Pomiary i analiza wielkości mikroziaren ściernych

Measurements and analysis size of abrasive micrograins

ADAM BARYLSKI*

DOI: https://doi.org/10.17814/mechanik.2019.1.3

W artykule omówiono skomputeryzowaną analizę wielkości i kształtu mikroziaren ścienych. W badaniach mikroziaren węglika boru, czarnego i zielonego węglika krzemu oraz elektrokorundu zwykłego i szlachetnego stosowano stereoskopową mikroskopię optyczną oraz oprogramowanie MultiScan.

SŁOWA KLUCZOWE: mikroziarna ścierne, wielkość, kształt, analiza

The paper discussed automated size and shape analysis of both abrasive grains and micrograins. In research on micrograins of boron carbide, silicon carbide, ordinary and noble electrocorundum stereoscopic optical microscopy was applied and MultiScan software solutions were used. KEYWORDS: abrasive micrograins, size, shape, analysis

Właściwości ziaren i mikroziaren ściernych, badane na różnych etapach ich wytwarzania i późniejszego wykorzystania (np. do obróbki wstępnej, wykończeniowej czy bardzo dokładnej), są kryteriami oceny ich jakości [1]. Można wyróżnić pięć grup wyznaczanych właściwości ziaren [5–7, 9–12, 29, 30]:

 właściwości określane dla całego zbioru (m.in. rodzaj, wymiary i kształt ziaren, zwilżalność ścierniwa, gęstość nasypowa, zawartość frakcji magnetycznej),

- wskaźniki technologiczne (zabarwienie, spiekalność),
- fizykochemiczne właściwości powierzchniowe (pH),

• właściwości chemiczno-strukturalne (skład chemiczny, mikrostruktura),

 właściwości mechaniczno-eksploatacyjne (twardość, wytrzymałość na ściskanie, odporność na zużycie, właściwości ścierne).

W obróbce wykończeniowej i bardzo dokładnej duże znaczenie ma stereometria ziaren i mikroziaren [3]. Nieregularne kształty mikroziaren ścierniwa są przyczyną trudności w określaniu ich wielkości (rys. 1). Z tego powodu zwykle wyznacza się różne wymiary ziaren: średni, statystyczny lub równoważny. Każde ziarno mogą charakteryzować trzy podstawowe wymiary:

- długość I,
- szerokość b,
- wysokość h

 jako wymiary najmniejszego prostopadłościanu opisanego na ziarnie.

Średni wymiar ziarna można wyznaczyć dzięki analizie sitowej, a statystyczny – np. dzięki analizie mikroskopowej.

Wymiarem równoważnym może być średnica kuli, której objętość lub powierzchnia odpowiada objętości lub powierzchni ziarna. Ponieważ wymiary ziaren ściernych da się wyznaczyć różnymi metodami, należy zawsze podawać informację, jaką metodę pomiarów zastosowano w danym przypadku [2,4]. W odniesieniu do większych ziaren przeważnie wykorzystuje się metody sitowe, a w odniesieniu do ziaren drobniejszych – metody sedymentacyjne, laserowe i mikroskopowe [13, 14, 16–28].

W przygotowywaniu zawiesin lub past ściernych do operacji docierania i polerowania stosuje się m.in. mikroskopię stereoskopową. Standardową metodykę mikroskopową udoskonalił Merck Millipore, łącząc mikroskop optyczny z kamerą CCD oraz komputerem. Od tego czasu rozwijane jest także specjalistyczne oprogramowanie.

Niniejszy artykuł dotyczy pomiarów i analizy – z wykorzystaniem skomputeryzowanego mikroskopu stereoskopowego – wielkości wybranych mikroziaren ściernych przeznaczonych do obróbki bardzo dokładnej.



Rys. 1. Najczęściej klasyfikowane kształty mikroziaren ściernych: *a*) izometryczny, *b*) blaszkowaty, *c*) płytkowaty, *d*) słupkowaty, *e*) mieczykowaty, *f*) iglasty

^{*} Prof. dr hab. inż. Adam Barylski, prof. zw. (abarylsk@pg.edu.pl) – Wydział Mechaniczny Politechniki Gdańskiej

Stanowisko pomiarowe i metodyka badań

Na rys. 2 przedstawiono ogólny widok stanowiska pomiarowego.

