

Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki AGH

Fizyczne Podstawy Technologii Materiałowych laboratorium

Ćwiczenie 1

Prasowanie proszków ceramicznych

Zagadnienia do przygotowania:

- właściwości proszku przeznaczonego do prasowania: skład ziarnowy, gęstość nasypowa, sypkość, rodzaj i zawartość środków poślizgowych [1,2];
- metody granulowania proszków [1,2];
- teoretyczne modele upakowania cząstek proszków [1,2];
- proszki rzeczywiste i ich zagęszczanie się pod wpływem sił zewnętrznych [1,2];
- metody prasowania [1,2]
- korelacja liniowa dwóch zmiennych [3].

Literatura:

1. Instrukcja do ćwiczenia
2. R. Pampuch, K. Haberko, M. Kordek: „Nauka o procesach ceramicznych”, rozdz. 4.1
3. Volk, „Statystyka stosowana dla inżynierów, Wyd. N -T, Warszawa 1973 lub inny podręcznik statystyki matematycznej

Cel ćwiczenia

- Zapoznanie się z prasowaniem jako metodą formowania wyrobów z proszków ceramicznych.
- Opanowanie metodyki i wykonaniu pomiarów gęstości nasypowej wybranego proszku ceramicznego
- Ustaleniu wpływu ciśnienia prasowania jednoosiowego na zagęszczenie wyprasek.

Wstęp

Metoda formowania wyrobów polegająca na prasowaniu proszków w sztywnych formach znajduje w przemyśle ceramicznym bardzo szerokie zastosowanie. Metoda ta pozwala otrzymywać uformowane i zagęszczone kształtki w wyniku działania obciążenia ściskającego z masy proszkowej o wilgotności poniżej 6%. Metoda prasowania proszków ma wiele zalet. Daje możliwość uzyskania wysokiego stopnia zagęszczenia surowych wyrobów, daje wypraski o dobrych właściwościach technologicznych: znacznej wytrzymałości, dokładności wymiarów i ostrości krawędzi. Mała wilgotność wyprasek w wielu przypadkach pozwala na wyeliminowanie procesu suszenia. Prasowanie jest metodą o dużej wydajności, a równocześnie małej ilości odpadów. Daje szerokie możliwości mechanizacji i automatyzacji procesu formowania.

Niedogodnością prasowania jest ograniczenie kształtu formowanych wyrobów. Możliwe jest prasowanie wyrobów o kształtach nieskomplikowanych: cylindrycznych, pryzmatycznych i prostopadłościennych, które mogą zawierać wycięcia i otwory tylko w kierunku zgodnym z kierunkiem prasowania. Niemożliwe, ze względu na konstrukcję form, jest prasowanie kształtek o zmiennych przekrojach, podcięciach i otworach nierównoległych do kierunku prasowania. Drugą niedogodnością prasowania jest nierównomierność zagęszczania kształtek wzdłuż kierunku przykładanego ciśnienia. Niedogodność ta narzuca ograniczenia w kształtach i wymiarach wyprasek, szczególnie w stosunku ich wysokości do średnicy.

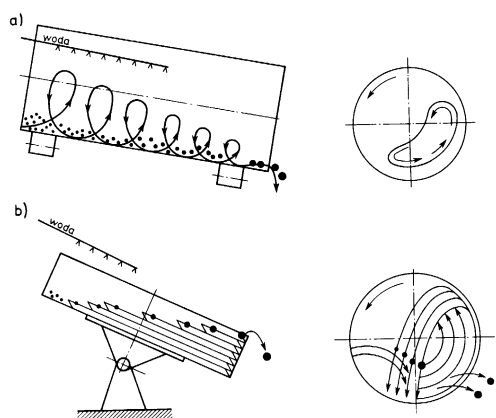
Prasowanie prowadzi się w sztywnych metalowych formach o bardzo gładkich ścianach. Stosowane są wysokie ciśnienia prasowania rzędu 30-100 MPa, a niekiedy nawet wyżej. Nacisk realizuje się w różnego rodzaju prasach hydraulicznych bądź mechanicznych.

