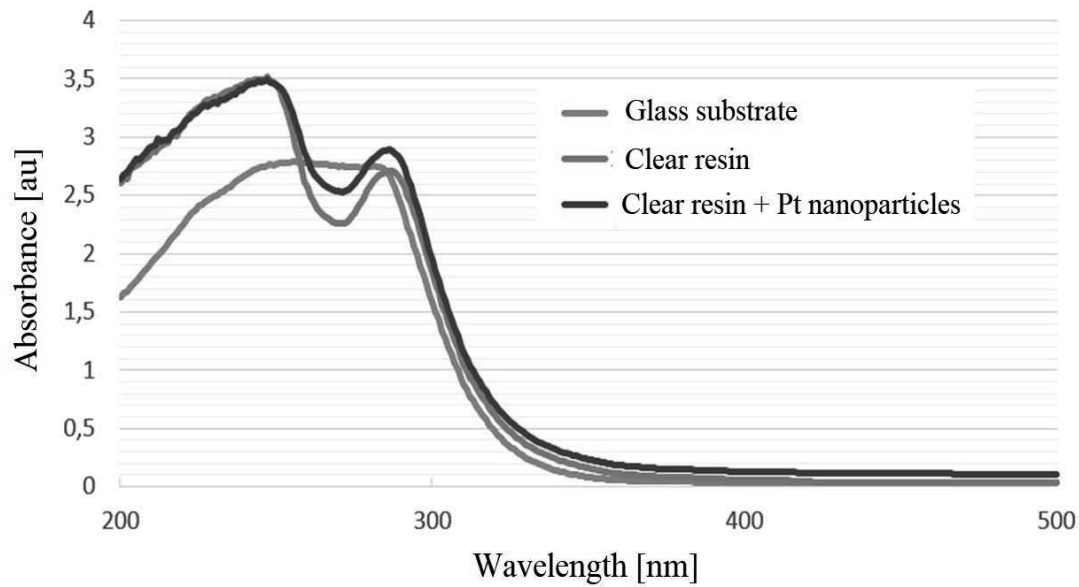


Fig. 5. Recorded UV-Vis spectra of glass substrate, glass substrate with Clear resin and glass substrate with Clear resin and the addition of platinum nanoparticles (band recorded at 406 nm indicating the presence of platinum nanoparticles)

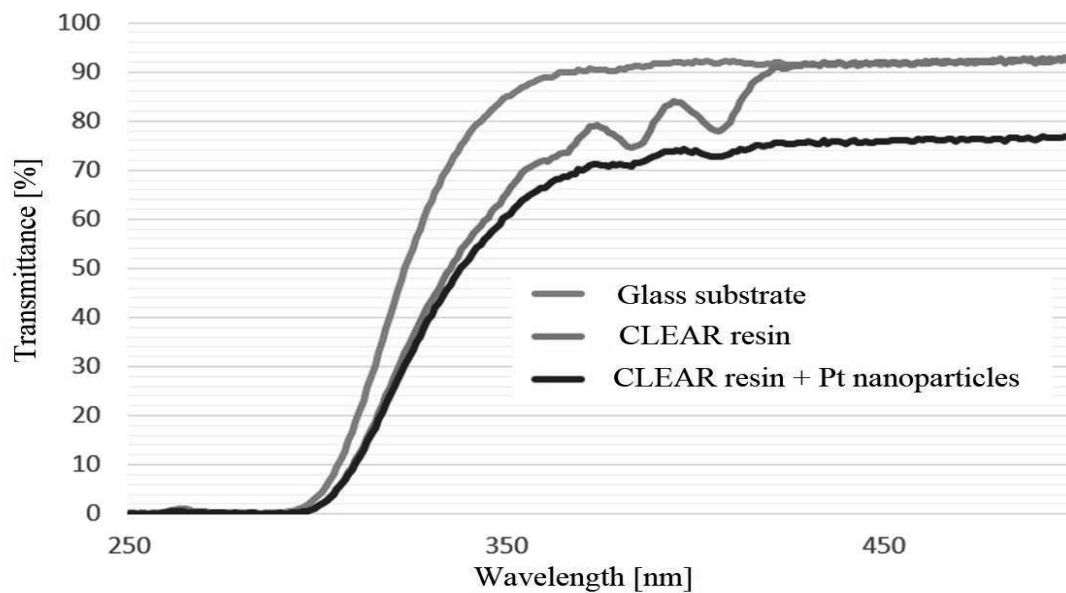


Fig. 6. Transmittance results for the glass substrate, the resin sample and the resin sample with the addition of platinum nanoparticles

Table 1. Energy gap of the prepared materials

Material	Eg (eV)
Glass substrate	4.3
Clear resin	4.5
Clear resin +IPA +Pt nanoparticles	3.6

4. CONCLUSION

The next conclusions may be predicted based on the tests carried out and the findings obtained. It is feasible to introduce noble metal nanoparticles to the fluid light-curing resin employing isopropyl alcohol, which has no effect on the resin's optical characteristics. Also, a series of observations utilizing the KEYENCE 4K VHX-7000 digital microscope with a laser-induced emission spectroscopy head for chemical composition analysis demonstrated that platinum nanoparticles may be dispersed throughout the sample volume. Finally, doping with platinum nanoparticles resulted in the formation of a polymer nanocomposite with semiconductor characteristics, which was validated by measuring the optical energy gap.

BIBLIOGRAPHY

- [1] P. Seeharaj, N. Vittayakorn, and J. Morris, "TOPICAL REVIEW To cite this article: Mei-Jing Fang et al 2020," *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 53, p. 143001, 2020, doi: 10.1088/1361-6463/ab5f25.
- [2] D. J. Sirbuly, M. Law, H. Yan, and P. Yang, "Semiconductor nanowires for subwavelength photonics integration," *J. Phys. Chem. B*, vol. 109, no. 32, pp. 15190–15213, Aug. 2005, doi: 10.1021/JP051813I.
- [3] "Review Macromolecular Materials and Engineering," 2017, doi: 10.1002/mame.201600553.
- [4] "Stereolithography (SLA) - How Does It Work? | 3D Printing." <https://www.protolabs.co.uk/services/3d-printing/stereolithography/> (accessed Dec. 30, 2022).
- [5] N. Bhattacharjee *et al.*, "CommuniCation 1800001 (1 of 7) Desktop-Stereolithography 3D-Printing of a Poly(dimethylsiloxane)-Based Material with Sylgard-184 Properties," 2018, doi: 10.1002/adma.201800001.
- [6] L. D. Zhang, G. W. Meng, and F. Phillipp, "Synthesis and characterization of nanowires and nanocables," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 286, no. 1, pp. 34–38, Jun. 2000, doi: 10.1016/S0921-5093(00)00664-X.

Wpływ metodyki przygotowania powierzchni na grubość i adhezję polimerowych powłok nakładanych proszkowo na blachy stalowe ocynkowane ogniowo oraz blachy aluminiowe

B. Czechowski^c, P. Drejka^b, M. Rejek^a, K. Smolaga^c, M. Tlon^a, P. Zdybel^b, K. Jaszcz^b, J. Mazurkiewicz^a, A. Ryfa^c,

^a Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Studenci Kierunku Inżynieria Materiałowa oraz Kierunku Mechanika i Budowa Maszyn
email: janusz.mazurkiewicz@polsl.pl

^b Politechnika Śląska, Wydział Chemiczny, Katedra Fizykochemii i Technologii Polimerów, Studenci Kierunku Technologia Chemiczna

email: katarzyna.jaszcz@polsl.pl

^c Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Środowiska i Energetyki, Katedra Techniki Ciepłej, Studenci Kierunku Energetyka

email: arkadiusz.ryfa@polsl.pl

Streszczenie: W niniejszej pracy przedstawiono końcowe wyniki badań dotyczące optymalizacji procesu przygotowania powierzchni blach stalowych ocynkowanych ogniowo (o grubości 0,5 i 0,7 mm) oraz blach aluminiowych (o grubości 1mm) dla komercyjnych wyrobów firmy z branży wymienników ciepła - partnera projektu PBL (Project Base Learning) realizowanego w ramach projektu „POWER” na Politechnice Śląskiej (POWR.03.05.00-00-Z098/17-00. Przyczyną podjęcia się przedmiotowych badań były rzeczywiste problemy z oczekiwaną przyczepnością powłok do detali wykonanych z blach stalowych ocynkowanych. Celem pracy było poszukiwanie optymalnej metodyki procesu przygotowania powierzchni w/w blach do malowania proszkowego oraz dobór metody oceny adhezji tych powłok. W ramach niniejszej pracy wykonano analizę jakości i przyczepności powłok proszkowych nanoszonych komercyjnie w firmie produkcyjnej na stali ocynowanej i aluminium oraz przeprowadzono zmodyfikowane procesy przygotowania powierzchni do malowania w warunkach laboratoryjnych. Wykonano badania przyczepności powłok w odniesieniu do metodyki przygotowania do malowania. Przeprowadzono także badania stopnia usieciowania powłok polimerowych w procesie malowania proszkowego realizowanych u Partnera w procesie komercyjnym. Niniejsze badania i wyniki są kontynuacją prac badawczych zaprezentowanych w publikacji [1, 2].

Abstract: This article presents the results of research on the optimization of the surface preparation process of hot-dip galvanized steel sheets (0.5 and 0.7 mm thick) and aluminum plates (1 mm thick) for commercial products of a company from the heat exchanger industry – PBL partner (Project Base Learning) implemented as part of the "Power" project at the Silesian University of Technology. The reason for undertaking this research was the actual problems with the expected adhesion of the coatings to details made of galvanized steel sheets. The aim of the work was to optimize the process of preparing the surface of sheet metal for powder coating and to select a method for assessing the adhesion of these coatings. As part of this work, an analysis of the quality and adhesion of powder coatings applied in the production

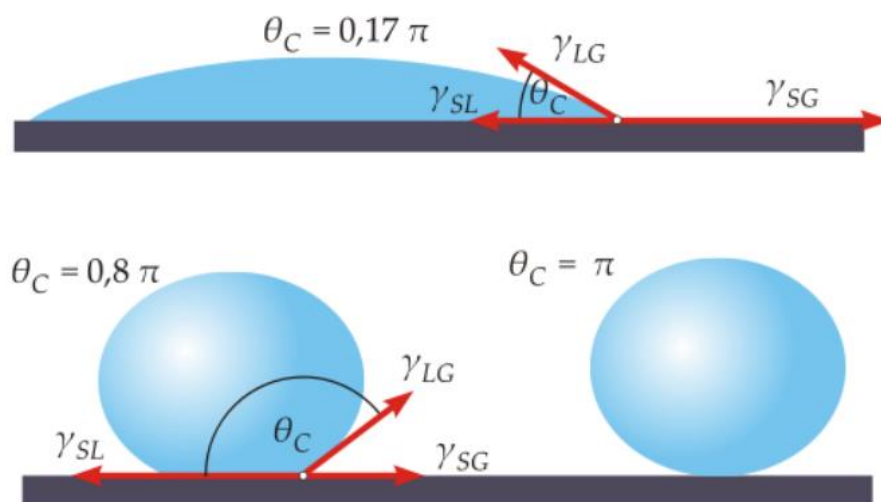
company was performed, and modified processes of surface preparation for painting were carried out in laboratory conditions. Coatings adhesion tests were carried out in relation to the methodology of preparation for painting [1,2].

Słowa kluczowe: powłoki proszkowe, przygotowanie powierzchni do malowania, adhezja powłok proszkowych, pull-off, siatka nacięć, powłoki poliestrowe na blachach ze stali ocynkowanej, powłoki proszkowe na aluminium, sieciowanie powłok, badanie grubości powłok proszkowych

1. WSTĘP

Powłoki polimerowe nakładane proszkowo na stale ocynkowane ogniowo oraz aluminium wymagają odpowiedniego procesu technologicznego przygotowania powierzchni do malowania. Jak ważny jest w/w etap wie każdy producent wykorzystujący te procesy w swoich technologiach wytwarzania. Najczęściej problemy z odwarstwianiem się lub słabą przyczepnością powłok nakładanych proszkowo związane są z jakością przygotowania powierzchni przed procesem. W przemyśle stosuje się zautomatyzowane linie przygotowania oparte najczęściej na myjniach komorowych, w których natryskowo w kilku sekcjach wykonuje się mycie i/lub aktywowanie powierzchni do malowania. Istnieje wiele metod oceny adhezji powłoki do powierzchni stali ocynkowanej w tym między innymi analiza metodą siatki czy metodą Pull-off [1, 2]. Niestety nie ma metod uniwersalnych oceny przyczepności powłok i należy wybierać tak metody dla danego procesu technologicznego, aby optymalnie i obiektywnie ją ocenić. Metoda oceny adhezji powłoki powinna być dobrana zarówno do rodzaju farby jak i podłoża na jakim jest наносzona. Problemy z przyczepnością powłok ujawniają się już na etapie produkcji, w czasie kontrolnych testów korozyjnych lub w trakcie użytkowania. Zdecydowana większość z nich ma swoją genezę w procesie przygotowania powierzchni do malowania. Problemem występującym u Partnera przemysłowego jest realizacja procesu przygotowania powierzchni w tej samej linii technologicznej dla stali ocynkowanej jak i dla aluminium związany z ujawnieniem niezadawalającej adhezji powłok malarskich po testach korozyjnych w komorze solnej. Do stali ocynkowanych ważne jest aby powłoka cynku została spasywowana na etapie mycia przed procesem malowania oraz została pozbawiona zanieczyszczeń organicznych. Dla aluminium kluczowe jest także odłuszczenie (pozbycie się substancji organicznych) i aktywacja powierzchni. Biorąc powyższe pod uwagę stosowane środki do przygotowania powierzchni muszą gwarantować oba efekty w czasie procesu mycia przed malowaniem.

Ważnym aspektem przygotowania powierzchni do malowania jest ocena napięcia powierzchniowego. Należy także przy analizie metodyki przygotowania powierzchni do malowania wziąć pod uwagę, że materiał wejściowy nie jest jednorodny i taki sam w różnych partiach produkcyjnych dostarczanych w ciągu roku, co może być związane z okresowymi problemami z przyczepnością powłok w trakcie procesu produkcyjnego. Napięcie powierzchniowe można zmierzyć poprzez pomiar kąta zwilżania (Θ_C). Kąt zwilżania jest to kąt utworzony pomiędzy powierzchnią badanego ciała stałego, a płaszczyzną styczną do powierzchni cieczy graniczącej z ciałem stałym (Rys.1) [3, 4]. Inaczej mówiąc, jest to kąt tworzony przez styczną do powierzchni kropli pomiarowej osadzonej na badanej powierzchni, w punkcie styku trzech faz: stałej, ciekłej i gazowej. Kąt zwilżania jest bezpośrednio związany z równaniem Younga, które w połączeniu z równaniem Dupre, pozwala wyznaczyć pracę adhe-



Rys. 1. Kropla cieczy pozostająca w równowadze z płaską powierzchnią, γ_{SL} – swobodna energia powierzchniowa na granicy ciało stałe–ciecz, γ_{SV} – swobodna energia powierzchniowa na granicy ciało stałe–para nasycona cieczy, γ_{LV} – swobodna energia powierzchniowa na granicy ciecz–para nasycona cieczy [3]

Fig. 1. Liquid droplet in equilibrium with a flat surface

zji cieczy do ciała stałego, przy znanej wartości tego kąta oraz energii powierzchniowej cieczy pomiarowej. W praktyce wartość kąta zwilżania wskazuje na charakter badanej powierzchni – jej hydrofilowość lub hydrofobowość. Przyjmuje się, że:

- $\Theta_C < 10^\circ$ - powierzchnia wykazuje charakter superhydrofilowy;
- $10^\circ < \Theta_C < 90^\circ$ - powierzchnia wykazuje charakter hydrofilowy;
- $90^\circ < \Theta_C < 120^\circ$ - powierzchnia wykazuje charakter hydrofobowy;
- $\Theta_C > 120^\circ$ - powierzchnia wykazuje charakter superhydrofobowy;

Podstawowym przyrządem pomiarowym do wyznaczenia kąta zwilżania jest goniometr. Zasada działania goniometru polega na delikatnym naniesieniu kropli cieczy pomiarowej (np. wody), o znanym napięciu powierzchniowym, na badanej powierzchni. Powierzchnia ta musi być bezwzględnie czysta, a warunki pomiarowe powinny być stałe. Badania prowadzi się w stałej temperaturze, w pomieszczeniu o niskiej, ściśle określonej wilgotności, natomiast analizę należy wykonać w jak najkrótszym czasie. W przypadku zbyt długich czasów pomiaru, parowanie kropli cieczy oraz działanie sił grawitacyjnych wpływa negatywnie na wynik pomiaru, zaniżając odczytaną wartość kąta.

Wszystkie działania związane z odpowiednim przygotowaniem powierzchni stali czy aluminium do malowania proszkowego mają za zadanie uzyskanie nie tyle możliwie niskich wartości kątów zwilżania Θ_C , co ułatwia dobre zwilżenie malowanej powierzchni, ale przede wszystkim odpowiedniej (optymalnej) korelacji pomiędzy charakteru hydrofilowego lub hydrofobowego podłoża i polimerowej powłoki. Korelacja ta niestety nie jest jednoznaczna i powinna być optymalizowana do danego podłoża i używanego materiału powłokowego. Malowana proszkowo powierzchnia powinna być czysta niczym tafła szkła, pozbawiona jakichkolwiek zanieczyszczeń, które mogą stanowić podstawę do utraty przyczepności farby po zakończeniu procesu lakierowania. Występowanie zanieczyszczeń hydrofobowych na malowanej powierzchni wpływa na zmiany w rozlewności warstwy farby. Farby

charakteryzują się niskim napięciem powierzchniowym na poziomie 0,03 do 0,04 N/m, co ułatwia im rozlewanie się na malowanej metalowej powierzchni, której napięcie powierzchniowe jest o rząd wartości wyższe. Obróbka poprzez trawienie czy; przy czym czyszczenie strumieniowo-ścierne dodatkowo tę wartość podwyższa. Zanieczyszczenia hydrofobowe, szczególnie o tłustym charakterze, redukują energię powierzchniową podłoża do wartości swojego napięcia powierzchniowego, które z zasady jest jeszcze mniejsze niż napięcie farb (rzędu 0,02 N/m). Nakładana farba napotyka na zatuszczonej powierzchni fragmenty różniące się wielkością energii.

2. METODYKA BADAŃ

2.1. Materiał do badań

Materiałem do badań były blachy stalowe o grubości 0,5 i 0,7 mm, ocynkowane ogniowo w procesie ciągłym oraz na blachy aluminiowe o grubości 1 mm stosowane komercyjnie na elementy konstrukcyjne urządzeń w postaci obudów i elementów wymienników ciepła. Do malowania proszkowego zastosowano komercyjne proszki na bazie mieszanin żywic poliestrowych takiej jak Pulverit 59 w kolorze białym i czarnym.

Metodyka przygotowania próbek do badań prezentowanych w niniejszej pracy, metodykę nakładania powłok oraz badań na mikroskopie świetlnym a także badań przyczepności opisano szczegółowo w pracy [1]. Badania przyczepności metodą Pull-off wykonano po optymalizacji kleju użytego do badań na podstawie wyników zaprezentowanych w pracy [1]. Do klejenia stempli użyto ostatecznie kleju Plastic Welding firmy VersaChem.

Próbki do badań oznaczono symbolami literowymi kodując w oznaczeniu rodzaj środka czyszczącego, kolor naniesionej powłoki oraz materiał podłoża (Tab.1).

Tabela 1. Oznaczenie próbek do badań w zależności od środków do czyszczenia, koloru powłoki i materiału podłoża

Table 1. Determination of test samples according to cleaning agents, coating color and substrate material

Oznaczenie próbek	Środek czyszczący zastosowany do powierzchni	Kolor naniesionej powłoki	Materiał podłoża
MD, MDD	Mordant Solution	Biały	stal
TD, TDD			aluminium
DD, DDD		Czarny	stal
ED, EDD			aluminium
ME, MEE	PCC EXOClean MC	Biały	stal
TE, TEE			aluminium
DE, DEE		Czarny	stal
EE			aluminium
MM, MMM	BEST JUST: Best Just Max	Biały	stal
TM, TMM			aluminium
DM, DMM		Czarny	stal
EM			aluminium
MT, MTT	Emulsol Rn-Extra	Biały	stal
TT			aluminium

Oznaczenie próbek	Środek czyszczący zastosowany do powierzchni	Kolor naniesionej powłoki	Materiał podłoża
DT, DTT	Emulsol Rn-Extra	Czarny	stal
MZ	Preparat czyszczący przygotowany przez firmę zewnętrzną	Biały	stal
TZ			aluminium
DZ		Czarny	stal
EZ			aluminium

2.2. Przygotowanie blach

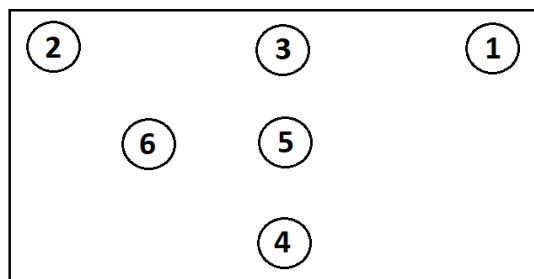
W celu przygotowania podłoża do badań przygotowano laboratoryjne stanowisko do mycia natryskowego, które miało za zadanie symulację warunków oczyszczania powierzchni płytek do badań realizowanych komercyjnie w zakładzie produkcyjnym wymienników ciepła. Próbki oczyszczano w sekwencji 3 minuty/strona środkiem czyszczącym, 2 minuty/strona splukiwanie wodą demineralizowaną. Następnie płytki trafiły do pieca, gdzie zostały dokładnie osuszone w temperaturze 120°C.