W tabl. I zestawiono rodzaje badanych mikroziaren ściernych [8]. W celu wyznaczenia minimalnej liczności *n* poszczególnych eksperymentów po wstępnej próbie wykorzystano zależność:

$$n \ge (\mu_{\alpha} \cdot s/d)^2$$

gdzie: μ_{α} – wartość krytyczna z tablicy rozkładu t-Studenta (μ_{α} = 2,046 dla poziomu istotności α = 0,05), s – odchylenie standardowe wyznaczone w próbie wstępnej [µm], d – założony błąd pomiaru [µm] (tabl. II).

W tabl. III podano wyznaczone minimalne liczności prób głównych (w poszczególnych eksperymentach).

Na rys. 3 zobrazowano sposób pomiarów poszczególnych mikroziaren. Z wykorzystaniem programu MultiScan v.6.08 mierzono długość *I*, szerokość *b* oraz pole powierzchni *A* dla wybranej losowo partii mikroziaren, w rzucie na płaszczyznę równoległą do powierzchni obserwacji.

Gatunek ścierniwa	Oznaczenie	Średni wymiar normatywny, µm
Węglik boru	BC F320	29
Węglik boru	BC F600	9
Węglik boru	BC F800	7
Węglik krzemu czarny	98C F400	17
Węglik krzemu zielony	99C F400	17
Elektrokorund zwykły	95A F400	17
Elektrokorund zwykły	95A F500	13
Elektrokorund zwykły	95A F600	9
Elektrokorund szlachetny	99A F400	17

TABLICA I. Badane mikroziarna ścierne

TABLICA II. Wartości dopuszczalnego błędu pomiaru

Normatywna wielkość mikroziarna	Błąd pomiaru d, µm	
F320	25	
F400	1,5	
F500	1	
F600	0,8	
F800	0,6	

TABLICA III. Minimalna liczność prób badanych mikroziaren

Badane mikroziarna ścierne	Liczność próby wstępnej	Odchylenie standardowe w próbie wstępnej s, µm	Minimalna liczność próby głównej
BC F320	30	58,01	23
BC F600	30	2,12	30
BC F800	30	1,49	26
98C F400	30	3,45	11
99C F400	30	5,75	29
95A F400	30	3,14	9
95A F500	30	1,99	17
95A F600	30	2,08	29
99A F400	30	2,48	6



Rys. 2. Widok ogólny stanowiska do pomiarów wielkości mikroziaren ściernych. Oznaczenia: 1 – pojemnik ze ścierniwem (badana próbka), 2 – zbiór mikroziaren rozsypanych jednowarstwowo na płaszczyźnie obserwacji (badana dawka), 3 – dwuramienny oświetlacz halogenowy, 4 – mikroskop stereoskopowy firmy Nikon, 5 – kamera CCD, 6 – komputer, 7 – oprogramowanie MultiScan



Rys. 3. Zdjęcia ekranu: *a*) wybór mikroziarna, *b*) mierzone mikroziarno ścierne w powiększeniu

Wyniki pomiarów

Na rys. 4–7 pokazano przykładowe rozkłady zmierzonych parametrów geometrycznych mikroziaren ściernych węglika boru, węglika krzemu i elektrokorundu.



Rys. 4. Wyniki pomiarów mikroziaren BC F600: a) rozkład długości *I*, *b*) rozkład szerokości *b*, *c*) rozkład pola powierzchni *A*



Rys. 5. Wyniki pomiarów mikroziaren 95A F500: a) rozkład długości *I*, *b*) rozkład szerokości *b*, *c*) rozkład pola powierzchni *A*



Rys. 6. Wyniki pomiarów mikroziaren 95A F600: *a*) rozkład długości *I*, *b*) rozkład szerokości *b*, *c*) rozkład pola powierzchni *A*



Rys. 7. Wyniki pomiarów mikroziaren 99C F400: a) rozkład długości *I*, *b*) rozkład szerokości *b*, *c*) rozkład pola powierzchni *A*