Przygotowanie proszku do prasowania

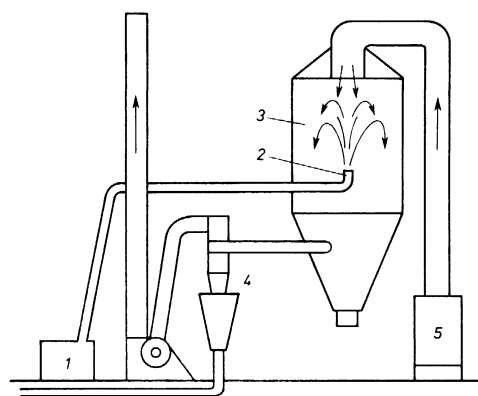
O powodzeniu procesu prasowania proszku w znacznym stopniu decyduje kształt i wielkość cząstek użytego proszku. Bardzo drobny proszek trudno się formuje, a w wypraskach występują często wady w postaci pęknięć czy rozwarstwień. Wady te mają swoje źródło w naprężeniach wywoływanych przez powietrze uwięzione w objętości formowanej wypraski w związku z małym przekrojem porów otwartych stanowiących drogi odprowadzenia fazy gazowej podczas zmniejszania się objętości wypraski towarzyszącej postępującemu zwiększaniu się stopnia upakowania cząstek pod wpływem siły prasującej. Powstawanie wad pogarsza właściwości użytkowe wyrobów i powoduje powstanie dużej ilości braków. Użycie do prasowania masy złożonej z cząstek grubych, pozbawionej frakcji najdrobniejszej, powoduje zwiększenie przekroju porów i tym samym ułatwienie odprowadzenia powietrza, co znacznie ogranicza niebezpieczeństwo wystąpienia wad prasowania. Aby poprawić właściwości formiercze proszków o bardzo dużym stopniu rozdrobnienia, a zatem proszków składających się z submikronowych lub mikronowych cząstek, stosuje się zabieg granulowania będący w swej istocie procesem zamierzonego aglomerowania cząstek proszku. Efektem granulowania jest otrzymanie masy prasowalniczej składającej się nie z pojedynczych cząstek proszku, ale z ich zespołów (aglomeratów)

o odpowiedniej wielkości, kształcie, gęstości i wytrzymałości, które nazywamy granulami. W procesie otrzymywania granulatu wychodzi się najczęściej z materiału w stanie sproszkowanym.

Można stosować różne metody przygotowania granulatu. Najprostszym sposobem sporządzenia granulowanej masy prasowniczej jest nawilżenie sproszkowanej masy, a następnie przetarcie w przecieraku sitowym. W tym przypadku otrzymuje się granulát o nieznacznej zawartości pyłu, szerokim zakresie wielkości i nieregularnych kształtach granul. Urządzeniami, w których można uzyskać granule o kształtach kulistych, są granulatory. Istnieje kilka typów granulatorów: bębnowy, talerzowy, stolikowy, wibracyjny, fluidyzacyjny. Granulowanie przebiega w wyniku łączenia drobnych cząstek w większe aglomeraty w obecności wilgoci. Pomiędzy cząstkami powstają łączące się wzajemnie cienkie warstwy cieczy, które w wyniku oddziaływań kapilarnych powodują wzajemne zbliżanie poszczególnych cząstek. Ten mechanizm granulowania działa do stanu, w którym warstwa wody osiąga grubość wywołująca jej płynięcie lepkościowe. Przykładowe schematy powstawania granul przedstawione są na rysunku 1. Proszek podaje się na skośnie ustawiony talerz granulatora talerzowego lub do pochylonego walczaka granulatora bębnowego. Wskutek obrotów granulatora proszek unoszony jest ku górze, a stąd stacza się w dolne położenie. Na warstwę proszku rozpylana jest ciecz nawilżająca - najczęściej woda. W czasie obrotów granulatora, w wyniku zderzeń i staczania po ścianach materiału granulowanego tworzą się zależnie od wielkości kropli i rodzaju materiału granule o różnej wielkości. Wraz z powiększaniem średnicy granul obniża się wysokość ich unoszenia w granulatorze, aż ostatecznie uformowane przesypują się przez obrzeże na zewnątrz. Najdrobniejszy materiał jest ponownie unoszony w górne partie, dowilżany i przez obtaczanie w suchym materiale dobudowywany do większej średnicy. Wielkością kropli i ilością cieczy, ilością i rodzajem dodatków (np. dodatkiem szkła wodnego do wody), liczbą obrotów oraz kątem pochylenia talerza lub bębna można regulować wielkość granul.



Rys. 1. Schematy powstawania granul w granulatorach; a) bębnowym, b) talerzowym.