2.3. Badania przyczepności powłok metodą siatki nacięć

W celu oceny przyczepności naniesionych powłok wykonano badanie metodą siatki nacięć wg PN-EN ISO 2409. Badanie wykonano za pomocą noża krążkowego Petersa o 6 ostrzach ułożonych w odstępach 2 mm (dla grubości powłoki z zakresu 60-120 μm). Na próbkach wykonano nacięcia pod kątem prostym względem siebie. Następnie nacięcie oczyszczono przygotowanym pędzelkiem, przyklejono przezroczystą taśmę dostarczoną w komplecie z nożem i wykonano oderwanie taśmy pod wyznaczonym kątem. Metoda siatki nacięć jest tutaj metodą uzupełniającą analizy przyczepności powłok proszkowych do powierzchni stali ocynkowanej i aluminium.

2.4. Badania grubości powłok z wykorzystaniem miernika metodą indukcji magnetycznej i/lub metodą prądów wirowych

Badania rozkładu grubości powłok proszkowych na powierzchni próbek testowych o wymiarach 150x200 mm wykonano za pomocą uniwersalnego miernika DUALSCOPE FMP40 firmy Fisher z sondą magnetyczną i prądów wirowych. Badania z wykorzystaniem miernika powłok lakierniczych należą do grupy badań nieniszczących. Pomiarów wykonano w 6 obszarach na każdej z próbek, punkty pomiarowe przedstawiono na rysunku 2.



Rys. 2. Rozkład obszarów pomiarowych mapy rozkładu grubości powłok na próbkach testowych z wykorzystaniem miernika DualScope FMP40

Fig. 2. Distribution of measurement areas of coating thickness distribution maps on test samples using DualScope FMP40 meter

2.5. Badania stopnia usieciowania lakierów proszkowych

W ramach projektu wykonano analizę z wykorzystaniem kalorymetrii różnicowej DSC do oceny naniesionych farb proszkowych Pulverit 59 (czarnej i białej), oraz otrzymanych z nich powłok. W przypadku farb proszkowych oznaczano temperaturę topnienia bazy poliestrowej, zakres temperatur w jakich następuje reakcja utwardzania oraz temperaturę rozkładu. Wyznaczono także entalpie właściwe tych przemian. Wyniki te pozwolą na ocenę prawidłowości doboru temperatur utwardzania powłok proszkowych w procesie przemysłowym. W przypadku powłok, analiza techniką DSC miała na celu oznaczenie temperatury zeszklenia powłoki polimerowej i sprawdzenie, czy otrzymana powłoka po zakończeniu procesu komercyjnego została usieciowana do końca. Pomiary prowadzono wykorzystując różnicowy kalorymetr skaningowy firmy Mettler Toledo DSC 3 (Rys.3). Próbkę ogrzewano w zakresie temperatur -40°C do 350°C , z szybkością grzania $10\text{K}/\text{min}$.

2.6. Badania kąta zwilżalności powierzchni stali i aluminium po procesie mycia

W niniejszej pracy ocenę kąta zwilżania wykorzystano do porównania i analizy jakości przygotowania powierzchni blach stalowych i aluminiowych do nakładania powłok, po umyciu ich za pomocą różnych środków myjących. W pierwszej kolejności oznaczono kąt zwilżania na blachach stalowych i aluminiowych oczyszczonych za pomocą preparatu stosowanego w firmie zewnętrznej. Oznaczenie kąta zwilżania wykonano goniometrem optycznym OCA 15EC firmy DataPhysics (Rys.4). W badaniach cieczą pomiarową była woda dejonizowana, która stanowi dobre i łatwo dostępne medium informujące o parametrach analizowanej powierzchni. Kąt zwilżania wyznaczano za pomocą metody kropli siedzącej, przy czym objętość kropli wynosiła $4\ \mu\text{L}$, a prędkość wypływu cieczy ustalono na $1\ \mu\text{L}/\text{s}$. Dozowanie następowało poprzez strzykawkę zaopatrzoną w tępo zakończoną igłę. Kąt zwilżania oznaczono dla 16 wariantów blach stalowych ocynkowanych oraz 12 wariantów blach aluminiowych (Tab. 1), których powierzchnie oczyszczono za pomocą czterech różnych preparatów. Blachy były myte wg procedury opisanej powyżej. Po usadowieniu kropli wody na powierzchni blachy, za pomocą dedykowanego programu komputerowego (SCA20), wyznaczano kąt zwilżania. Pomiary wykonywano dla 6 różnych miejsc na powierzchni blachy, w celu uśrednienia wyników.



Rys. 3. Różnicowy kalorymetr skaningowy (DSC) Firmy Melter Toledo DSC 3

Fig. 3. Differential scanning calorimeter DSC 3 Melter Toledo used for testing



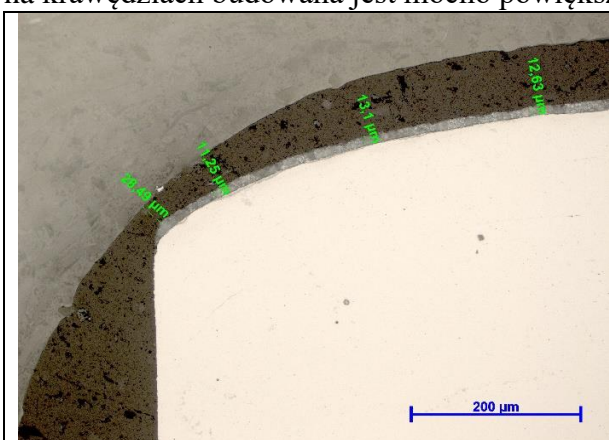
Rys. 4. Goniometr firmy DataPhysics OCA 15EC [4]

Fig. 4. DataPhysics OCA 15EC goniometer

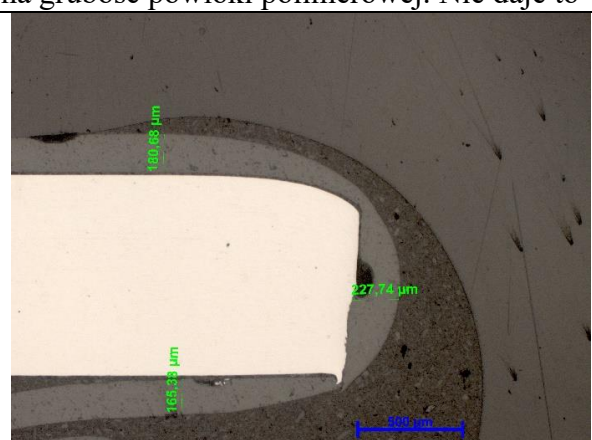
3. WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

3.1. Wyniki badań struktury i grubości powłok proszkowych z wykorzystaniem mikroskopii świetlnej

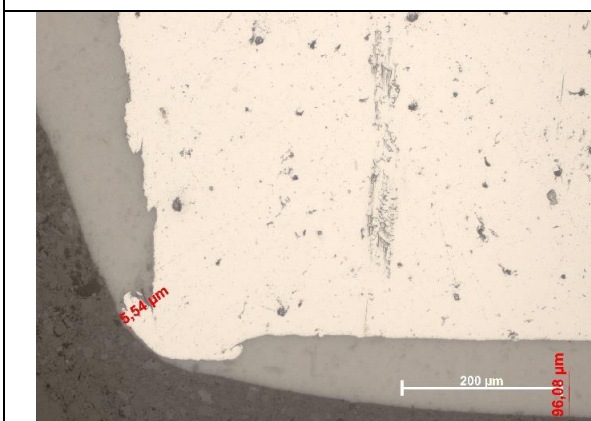
Analizując badane warstwy i powłoki nałożone na stal oraz aluminium z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego stwierdzono mocno zróżnicowane grubości poszczególnych warstw powłoki dla stali ocynkowanych malowanych proszkowo oraz powłoki polimerowej dla malowanego proszkowo aluminium (Rys.5-8) [1]. Mikroskopia świetlna pozwoliła na dokładną lokalną analizę grubości i jakości powłok, zarówno warstw cynku na stalach jak i warstwy proszkowej. Szczególną uwagę poświęcono malowanym krawędziom ciętych blach stalowych. Cięcie blach ocynkowanych wiąże się z uszkodzeniem ochronnej warstwy cynku i jej brak na krawędzi blachy. Aby zabezpieczyć pozbawioną krawędź przed przyśpieszoną korozją na krawędziach budowana jest mocno powiększona grubość powłoki polimerowej. Nie daje to



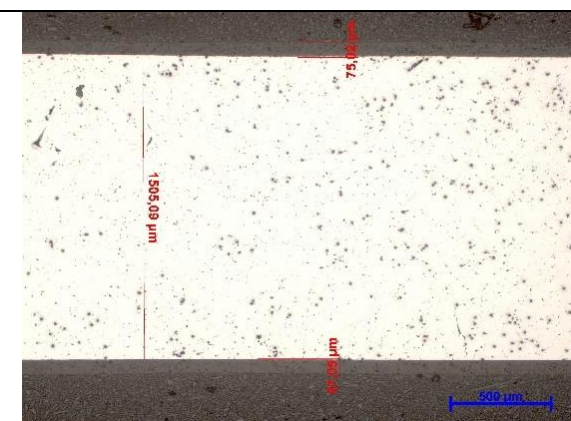
Rys. 5. Widok przekroju krawędzi próbki stalowej malowanej farbą czarną DD 200x
Fig. 5. Cross-sectional view of the edge of a steel specimen painted with DD black paint



Rys. 6. Widok przekroju krawędzi próbki stalowej malowanej farbą białą MM 50x
Fig. 6. Cross-sectional view of the edge of a steel specimen painted with MM white paint



Rys. 7. Widok przekroju krawędzi próbki aluminiowej malowanej farbą białą TMM 200x
Fig. 7. Cross-sectional view of the edge of an aluminum sample painted with TMM white paint



Rys. 8. Widok przekroju krawędzi próbki aluminiowej malowanej farbą czarną TMM 50x
Fig. 8. Cross-sectional view of the edge of an aluminum sample painted with TMM black paint

tak dobrego efektu końcowego jak połączenie cynku i lakierów proszkowych, ale zwiększa zdecydowanie odporność korozyjną. Jednocześnie należy pamiętać, że to właśnie pozbawiona cynku krawędź jest potencjalnym miejscem możliwości rozwoju przyspieszonej korozji całego elementu wymiennika. Dużą rolę odgrywa tutaj cynk znajdujący się na powierzchniach stalowych blach działający jako ochronna katoda dla jej krawędzi. Gruba warstwa lakieru dodatkowo wzmacnia ten efekt. Powłoki zarówno w warstwie cynku jak i warstwie polimerowej są jednorodne bez pęknięć, pęcherzy i utraty adhezji do podłoża. Niestety stwierdzono, że występują także krawędzie blach stalowych, których sposób cięcia sprzyja zaciąganiu krawędzi w kierunku osi cięcia co skutkuje wyprowadzeniem niezabezpieczonej stali na granicę powłoka ośrodek korozyjny podobnie jak pokazano to dla blachy aluminiowej na rysunku 7. W przypadku blach aluminiowych tego typu krawędzie (Rys.7) stanowią dużo mniejsze zagrożenie dla odporności korozyjnej, ale mogą zmniejszać adhezję powłok i stanowić ognisko delaminacji powłoki proszkowej. Podsumowując należy poprawić jakość cięcia blach stalowych i aluminiowych, tak aby krawędzie były prostopadłe do powierzchni i ostro zakończone, bez zaciągania materiału w kierunku cięcia. Na żadnym z kilkudziesięciu przekrojów analizowanych na mikroskopie świetlnym nie stwierdzono odwarstwienia się powłoki proszkowej od podłoża. Zjawisko odwarstwienia powłoki proszkowej dla białej farby występowało jednak w czasie cięcia gilotynowego malowanych powłok preparowanych do badań z wykorzystaniem mikroskopii świetlnej.

3.2. Wyniki badań przyczepności powłok metodą Pull-Off oraz siatki nacięć

Wykonane badania przyczepności (adhezji) powłok do blach aluminiowych i stalowych zostały poprzedzone opisanymi powyżej badaniami wstępnymi [1]. Ze względu na wysokie wartości odchylenia standardowego przyjęto, że optymalnym czynnikiem porównawczym w przypadku testu Pull-off będzie najwyższa wartość naprężenia przy zrywaniu powłoki. Takie podejście pozwala na ocenę jakości i przyczepności powłok z wieloma ograniczeniami wynikającymi z zastosowanej metodyki badań. W testach przyjęto 3 punkty pomiarowe, co było mocnym ograniczeniem wynikającym z ograniczenia czasowego trwania projektu i ilości dostępnych stempli do badań adhezji powłok. W przyszłości tego typu badania muszą być wykonywane przy zastosowaniu co najmniej 6 stempli i odrzuceniu dwóch najniższych wyników pomiaru naprężenia odrywającego, co wynika z reaktywności kleju z powłoką w przypadku zbyt dużej grubości naniesionego na stempel kleju. Analizując wyniki najwyższej wartości naprężenia przy zrywaniu powłoki stwierdzono, że najlepszą adhezją cechują się powłoki proszkowe naniesione na blachy aluminiowe przygotowane w seryjnym procesie produkcyjnym z wykorzystaniem chemicznych środków zoptymalizowanych w Firmie Przemysłowej. Wartość naprężenia odrywającego powłokę proszkową czarną od blachy aluminiowej w tym przypadku uzyskano na poziomie ok. 26 MPa (Tab.2). Najniższe maksymalne wartości naprężenia przy zrywaniu powłok proszkowych z aluminium stwierdzono przy wykorzystaniu do przygotowania powierzchni środka Firmy PCC o nazwie EXOclean MC na poziomie zaledwie 9 MPa dla powłoki białej. Jest to ważna informacja dla zrealizowanych badań, ponieważ na wielu etapach oceny jakości powłok zauważono wyraźnie gorszą adhezję powłok białych. Dobre wartości adhezji na poziomie 22 MPa dla blach aluminiowych uzyskano także dla powłok czarnych nakładanych po użyciu środka Firmy Best Just o nazwie Best Just Max co jest zbliżone z dobrą oceną w zakresie grubości powłok. W przypadku powłoki białej najwyższe wartości uzyskano po czyszczeniu blach przy

wykorzystaniu środka firmy Noxan pod nazwą Mordant Solutions na poziomie ok. 16 MPa co stanowi o blisko 40% gorszy wynik niż dla farby w kolorze czarnym (Tab.2).

W przypadku próbek stalowych nie uzyskano, aż tak dużych wartości naprężenia przy zrywaniu powłoki jak dla aluminium. Najwyższą wartość naprężenia przy zrywaniu powłoki uzyskano także dla powłoki czarnej naniesionej na blachę ocynkowaną przygotowaną z wykorzystaniem środka firmy Polifarb Łódź pod nazwą Emulsol RM-Extra na poziomie ok. 22 MPa. Jest to o 15% mniejsza adhezja czarnej powłoki niż dla blach aluminiowych. W przypadku powłok proszkowych w kolorze białym maksymalne wartości adhezji ok. 21 MPa uzyskano po myciu z wykorzystaniem środka Firmy PCC o nazwie EXOclean MC, który zapewnił najgorszy wynik dla blach aluminiowych. W przypadku najniższej wartości naprężenia przy zrywaniu powłoki dla blach ocynkowanych nie uzyskano aż tak złych wyników jak dla blach aluminiowych. Dla stali ocynkowanej malowanej na biało najniższe wartości uzyskano po czyszczeniu środkiem Firmy Noxan pod nazwą Mordant Solutions na poziomie ok. 18 MPa, a dla powłoki czarnej także po czyszczeniu środkiem Mordant Solutions na poziomie 10 MPa. Wynik najniższej adhezji dla powłok nakładanych dla stali ocynkowanej i czyszczonych środkiem Mordant Solutions jest mocno zaskakujący ponieważ powłoka cynkowa silnie reagowała ze środkiem i powierzchnia blachy została silnie rozwinięta. Być może przyczyną słabej adhezji było zbyt słabe usunięcie pozostałości po procesie trawienia środkiem Mordant Solutions co wymaga dłuższego czasu płukania lub zastosowania płukania ultradźwiękowego czy z silnym strumieniem wody.

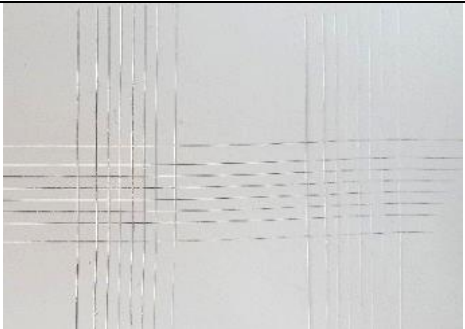
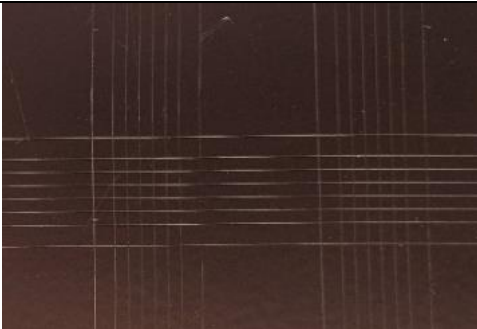
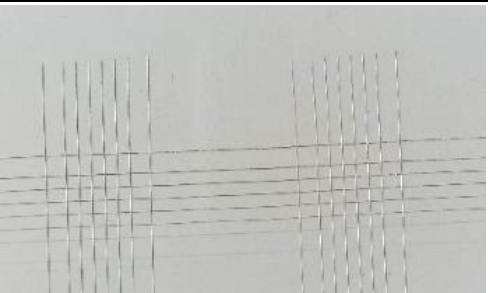

W projekcie wykonano także badania przyczepności powłok proszkowych techniką siatki nacięć (Rys.9-12). Niestety wyniki nie pozwoliły na wykazanie istotnych różnic adhezji powłok do podłoża, ponieważ wszystkie zostały sklasyfikowane w klasie 0, co świadczy o bardzo dobrej przyczepności powłoki do podłoża przy tej metodzie oceny. Z tego względu przyjęto w podsumowaniu, że decydujące znaczenie w ocenie adhezji powłok mają wyniki z testu metodą Pull-off.

Tabela 2. Wyniki badań adhezji powłok proszkowych do próbek stalowych i aluminiowych w zależności od środków do czyszczenia i koloru powłoki

Table 2. Results of adhesion tests of powder coatings to steel and aluminium samples depending on cleaning agents and coating colors

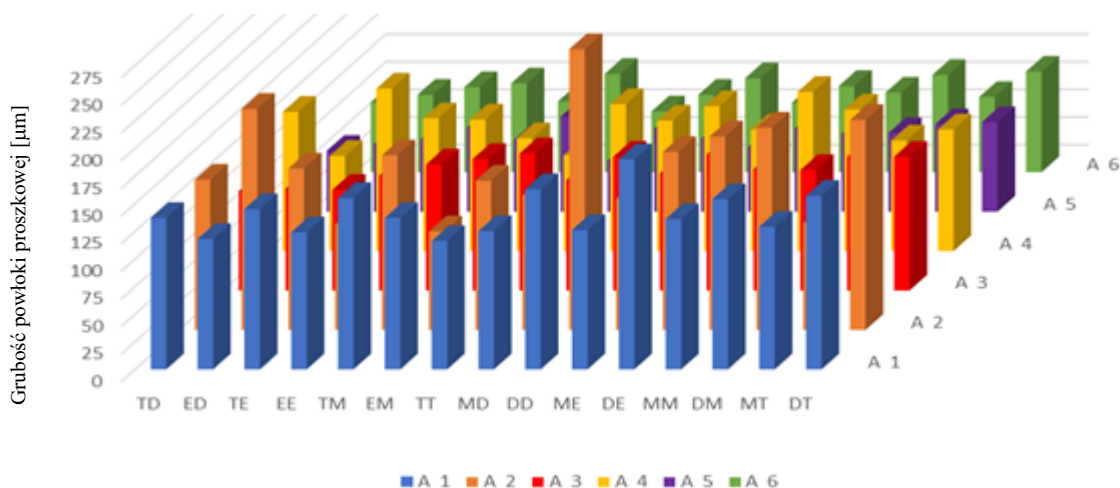
Płyn używany do przygotowania powierzchni	Rodzaj Farby	Rodzaj Blachy	Najwyższa wartość naprężenia przy zrywaniu powłoki MPa	Średnia wartość naprężenia przy zrywaniu powłoki MPa	Najniższa wartość naprężenia przy zrywaniu powłoki MPa
Mordant Solution D	Biała	Stal Ocynkowana	18,17	15,98	13,80
		Aluminium	15,87	11,02	6,31
	Czarna	Stal Ocynkowana	10,47	9,55	8,62
		Aluminium	17,26	15,57	14,28
PCC: EXOclean MC E	Biała	Stal Ocynkowana	20,62	18,40	16,65
		Aluminium	8,78	6,22	2,87
	Czarna	Stal Ocynkowana	19,89	15,20	9,45
		Aluminium	14,25	13,43	12,87

Płyn używany do przygotowania powierzchni	Rodzaj Farby	Rodzaj Blachy	Najwyższa wartość naprężenia przy zrywaniu powłoki MPa	Średnia wartość naprężenia przy zrywaniu powłoki MPa	Najniższa wartość naprężenia przy zrywaniu powłoki MPa	
Best Just: Best Just Max	Biała	Stal Ocynkowana	19,60	15,03	10,49	
		Aluminium	14,09	11,65	9,39	
M	Czarna	Stal Ocynkowana	15,68	12,62	7,67	
		Aluminium	22,19	18,00	12,38	
Emulsol RM-Extra	Biała	Stal Ocynkowana	18,40	16,67	14,34	
		Aluminium	12,83	11,58	10,33	
T	Czarna	Stal Ocynkowana	21,67	18,58	15,25	
Proces technologiczny Komercyjny (przemysłowy) Z	Biała	Stal Ocynkowana	18,47	14,85	8,25	
		Czarna	Stal Ocynkowana	19,60	16,19	9,17
			Aluminium	25,55	17,52	8,90

	
Rys. 9. Widok próbki MZ po badaniu przyczepności metodą siatki nacięć, Klasa 0 <i>Fig. 9. View of the MZ sample after the notch grid adhesion test. Class 0</i>	Rys. 10. Widok próbki DZ po badaniu przyczepności metodą siatki nacięć, Klasa 0 <i>Fig. 10.. View of the DZ sample after the notch grid adhesion test. Class 0</i>
	
Rys. 11. Widok próbki TT po badaniu przyczepności metodą siatki nacięć, Klasa 0 <i>Fig. 11. View of the TT sample after the notch grid adhesion test. Class 0</i>	Rys. 12. Widok próbki EM po badaniu przyczepności metodą siatki nacięć, Klasa 0 <i>Fig. 12. View of the EM sample after the notch grid adhesion test. Class 0</i>

3.3. Wyniki badań rozkładu grubości powłok na próbkach blach stalowych i aluminiowych

Wykonana analiza mapy rozkładu grubości powłok proszkowych na powierzchni płytek testowych blach stalowych i aluminiowych, której wyniki przedstawiono na rysunku 13 pozwala stwierdzić, że występują wyraźne różnice w grubości powłok polimerowych w zależności od sposobu przygotowania podłoża do lakierowania. Analizując 6 charakterystycznych obszarów pomiarowych na płytkach testowych stwierdzono, że ich lokalizacja ma znaczenie dla wartości grubości powłoki. Najniższe grubości powłok dla wszystkich analizowanych próbek ujawniono w strefie środkowej płytki testowej w obszarach 5 i 6. Największe grubości powłok stwierdzono w strefach 1 i 2 analizowanych płytek. Takie zmiany grubości powłok polimerowych są charakterystyczne dla tego typu procesów nakładania powłok w komorach elektrostatycznych. Wyraźnie zwiększone grubości powłok ujawniono dla próbki ED, DD oraz DT w strefie 1 i 2.