Po analizie otrzymanych rozkładów długości / stwierdzono, że większe mikroziarna węglika boru (F320 i F600) mają asymetrię ujemną, a mikroziarna F800 - asymetrię dodatnią. Z kolei dla szerokości b obrazów mikroziaren asymetria dodatnia charakteryzuje mikroziarna F320, a pozostałe mają asymetrię ujemną. W przypadku badanego pola powierzchni A wszystkie próbki charakteryzuje rozkład o prawostronnej asymetrii dodatniej. Dla każdego z analizowanych parametrów geometrycznych otrzymane rozkłady empiryczne mają eksces ujemny, co świadczy o występowaniu rozkładów spłaszczonych. Średnie współczynniki kształtu K = l/b badanych mikroziaren są zbliżone i wynoszą odpowiednio: K = 1,52 (BC F320), K=1,54 (BC F600) i K=1,39 (BC F800). Stwierdzono niewielkie różnice między długością / mikroziaren F600 i F800 a wartościami normatywnymi (PN-ISO 8486-2) średniego charakterystycznego wymiaru ziarna.

Na podstawie porównania otrzymanych rozkładów statystycznych stwierdzono, że rozkłady długości / mikroziaren 95A i 99A o tym samym numerze normatywnym F400 mają asymetrię ujemną, a rozkłady szerokości b i pola powierzchni rzutów A – asymetrię dodatnią. Analizowane ścierniwo 95A F500 cechuje brak asymetrii rozkładu długości I; rozkład szerokości b ma asymetrię ujemną, a pole powierzchni A – asymetrię dodatnią. W przypadku mikroziaren 95A F600 wszystkie otrzymane rozkłady miały asymetrię dodatnią i były spłaszczone, o czym świadczy ujemna wartość ekscesu. Średnie współczynniki kształtu mikroziaren 99A F400 i 95A F400 są niemal identyczne i wynoszą odpowiednio: K = 1,51 i K = 1,53. Współczynniki kształtu najmniejszych badanych mikroziaren elektrokorundu zwykłego również sa podobne: *K* = 1,36 dla 95 F500 i *K* = 1,42 dla 95A F600. Biorąc pod uwagę wyniki analiz, stwierdzono, że mikroziarna elektrokorundu szlachetnego F400 i elektrokorundu zwykłego F500 mają średnią długość obrazu ziarna zbliżoną do średniego wymiaru charakterystycznego (normatywnego).

Mimo że analizowane mikroziarna miały identyczną wielkość normatywną (F400), to jednak znacznie różniły się pod względem parametrów geometrycznych. I tak, rozkład długości *I*; mikroziaren 99C F400 ma asymetrię dodatnią, a mikroziarna 98C F400 – asymetrię ujemną. Rozkłady szerokości *b* mają asymetrię ujemną, a pole powierzchni *A* obrazów mikroziaren – asymetrię dodatnią. Rozkłady są spłaszczone – mają eksces ujemny. Średnie współczynniki kształtu nieco się różnią: K = 1,62 dla mikroziaren 98C F400 i K = 1,33 dla węglika krzemu 99C F400. Częściej występują ziarna o kształcie iglastym lub mieczykowatym (w przypadku czarnego węglika krzemu).

Podsumowanie

Na podstawie przeprowadzonych badań można wysnuć kilka wniosków ogólnych:

 Badane rozkłady najczęściej mają asymetrię ujemną, zwłaszcza w przypadku większych mikroziaren ściernych (a także względnie drobnych ziaren węglika boru BC F600). Wyjątkiem był węglik krzemu zielony 99C F400 o asymetrii dodatniej.

• W przypadku najmniejszych ziaren występują tylko nieznaczne odstępstwa od wymiarów normatywnych, wyznaczonych metodą sedymentacyjną.

• Wartości średnie współczynników kształtu badanych mikroziaren ściernych są do siebie zbliżone i zawierają się w przedziale $K = 1,33 \div 1,61$.