Rys. 2. Schemat suszarni rozpyłowej z rozpylaczem dyszowym; 1 - pompa zasilająca, 2 - dysza, 3 - komora suszarni, 4 - cyklon, 5 - podgrzewacz powietrza

Najlepszą i obecnie najpowszechniej stosowaną metodą uzyskiwania granulatu (proszku prasowniczego) jest suszenie, najczęściej, wodnych zawiesin proszków w stanie rozpylonym w odpowiednio do tego przygotowanych suszarniach (Rys. 2). Rozpylenie, inaczej atomizacja, zawiesiny polega na wytworzeniu strumieni cieczy o bardzo małym przekroju, które pod działaniem napięcia powierzchniowego ulegają podzieleniu na odpowiednio małe krople. W procesie takim zawiesina proszku rozpylana jest w komorze suszarniczej, przy jednoczesnym wprowadzaniu do niej gorącego, gazowego czynnika

suszącego. Wilgoć w kontakcie z czynnikiem suszącym ulega szybkiemu odparowaniu z rozproszonych kropli zawiesiny a pozostały materiał tworzy porowate granule cząstek proszku. W procesie suszenia rozpyłowego można wpływać na takie parametry produktu jak: rozmiar i rozkład wielkości granul, ich kształt, gęstość, końcową wilgotność i temperaturę.

Charakterystyka proszku do prasowania

Podstawową właściwością proszku do prasowania jest jego **gęstość nasypowa**. Rozróżnia się **gęstość nasypową** (d_n) i **gęstość nasypowa z usadem** (d_u) zdefiniowane w następujący sposób:

$$d_n = \frac{m}{V_1} \quad (1)$$

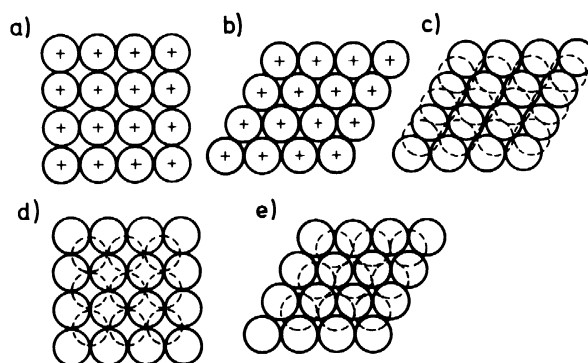
$$d_u = \frac{m}{V_2} \quad (2)$$

gdzie: m - masa proszku [g];

V_1 - objętość luźno nasypanego proszku [cm^3];

V_2 - objętość proszku poddanego działaniu wibracji (utrząsania) aż do momentu uzyskania stałej objętości [cm^3].

Wymieniony parametr proszku ma istotny wpływ na jego upakowanie w formie. Dąży się do uzyskania jak najgęstszego wypełnienia formy cząstkami nasypanego proszku i do uzyskania jak największej powtarzalności upakowania. W przypadku masy o ziarnach nieregularnych zachowanie stałości upakowania jest praktycznie niemożliwe. Stabilność gęstości nasypowej proszku można określić stosunkiem gęstości nasypowej z utrząsaniem do gęstości nasypowej proszku luźno nasypanego. Dla dobrego proszku, stosunek ten powinien być bliski jedności. Spełniają go proszki o kulistych cząstkach pojedynczych lub granulach. Skład ziarnowy granulatu wpływa na wartość gęstości nasypowej.



Rys. 3. Sposoby ułożenia kul o jednakowej średnicy: a) regularny luźny, b) pojedyncza szachownica, c) podwójna szachownica, d) piramidalny, e) tetraedryczny

Podczas analizy gęstości ułożenia cząstek z zasady zakłada się ich kulistość. Z geometrycznego punktu widzenia, w zbiorze ziaren o kulistym kształcie i o jednakowej średnicy bezwzględna ich wielkość nie ma wpływu na gęstość upakowania, o ile nie występują inne oddziaływania, np. adhezja. Taki zbiór kul może być ułożony na pięć sposobów, które przedstawiono na rysunku 3. W Tabeli 1 podane są liczby koordynacyjne kul oraz porowatości układów kul przy poszczególnych sposobach ich ułożenia.

Tabela 1. Zależności pustych przestrzeni (porów) między cząstkami i liczby koordynacyjnej kulistych cząstek od sposobu ich ułożenia.

Sposób ułożenia	Liczba koordynacyjna	Porowatość objętościowa
Regularny luźny	6	47,64
Pojedyncza szachownica	8	39,55
Podwójna szachownica	10	30,20
Piramidalny	12	25,95
Tetraedryczny	12	25,95

Nасыpując kulki o jednakowej średnicy, otrzymujemy zwykle przypadkowe ich ułożenie. Sposób i szybkość nasypywania mają wpływ na to ułożenie. Zastosowanie wibrowania umożliwia takie przemieszczenie kul, że uzyskujemy upakowanie zbliżone do regularnego. W praktyce proszki składają się z cząstek o różnej wielkości i kształcie, niekiedy znacznie odbiegającym od kulistego co powoduje, że przedstawione modele mogą służyć tylko jako punkt wyjścia dla lepszego zrozumienia skomplikowanych układów rzeczywistych.