Rys. 13. Wyniki badań mapy rozkładu grubości powłok proszkowych na blachach stalowych i aluminiowych mierzonych metodą indukcyjną oraz wiroprowadową

Fig. 13. Results of studies of powder coating thickness distribution maps on steel and aluminium sheets measured by induction and eddy current methods

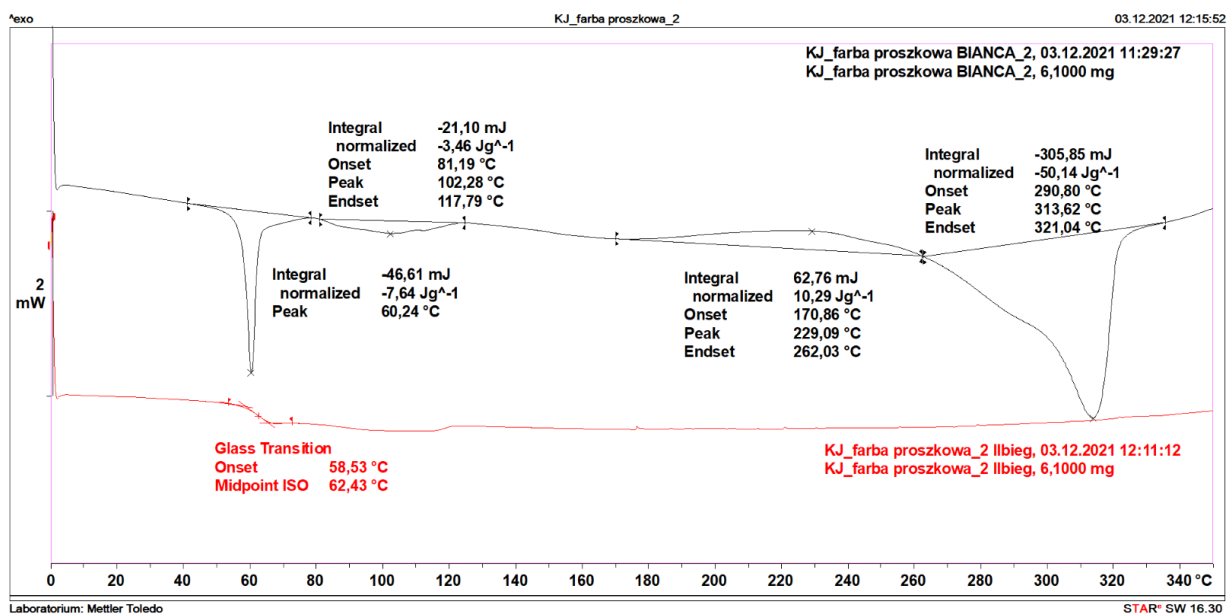
3.4. Wyniki badań skaningowej kalorymetrii różnicowej dla analizowanych powłok proszkowych

Analizie za pomocą skaningowej kalorymetrii różnicowej (DSC) poddano dwa kolory farby proszkowej poliestrowej – koloru białego oraz czarnego. Otrzymane termogramy DSC przedstawiono na rysunkach 14 i 15. W obu przypadkach próbki farby poddano dwóm pomiarom – w I oraz II biegu. Po zakończeniu I biegu naczynka z próbką nie wyciągano z kalorymetru, jednak chłodzono je do temperatury początkowej i następnie ponownie ogrzewano podczas pomiaru. Na podstawie uzyskanych termogramów wyznaczono temperatury przejść fazowych charakterystyczne dla bazy poliestrowej farby.

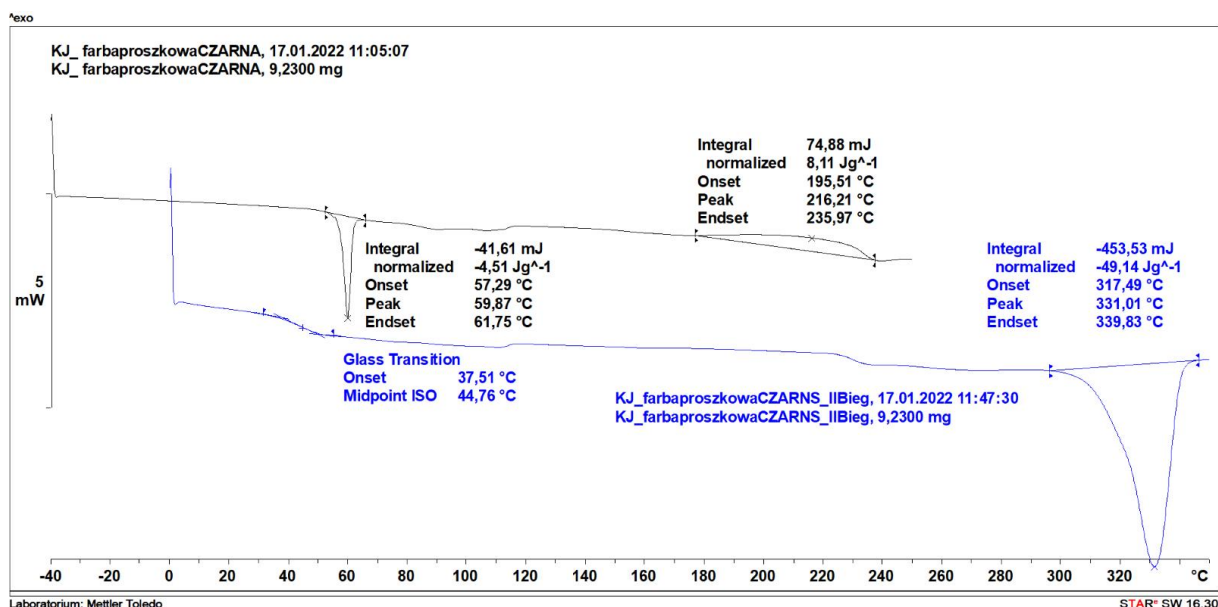
Dla analizy DSC farby proszkowej w kolorze białym na przedstawionym na rysunku 14, termogramie I biegu dla farby białej (czarna linia) wyróżnić można cztery charakterystyczne przemiany:

- Przemiana endotermiczna z temperaturą pikową 60°C, którą przypisano do topnienia bazy poliestrowej z ciepłem topnienia $\Delta H = -7,64 \text{ J/g}$

- Przemiana endotermiczna w zakresie temperatur 81 – 118°C, odpowiadająca prawdopodobnie topnieniu innych komponentów farby (towarzyszącej substancji błonotwórczej lub utwardzacza) z ciepłem topnienia $\Delta H = -3,46 \text{ J/g}$
- Przemiana egzotermiczna w zakresie temperatur 170 – 262°C wynikająca z reakcji sieciowania polimeru (utwardzania farby) z ciepłem reakcji $\Delta H = 10,29 \text{ J/g}$
- Przemiana endotermiczna w zakresie temperatur 291 – 321°C z ciepłem przemiany $\Delta H = -50,14 \text{ J/g}$, odpowiadająca prawdopodobnie degradacji utwardzonej farby



Rys. 1. Termogram DSC zarejestrowany dla farby poliestrowej proszkowej białej w I i II biegu
Fig. 14. DSC thermogram recorded for white polyester powder paint in 1st and 2nd runs



Rys. 15. Termogram DSC zarejestrowany dla farby poliestrowej proszkowej czarnej w I i II biegu
Fig. 15. DSC thermogram recorded for black polyester powder paint in 1st and 2nd runs

W II biegu (czerwona linia) na termogramie (Rys. 14) tej samej próbki, nie obserwuje się już przemian endotermicznych w temperaturze 60°C i 102°C, co wskazuje na to, że farba proszkowa została całkowicie utwardzona w I biegu i ponowne jej ogrzewanie nie powoduje jej topnienia. Na termogramie II biegu zaobserwować można natomiast występowanie charakterystycznego sygnału, odpowiadającego temperaturze zeszklenia (T_g) polimeru, czyli przejścia ze stanu szklistego do stanu wysokoelastycznego. Przejście to jest obserwowane w temperaturze $T_g = 62^\circ\text{C}$.

W przypadku analizy farby proszkowej w kolorze czarnym na przedstawionym na rys. 15 termogramie I biegu (czarna linia) obserwuje się dwie charakterystyczne przemiany:

- Przemiana endotermiczna z temperaturą piku 60°C, przypisana topnieniu bazy poliestrowej z ciepłem topnienia $\Delta H = -4,51 \text{ J/g}$ (przemiana ta występuje w tej samej temperaturze, jak dla farby białej, co wskazuje na wykorzystanie w obu farbách tej samej bazy polimerowej)
- Przemiana egzotermiczna w zakresie temperatur 195 – 236°C wynikająca z reakcji sieciowania polimeru (utwardzania farby) z ciepłem reakcji $\Delta H = 8,11 \text{ J/g}$
-

Ciepła przemian fazowych (ciepło topnienia i ciepło reakcji utwardzania) są nieznacznie niższe w przypadku farby czarnej niż odpowiadające ciepła przemian dla farby białej. Może to wskazywać na większy udział pigmentów lub innych składników nieulegających przemianom w badanym zakresie temperatur, w farbie czarnej. Ciepła przemian są oznaczane w odniesieniu do masy farby, w składzie której oprócz bazy polimerowej i utwardzacza, znajdują się substancje nie ulegające topnieniu i pozostające w niezmiennym stanie stałym w czasie utwardzania farby i tworzenia powłoki.

W II biegu ogrzewania farby czarnej (niebieska linia), na termogramie widoczne są dwa piki – pierwszy odpowiada temperaturze zeszklenia utwardzonej farby ($T_g = 45^\circ\text{C}$), a drugi szeroki pik w zakresie temperatur 317 – 340°C wynika z degradacji termicznej utwardzonej farby.

W celu potwierdzenia słuszności założenia, iż badane farby poliestrowe ulegają degradacji po przekroczeniu temperatury około 290 - 300°C, wykonano następujące doświadczenie pozwalające zweryfikować tak postawioną tezę. Szklane szalki Petriego pokryto równomiernie farbą proszkową białą i umieszczono w piecu nagrzanym odpowiednio do temperatury niższej (250°C) i wyższej (300°C) niż założona temperatura degradacji. W przypadku szalek wygrzewanych w wyższej temperaturze zaobserwowano 'zszarzenie' białego koloru, co świadczy o wystąpieniu reakcji rozkładu składników farby. Powłoka utworzona z farby proszkowej w niższej temperaturze, pozostała biała (Rys. 16).

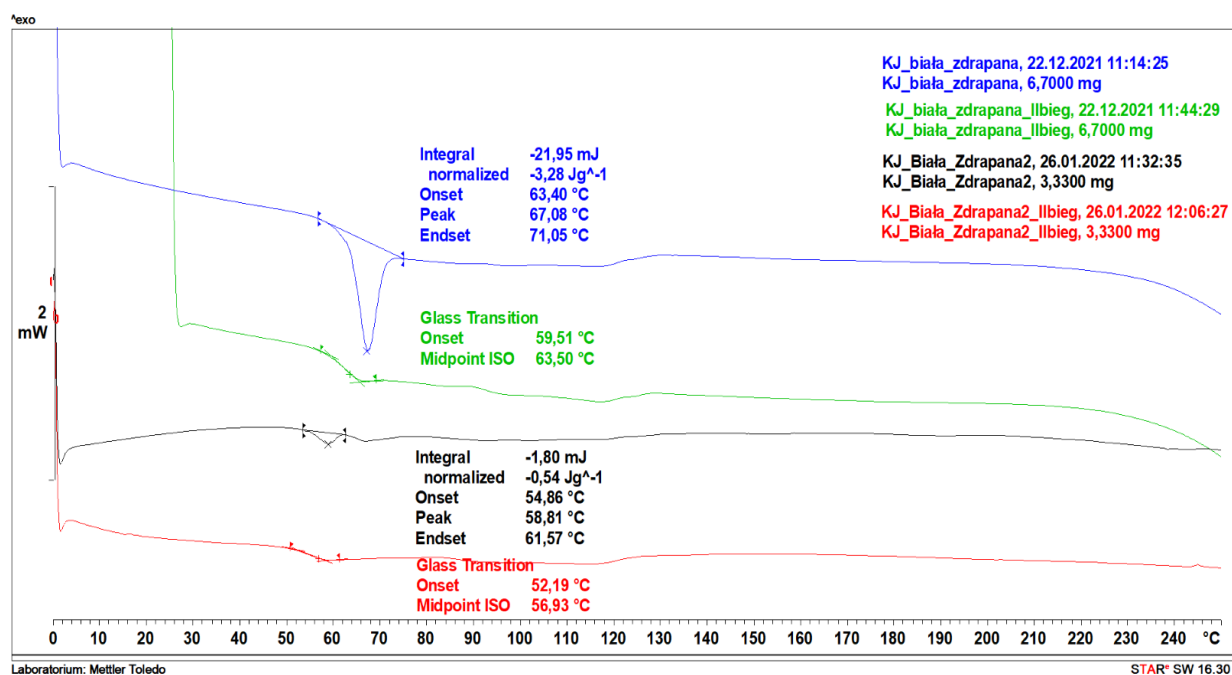
W ramach badań DSC wykonano także analizę farby proszkowej w kolorze białym



Rys. 2. Biała farba proszkowa na szalkach Petriego po próbach degradacji w 250 i 300°C
Fig. 16. White powder paint on petri dishes after degradation tests at 250 and 300°C

nakładanej w warunkach przemysłowych w celu oceny zakończenia procesu sieciowania po wypaleniu końcowym co było związane z łuszczeniem się farby w czasie ciecienia próbek do badań materiałograficznych. Ze względu na modyfikacje temperatur obróbki końcowej powłok w warunkach przemysłowych w zależności od koloru farby można ocenić jak zoptymalizowane parametry odnoszą się do usieciowania powłok proszkowych. W tym celu badaniu poddano próbki powłok poliestrowych zdrapanych z blach stalowych i aluminiowych. Blachy te zostały pomalowane w standardowy sposób w warunkach przemysłowych. Każdą z powłok (białą i czarną) zdrapano z dwóch blach, pochodzących z różnych partii i zarejestrowano dla nich termogramy DSC w dwóch biegach ogrzewania. Termogramy DSC dla powłok z farby białej przedstawiono na rysunku 17, a termogramy DSC dla powłok otrzymanych z farby czarnej na rys.18. Na termogramach I biegu zarejestrowanych dla białych powłok (niebieska i czarna linia - Rys. 14), widoczne są przemiany endotermiczne odpowiadające topnieniu bazy polimerowej w farbie ($Tt1=67^{\circ}\text{C}$; $Tt2=59^{\circ}\text{C}$), co sugeruje niecałkowite usieciowanie polimeru w czasie utwardzania farby w fabryce, przy zastosowaniu standardowej procedury. Oznaczone dla tych powłok ciepła topnienia $\Delta H1=-3,28\text{J/g}$ i $\Delta H2=-0,54\text{J/g}$ są co prawda niższe niż ciepło topnienia zarejestrowane dla proszkowej farby białej ($\Delta H=-7,64\text{J/g}$, Rys. 14), ale szczególnie w przypadku pierwszej zdrapanej próbki, wartość ciepła jest znacząca i wskazuje na bardzo duży udział nieutwardzonego polimeru w próbce.

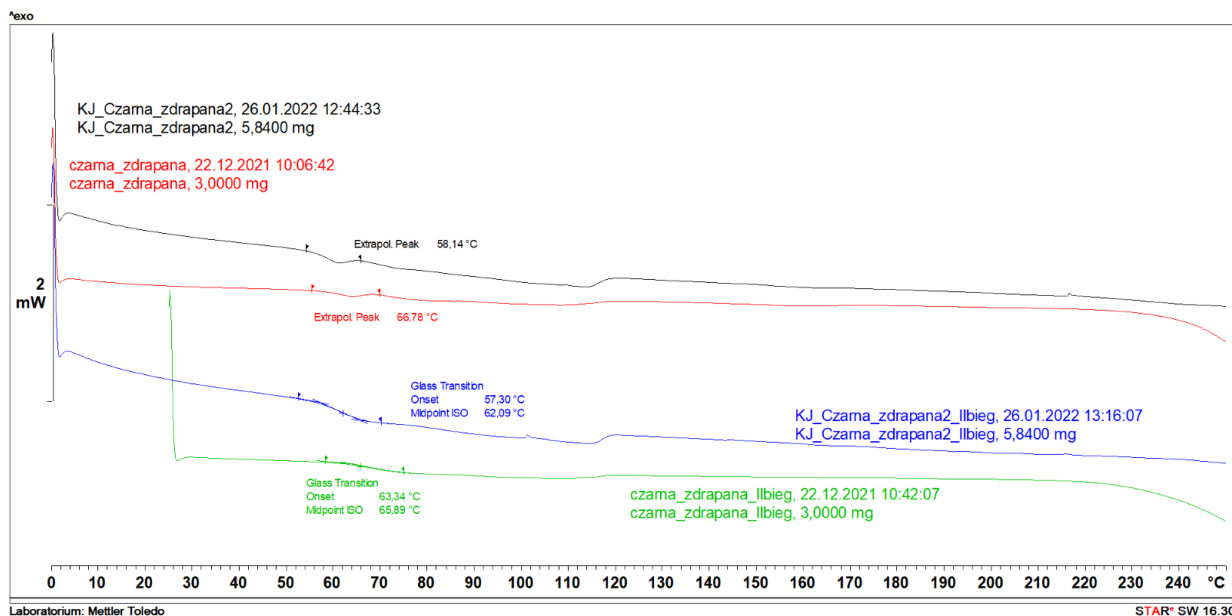
Na termogramach II biegu tych samych próbek (zielona i czerwona linia - Rys.17) nie obserwuje się już przemian odpowiadających topnieniu, widoczne natomiast są temperatury zeszklenia ($Tg1=63,5^{\circ}\text{C}$; $Tg2=57^{\circ}\text{C}$), Świadczy to o tym, iż po ponownym ogrzaniu farby w trakcie analizy DSC nastąpiło jej całkowite utwardzenie.



Rys. 17. Termogram DSC zarejestrowany dla farby poliestrowej proszkowej białej pobranej z powierzchni blachy po procesie przemysłowym

Fig. 17. DSC thermogram recorded for white polyester powder paint taken from the surface of a sheet after an industrial process

Analogiczne badanie jak dla farby białej pobranej z gotowych płytek malowanych w warunkach przemysłowych wykonano w przypadku powłok otrzymanych z farby czarnej, w czasie utwardzania w firmie komercyjnej. Dla powłok z czarnej farby, w I biegu ogrzewania (czarna i czerwona linia - Rys. 18) nie zaobserwowano wyraźnego piksu topnienia, co wskazuje, że w tym przypadku, na etapie utwardzania farby nastąpiło całkowite usieciowanie polimeru. Na termogramach II biegu (niebieska i zielona linia - Rys.18) widoczne są temperatury zeszklenia dla farby czarnej po procesie przemysłowym ($T_{g1}=66^{\circ}\text{C}$; $T_{g2}=62^{\circ}\text{C}$).



Rys. 18. Termogram DSC zarejestrowany dla farby poliestrowej proszkowej czarnej pobranej z powierzchni blachy po procesie przemysłowym

Fig. 18. DSC thermogram recorded for black polyester powder paint taken from the surface of a sheet after an industrial process

3.5. Wyniki badań kąta zwilżania blach stalowych i aluminiowych po czyszczeniu ich powierzchni analizowanymi środkami chemicznymi

Oznaczone kąty zwilżania płytek stalowych i aluminiowych, po umyciu ich preparatem stosowanym w firmie zewnętrznej, wynoszą odpowiednio: 57° i 94° . Te stosunkowo duże różnice kąta zwilżania dla obu analizowanych blach przygotowywanych w tym samym zabiegu technologicznym mycia w warunkach przemysłowych mogą stanowić podstawę do zastanowienia czy jest on optymalny z punktu widzenia całego procesu technologicznego malowania proszkowego. Patrząc na prezentowane powyżej wyniki maksymalnej przyczepności powłok czarnych i białych do aluminium i stali ocynkowanej (Tab.2) w procesie przemysłowym można uznać, że wyniki nie przekładają się na zdecydowane różnice ich adhezji. Stwierdzono analizując wyniki maksymalnej przyczepności powłok, że naprężenie zrywające powłokę z aluminium jest większe niż dla stali. Bazując tylko na tych dwóch wynikach, czyli maksymalnej przyczepności powłok oraz kącie zwilżania można podsumować, że powierzchnie do malowania powinny mieć kąty zwilżania w zakresie lekko hydrofobowym.

Aby sprawdzić możliwość wpływania na charakterystykę powierzchni (której wskaźnikiem będzie kąt zwilżania), a korelacją siły adhezji utworzonych powłok do podłoża, przetestowano 4 inne preparaty myjące, dostępne na polskim rynku. Trzy z nich, oznaczone symbolami

E, M i T to typowe alkaliczne środki myjące, natomiast preparat D, ma dodatkowo właściwości trawiące, dzięki zastosowaniu fosforanów w składzie preparatu. Preparat D silnie oddziałuje chemicznie z podłożami ze stali ocynkowanej głęboko je trawiąc.

Zastosowanie preparatów myjących, E, M lub T, w każdym przypadku zwiększa hydrofobowość powierzchni stali ocynkowanej, w porównaniu z preparatem Z stosowanym przez firmę komercyjną (Rys.19 i 20). Najwyższy kąt zwilżania zmierzono dla płytki ze stali ocynkowanej po umyciu jej preparatem M i wynosił on $\Theta=93^\circ$, co wskazuje na lekko hydrofobowy charakter powierzchni (proces przemysłowy $\Theta=57^\circ$). Łącząc wyniki kąta zwilżania z wynikami siły adhezji można zauważyć, że dla farby proszkowej białej rzeczywiście wyniki adhezji są nieznacznie większe o ok. 6% (Z- 18,47MPa – M-19,60 MPa), ale już dla czarnej o 20% mniejsze. Taka korelacja wyników nie pozwala na potwierdzenie postawionej w pierwszej części analizy kątów zwilżania tezy mówiącej, że zwiększenie kąta zwilżania jest korzystne dla przyczepności powłok proszkowych.

Preparaty E i M (preparat T z przyczyn organizacyjnych nie był analizowany w zakresie kątów zwilżania na powierzchni aluminium) w znacznie mniejszym stopniu wpływały na charakterystykę powierzchni aluminium (której wskaźnikiem jest kąt zwilżania). Preparat E w odniesieniu do powierzchni aluminiowej wykazywał takie samo działanie jak preparat Z stosowany przez firmę, natomiast preparat M nieznacznie zwiększył hydrofobowość powierzchni aluminium do poziomu $\Theta=108^\circ$. Takie wyniki zestawione w korelacji do siły adhezji powłoki czarnej i białej mierzonej po myciu preparatami E i M potwierdzają, że nie można budować korelacji pomiędzy wartością kąta zwilżania, a uzyskaną siłą adhezji powłok. Potwierdza to analiza kąta zwilżania dla powierzchni przygotowanej preparatem D, który silnie zmniejsza kąt zwilżania dla aluminium, a wpływ na zmianę przyczepności powłok jest zbliżony do preparatów zwiększających kąt zwilżania.

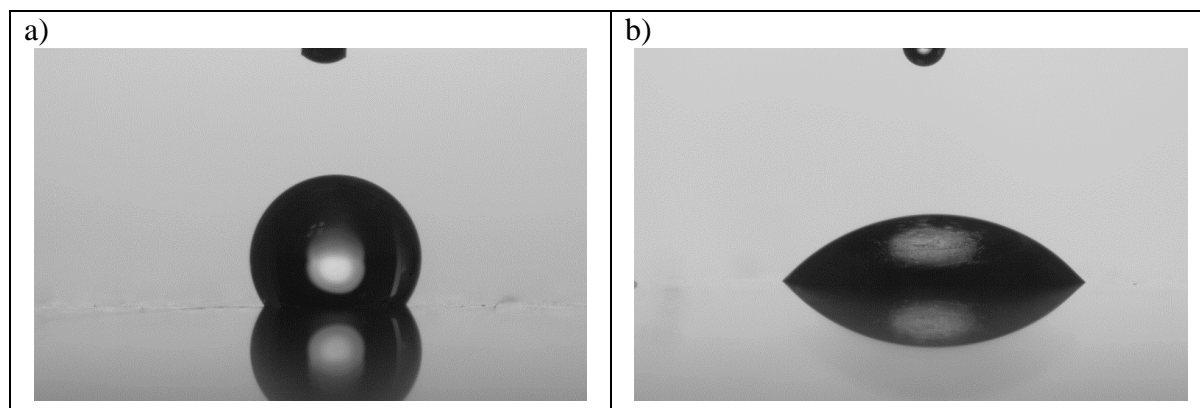
W przypadku konieczności korzystania z jednego preparatu dla obu typów blach, preparat M wydaje się najlepszym wyborem spośród badanych preparatów myjących, jeżeli chcemy uzyskać zbliżone wartości kąta zwilżania. Ale nie gwarantuje ta wartość optymalnych wartości przyczepności powłok co świadczy o bardziej złożonych korelacjach w procesie technologicznym nakładania powłok proszkowych.

Tabela 3. Wyniki pomiarów kąta zwilżania na powierzchniach z blachy stalowej i aluminiowej, po użyciu różnych środków myjących

Table 3. Results of wetting angle measurements on steel and aluminium sheet surfaces after using different cleaning agents

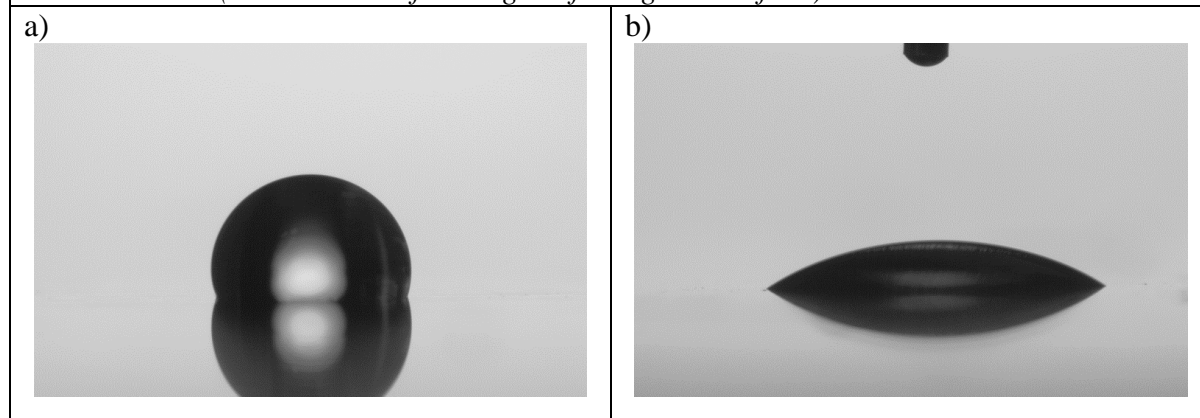
Oznaczenie preparatu myjącego	Nazwa preparatu	Analizowana powierzchnia	Średni kąt zwilżania (Θ) [°]
D	Mordant Solution	Stal ocynkowana	119,46 ± 6,15
		Aluminium	62,65 ± 28,79
E	EXOclean MC (PCC)	Stal ocynkowana	88,11 ± 15,26
		Aluminium	107,89 ± 2,59
M	Best Just Max (Best Just)	Stal ocynkowana	93,21 ± 5,21
		Aluminium	94,67 ± 9,53
T	Emulsol RM-Extra	Stal ocynkowana	77,68 ± 16,76
Z	Preparat stosowany w firmie zewnętrznej	Stal ocynkowana	56,97 ± 3,28
		Aluminium	94,33 ± 5,71

Analizując zalecenia Firm oferujących farby proszkowe poliestrowe wskazują, że bardziej wskazane jest podłoże o charakterze hydrofobowym. Uzyskane wyniki badań nie pozwalają na potwierdzenie, że tego typu zalecenia są potwierdzone dla badanych w projekcie podłoży i powłok. Obserwując wyniki badań w tym zakresie widać, że pomimo identycznego przygotowania podłoża farby biała i czarna naniesiona na podłoże charakteryzują się zróżnicowaną siłą adhezji do podłoża. Jak wskazano powyżej ilość czynników, które wpływają na przyczepność powłok proszkowych do podłoża aluminiowego czy stalowego jest większa. Charakterystyka poprzez parametr wartości kąta zwilżania nie jest wystarczająca do prognozowania dobrej lub złej przyczepności powłok.



Rys. 19. Badanie kąta zwilżania - kropla osadzona na powierzchni blachy stalowej ocynkowanej oczyszczonej preparatem: a) Mordant Solution (najwyższa wartość średniego Θ dla danej powierzchni); b) EXOclean MC (najniższa wartość średniego Θ dla danej powierzchni)

Fig. 19. Wetting angle test - a droplet deposited on the surface of galvanized steel sheet cleaned with: a) Mordant Solution (highest value of average Θ for a given surface); b) EXOclean MC (lowest value of average Θ for a given surface)



Rysunek 20. Badanie kąta zwilżania - kropla osadzona na powierzchni blachy aluminiowej oczyszczonej preparatem: a) EXOclean MC (najwyższa wartość Θ dla danej powierzchni); b) Mordant Solution (najniższa wartość średniego Θ dla danej powierzchni)

Fig. 20. angle test - a droplet deposited on the surface of an aluminium sheet cleaned with: a) EXOclean MC (highest value of Θ for a given surface); b) Mordant Solution (lowest value of average Θ for a given surface)

4. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Podsumowując wyniki badań struktury i grubości powłok polimerowych naniesionych na blachy aluminiowe i stalowe ocynkowane można stwierdzić, że w obrębie analizowanych przekrojów nie stwierdzono nieprawidłowości mogących wpływać na przyczepność powłok do podłoża. Szczegółową analizę rozkładu grubości powłok dla poszczególnych wariantów obróbki przedstawiono w pierwszej części prezentacji wyników w pracy [1]. W analizowanych próbkach blach ocynkowanych zwrócono uwagę na powszechny problem braku zabezpieczenia krawędzi po cięciu, która nie posiada ochronnej warstwy cynku. Jeżeli zależy nam na wieloletniej eksploatacji elementu konstrukcyjnego bez rozwoju korozji należy poprawić zabezpieczenie krawędzi i sam proces jej cięcia. Prezentowane na rysunkach 6 i 7 miejsca są potencjalnymi ogniskami korozji. Jako, że elementy konstrukcyjne posiadają krawędzie odsłonięte na wpływ czynników korozyjnych jest to kluczowe dla zwiększenia ich eksploatacyjnej bez korozji i delaminacji powłoki.

Badania przyczepności powłok wykonane w niniejszym projekcie wnoszą wiele zaleceń metodycznych co do ich realizacji w przyszłości. Związane jest to z dużymi wahaniami wartości przyczepności powłok dla danej próbki co mocno utrudnia jednoznaczną interpretację wyników. Niemniej można wskazać, że dla blach aluminiowych proces przygotowania realizowany u Partnera przemysłowego jest optymalny i zapewnia bardzo dobrą przyczepność powłoki. W przypadku podłoży stalowych uzyskano lepsze wyniki przyczepności co świadczy, że można tutaj jeszcze modyfikować proces przygotowania. Widać wyraźnie, że podłoża aluminiowe pozwalają uzyskać lepsze wyniki przyczepności od podłoży stalowych. Różnice te potwierdzają doniesienia partnera przemysłowego. Niemniej różnice w przyczepności mogą nie wynikać tylko z procesu przygotowania powierzchni, ale z procesu nakładania powłoki proszkowej i warunków jej utrwalania na co wskazują wyniki badań techniką DSC.

Rozkład grubości powłok na powierzchni blach jest typowy dla tej technologii malowania charakteryzujący się zwiększoną grubością w strefach przy krawędziową a zmniejszoną wewnątrz załamań i zagięć. Badania DSC, które omówiono szczegółowo w wynikach badań pozwalają na stwierdzenie, że realizowany proces przemysłowy malowania proszkowego dla farby białej nie jest zakończony i wymaga modyfikacji z powodu niezakończenia procesu sieciowania powłoki co ma wpływ na jej przyczepność i trwałość eksploatacyjną. Zastosowanie pośredniej temperatury obróbki dla farb czarnej i białej nie jest dobrym rozwiązaniem. Być może lepszym rozwiązaniem będzie obróbka czarnej powłoki w wyższej temperaturze zalecanej dla powłok białych (200°C).

Literatura:

1. B. Czechowski, P. Drejka, M. Rejek, K. Smolaga, M. Tlon, P. Zdybel, K. Jaszcz, J. Mazurkiewicz, A. Ryfa, Wpływ przygotowania powierzchni elementów cynkowanych galwanicznie oraz aluminiowych na przyczepność powłok poliestrowych nakładanych technologią proszkową, Mat. Międzynarodowej Konferencji Naukowej TalentDetector2022-Winter, Politechnika Śląska, Gliwice, 2022, s. 834;
2. B. Czechowski, P. Drejka, M. Rejek, K. Smolaga, M. Tlon, P. Zdybel, K. Jaszcz, J. Mazurkiewicz, A. Ryfa, Ocena metodyki przygotowania powierzchni elementów cynkowanych galwanicznie oraz aluminiowych do technologii malowania proszkowego elementów stosowanych w pompach ciepła, Czasopismo KZP SOLVER PM NEWS, wyd. 30, 2022, s. 12;
3. M. Gawęda, M. Leśniak, Instrukcja Ćwiczeń Laboratoryjnych, Katedra Chemii Krzemianów i Związków Wielkocząsteczkowych, Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki Akademia Górniczo-Hutnicza, Kraków, s.6, dostęp 05.01.2023 r;
<https://kckizw.ceramika.agh.edu.pl/new/pl/files/courses/8/Instrukcja%209.pdf>
4. D. Bieliński, P. Lipiński, B. Wolska, J. Jagielski, Porównanie metod oznaczania statycznego kąta zwilżania powierzchni cieczą małowcząsteczkową, Czasopismo Problemy eksploatacji, 1, 2006, s. 131;

Struktura i odporność korozyjna powłok ZnNi stosowanych na wkrętach w przemyśle motoryzacyjnym

J. Bicz^a, P. Ferdyn^b, A. Kupień^b, J. Plaszczyk^b, M. Rejek^a, D. Towarnicki^a, M. Król^c, J. Mazurkiewicz^c

^a Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych^c, Studenci Kierunku Inżynieria Materiałowa^a oraz Kierunku Zarządzenie i Inżynieria Produkcji^b
email: janusz.mazurkiewicz@polsl.pl

Streszczenie: W niniejszej pracy przedstawiono fragmenty wyników badań dotyczących analizy struktury i odporności korozyjnej powłok galwanicznych cynkowo-niklowych nakładanych na wkręty o podwyższonej odporności korozyjnej stosowane w przemyśle motoryzacyjnym. Badania zrealizowano i sfinansowano w ramach konkursu PBL (Project Base Learning) w ramach Inicjatywa Doskonałości- Uczelnia Badawcza (IDUB) Politechnika Śląska o numerze 08/IDUB/2019/94 realizowany w okresie od października 2022 do lutego 2023 pt. „Opracowanie konstrukcji i technologii wykonania narzędzia do automatycznego wkręcania śrub i wkrętów w przemyśle motoryzacyjnym bez uszkodzenia powłok ochronnych”. Przyczyną podjęcia się przedmiotowych badań były rzeczywiste problemy niezadawalającej odporności korozyjnej pewnych partii produkcyjnych wkrętów, jakie trafiły do partnera z przemysłu w/w projektu PBL. Celem badań była niezależna diagnostyka problemu odporności korozyjnej wkrętów oraz ocena jakości powłok galwanicznych ZnNi w ujęciu przyczyn ewentualnej inicjacji korozji w obszarze gniazda bitu samego wkrętu. Wykonane badania pozwoliły ocenić strukturę, grubość i szczelność analizowanych powłok ZnNi dla dwóch wybranych wkrętów z odmiennym procesem wykończenia warstwy wierzchniej powłoki. Stwierdzono, że wkręty typu A z powłoką galwaniczną ZnNi pasywowaną na czarno z wykończeniem uszczelniaczem organicznym pomimo ujawnionych wielu niedociągnięć jakościowych powłok ochronnych wykazują bardzo dobrą odporność korozyjną (rys. 1). Wkręty typu B z powłoką galwaniczną ZnNi pasywowane na „kolor stali nierdzewnej” wykazują zdecydowanie lepszą jakość powłoki niż w przypadku wkrętów A, lecz nie przekłada się to na zwiększoną odporność korozyjną tych wkrętów. Stwierdzono, że duże znaczenie dla odporności korozyjnej wkrętów z powłoką ZnNi ma obróbka z wykorzystaniem uszczelniaczy organicznych. Wkręty typu A poddane tego rodzaju obróbce pomimo wielu niedociągnięć jakościowych samej powłoki wykazały się większą odpornością korozyjną niż wkręty typu B.

Abstract: This paper presents partial results of research on the analysis of the structure and corrosion resistance of zinc-nickel electroplated coatings applied to screws with increased corrosion resistance used in the automotive industry. The survey was conducted and financed within the framework of the PBL (Project Base Learning) competition as part of the Initiative of Excellence - Research University (IDUB) Silesian University of Technology with the number 08/IDUB/2019/94 realised in the period from October 2022 to February 2023 entitled "Development of a structure and technology for the production of a tool for automatic screw

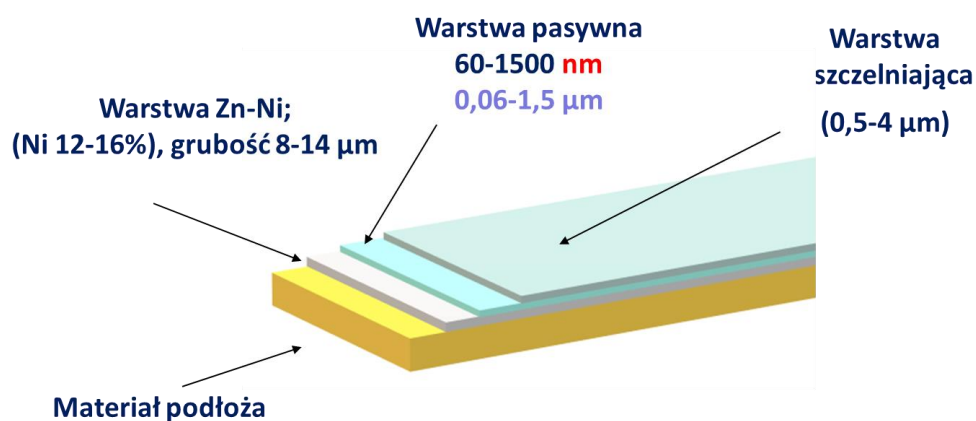
and bolt driving in the automotive industry without damaging protective coatings". The reason for undertaking the research in question was the real problems of unsatisfactory corrosion resistance of certain production batches of screws, which were received by the industry partner of the above-mentioned PBL project. The aim of the research was to independently diagnose the problem of corrosion resistance of the screws and to assess the quality of ZnNi plating in terms of the causes of possible corrosion initiation in the bit seat area of the screw itself. The research carried out made it possible to assess the structure, thickness, and tightness of the ZnNi coatings analyzed for two selected screws with a different process of finishing the surface layer of the coating. It was found that type A screws with black passivated ZnNi plating with an organic sealant finish showed very good corrosion resistance despite the many quality deficiencies of the protective coatings revealed (Fig. 1). Type B screws with ZnNi electroplated coating passivated to 'stainless steel colour' show a significantly better coating quality than type A screws, but this does not translate into increased corrosion resistance of these screws. Treatment with organic sealants was found to be important for the corrosion resistance of ZnNi-coated screws. Type A screws treated with this type of treatment, despite several quality deficiencies in the coating itself, showed higher corrosion resistance than type B screws.