Proszki rzeczywiste wykazują ciągły rozkład wielkości cząstek. Najczęściej wykazują one upakowanie, któremu odpowiada udział porów wynoszący od 30 do 50%. Większe upakowanie można uzyskać, odrzucając niektóre frakcje ziarnowe, wywołując tym sposobem nieciągły rozkład wielkości cząstek.

Stosowanie masy prasowalniczej o dużej gęstości nasypowej przynosi szereg korzyści:

- pozwala na zmniejszenie wysokości komory nasypowej formy, przez co obniża koszty jej wykonania;
- umożliwia stosowanie większych szybkości prasowania ze względu na potrzebę odprowadzenia mniejszej ilości powietrza;
- ułatwia uzyskanie większych gęstości pozornych wyprasek.

Pomiar gęstości nasypowej wykonuje się przez zważenie proszku nasypanego do naczynia o znanej objętości w ściśle określony sposób, np. przez znormalizowany lejek. Znając masę i objętość proszku, gęstość nasypową wylicza się ze wzoru (1)

W procesie prasowania kształtek o równomierności wypełnienia objętości roboczej formy decyduje **sypkość proszku**, która zależy od:

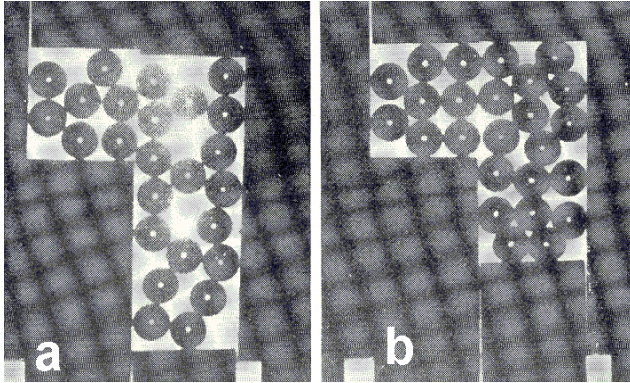
- kształtu cząstek występujących w proszku;
- gęstości nasypowej proszku;
- wilgotności proszku.

Sypkość proszku określa się wielkością **kąta usypu**. Jako kąt usypu przyjmuje się kąt zawarty pomiędzy tworzącą luźno usypanego stożka a podstawą. Sypkość proszku zwiększa się, gdy kąt usypu maleje. Im kształt ziaren jest bardziej zbliżony do kulistego, tym sypkość proszku większa. Wraz ze wzrostem wilgotności sypkość maleje. W skrajnych przypadkach nieregularnych ziaren i znacznej wilgotności, masa prasownicza może nie wykazując zupełnie sypkości.

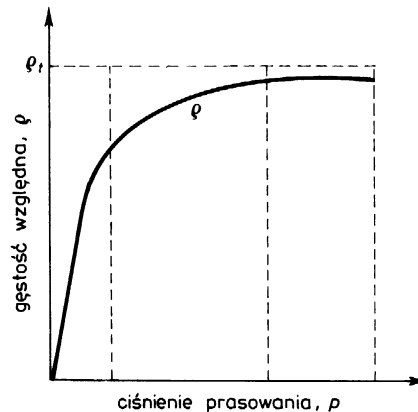
Ważnym parametrem charakteryzującym granulaty jest jego **wilgotność**. Od wilgotności zależą właściwości takie jak twardość granul, sypkość i prasowalność granulatu. Otrzymany różnymi metodami granulaty może mieć wilgotność wynoszącą od zera do tzw. wilgotności intensywnego zlepiania się. W praktyce przemysłowej wytwarza się granulaty o średniej wilgotności od 0,5 do 6,0 % wag. Obok wilgotności średniej granulatu istotne znaczenie ma rozkład wilgotności w objętości granul.

Zachowanie proszków pod wpływem zewnętrznego ciśnienia

Proszek nasypany do formy zapełnia tylko część jej objętości zależnie od jego gęstości nasypowej i sypkości. Pomiędzy stykającymi się punktowo lub na niewielkich powierzchniach cząstkami proszku powstają puste przestrzenie, a ponadto podczas nasypywania część cząstek klinuje się wzajemnie, tworząc tzw. mostki. (Rys. 4). Przyłożony z zewnątrz nacisk powoduje przesunięcie jednych cząstek względem drugich, co określa się jako poślizg masy prasowalniczej. Przemieszczanie cząstek masy w formie prowadzi do zagęszczenia. Pojedyncze cząstki przebywają przy tym różne drogi. Najdłuższą drogę przebywają cząstki leżące przy stemplu. Typową charakterystykę prasowania, która przedstawia zależność gęstości wypraski od ciśnienia prasowania przedstawiono na rysunku 5.



Rys. 4. Załamywanie się „mostków” ziarnowych podczas zagęszczania.