Słowa kluczowe: powłoki galwaniczne, powłoki cynkowo-niklowe, uszczelniacze organiczne, pasywacja powłok galwanicznych, odporność korozyjna powłok galwanicznych, badanie grubości powłok galwanicznych, wkręty stalowe z powłokami, narzędzia typu torx;

1. WSTĘP

Wkręty są jednym z najczęściej stosowanych elementów złącznych w technice w tym także przy składaniu pojazdów samochodowych. Dla większości wkrętów zwłaszcza mających kontakt z agresywnym środowiskiem korozyjnym jakim jest mgła solankowa powstająca przy korzystaniu z samochodu w warunkach zimowych wymagana jest wysoka odporność korozyjna. Warto podkreślić, że inicjacja korozji elementów złącznych w samochodach skutkuje często korozją elementów konstrukcyjnych w ich pobliżu, a także niepożądanymi rdzawymi zaciekami na elementach karoserii, części nimi mocowanych lub podwozia. Genezą podjętego problemu w niniejszej pracy było stwierdzenie w czasie eksploatacji samochodów, inicjacji korozji wkrętów głównie w obszarze gniazda narzędzia do ich wkręcania. Można przyjąć tezę, że możliwą przyczyną rozwoju korozji wkrętów w obszarze gniazda na bit jest zła jakość powierzchni bitów, zła jakość samej powłoki ochronnej w gnieździe na bit wkrętu lub zbyt duże momenty w czasie dokręcania wkrętów skutkujące uszkodzeniami powłoki wkrętu w gniazdach. Na świecie jest stosowanych kilka tysięcy odmian i wymiarów wkrętów. Wkręty różnią się materiałem, z którego są wykonane oraz różnią się powłoką jaką są wykończone. Głównym materiałem stosowanym powszechnie na wkręty są stale jakościowe, które pozwalają na obróbkę cieplną gwarantującą dużą twardość i wytrzymałość tego typu elementów. Ale poza stalami stosowane są także powszechnie do wyrobu wkrętów także stopy aluminium, stopy miedzi oraz stopy tytanu. Do najczęściej spotykanych powłok możemy zaliczyć powłoki galwaniczne, których zadaniem jest zapewnić stalowemu rdzeniowi wkrętów wysoką odporność korozyjną. Na wkrętach nakładane są także powłoki polimerowe (proszkowe i lakiernicze), powłoki płatkowe na bazie cynku, powłoki ceramiczne (tlenkowe i węglkowe) itd. W przypadku wkrętów stosowanych w budownictwie i konstrukcjach w budowie maszyn stosowane są powłoki galwaniczne na bazie cynku lub cynku i aluminium. Grubość tego typu powłok wynosi od 3-15 μm . Powłoki cynkowe są już na etapie produkcji

pasywowane, co pozwala na uzyskanie różnych kolorów tego typu powłok od złotych do imitujących kolor stali nierdzewnej. W przemyśle motoryzacyjnym powłoki cynkowe, ze względu na podatności oddziaływania chlorku sodu są zastępowane często lepszymi powłokami pod względem odporności korozyjnej jakimi są powłoki galwaniczne cynkowo-niklowe o grubości powyżej 8 μm [1-4]. Powłoki galwaniczne ZnNi są w końcowym etapie pasywowane nadając im pożądany odcień korzystny dla integracji z łączonym elementem oraz bardzo często uszczelniane substancjami organicznymi zapewniającymi dodatkową barierę dla rozwoju korozji (tab.1, rys. 1). Warstwa pasywna zatrzymuje i opóźnia korozję powłoki ZnNi. Roztwory procesu pasywacji zawierają jony chromu (III), kobaltu oraz azotany i inne jony (fluorki, kwasy organiczne itp.). Warstwa pasywna może być opalizująca, czarna, bezbarwna bądź niebieska. Należy pamiętać o tym, że precyzyjna kontrola procesu pasywowania powłok cynkowo – niklowych ma ogromny wpływ na uzyskaną odporność korozyjną. Dokładna kontrola parametrów takich jak stężenie, temperatura, czas zanurzenia czy wartość pH ma istotny wpływ na tworzenie się warstwy konwersyjnej, która warunkuje wysoką odporność korozyjną. Powłoki typu ZnNi to obecnie jedno z najlepszych rozwiązań w zapewnieniu bardzo dobrej odporności korozyjnej wkrętów.



Rys. 1. Widok modelu warstwowej powłoki ZnNi stosowanej na wkręty
Fig. 1. View of the model of the layered ZnNi coating applied to the screws

Tab. 1. Wpływ rodzaju pasywacji powłok ZnNi na ich odporność korozyjną
Tab. 1. Influence of the type of passivation of ZnNi coatings on their corrosion resistance

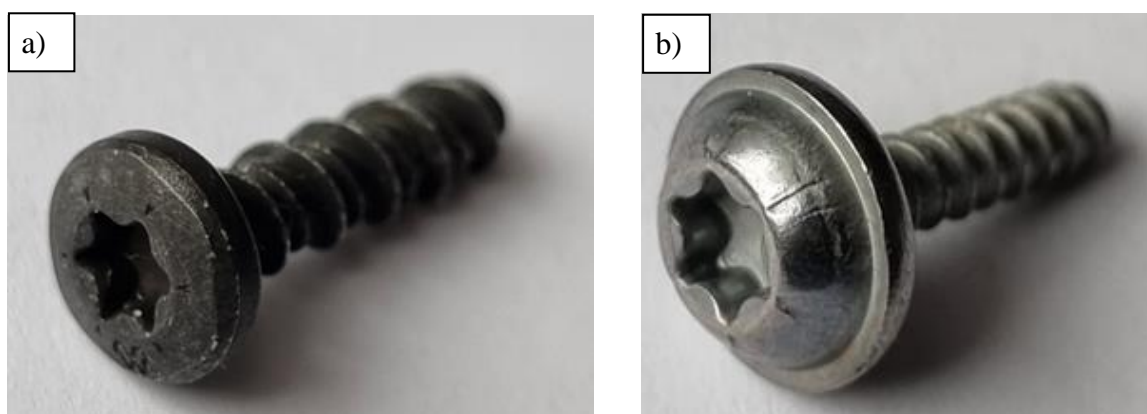
Skład powłoki	Zn-Ni	Zn-Ni	Zn-Ni
Grubość [μm]	8	8	8
Dodatkowe zabezpieczenie	Bez pasywacji	Pasywacja bezbarwna Cr^{3+}	Pasywacja grubopowłokowa Cr^{3+} i uszczelniacz
Czas do wystąpienia białej korozji* [h]	24 - 48	96 - 120	240 - 320
Czas do wystąpienia czerwonej korozji* [h]	480 - 720	480 - 720	> 1000

* badanie detali produkcyjnych w komorze solnej w atmosferze obojętnej solanki (NSS) zgodnie z normą ISO 9227

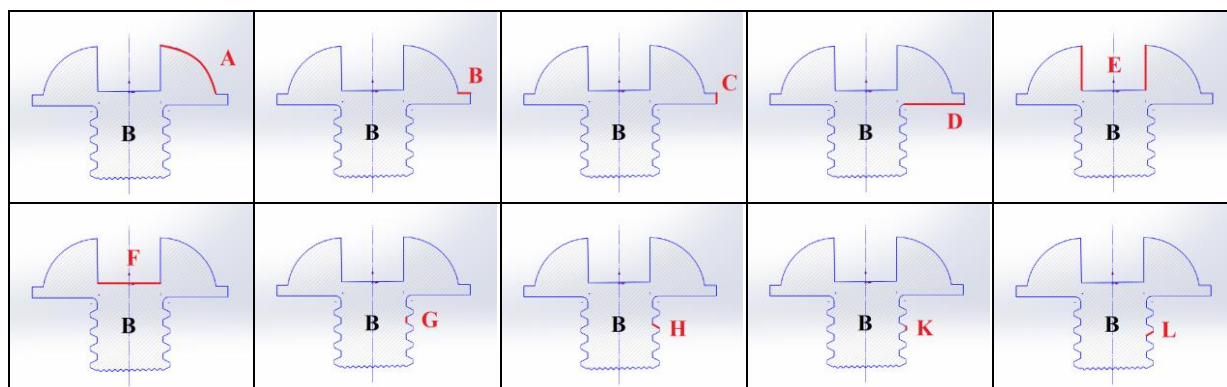
2. METODYKA BADAŃ

2.1. Materiał do badań

Przedmiotem badań w niniejszej pracy naukowo-badawczej były komercyjne wkręty stalowe z powłokami ZnNi w dwóch wariantach wykończenia powłoki z gniazdem typu Torx T20 (rys. 2). Badania zrealizowano dla wkrętów oznaczonych jako A z powłoką ZnNi, z pasywacją czarną Cr^{3+} i uszczelniaczem organicznym (rys. 2a) oraz dla wkrętów oznaczonych jako B z pasywacją bezbarwną Cr^{3+} (rys. 2b). Wkręty poddane badaniom zostały pobrane losowo do badań z opakowania zbiorczego a ich wyniki odnoszą się do ustalonej partii produkcyjnej. Analizowane wkręty zbadano przed rozpoczęciem testów korozyjnych pod względem jakości powłoki, grubości powłoki oraz jej składu chemicznego w kilku charakterystycznych miejscach zaznaczonych na modelowym przekroju wkrętu B na rys. 3. Oznaczenia pokazane na rys. 3 przyjęto w opisie wyników badań. Dla wkrętów A nie oznaczono miejsca badania B, ze względu na zróżnicowany kształt łba obu badanych typów wkrętów. Po testach korozyjnych wykonano szczegółowe badania powierzchni oraz przekrojów obszarów, w których ujawniono rozwój procesów korozji widocznej na powierzchni wkrętów.



Rys. 2. Widok wkrętów A (a) oraz B (b) poddanych badaniom korozyjnym i jakościowym
 Fig. 2. View of screws A (a) and B (b) subjected to corrosion and quality tests



Rys. 3. Oznaczenia miejsc przekrojów wkrętów (B), w których wykonano badania grubości powłok
 Fig. 3. Markings of characteristic places of screws where coating tests were performed

2.2. Badania strukturalne, badania grubości i składu chemicznego powłok

W celu zbadania grubości i szczelności powłok ZnNi naniesionych na wkręty typu A i B przygotowano zgłady metalograficzne z przekrojów wzdłużnych do badań mikroskopowych. Następnie zgłady te zbadano w polu jasnym na mikroskopie metalograficznym. Zdjęcia wykonano przy różnych powiększeniach. Zbadano różne obszary wkrętów (rys. 2), szczególną uwagę zwrócono na gniazdo łba. Wykonano jednocześnie pomiary grubości powłoki naniesionej na wkręcie. Na w/w zglądach wykonano również badania strukturalne i składu chemicznego w mikroobszarach w skaningowym mikroskopie elektronowym SUPRA 35 firmy ZEISS przy napięciu przyspieszającym 20kV. Do badań składu chemicznego mikroobszarów powłok wykorzystano detektor EDS firmy Thermo Scientific. Badania powierzchni powłok próbek A i B przed i po testach korozyjnych wykonano za pomocą mikroskopu cyfrowego DVM6 firmy Leica.

2.3. Badania korozyjne z wykorzystaniem komory solnej

W ramach pracy wykonano badania korozyjne wkrętów A i B w cyklicznej komorze solnej CC450iP firmy Ascott (rys. 4). Wkręty umieszczono na płytkach testowych z PMMA wkręcając je z momentem nominalnym oraz maksymalnym z wykorzystaniem dwóch rodzajów bitów T20 – standardowym używanym u Partnera przemysłowego projektu PBL oraz pokrywanym powłoką ceramiczną TiN (rys. 5). Okresy kontrolne w komorze solnej, po których analizowano uszkodzenia korozyjne wkrętów to 408, 744, 912 oraz 1080 godzin ekspozycji w 5% solance NaCl. Próbkę wkrętów A i B po badaniach korozyjnych w/w okresach czasowych zostały poddane badaniom powierzchni na mikroskopie cyfrowym oraz w skaningowym mikroskopie elektronowym (SEM) oraz badaniom przekrojów na mikroskopie świetlnym oraz w SEM.



Rysunek 4. a) Cykliczna komora solna CC450iP firmy Ascot używana do badań w projekcie, b) widok próbek A i B w czasie testów korozyjnych w przedmiotowej komorze
 Figure 4. a) Ascot cyclic salt chamber used for research in the project, b) view of samples A and B during corrosion tests in the chamber in question



Rys.5. Przykłady bitów T20 stosowanych do wkręcania w płytkę PMMA a) standard b)TiN
 Fig.5. Examples of T20 bits used for screwing into a PMMA plate a) standard b)TiN

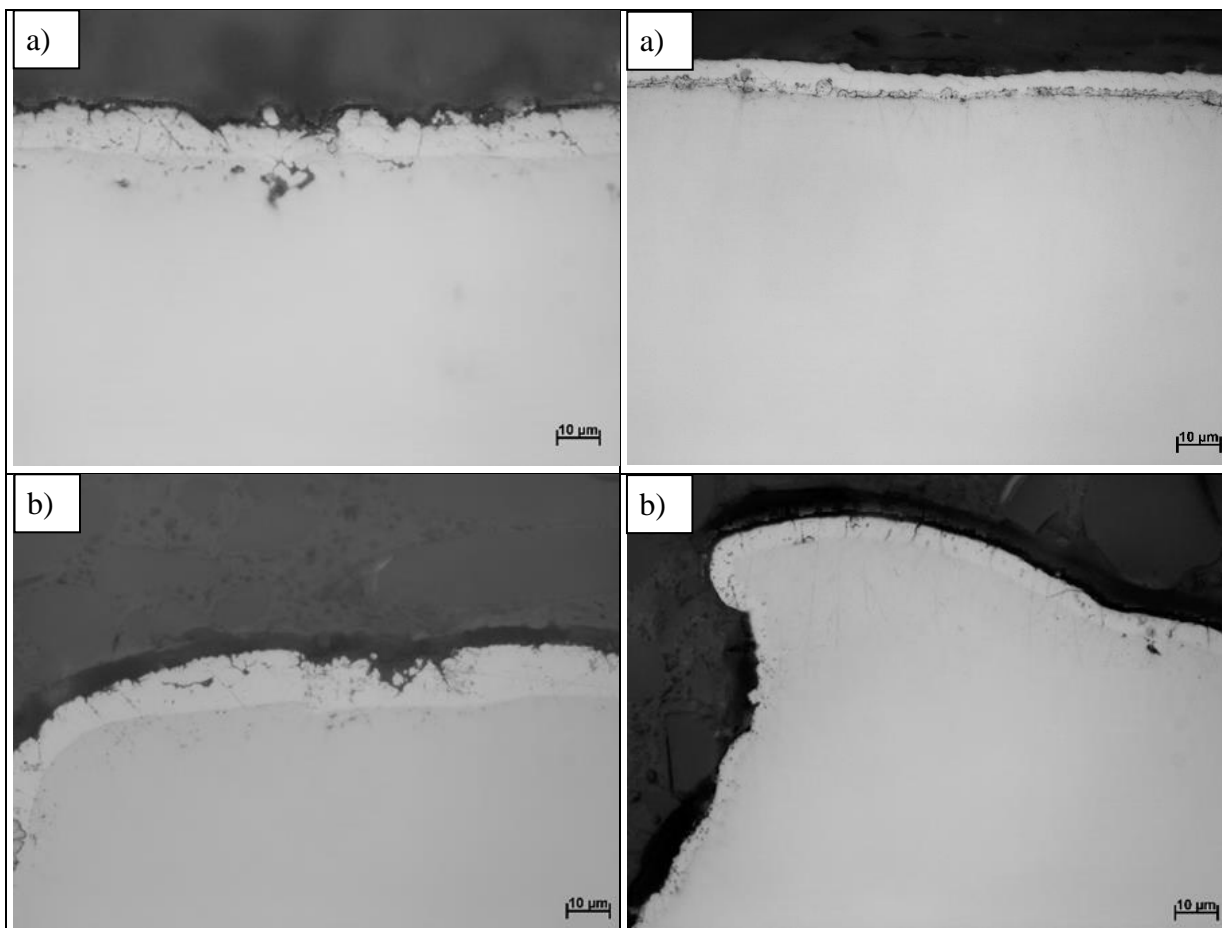
2.4. Badania mikrotwardości powłoki i podłoża

W ramach niniejszej pracy wykonano także badania mikrotwardości powłok ZnNi naniesionych na wkręty A i B oraz badania twardości materiału podłoża z wykorzystaniem twardościomierza Vickersa FUTURE-TECH FM-ARS 9000. Twardości zbadano na zglądach metalograficznych przekrojów wzdłużnych wkrętów A i B.

3. Wyniki badań i ich omówienie

3.1. Wyniki badań struktury i grubości powłok wkrętów A i B przed testami korozyjnymi

Analizując wyniki badań struktury powłok cynkowo niklowych stosowanych na wkrętach typu A i B stwierdzono, że względu na sposób nakładania tychże powłok w koszach zawierających kilka-kilkanaście tysięcy wkrętów jednocześnie uzyskane grubości powłok są mocno zróżnicowane (rys. 7-9). Duży wpływ na grubość powłoki ma także miejsce analizy wkrętu. Największe grubości powłok stwierdzono na łbach wkrętów (strefa z oznaczeniem A, B i C rys. 2). Najmniejsze grubości powłok ujawniono na wierzchołkach gwintów wkrętów, gdzie

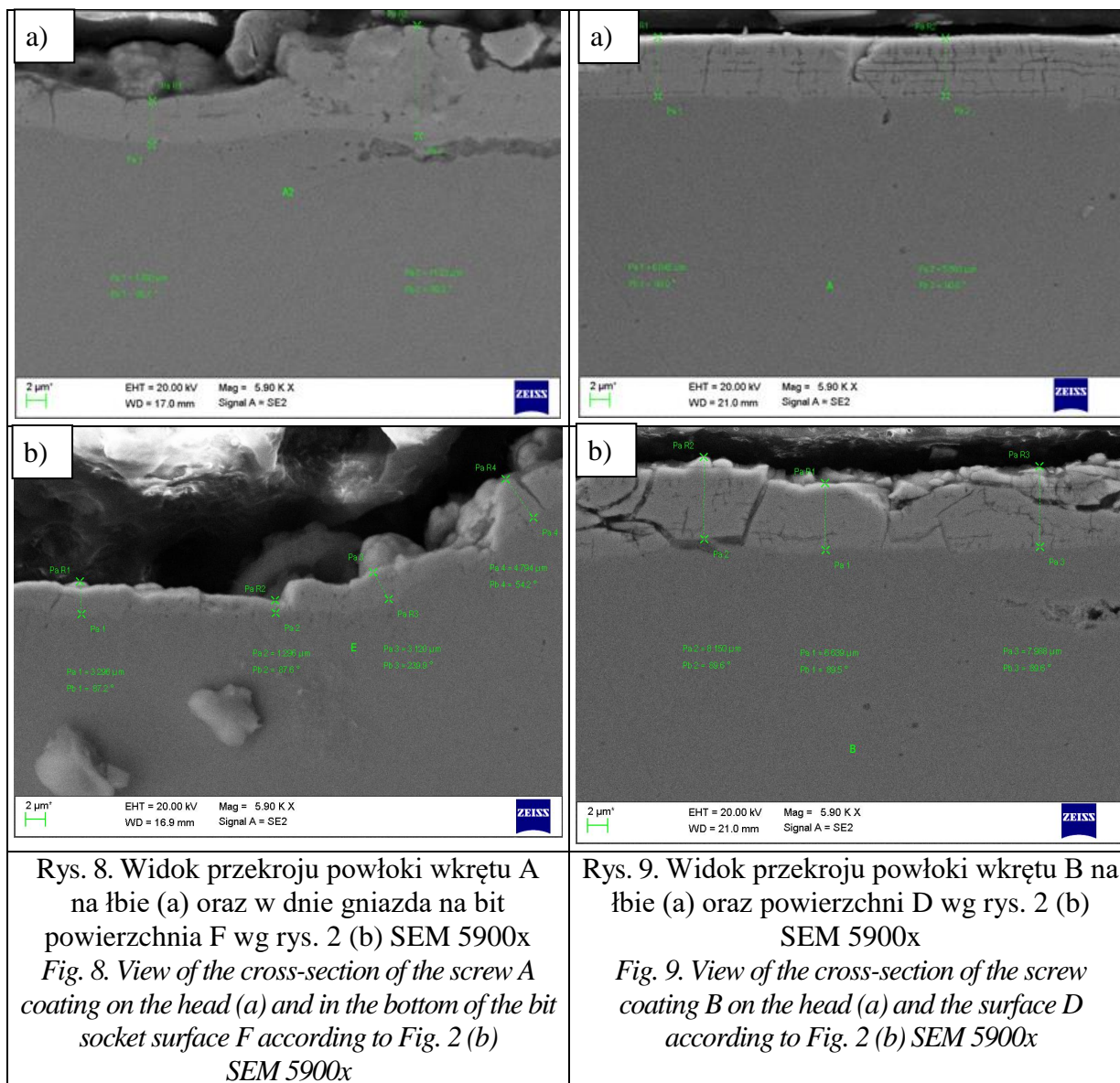


Rys. 6. Widok przekroju powłoki wkrętu A na powierzchni łba (a) oraz na wierzchołku gwintu (b) LM 1000x

Fig. 6. View of the cross-section of the screw A coating on the surface of the head (a) and on the tip of the thread (b) LM 1000x

Rys. 7. Widok przekroju powłoki wkrętu B na powierzchni łba (a) oraz na granicy strefy A i E wg rys. 2 (b) LM 1000x

Fig. 7. View of the cross-section of the screw A coating on the surface of the head (a) and on the border of zones A and E according to Fig. 2 (b) LM 1000x

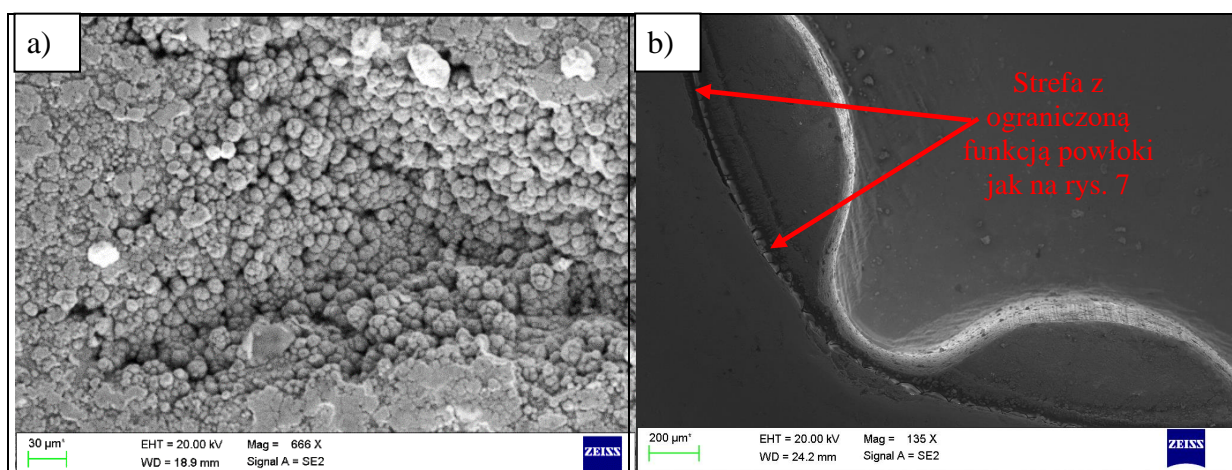


Rys. 8. Widok przekroju powłoki wkrętu A na łbie (a) oraz w dnie gniazda na bit powierzchnia F wg rys. 2 (b) SEM 5900x
 Fig. 8. View of the cross-section of the screw A coating on the head (a) and in the bottom of the bit socket surface F according to Fig. 2 (b) SEM 5900x

Rys. 9. Widok przekroju powłoki wkrętu B na łbie (a) oraz powierzchni D wg rys. 2 (b) SEM 5900x
 Fig. 9. View of the cross-section of the screw coating B on the head (a) and the surface D according to Fig. 2 (b) SEM 5900x

ujawniono wkręty typu A z brakiem powłoki w tym miejscu (strefa oznaczona literą K - rys. 2). Grubość powłoki ZnNi na wkrętach typu A jest silniej zmienna w zależności o analizowanej strefy opisanej na rys. 2. Powłoka na wkrętach A jest o zdecydowanie większej porowatości i mniejszej jednorodności. Zastosowany uszczelniać zdecydowanie poprawił morfologię powierzchni powłoki, niemniej występują nadal miejsca w zagłębieniach powierzchni wkrętów, gdzie powłoka jest silnie rozwinięta przestrzenie o dużej porowatości warstwy wierzchniej (rys. 10a). Oceniając zakres grubości powłoki na wkrętach A można oszacować, że wahają się one od przeważnie od 3-7 µm, niemniej występują miejsca, gdzie powłoka oscyluje w okolicach 1 µm (strefa K, E, F – rys. 2) oraz są miejsca w strefie A i C (rys. 2), gdzie grubość dochodzi do 10 µm. W przypadku wkrętów typu B powłoki są zdecydowanie bardziej jednorodne pod względem grubości w zakresie 6-9 µm. Rzadko grubość powłoki spada poniżej 5 µm, ale biorąc pod uwagę, że wymagania dla tych wkrętów określają minimalną grubość powłoki na 8 µm warunek ten w wielu miejscach nie jest spełniony. Powłoki na wkrętach B mają zdecydowanie mniej rozwiniętą morfologię powierzchni. Niestety

zarówno na wkrętach A i B pojawiają się liczne spękania powłok zmniejszające efektywność ochronny przed korozją. Poza newralgicznymi odsłoniętymi miejscami na wierzchołkach gwintów dla wkrętów A, zmniejszać odporność korozyjną mogą strefy na wkrętach B na granicy powierzchni A i E (rys. 7b, 10b), gdzie ujawniono w kilku przypadkach brak ciągłości powłoki w tym miejscu. Ze względu na ograniczoną objętość publikacji nie ma możliwości zaprezentowania wszystkich aspektów w postaci zdjęć i przykładowych analiz. W ramach badań morfologii powierzchni wykonano także analizę składu chemicznego analizowanych powłok na wkrętach A i B. Powłoki na wkrętach A wykazują w swoim składzie takie pierwiastki jak Zn, Ni oraz Fe oraz Cr, Si i Mo, a także czasem W, co jest dość zaskakujące i być może związane z obróbką wykańczającą powierzchni mającą zmniejszyć rozwinięcie powierzchni tego typu wkrętów. W przypadku analizy składu chemicznego powłok typu B w ich składzie chemicznym dominują Zn, Ni i Fe, z niewielką zawartością Cr, Si oraz Al. Ze względu na brak dostępu do opisu technologii nakładania powłok dla wkrętów A i B wyniki badań składu chemicznego nie mogą być odniesione co do zgodności uzyskanych wyników z oczekiwaniami technologicznymi producenta wkrętów.



Rys. 10. Widok morfologii powierzchni powłoki na łbie wkrętu A (a –SEM 600x) oraz na granicy łba i gniazda na wkręcie B (b- SEM 135x)

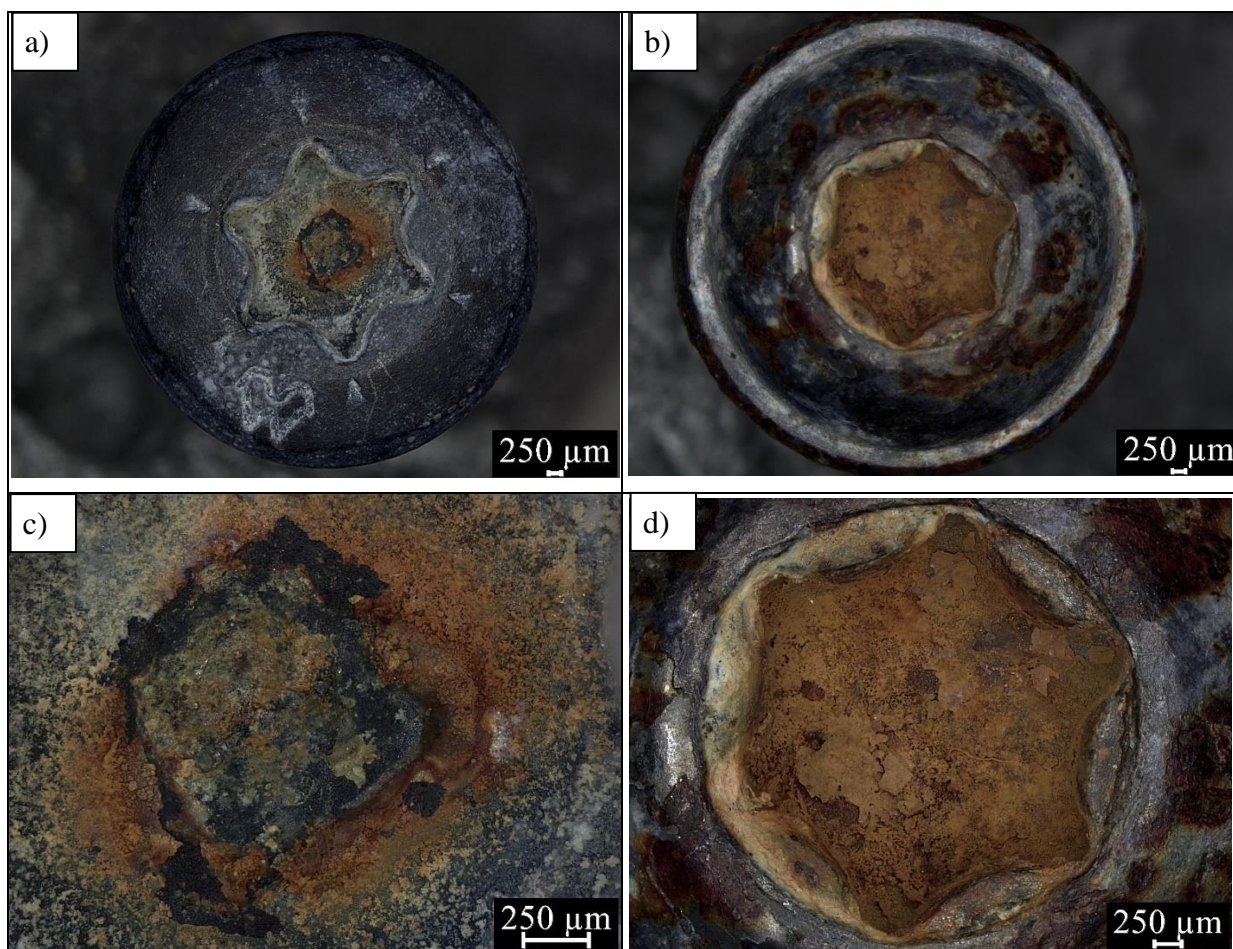
Fig. 10. View of the morphology of the surface of the coating on the screw head A (a - SEM 600x) and on the border between the head and the socket on the screw B (b - SEM 135x)

Przedstawiona powyżej informacja o morfologii, grubości i strukturze powłok ZnNi nakładanych na dwa analizowane typy wkrętów A i B, pozwala lepiej przygotować się do badań korozyjnych i skorelować wyniki badań korozyjnych z posiadaną już wiedzą co do słabych punktów przedmiotowych powłok.

Badania korozyjne wkrętów A i B wykonano dla dwóch wariantów momentów dokręcania wkrętów (standardowy – nominalny stosowany do montażu detalu w przemyśle odpowiednio dla wkrętu A - $1.0\text{Nm} \pm 0.1\text{Nm}$, 250 obr/min, a dla wkrętu B $1.4\text{Nm} \pm 0.2\text{Nm}$, 600 obr/min oraz tzw. maksymalny, co najmniej trzykrotnie przekraczający moment standardowy) a także dla wkrętów nie wkręcanych (bez kontaktu z bitem, włożonych luźno do otworu). Ponadto do wkręcania użyto dwóch różnych bitów. W niniejszej pracy przedstawione zostały wyłącznie aspekty dotyczące podatności na korozję analizowanych wkrętów A i B, bez komentarza odnośnie wpływu momentów wkręcających czy jakości użytego narzędzia, ze względu na ograniczone możliwości publikacyjne. Aspekty te zostaną omówione w kolejnych publikacjach.

Biorąc pod uwagę skalę testu, gdzie w komorze solnej w przygotowanych płytkach umieszczono 102 losowo wybrane wkręty typu A oraz 102 losowe wkręty typu B podjęte badania są wiarygodne statystycznie i pozwalają na rzetelną ocenę odporności korozyjnej powłok ZnNi analizowanych wkrętów A i B z danej partii produkcyjnej po czasie ekspozycji 408, 744, 912 oraz 1080 h.

W pierwszym etapie testu korozyjnego po 408h testu w komorze korozji uległ jeden wkręt A i 5 wkrętów B (rys. 11). W przypadku wkrętu A korozja wystąpiła w dnie gniazda na bit. Przyczyną tej korozji jak ujawniono na przekroju poprzecznym miejsca jej wystąpienia była nieszczelność powłoki i dostanie się czynnika korozyjnego do podłoża i pojawienie się produktów korozji na powierzchni przez mikropęknięcie powłoki. W przypadku wkrętów B charakter uszkodzeń korozyjnych był zróżnicowany. Korozja pojawiała się najczęściej w gniazdach na bit głównie w wyniku utraty szczelności powłoki na pionowej ścianie gniazda i gromadzeniu się produktów korozji na dnie gniazda. Niestety korozja wkrętów B pojawiała się także na powierzchni łba oraz na krawędzi w pobliżu powierzchni C i D (rys. 2), a także na gwincie znajdującym się pod uszczelką, który był zlokalizowany w płytce mocującej.



Rys. 11. Widok wkrętów A i B po 408h w komorze solnej, a, c) wkręt A z widoczną korozją dna gniazda wkrętu (DLM – a) 23x, c) 117x); b,d) wkręt B z widoczną korozją na powierzchni łba oraz gnieździe (DLM b) 25x, d) 117x)

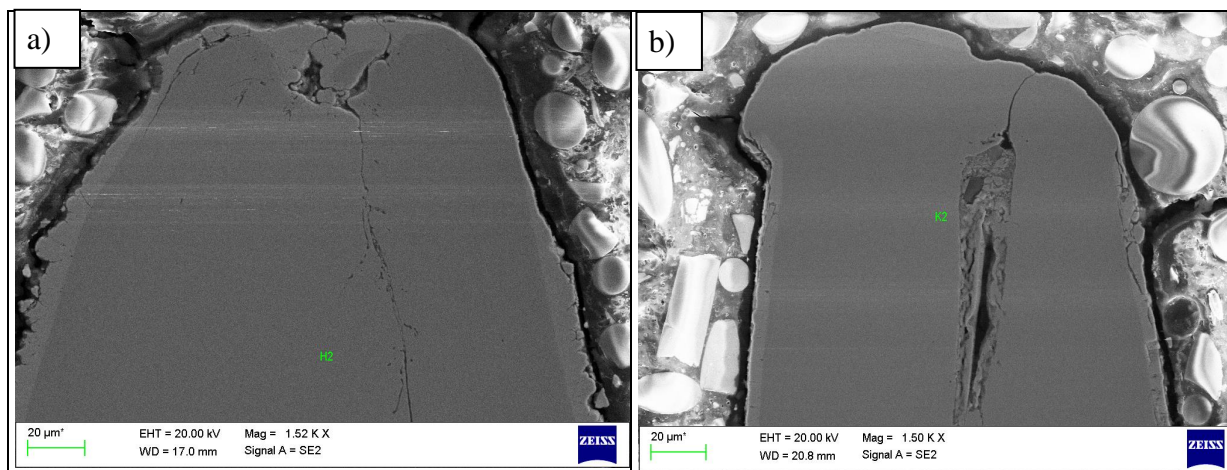
Fig. 11. View of screws A and B after 408h in the salt spray chamber, a, c) screw A with visible corrosion of the bottom of the screw socket (DLM - a) 23x, c) 117x); b,d) screw B with visible corrosion on the surface of the head and the socket (DLM b) 25x, d) 117x)

W kolejnym okresie po 744h testu w komorze ujawniono korozję na jednym wkręcie A w obrębie gwintu w strefie poniżej łba w obszarze płytki plexi oraz w kolejnych 5 wkrętach B gdzie korozja występowała w jednym gnieździe łba oraz w pozostałych 4 na gwincie w różnych jego strefach G, H, K i L.

W trzecim etapie badań korozyjnych po 912h ekspozycji wkrętów w komorze solnej stwierdzono korozję na kolejnych 4 wkrętach A i kolejnych 3 wkrętach B, przy czym intensywność korozji wkrętów B była zdecydowanie większa niż wkrętów A. W przypadku jednej próbki A korozję ujawniono jednocześnie na powierzchni łba, krawędzi łba oraz na gwincie. Pozostałe trzy skorodowane wkręty A to drobne ubytki warstwy uszczelniającej na granicy stref A i E oraz korozja w strefie G lub strefie C i G (rys. 2). W przypadku korozji wkrętów B w jednym z nich rozwinęła się intensywna korozja w gnieździe a w drugim na powierzchni gwintu. W trzecim skorodowanym wkręcie B stwierdzono niewielkie ogniska korozji na krawędzi łba.

W ostatnim okresie kontrolnym kończącym zaplanowany cykl badań korozyjnych po 1080h ekspozycji na solankę ujawniono korozję na 8 wkrętach A oraz 4 wkrętach B. Wszystkie ogniska korozji zostały ujawnione wyłącznie w obszarze gwintu analizowanych wkrętów i były o zróżnicowanym nasileniu. Bardzo często korozja wkrętów A i B rozwijała się w strefie gwintu zanurzonego w plexi i bezpośrednio pod łbem przylegającym do plexi. Jest to typowe dla utraty własności ochronnych powłoki w tych obszarach wkrętów, gdzie jest ograniczony dopływ tlenu zapewniającego regenerację powłoki. Stwierdzono w końcowym etapie badań korozyjnych, że wyraźnie zwiększyła się ilość skorodowanych wkrętów A wobec do tej pory wyraźnej przewagi skorodowanych wkrętów B w poprzednich cyklach inspekcyjnych, czego główną przyczyną była utrata ochronnych własności powłoki w strefie wierzchołków gwintów, które jak ujawniono w czasie badań przekrojów wzdłużnych często są słabo zabezpieczone powłoką ZnNi, a czasem są zupełnie w mikroobszarach pozbawione powłoki.

Ostatecznie można podsumować, że na 102 wkręty podane testom korozyjnym z każdego typu A i B korozję stwierdzono na 14 wkrętach A i 17 wkrętach B. Niestety nie jest to wynik zgodny z oczekiwaniami jakie pokładano w tego typu powłokach nakładanych na wkrętach stalowych. Ta niewielka 3% różnica skorodowanych wkrętów A i B może świadczyć o zbliżonej ich odporności korozyjnej. Niemniej analizując całościowo wszystkie 4 okresy



Rys. 12. Widok przekroju powłoki ZnNi w strefie wierzchołka gwintu (K- rys.2) wkrętu A (a –SEM 1520x) oraz wkrętu B (b- SEM 1500x)

Fig. 12. Cross-sectional view of the ZnNi coating in the area of the thread tip (K-fig. 2) of screw A (a –SEM 1520x) and screw B (b-SEM 1500x)

kontrolne postępów korozji można stwierdzić, że powłoka próbki A pozwala na zdecydowanie lepszą ochronę wkrętów przed korozją. Zdecydowanie największy udział w korozji wkrętów A ma korozja powierzchni gwintu. Zwiększona odporność korozyjna wkrętów A w stosunku do B jest wyraźnie widoczna do okresu ekspozycji w komorze do 744h. Po przekroczeniu tego okresu korozja szybciej postępuje na powierzchni wkrętów A i to właściwie tylko na powierzchni gwintu. Widać wyraźnie, że korozja w gniazdach wkrętów A jest sporadyczna (ok. 1%). W przypadku wkrętów B zdecydowanie częściej i silniej koroduje powierzchnia łba lub gniazdo bitu. Pozwala to ocenić powłokę kompleksową uzyskaną na wkrętach A jak zadawalającą dla ochrony przed korozją gniazda i łba wkrętu. Powłoka B pomimo większej średniej grubości i lepszej jednorodności w krótszych okresach czasu testowego jest mniej odporna na korozję. Zyskuje przewagę dopiero w dłuższych czasach ekspozycji.

4. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Na podstawie uzyskanych wyników badań dla wkrętów A i B zaprezentowanych w niniejszej pracy oraz całościowej ich analizy można wyciągnąć następujące wnioski:

- powłoki ZnNi na wkrętach A i B są generalnie szczelne o zróżnicowanej grubości od 1,5 do 10 μm w zależności od analizowanej powierzchni, najmniejsze grubości powłok stwierdzono w gniazdach i na gwintach, z kolei najgrubsze powłoki występują na powierzchni łba wkrętu;
- Powłoki ZnNi na wkrętach B są lepszej jakości i o większej grubości niż powłoki na wkrętach A, co jednak nie przekłada się na lepszą odporność korozyjną do czasu 744h ekspozycji. Dopiero po przekroczeniu 744h testów korozyjnych wkręty B zaczynają zdobywać przewagę w odporności korozyjnej;
- Badania szczegółowe z wykorzystaniem SEM i spektrometru składu chemicznego EDS potwierdzają trójwarstwową powłokę wkrętu A i dwuwarstwową wkrętów B;
- Inicjacja korozji w gniazdach wkrętów jest spowodowana przede wszystkim zmniejszoną grubością powłok ochronnych w tych obszarach;
- Średnia twardość powłok ZnNi w obu badanych typach wkrętów wynosi 219 $\text{HV}_{0,005}$, natomiast twardość rdzenia wkrętów A wynosi 365 HV_1 , a wkrętów B ok. 308 HV_1 ;
- Bity nie powodują istotnego dla odporności korozyjnej uszkodzenia powłoki w gniazdach wkrętów i to bez względu na moment z jakim jest on wkręcany;
- Odporność korozyjna powłok ZnNi jest bardzo wysoka i przekracza 1000h w teście zgodnym z PN-EN ISO 9227, przy czym czarne wkręty A z powłoką uszczelniającą wykazują zdecydowanie większą odporność w przyspieszonych testach korozyjnych, niż wkręty B tylko z warstwą pasywną;

Literatura:

1. M. Moshtaghi, M. Safyari, G. Mori, Hydrogen absorption rate and hydrogen diffusion in a ferritic steel coated with a micro- or nanostructured ZnNi coating, *Electrochemistry Communications*, Volume 134, January 2022;
2. K. R. Sriraman, S. Brahim, J. A. Szpunar, J. H. Osborne, S. Yue, Characterization of corrosion resistance of electrodeposited Zn-Ni Zn and Cd coatings, *Electrochimica Acta*, Volume 105, 30 August 2013, Pages 314-323;
3. B. Abedini, N. P. Ahmadi, S. Yazdani, L. Magagnin, Structure and corrosion behavior of Zn-Ni-Mn/Zn-Ni layered alloy coatings electrodeposited under various potential regimes, *Surface and Coatings Technology*, Volume 372, August 2019, Pages 260-267;
4. Euro-Met, „Rodzaje powłok ochronnych,” Euro-Met, [Online]. Available: <https://euro-met.pl/informator/item/rodzaje-powlok-ochronnych-2>. [Data uzyskania dostępu: 15 Grudzień 2022].

Struktury i własności wybranych powłok galwanicznych i chemicznych na podłożu stalowym

W. Cieślak^b, K. Gudowski^a, J. Jabłoński^a, E. Lewandowska^a, S. Sacha^b, A. Suliga^a, M. Kciuk^c, J. Mazurkiewicz^c

Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych^c, Studenci Kierunku Automatyka i Robotyka^a oraz Kierunku Zarządzanie i Inżynieria Produkcji^b
email: janusz.mazurkiewicz@polsl.pl

Streszczenie: W niniejszej pracy przedstawiono fragmenty wyników badań dotyczących analizy struktury i odporności korozyjnej powłok galwanicznych nakładanych na blachy stalowe stosowane w wyrobach elektrotechnicznych i dekoracyjnych. Badania zrealizowano i sfinansowano w ramach konkursu PBL (Project Base Learning) w ramach Inicjatywa Doskonałości- Uczelnia Badawcza (IDUB) Politechnika Śląska o numerze 08/IDUB/2019/94 realizowany w okresie od października 2022 do lutego 2023 pt.: „Porównanie odporności na korozję specjalistycznych powłok galwanicznych w zależności od zastosowanych procesów technologicznych ich nakładania”. W ramach w/w projektu PBL przedstawiono wyniki badań powłok galwanicznych nałożonych na podłoże stalowe: Powłoka Ni₅, Cu₃Ni₂₋₅, Ni₃Ag₁₀, Ni₃Ag_{0,2}Rh_{0,5} i Sn₁₀ oraz powłokę niklu nakładanego w procesie chemicznym Ni₂₋₅. Analizowane powłoki są stosowane głównie jako powłoki dekoracyjne stosowane m.in. w przemyśle motoryzacyjnym, maszynowym lub AGD, natomiast powłoki Ni₃Ag₁₀ oraz Sn₁₀ wykorzystywane są w elektrotechnice i energetyce dla poprawy przewodności powierzchniowej elementów instalacji i sieci elektrycznych w tym wysokonapięciowych. Uzyskane wyniki badań pozwoliły ocenić na ile zakładane grubości powłok spełniły przyjęte założenia projektowe oraz na ile są one stabilne wymiarowo. Dokonano w niniejszej pracy analizę składu chemicznego analizowanych powłok, w tym na ich przekroju poprzecznym oraz występowania wad na granicy podłoże-powłoka lub warstwa A-warstwa B powłoki w przypadku powłok z podwarstwą. Analizowane powłoki poddano także badaniom korozyjnym w komorze solnej w celu oceny odporności na agresywne warunki środowiskowe. Ponadto w artykule przedstawiono także wyniki badań twardości w/w powłok. W przedmiotowym artykule przedstawiono szczegółowo wyniki badań dla powłoki Ni₅ uzyskanej w procesie galwanicznym. Wyniki dla pozostałych powłok zostaną przedstawione w kolejnych publikacjach.