Rys. 5. Zależność gęstości względnej od ciśnienia prasowania (ρ_t - gęstość teoretyczna)

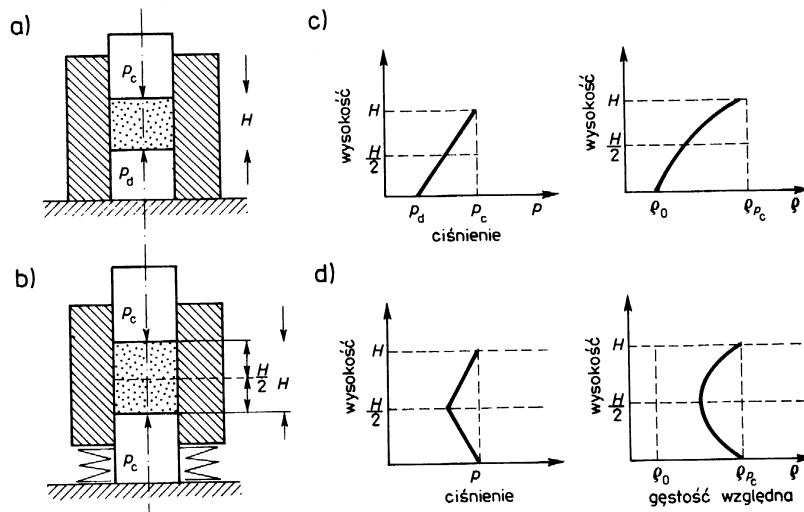
W procesie zagęszczania przez prasowanie można wyróżnić trzy etapy:

- I) W pierwszym etapie prasowania, zachodzącym przy niskich ciśnieniach, występują zjawiska prowadzące do gęstego upakowania granул proszku. Są to: przegrupowanie przez poślizg nieuporządkowanych granул proszku względem siebie, obrót, załamywanie mostków połączone z zapełnianiem dużych pustek. Po zniszczeniu granул w zjawiskach podobnych do wymienionych wcześniej biorą udział fragmenty granул lub pojedyncze cząstki proszku. Cząstki wzajemnie zbliżają się do siebie, co powiększa oddziaływanie związane z siłami adhezji. Równocześnie, na skutek zbliżenia i odkształcenia powierzchni cząstek, powiększa się powierzchnia ich styku. Powstaje także zakleszczenie mechaniczne, szczególnie w przypadku granул o rozwiniętej powierzchni.
- II) Dalszy wzrost ciśnienia prowadzi do intensyfikacji zjawisk charakterystycznych dla drugiego etapu procesu prasowania, które w mikroobszarach rozpoczynają się mogą już w pierwszym etapie. Są to: odkształcenie sprężyste ziaren i po przekroczeniu wytrzymałości na ściskanie, ich fragmentacja - pęknięcie i kruszenie. Postępuje dalsze upakowanie ziaren i zapełnianie pustek okruskami. W tym etapie wzrost zagęszczenia jest znacznie ograniczony w porównaniu z etapem I.
- III) W trzecim etapie, przy dalszym wzroście ciśnienia, ze względu na daleko już posunięte zagęszczenie, możliwe jest tylko nieznaczne przemieszczenie cząstek proszku. Występuje ewentualne kruszenie pojedynczych cząstek. Nawet znaczne przyrosty ciśnienia powodują jedynie nieznaczny wzrost zagęszczenia wypraski.

Prasowanie kształtek z proszków przy jednokierunkowym działaniu ciśnienia

Prasowanie klasyczne z sypkich proszków realizuje się w twardej, sztywnej formie, przy zastosowaniu zewnętrznego ciśnienia. Ze względu na kierunek przykładanego ciśnienia **prasowanie** to określa się jako **jednoosiowe** lub **jednokierunkowe** (Rys. 6). Wyróżnia się przy tym:

- prasowanie jednoosiowe jednostronne
- prasowanie jednoosiowe dwustronne



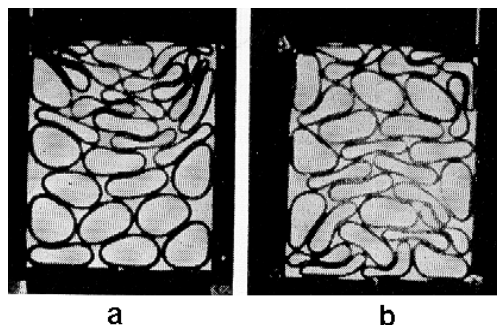
Rys. 6. Schematy prasowania:
 a) jednostronnego;
 b) dwustronnego;
 c) rozkład gęstości względnej i rozkład ciśnienia w wypraszce prasowanej jednostronnie;
 d) rozkład gęstości względnej i ciśnienia w wypraszce prasowanej dwustronnie.

W procesie **prasowania jednostronnego** granulat znajdujący się w formie poddawany jest naciskowi z jednej strony. Proces **prasowania dwustronnego** polega na poddaniu masy prasowniczej (tj. granulatu) działaniu jednokierunkowego ciśnienia jednak z dwóch przeciwnych stron. Prasowanie dwustronne daje bardziej równomierne zagęszczenie proszku niż prasowanie jednostronne, szczególnie w przypadku dużej wysokości kształtki.

W trakcie prasowania jednokierunkowego istotny wpływ na proces zagęszczania mają:

- ciśnienie prasowania;
- wilgotność masy;
- dodatki poślizgowe wprowadzone do masy.

Podczas przemieszczania się cząstek masy występuje ich tarcie o ściany formy, określane jako **tarcie zewnętrzne**, oraz ich tarcie wzajemne określane jako **tarcie wewnętrzne**. Występuje także **sprężyste odkształcenie cząstek**. Zjawiska te prowadzą do strat energii wywołujących zmniejszenie się rzeczywistego ciśnienia prasowania wynikającego ze spadku siły prasowania na drodze prasowania, którą jest droga posuwu stempla. Jako wynik otrzymuje się wypraski nierównomiernie zagęszczone (Rys. 7).

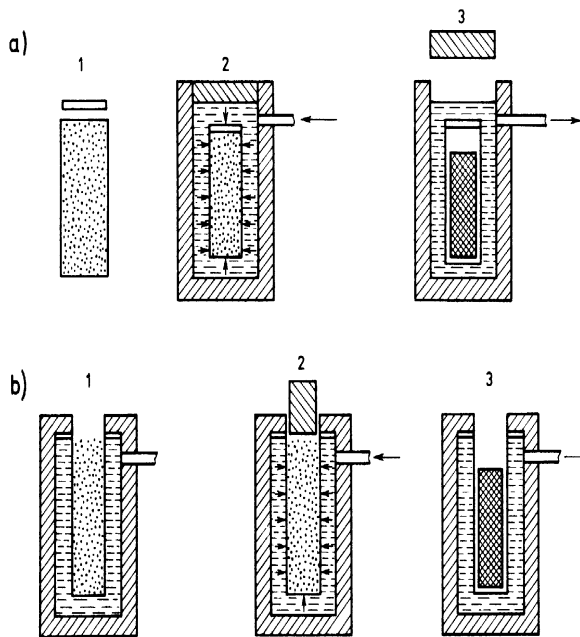


Rys. 7. Prasowanie jednoosiowe (a) jedno- i (b) dwustronne.

Prasowanie izostatyczne

Metoda formowania drogą prasowania izostatycznego oparta jest na **prawie Pascala** mówiącym, że *ciśnienie wywarte w jednym miejscu na nieruchomą ciecz jest przenoszone równomiernie przez tę ciecz we wszystkich kierunkach i działa jednakowo w całej objętości, na każdą część zamkniętego zbiornika, prostopadle do jego wewnętrznej powierzchni*.

Jako medium przenoszące ciśnienie mogą być użyte ciecze, gazy oraz elastomery, jednak najpowszechniej stosowanym medium jest wodna emulsja olejowa. Schemat metody przedstawia rysunek 8. Formowany proszek oddzielony jest od naciskającego medium **elastyczną formą**, która powinna możliwie bezstratnie przenosić ciśnienie. Ze względu na sposób umieszczenia formy w naczyniu ciśnieniowym mówi się o prasowaniu izostatycznym z mokrą formą lub z suchą formą.



Rys. 8. Schematy prasowania izostatycznego: a) z mokrą formą, b) z suchą formą; 1 - napełnianie formy, 2 - prasowanie, 3 - dekompresja i wyjęcie wypraski

W sposobie prasowania izostatycznego z **suchą formą**, elastyczna forma jest trwale zamocowana w komorze. Napełnianie formy proszkiem oraz wyjmowanie wypraski odbywa się bez wyjmowania formy z komory prasy. W tej metodzie obsługa nie ma kontaktu z cieczą przenoszącą ciśnienie.

W metodzie z **mokrą formą**, po napełnieniu jest ona zanurzana w cieczy.

Jako materiał na formy stosuje się: kauczuk, PCW, poliuretan, lateks lub inne podobne do gumy materiały.

Wymiary form muszą uwzględniać zmniejszenie się objętości proszku w trakcie prasowania nawet o 50%. Wymusza to dużą elastyczność materiału formy w związku, z czym stosowane materiały powinny mieć duże wydłużenie względne przy rozerwaniu sięgające ok. 450 %.