Abstract: This paper presents excerpts from the results of research on the analysis of the structure and corrosion resistance of electroplated coatings applied to steel sheets used in electrotechnical and decorative products. The research was carried out and financed within the framework of the PBL (Project Base Learning) competition within the Initiative of Excellence - Research University (IDUB) Silesian University of Technology with the number 08/IDUB/2019/94 implemented in the period from October 2022 to February 2023 entitled: "Comparison of corrosion resistance of specialized electroplating coatings depending on the technological processes used for their application". Within the framework of the

aforementioned PBL project, the results of tests of electroplating coatings applied to steel substrates were presented: Ni5, Cu3Ni2-5, Ni3Ag10, Ni3Ag0.2Rh0.5 and Sn10 coating, as well as Ni2-5 chemical process-applied nickel coating. The analyzed coatings are mainly used as decorative coatings applied, among others, in the automotive, machinery or household appliance industries, while Ni3Ag10 and Sn10 coatings are used in electrical engineering and power engineering to improve the surface conductivity of components of electrical installations and networks, including high-voltage ones. The results of the study made it possible to assess how well the assumed thicknesses of the coatings met the design assumptions and how dimensionally stable they are. An analysis of the chemical composition of the analyzed coatings, including on their cross-sectional area and the occurrence of defects at the substrate-coating interface or the coating's A-layer B-layer in the case of coatings with a sub-layer, was carried out in this work. The analyzed coatings were also subjected to corrosion tests in a salt chamber to assess resistance to aggressive environmental conditions. In addition, the article also presents the results of hardness tests of the aforementioned coatings. This article presents in detail the test results for the Ni5 coating obtained by the electroplating process. The results for the other coatings will be presented in future publications.

Słowa kluczowe: powłoki galwaniczne, powłoki elektrotechniczne, powłoki niklowe, przewodność elektryczna powłok, odporność korozyjna powłok galwanicznych, badanie grubości powłok galwanicznych;

1. WSTĘP

Stal posiada wartość $-0.44V$ w szeregu napięciowym metali, a nikiel $-0.24V$. Nikiel jest powłoką na stali poprawiającą istotnie odporność na korozję i jest jednocześnie metalem bardziej odpornym na korozję niż stal. Nikiel w kontakcie elektrochemicznym w stosunku do podłoża zareaguje jako katoda. Powłoka niklowa posiada zdolność pokrywania się pasywną, tlenkową warstwą, dzięki czemu nie rozpuszcza się ona w alkaliach i większości rozcieńczonych kwasów (pasywuje w stężonym HNO_3 , a w rozcieńczonym się reaguje gwałtownie). Jest to metal nietoksyczny dla organizmów żywych, dlatego jego szerokie zastosowanie w otoczeniu człowieka, ale w ostatnich latach silnie zwraca się uwagę na jego właściwości związane z reakcjami uczuleniowymi w kontakcie ze skórą. Ze względu na często spotykane alergie na nikiel powłoki tego typu, nie stosuje się lub mocno ogranicza ich zastosowanie w bezpośrednim kontakcie z ludzką skórą. Powłoki niklowe nakłada się również jako bazę pod inne powłoki, szczególnie w procesie chromowania. Chromowanie zabezpiecza materiał dodatkowo, ponieważ chrom posiada lepsze właściwości antykorozyjne, a także większą wytrzymałość na uszkodzenia mechaniczne oraz przebarwienia. Powłoki niklowe na stali, aby zwiększyć ich przyczepność do podłoża nakłada się najczęściej na podwarstwę miedzi. Nikiel często jest stosowany jako katalizator różnych procesów chemicznych w technologiach wytwarzania, w tym także w przemyśle spożywczym.

W procesie nakładania powłok niklowych szczególnie ważny jest dobór odpowiedniego elektrolitu i natężenia prądu, a także czas trwania procesu i utrzymanie odpowiedniej temperatury roztworu podczas nakładania tego typu powłok. Co najważniejsze powłoka niklowa, aby spełniać jak najlepiej swoje funkcje, powinna być szczelna, nie powinna posiadać pęknięć, rys, porów i naprężeń własnych. W przypadku ich wystąpienia, może pojawić się korozja wżerowa, sięgająca często głęboko wewnątrz materiału podłoża. Tak więc badania

morfologii powłok niklowych muszą potwierdzić ich szczelność, aby zapewnić dobrą odporność korozyjną.

Powłoka niklowa nakładana galwanicznie charakteryzuje się następującymi zaletami:

- doskonale zmniejsza chropowatość powierzchni nawet przy niewielkiej grubości;
- wyróżniający się bardzo dobry połysk nawet przy małych grubościach;
- doskonała wgłębność mająca wpływ na lepszą odporność korozyjną pokrycia dzięki grubszej powłoce w obszarach małej gęstości prądu;
 - bardzo dobra ciągliwość i połysk zapewniają doskonałą jakość pokrywanych odlewów i wtrysków z tworzywa ABS;
- aktywna powierzchnia niklu zapewniająca doskonałą bazę dla powłok chromowych;
- bardzo mało produktów rozpadu dodatków, dzięki czemu wydłuża się czas życia kąpeli galwanicznej;
- wszystkie dodatki do kąpeli są wolne od formaliny;
- kąpiel galwaniczna może pracować w systemie regeneracji ciągłej;

2. METODYKA BADAŃ

2.1. Materiał do badań

Materiał do badań stanowi powłoka niklu galwanicznego nakładana w komercyjnym procesie przemysłowym. Założono, że uzyskana grubość powłoki niklu nie powinna być mniejsza niż 5 μm . Jako materiał podłoża zastosowano blachy stalowe z gatunku DX51 o grubości 1 mm. Szczegóły dotyczące stosowanej kąpeli galwanicznej i parametrów procesu nakładania powłok zamieszczono poniżej w tablicy 1 i 2.

Tab. 1. Informacje o stanowisku do niklowania galwanicznego

Tab. 1. Information about the stand for galvanic nickel plating

Anody	Z czystego niklu walcowanego, elektrolitycznego lub kształtki z niklu S (INCO) w koszach anodowych z tytanu. Konieczne stosowanie worków anodowych.
Wanny	Ze stali konstrukcyjnej z wykładziną gumową, z PVC lub PVC wzmocnianego poliestrem.
Grzanie	Grzałki porcelanowe, z twardego szkła lub PTFE. Wymienniki ciepła grafitowe lub tytanowe.
Mieszanie powietrzem / mechaniczne Mieszanie mechaniczne Mieszanie powietrzem	Wymagane mieszanie mechaniczne i/lub powietrzem. Długość skoku Ilość cykli /min Poziome 100 mm 20–25 (4-5 m/min) Pionowe 60 mm 25–30 (3-4 m/min) Wymagana ilość powietrza wynosi 12 - 20 m ³ /h na metr długości szyny katodowej. Należy stosować dmuchawy a nie powietrze z kompresora, które zawiera oleje lub inne zanieczyszczenia groźne dla kąpeli. Korzystne jest stosowanie poruszania szyny katodowej tak, by wszystkie detale na zawieszkach były opływane przez powietrze.

Filtracja	Wymagana ciągła, z wydajnością, co najmniej 2÷3 objętości kąpieli na godzinę, przekładki 5 µm.
Obsadzanie filtra	Celuloza filtracyjna
Wyciąg	Przy mieszaniu powietrzem konieczny; przy mieszaniu mechanicznym zalecany

Tab. 2. Parametry robocze w czasie nakładania powłok niklowych na stali w niniejszej pracy
 Tab. 2. Operating parameters during the application of nickel coatings on steel in this work

Temperatura	55 °C (50 - 60 °C)			
PH	Mierzone pH-metrem: 4.4 (4.0 - 4.6) Papierkiem wskaźnik. (zakres 3.9 - 6.0) : 4.6 (4.2 - 4.8)			
Gęstość	1.19 g/cm ³ przy 20 °C			
Gęstości prądowe	Katodowa: 4 A/dm ² (1 - 6 A/dm ²) anodowa: max. 2.5 A/dm ²			
Wydajność prądowa	95 - 98 %			
Szybkość osadzania	1 µm Ni w ciągu 1.1 min przy 4 A/dm ²			
Napięcie	4 - 6 V			
Sporządzenie 100 l kąpieli	Mieszanie mechaniczne		Mieszanie powietrzem	
	Litry	Kg	Litry	Kg
Siarczan niku (NiSO₄ □ 6H₂O)	27.5		27.5	
Chlorek niku (NiCl₂ □ 6H₂O)	5.0		5.0	
Kwas borowy	4.5		4.5	
Brightener Super Max (wybłyszczacz)	0.1	ok. 0.1	0.1	ok. 0.1
Brightness Correction Solution (nośnik polysku)	1.2	ok. 1.4	1.2	ok. 1.4
Ni-M (zwilżacz–przy mieszaniu mechanicznym)	0.1	ok. 0.1	---	---
NPA (zwilżacz–przy mieszaniu powietrzem)	---	---	0.3	ok.0.3

PH kąpieli można korygować przy pomocy kwasu siarkowego (roztwór 10 % obj.) lub w przypadku niedoboru jonów chlorkowych – przy pomocy kwasu solnego (rozcieńczonego w stos. 1:1). Zalecane jest stosownie jednej lub dwóch płuczek odzyskowych. Płuczki powinny mieć pH ok. 4,2 i być okresowo filtrowane filtrem z węglem aktywnym. Poziom kąpieli obniżający się w wyniku odparowania należy uzupełniać wodą dejonizowaną. Jednocześnie zaleca się okresowe lub ciągłe usuwanie zanieczyszczeń metalicznych z kąpieli elektrolitycznie, małym prądem 0.05 - 0.3 A/dm² (powierzchnia katodowa powinna być jak największa). Mieszanie w czasie tej operacji powinno być włączone, gdyż zwiększa jej efektywność.

W celu obniżenia poziomu zanieczyszczeń organicznych (produktów rozpadu dodatków i wnoszonych z poprzednich kąpiei przygotowawczych) zaleca się okresową (co około 1500 Ah /l) regenerację przy pomocy węgla aktywowanego. Wydłużenie okresów między regeneracyjnymi można osiągnąć przez zastosowanie ciągłej obróbki kąpiei przy pomocy granulowanego węgla aktywowanego (ok. 4 g na 100 l kąpiei) dodawanego do filtra, lub przez zastosowanie wkładów filtracyjnych z węglem aktywowanym. Zwiększa się przy tym nieco zużycie zwilżacza. Zanieczyszczenia obcą organiką np. zwilżaczami z odłuszczenia detali lub inhibitorami trawienia usuwa się utleniając je 0,5 – 1 ml / l 30% nadtlenu wodoru (perhydrołu). Przed dodaniem do wanny perhydrołu należy rozcieńczyć go 1: 10. Jeżeli takie oczyszczenie ma za zadanie usunięcie żelaza należy podnieść pH do 5.0 i odfiltrować wodorotlenek żelaza. Niekiedy szczególnie latem konieczne jest dodanie 0,2 g/l 40% roztworu formaliny, czego należy unikać, jeżeli tylko jest to możliwe. Dotyczy to układów z zamkniętym obiegiem wody lub z wieloma płuczkami odzyskowymi.

2.2. Badania morfologii, badania grubości i składu chemicznego powłok

W celu oceny grubości i szczelności analizowanych powłok naniesionych na stalowe podłoże wykonano zglądy metalograficzne z przekrojów poprzecznych do badań na mikroskopie świetlnym i elektronowym. Następnie zglądy te obserwowano w polu jasnym na mikroskopie metalograficznym AxioObserver firmy Zeiss. Zdjęcia wykonano przy powiększeniach 5, 20, 50 i 100x. W czasie w/w badań wykonano pomiary grubości naniesionej powłoki (warstw powłoki). Wykonano również badania strukturalne i składu chemicznego w mikroobszarach w skaningowym mikroskopie elektronowym SUPRA 35 firmy ZEISS przy napięciu przyspieszającym 20kV. Do badań składu chemicznego mikroobszarów powłok wykorzystano detektor EDS firmy Thermo Scientific. Wykonano także badania powierzchni naniesionych powłok na mikroskopie świetlnym cyfrowym Leica DVM6 oraz mikroskopie stereoskopowym Discovery V20 firmy Zeiss.

2.3. Badania korozyjne z wykorzystaniem komory solnej




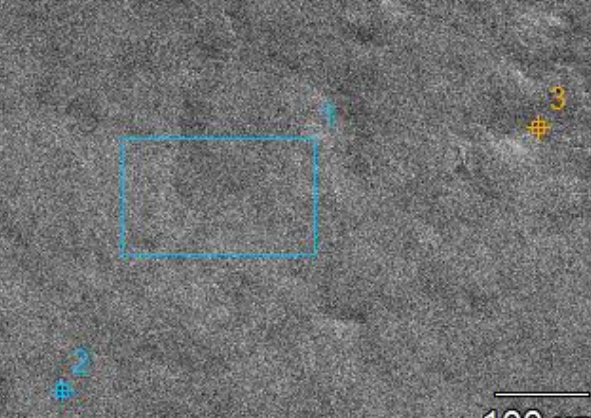
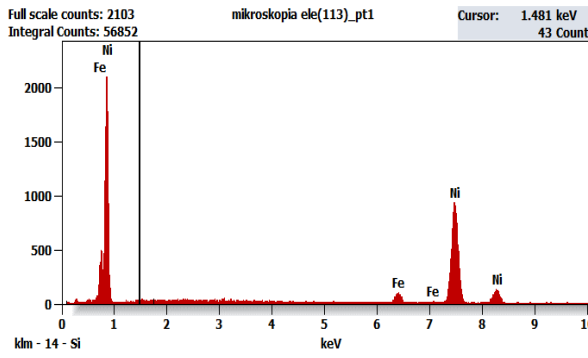
W ramach pracy wykonano badania korozyjne w cyklicznej komorze solnej CC450iP firmy Ascott. Próbkę umieszczono w uchwytach PVC pod kątem 75%. Inspekcję postępów korozyjnych analizowanych próbek umieszczonych w komorze solnej wykonywano co 24h. Przy każdej inspekcji próbki suszono i fotografowano postępy rozwoju korozyjnych. Próbkę po badaniach korozyjnych w/w okresach czasowych zostały poddane badaniom powierzchni na mikroskopie cyfrowym oraz w skaningowym mikroskopie elektronowym (SEM) oraz badaniom przekrojów na mikroskopie świetlnym.

2.4. Badania mikrotwardości powłoki i podłoża

W pracy wykonano także badania mikrotwardości analizowanych powłok oraz badania twardości materiału podłoża z wykorzystaniem twardościomierza Vickersa FUTURE-TECH FM-ARS 9000. Twardości zbadano na zglądach metalograficznych przekrojów powłok. Pomiary wykonano dla powłok o grubości co najmniej 2 µm,

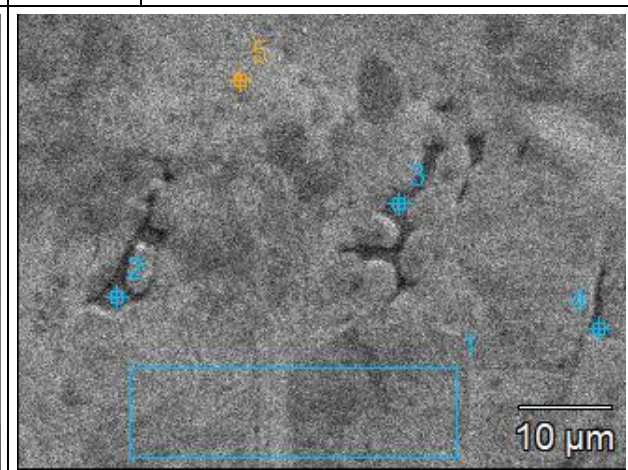
3. WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Analizując uzyskane wyniki badań prezentowane na rys. 1-9 można stwierdzić, że nałożone w procesie przemysłowym u partnera projektu PBL powłoki niklowe na stali charakteryzują się metalicznym srebrnym połyskiem, o niskiej chropowatości. W badaniach

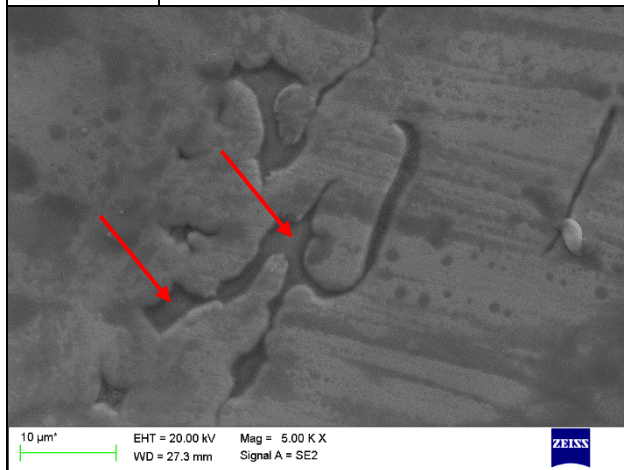
Rys. 1	Widok próbki stalowej z powłoką galwaniczną Ni5 - awers makro <i>View of a steel sample with Ni5 galvanic coating - obverse macro</i>	Rys. 2	Widok próbki stalowej z powłoką galwaniczną Ni5 - rewers makro makro <i>View of a steel sample with Ni5 galvanic coating - reverse macro</i>																												
																															
Rys. 3	Morfologia powierzchni powłoki galwanicznej Ni5 na stali -- SEM pow.500x <i>Surface morphology of the Ni5 galvanic coating on steel</i>	Rys. 4	Morfologia powierzchni powłoki galwanicznej Ni5 na stali z zaznaczonymi mikroobszarami badania składu chemicznego - SEM pow.500x <i>Surface morphology of the Ni5 galvanic coating on steel with marked micro-areas of chemical composition examination</i>																												
																															
Rys. 5	Wykres energii promieniowania rentgeno-wskiego EDS – mikroobszar 1 na rys. 4 <i>EDS X-ray energy diagram - microarea 1 in Fig. 4</i>	Tab. 1.	Skład chemiczny (masowo) w mikroobszarach zaznaczonych na rys. 4 <i>Chemical composition (by mass) in the micro-areas marked in Fig. 4</i>																												
		<table border="1" data-bbox="762 1619 1355 1872"> <thead> <tr> <th>% mas.</th> <th>Ni</th> <th>Fe</th> <th>Si</th> <th>K</th> <th>S</th> <th>Al</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>95,5</td> <td>4,5</td> <td>-</td> <td>-</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>90,8</td> <td>4,5</td> <td>1,1</td> <td>0,9</td> <td>0,8</td> <td>1,0</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>93,0</td> <td>3,8</td> <td>0</td> <td>0,9</td> <td>1,4</td> <td>0</td> </tr> </tbody> </table>		% mas.	Ni	Fe	Si	K	S	Al	1	95,5	4,5	-	-	-	-	2	90,8	4,5	1,1	0,9	0,8	1,0	3	93,0	3,8	0	0,9	1,4	0
% mas.	Ni	Fe	Si	K	S	Al																									
1	95,5	4,5	-	-	-	-																									
2	90,8	4,5	1,1	0,9	0,8	1,0																									
3	93,0	3,8	0	0,9	1,4	0																									

Rys. 6 Morfologia powierzchni powłoki galwanicznej Ni5 na stali -- SEM pow.5000x
Surface morphology of Ni5 galvanic coating on steel

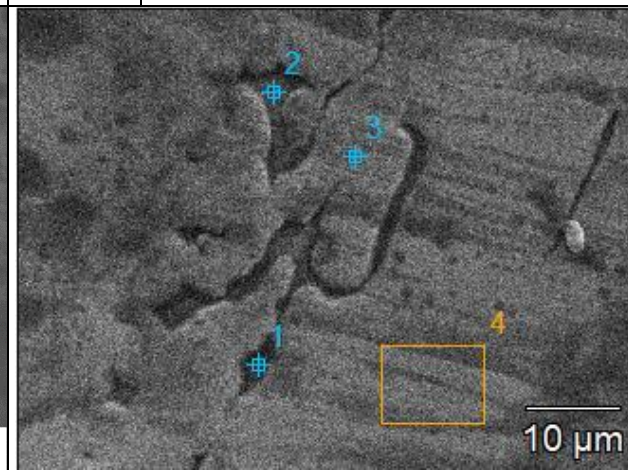
Rys. 7 Morfologia powierzchni powłoki galwanicznej Ni5 na stali z zaznaczonymi mikroobszarami badania składu chemicznego - SEM pow.5000x
Surface morphology of the Ni5 galvanic coating on steel with marked micro-areas of chemical composition examination