W procesie prasowania izostatycznego, nacisk wywierany na elastyczną formę, a tym samym na prasowany proszek, jest jednakowy ze wszystkich stron. W odróżnieniu od prasowania klasycznego, przemieszczanie ścianek formy zachodzi wraz z przemieszczaniem proszku, a co za tym idzie nie występuje w tym przypadku tarcie proszku o ściany formy. W konsekwencji zagęszczenie wyprasek prasowanych izostatycznie jest bardziej równomierne niż wyprasek prasowanych jednoosiowo.

Prasowanie izostatyczne pozwala prasować wyroby w znacznie szerszej gamie kształtów niż możliwych do uzyskania poprzez prasowanie jednoosiowe m.in. kształtki o zmiennym przekroju, z podcięciami, oraz otworami z praktycznie dowolnej strony. W celu wykonania otworów stosuje się sztywne (nieodkształcające się) trzpienie zamocowane w formie.

Stosowane ciśnienia prasowania są generalnie wyższe niż w przypadku prasowania jednoosiowego i mogą przyjmować wartości od 100 do 400 MPa.

Wykonanie ćwiczenia

Ćwiczenie polega na pomiarze gęstości nasypowej wybranego proszku ceramicznego (granulatu) a następnie na ustaleniu wpływu ciśnienia prasowania na zagęszczenie wyprasek otrzymanych z tego proszku.

Proszek do prasowania wskazuje prowadzący. Należy zanotować **rodzaj użytego proszku** (granulatu) oraz jego **gęstość rzeczywistą**.

Pomiar gęstości nasypowej proszku:

Pomiar gęstości nasypowej przeprowadza się na **proszku wyjściowym** (niezgranulowanym) i powstałym z niego **granulacie**.

W celu oznaczenia gęstości nasypowej proszku należy posłużyć się wytarowanym, plastikowym cylindrem miarowym o objętości 25 cm³. Cylinder zapełnia się całkowicie bez wstrząsania i waży na wadze technicznej (dokładność 0,01g). Aby oznaczyć gęstość nasypową z usadem, całkowicie napełniony proszkiem cylinder miarowy utrzęsa się na podkładce gumowej do stałej objętości i dokonuje odczytu jej wartości. Wykonać **trzy oznaczenia** gęstości nasypowej bez usadu i z usadem. Posługując się wartością gęstości rzeczywistej badanego proszku oraz wartościami gęstości nasypowych obliczonymi ze wzorów (1) i (2) obliczyć względne wartości gęstości nasypowych bez usadu i z usadem. Obliczyć wartości średnie i odchylenie standardowe.

Wyznaczanie charakterystyki prasowania badanego proszku

Należy obliczyć masę jednej próbki zakładając, że wypraska będzie miała **wysokość** równą **1/3 jej średnicy** a jej **gęstość pozorna** będzie równa **60%** gęstości teoretycznej. Przyjmuje się, że średnica próbki równa jest średnicy stempla prasy, którą należy zmierzyć przy pomocy suwmiarki.

Próbki należy formować w zakresie ciśnień prasowania **15 - 110 MPa**. Typowe charakterystyki prasowania proszków ceramicznych pokazują intensywny przyrost zagęszczenia wyprasek towarzyszący wzrostowi ciśnienia w zakresie niskich ciśnień prasowania i małe przyrosty zagęszczenia przy dalszym zwiększaniu ciśnienia prasowania. Dlatego, aby w sposób rzetelny scharakteryzować zachowanie się proszku podczas prasowania punkty pomiarowe wybiera się tak, aby ich większa liczba przypadła na zakres niskich ciśnień prasowania.

Uzyskuje się to poprzez rozłożenie ciśnień prasowania w postępie geometrycznym co daje następujące ich wartości: **16, 26, 43, 69 i 110 MPa**. Pod danym ciśnieniem należy uformować po **3 próbki**. Aby spełnić warunek randomizacji, pojedyncze próbki prasuje się stosując przypadkową kolejność ciśnień. Po wyprasowaniu próbki umieszcza się w oznaczonych miejscach na specjalnej podkładce (płytkce).

Należy określić zagęszczenie wyprasek poprzez pomiar ich geometrycznej gęstości pozornej i obliczenie gęstości względnej.

W tym celu próbki po wyprasowaniu powinny zostać **najpierw** zważone na wadze analitycznej (dok. 0,001 g) a **następnie** zmierzone przy pomocy śruby **mikrometrycznej (wysokość)** oraz **suwmiarki (średnica)**. Wystarczy wykonać pomiar średnicy dla jednej próbki prasowanej pod danym ciśnieniem. Taka kolejność postępowania pozwala na

uniknięcie błędów związanych z wykruszaniem się fragmentów próbek w trakcie ich mierzenia.