Rys. 8 Morfologia powierzchni powłoki galwanicznej Ni5 na stali SEM pow.5000x
Surface morphology of Ni5 galvanic coating on steel



Rys. 9 Morfologia powierzchni powłoki galwanicznej Ni5 na stali z zaznaczonymi mikroobszarami badania składu chemicznego - SEM pow.5000x
Surface morphology of the Ni5 galvanic coating on steel with marked micro-areas of chemical composition examination



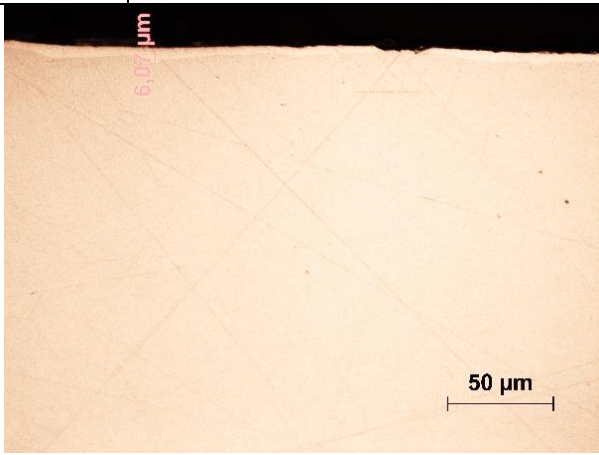
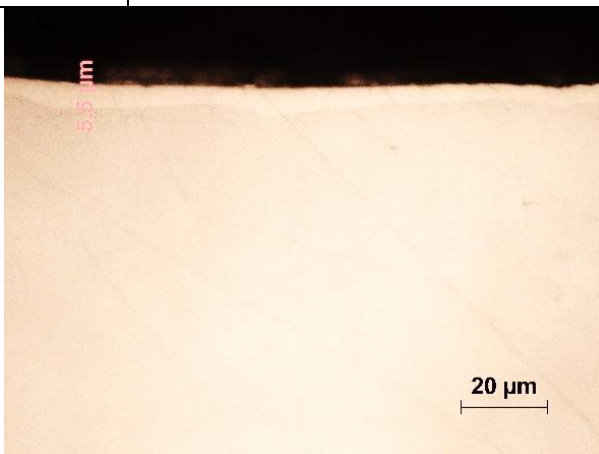
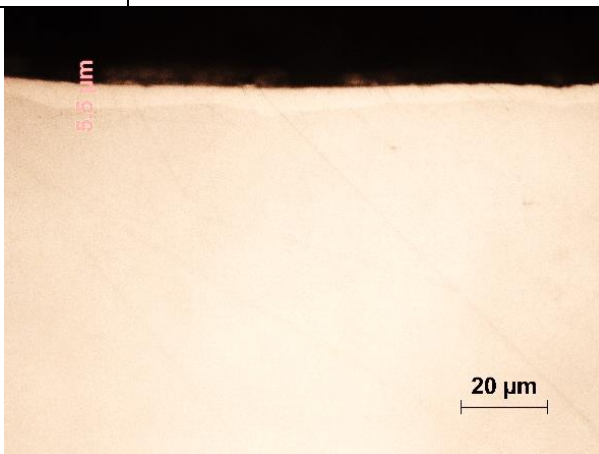
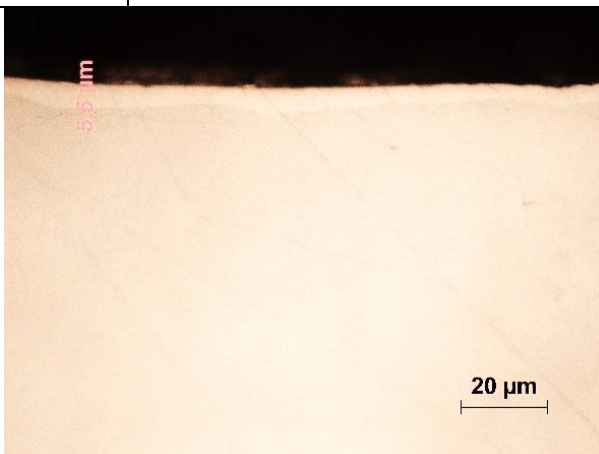
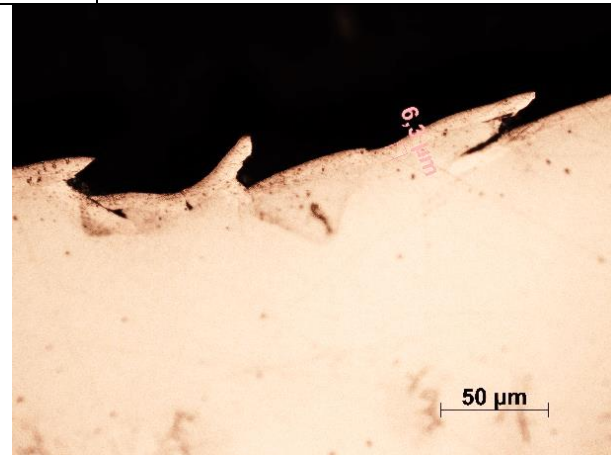
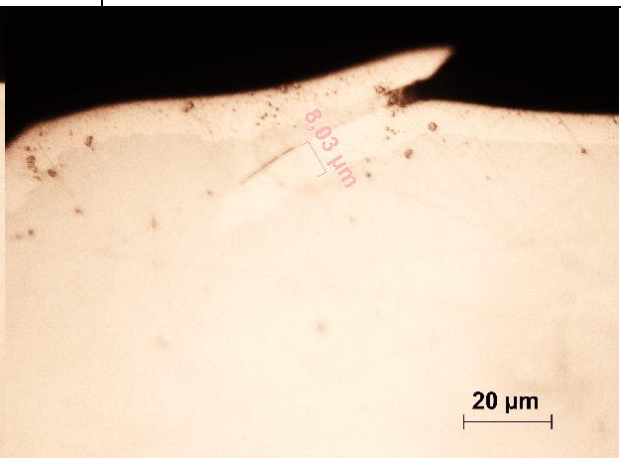
Tab. 2. Skład chemiczny (masowo) w mikroobszarach zaznaczonych na rys. 7
Chemical composition (by mass) in the micro-areas marked in Fig. 7

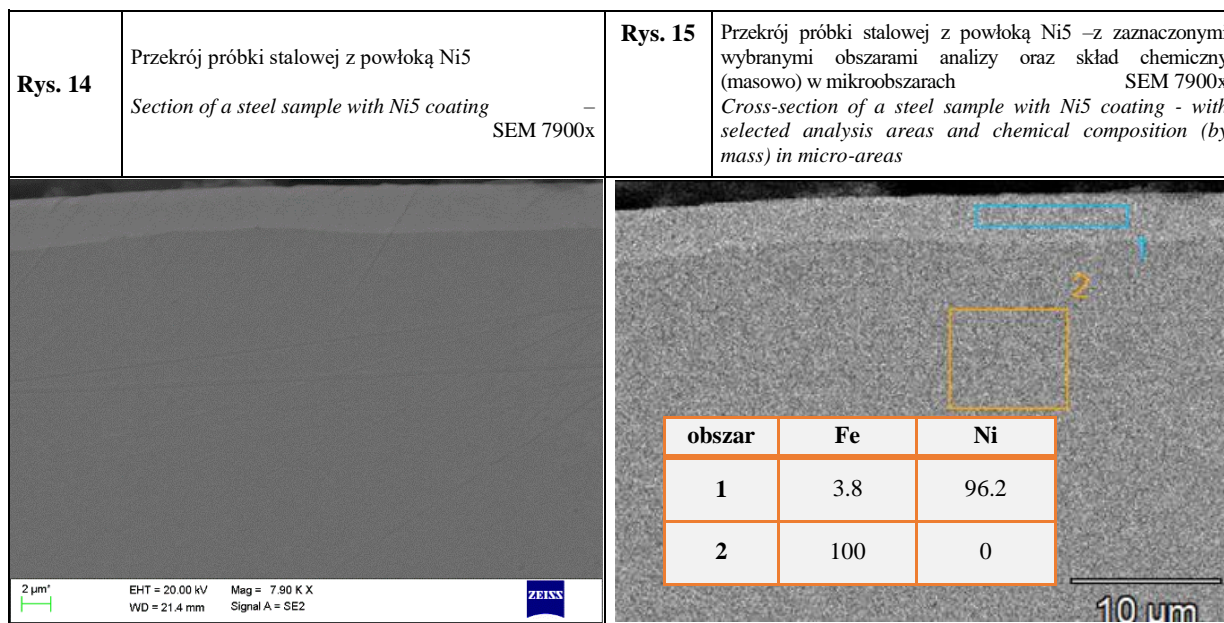
% mas.	Ni	Fe	S
1	95,2	4,8	-
2	93,1	6,5	0,4
3	94,1	5,6	0,2
4	93,5	6,1	0,4
5	95,5	4,4	0,1

Tab. 3. Skład chemiczny (masowo) w mikroobszarach zaznaczonych na rys. 9
Chemical composition (by mass) in the micro-areas marked in Fig. 9


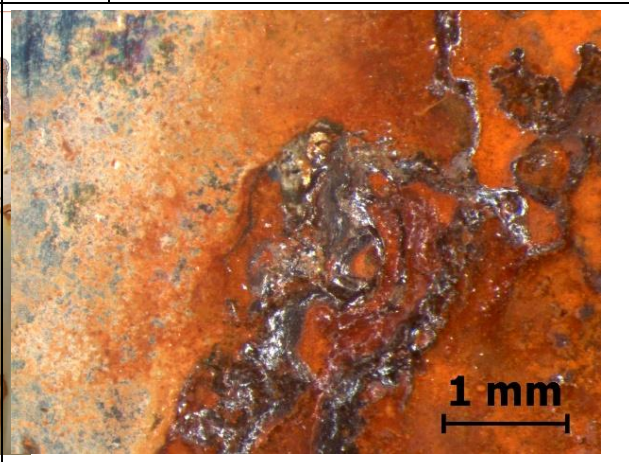
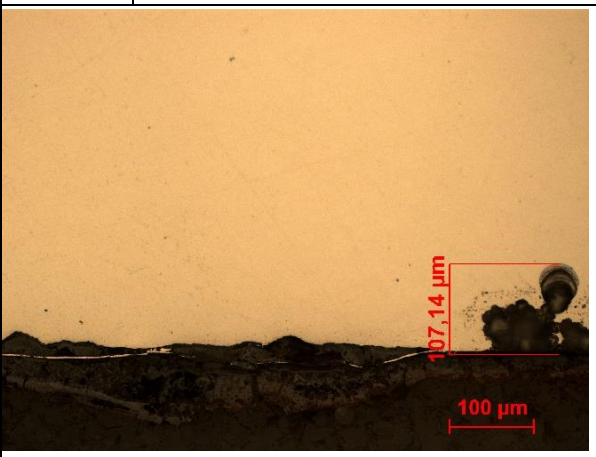
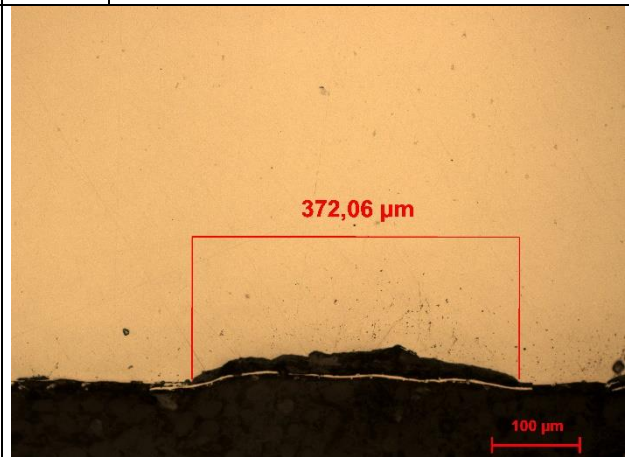
% mas.	Ni	Fe	S	Al
1	92,9	6,2	0,5	0,4
2	93,5	6,2	0,3	-
3	94,5	5,5	0,0	-
4	95,3	4,6	0,1	-

makroskopowych nie są widoczne jakiegokolwiek wady powłoki czy nieciągłości powłoki. Dopiero przy powiększeniach powyżej 1000x w czasie badań morfologii powierzchni powłok w SEM ujawniono charakterystyczne wady w postaci charakterystycznych pętli wskazanych na rys. 6 i 8 strzałkami, świadczących o nie zakończonej budowie wierzchniej warstwy powłoki. Sprawdzone składowanie chemiczne mikroobszarów z wyraźnie nie zakończoną budową powłoki i potwierdzono, że w analizowanych miejscach powłoka nie wykazuje dostępu do stalowego podłoża, a skład chemiczny w mikroobszarach o zaburzonej morfologii jest zbliżony do obszarów o prawidłowej morfologii. Analiza powierzchniowa składu chemicznego powłok Ni5 wykazuje dominującą zawartość niklu (ok. 95%) oraz żelaza, które stanowi składnik stopowy powłoki. W nielicznych miejscach ujawniono zawartość siarki i aluminium na poziomie poniżej 0,5% co biorąc pod uwagę rozdzielczość metody EDS można pominąć w analizie. Oba pierwiastki pochodzą prawdopodobnie z końcowych etapów procesu galwanicznego nakładania powłok, a morfologia w obszarze wad utrudnia ich dobre wypłukanie. Wyniki badań grubości powłok Ni5 na mikroskopie świetlnym (rys. 10-13) oraz skaningowym (rys. 14-15) pozwalają stwierdzić, że powłoka przeważnie przekracza zakładaną grubość 5 μm . Grubość powłoki jest

Rys. 10 Przekrój próbki stalowej z powłoką Ni5 <i>Section of a steel sample with Ni5 coating</i> LM.500x		Rys. 11	Przekrój próbki stalowej z powłoką Ni5- w miejscu zgięcia o 90° - wewnątrz LM.500x <i>Cross-section of a steel sample with Ni5- coating at a 90° bend - inside</i>
Rys. 12 Przekrój próbki stalowej z powłoką Ni5 <i>Section of a steel sample with Ni5 coating</i> LM 1000x		Rys. 13	Przekrój próbki stalowej z powłoką Ni5- w miejscu zgięcia o 90° - wewnątrz LM 1000x <i>Cross-section of a steel sample with Ni5- coating at a 90° bend - inside</i>
			



jest zmienna i waha się od 3 do 7 μm . Z obu stron stalowej blachy nie stwierdzono istotnych różnic w grubości powłok niklowych. W nielicznych przypadkach ujawniono nieciągłości (zaburzenia budowy) powłoki na przekroju, których przyczyną mogą być lokalne zanieczyszczenia podłoża Si, Ca i S. Niemniej tego typu wady dają możliwość rozwoju korozji podpowłokowej w korozyjnym środowisku. Analiza składu chemicznego na przekroju powłoki wykazała zawartość żelaza w powłoce na poziomie od 3% do 7% zwiększającą się w kierunku stalowego podłoża. Skład chemiczny powłoki Ni5 z dominującym udziałem Ni powyżej 95% jest zgodny z oczekiwaniami i założeniami technologicznymi. W czasie badań powłok analizowano elastyczność powłoki i jej przyczepność do podłoża w teście zagięcia o 90° (rys. 11 i 13). Stwierdzono, że powłoka bardzo dobrze przylega do podłoża i w wyniku odkształcenia plastycznego podłoża uległa defragmentacji bez odprysków, poza nielicznymi przypadkami, pozwalając na plastyczne odkształcenie podłoża. Wynika to z niskiej plastyczności materiału powłokowego jakim jest nikiel i jest typowe dla tego typu powłok. W obszarze ściskanym zagięcia nastąpiła defragmentacja powłoki i wejście powłoki w podłoże (rys. 11). Wykonane badania korozyjne powłoki Ni5 zaskoczyły stosunkowo słabą jej odpornością korozyjną, ponieważ pierwsze efekty korozji podłoża stalowego ujawniono już po 24h od rozpoczęcia testu w komorze. Na rys. 16 i 17 zaprezentowano powierzchnię korozję ujawnioną po 48 i 72h testu korozyjnego. Dekoracyjny charakter powłoki nie wymaga bardzo dobrej odporności korozyjnej, ale w ocenie Zespołu projektowego uzyskany wynik jest niezadawalający i może być związany z licznymi wadami morfologii powierzchni. Po 72h godzinach testu korozyjnego prawie cała powierzchnia próbki została zalana produktami korozji stalowego podłoża. Analizując korozję powłoki w jej przekroju poprzecznym po teście korozyjnym stwierdzono liczne głębokie wżery korozyjne sięgające ponad 100 μm w głąb podłoża co jest wyjaśnieniem licznych rdzawych zacieków na powierzchni powłoki niklowej (rys. 18 i 19). Aby powłoka niklowa dobrze spełniała swoje zadania i cele musi być szczelna, aby chronić podłoże przez intensywną korozją wżerową. Tutaj w przypadku analizowanej powłoki Ni5 nie udało się uzyskać oczekiwanej odporności korozyjnej, co jest związane z nieprawidłową budową warstwy wierzchniej powłoki. Nawet niewielkie pęknięcia powłoki powodują podpowłokowe wżery o szerokości kilkuset mikrometrów przy pęknięci o szerokości

Rys. 16	Widok próbki stalowej z powłoką Ni5 po testach komory solnej– po 48h View of a steel sample with Ni5 coating after salt spray tests - after 48 hours	Rys. 17	Widok próbki stalowej z powłoką Ni5 po testach komory solnej– po 72h View of a steel sample with Ni5 coating after salt spray tests - after 72 hours
			
Rys. 18	Przekrój próbki stalowej z powłoką Ni10 po teście korozyjnym 72h pow.200x Section of a steel sample with Ni10 coating after 72h corrosion test	Rys. 19	Przekrój próbki stalowej z powłoką Ni10 po teście korozyjnym 72h pow.200x Section of a steel sample with Ni10 coating after 72h corrosion test
			

kilku μm .

Analizując twardość powłok niklowych potwierdzono, że wynosi ona średnio 633HV, co jest bardzo dobrą wartością przyjmując z doniesień literaturowych, że twardość powłoki niklowej wynosi od 450 do 700 HV. W przypadku podłoża stalowego jego twardość wynosi ok 115HV co pozwoliło na duże odkształcenie w czasie testu przyczepności powłok metodą zagięcia analizowanej próbki. Tak duża różnica twardości jest niebezpieczna w przypadku dużych nacisków lub odkształceń, ponieważ może powodować pęknięcia powłoki i rozwój korozji podpowłokowej w obszarze pęknięć. Powłoki niklu znajdują także zastosowanie w bateriach samochodowych jako wykończenie styków i złączy elektrycznych.

4. PODSUMOWANIE WYNIKÓW BADAŃ

Podsumowując przedstawione wyżej wyniki badań można stwierdzić, że wykonana we współpracy z Firmą będącą partnerem projektu PBL powłoka Ni5 uzyskała grubości zbliżone do zakładanych na etapie projektowania procesu galwanicznego. Niestety, jeżeli chodzi

o odporność korozyjną powłoki to była ona znacznie poniżej oczekiwań. Korozja ma charakter wżerowy i podpowłokowy. Morfologia powierzchni powłoki Ni5 wykazuje liczne wady, które mają prawdopodobnie przełożenie na nieuszczelnienie powłoki i przyspieszoną korozję stalowego podłoża. Uzyskane twardości powłoki Ni5 na poziomie ok. 630HV są zadawalające i zgodne z oczekiwaniami. Prawdopodobną przyczyną słabej odporności korozyjnej analizowanej powłoki Ni5 jest złe przygotowanie powierzchni i dobór parametrów prądowych w czasie procesu nakładania powłoki.

Literatura:

1. Poradnik galwanotechnika – Praca zbiorowa, WNT, Warszawa 2009;
2. D. Kotnarowska, M. Wojtyniak, Metody badań jakości powłok ochronnych, Wyd. Zysk i S-ka, Warszawa, 2015;
3. J. Weber, J. Socha, Podstawowe pojęcia galwanotechniczne. Mechanizmy elektrolitycznego osadzania metali, Inżynieria Powierzchni, nr 4, 2004, s. 20-32;
4. B. Szeptycka, Przyjazne środowisku galwaniczne kąpiele do niklowania, Ochrona przed Korozją, nr 2, 2003, s. 48-52;
5. B. Szeptycka, Warstwy powierzchniowe nowej generacji - hybrydowe niklowe powłoki galwaniczne, Inżynieria Powierzchni, nr 3, 2000, s. 12-20;
6. Budniok, E. Łagiewka, Struktura, właściwości i metody badań materiałów otrzymanych elektrolitycznie. Wyd. Uniwersytetu. Śl., Katowice, 2010;
7. T. Hryniewicz, Technologia powierzchni i powłok. Wyd. Politechniki Koszalińskiej, Koszalin, 2004;
8. A. Przywóski, J. Socha, Elektrolityczne powłoki stopowe niklu odporne na zużycie mechaniczne. Inżynieria Powierzchni, 11(3), 2006, s. 49-54;
9. P. Tomassi, Rozwój technologii galwanicznych. Inżynieria Powierzchni, 8(2), 2003, s.10-16.

Industrial partner of the TalentDetector2023_Winter

Nowoczesny serwis stalowy, firma JT STAL SERWIS Sp.z o.o. zaprasza na praktyki przemysłowe dla studentów.

Studenci mają szansę poznać:

- cięcie laserowe
- gięcie blach
- dział projektowy
- nowoczesne zarządzanie firmą



Drodzy Studenci,
to jest Wasz czas
- czekamy na Was!

JT STAL SERWIS Sp. z o.o.
ul. Szyb Walenty 100
41-700 Ruda Śląska

www.jtstalservis.pl