W razie konieczności przed ważeniem należy oczyścić obrzeża próbek z nadmiaru proszku przy użyciu pędzelka.

Geometryczną gęstość pozorną, d_p , obliczamy ze wzoru:

$$d_p = \frac{m}{V} \quad (3)$$

gdzie: m - masa próbki [g];
 V - jej objętość [cm^3].

Gęstość względną, d_w , obliczamy ze wzoru:

$$d_w = \frac{d_p}{d_r} \cdot 100 \quad (4)$$

gdzie: d_r - jest rzeczywistą gęstością materiału proszku [g/cm^3].

Opracowanie wyników

Przy prezentowaniu wyników należy posługiwać się wartościami średnimi oraz przedziałami ufności dla poziomu istotności 0,95.

Proszę zwracać uwagę na sens fizyczny dokładności prezentowanych wyników.

1. Obliczyć wartości gęstości nasypowej (**dn**) (1) i gęstości nasypowej z uadem (**du**) (2) dla proszku wyjściowego i granulatu. Wartości d_n i d_u należy przeliczyć na gęstość względną w oparciu o gęstość rzeczywistą użytego proszku. Wyznaczyć stosunek d_n/d_u dla proszku wyjściowego i granulatu oraz stosunek $d_n(\text{proszek})/d_n(\text{granulat})$.
2. Obliczyć gęstość pozorną (**dp**) (3) oraz gęstość względną (**dw**) (4) wyprasek prasowanych pod różnymi ciśnieniami.
3. Sporządzić wykres zależności gęstości względnej próbek od ciśnienia prasowania, wykorzystując w tym celu średnie wartości d_w odpowiadające poszczególnym ciśnieniom prasowania. Na wykresie zaznaczyć przedziały ufności dla poziomu ufności 0,95 odpowiadające poszczególnym wartościom d_w .
Należy uwzględnić prawdziwe wartości ciśnienia prasowania wynikające z technicznych ograniczeń użytych pras.
4. Wiedząc, że porowatość próbek $V_p = (100 - d_w)$ [%] sporządzić wykres porowatości wyprasek jako funkcji ciśnienia prasowania. Na wykresie zaznaczyć przedziały ufności dla poziomu ufności 0,95.
5. Wykorzystując średnie wartości gęstości względnej wyprasek sporządzić wykres zależności d_w jako funkcji logarytmu ciśnienia prasowania:
$$d_w = a \cdot \log(P) + b \quad (5)$$
gdzie: P = ciśnienie prasowania. Oś odciętych opisać wartościami ciśnienia.
6. Wyznaczyć równie prostej zależności $d_w=f(\log(P))$. Sprawdzić istotność korelacji liniowej na poziomie ufności 0,95 przez obliczenie współczynnika korelacji i porównanie go

z wartością krytyczną. Podać obliczoną wartość współczynnika korelacji wraz z wartością krytyczną.

Sprawozdanie powinno zawierać następujące informacje:

1. Dane dotyczące badanych materiałów (rodzaj materiału, gęstość rzeczywista);
2. Krótki opis metod pomiarowych i parametrów pomiarowych istotnych z punktu widzenia poprawności pomiaru i uzyskiwanej dokładności, wyszczególnienie użytej aparatury;
3. Tabela zestawienie danych wyjściowych oraz obliczonych wartości dla każdej próbki;
4. Tabela zestawienie wartości średnich wraz z przedziałami ufności;
5. Wykresy zależności $d_w=f(P)$, $V_p=f(P)$ i $d_w=f(\log(P))$ wraz z wynikami analizy korelacji liniowej ostatniej zależności;
6. Komentarze dotyczące przebiegu pomiarów oraz otrzymanych wyników;
7. Wnioski wynikające z porównania gęstości nasypowej bez usadu i z usadem zmierzonych dla badanego proszku wyjściowego i granulatu.
Wnioski wynikające z porównania wyznaczonej charakterystyki prasowania z typową charakterystyką prasowania proszków ceramicznych.
Propozycję interpretacji współczynników kierunkowych (a i b) prostej $d_w=f(\log(P))$ (5).

Zagrożenia

- Należy zwrócić uwagę, aby nie przygnieść matrycą dłoni w trakcie prasowania próbki. W związku z tym, tylko **jedna** osoba przytrzymuje matrycę i jednocześnie prasuje próbkę.
- Należy zwrócić uwagę na dźwignię prasy, która znajduje się na wysokości głowy.
- Należy zwrócić uwagę, aby matrycę umieszczać centrycznie w prasie, gdyż w innym przypadku może się ona wysliznąć w trakcie prasowania i spowodować obrażenia ciała.
- Ze względu na wykorzystywanie proszków ceramicznych należy stosować fartuch ochronny.