Należy podkreślić, że na wykazane różnice pomiędzy poszczególnymi mikroziarnami o określonych charakterystykach normatywnych wpływa proces produkcji ścierniwa, przy czym duże znaczenie mają warunki krystalizacji i proces rozdrabniania.

Zaproponowaną metodę pomiarów wymiarów i kształtu mikroziaren ściernych można wykorzystać w ocenie jakości ścierniwa przed sporządzeniem zawiesiny lub pasty do technologicznego docierania powierzchni. Skomputeryzowana metoda mikroskopowa jest stosunkowo wydajna i informatywna w porównaniu z analizą sedymentacyjną.

Ze względu na możliwość występowania zrostów ziaren badania należy prowadzić w warunkach odpowiedniej wilgotności.

LITERATURA

- Bakoń A., Barylski A. "Preparaty na bazie nano- i mikrodiamentów do operacji docierania i polerowania". Mechanik. 8–9 (2014): s. 8–12.
- Bakoń A., Barylski A. "Ziarna i mikroziarna diamentowe. Rodzaje ścierniw i przykłady zastosowania". Gdańsk: Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej, 2017.
- Barylski A. "Obróbka powierzchni płaskich na docierarkach". Gdańsk: Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej, 2013.
- Barylski A. "Systemy automatycznej kontroli wymiarowej mikroziaren ściernych". Diagnostyka. 3 (2006): s. 253–258.
- Benea I.C. "Particle size and size distribution of superabrasive powder. Part 1". *Diamond Tooling Journal*. 3 (2010): s. 39–46.
- Benea I.C., Rosczyk B.R., Fitzgerald L.M. "Surface textured diamond particles – properties and applications". *Diamond Tooling Journal*. 3 (2011): s. 17–24.
- Bogatyreva G.P., Petasyuk G.A., Bazalii G.A., Shamraeva V.S. "On morphometric uniformity of diamond micro powder". J. Superhard Mater. 31 (2009): s. 126–134.
- Domozych M. "Analiza mikroskopowa kształtu i wymiarów ziaren ściernych". Gdańsk: Politechnika Gdańska, Wydział Mechaniczny, 2016.
- Engis A. "The role of particles per carat in diamond tool behavior". Industrial Diamond Review. 2 (2003): s. 39–45.
- Fletcher T., Gobena F., Romero V. "Diamond fixed abrasive lapping of brittle substrates". *Industrial Diamond Review*. 1 (2005): s. 25–31.
- Friedrich U. "Polished rolls make high-quality sheet steel shine". Industrial Diamond Review. 1 (2003): s.16–17.
- Leavers V.F. "An active angularity factor for the characterization of abrasive particles". Wear. 239 (2000): s. 102–110.
- 13. Materiały informacyjne firmy BIA, Holtsville.
- 14. Materiały informacyjne firmy CILAS, Marcoussis.
- 15. Materiały informacyjne firmy Computer Scanning Systems Sp. z o.o., Warszawa.
- 16. Materiały informacyjne firmy Fritsch GmbH, Idar-Oberstein.
- 17. Materiały informacyjne firmy Gilson Company, Inc., Worthington.
- 18. Materiały informacyjne firmy Horiba Ltd, Kyoto.
- 19. Materiały informacyjne firmy Hosokawa Alpine AG, Augsburg.
- 20. Materiały informacyjne firmy LECO Polska Sp. z o.o., Katowice.
- 21. Materiały informacyjne firmy Malvern Instruments Ltd, Malvern.
- 22. Materiały informacyjne firmy Micromeritics, Norcross.
- 23. Materiały informacyjne firmy Microvision Instruments, Evvy, Cadex.
- 24. Materiały informacyjne firmy Particle Sizing Systems, Santa Barbara.
- 25. Materiały informacyjne firmy Rotex Inc., Cincinnati.
- 26. Materiały informacyjne firmy Sympatec GmbH, Clausthal-Zellerfeld.
- 27. Materiały informacyjne firmy TST, St. Paul.
- 28. Materiały informacyjne firmy W.S. Tyler, Mentor.
- Petasyuk G.A. "Interpretative and applied aspects of some morphological characteristics of superabrasive powder". J. Superhard Mater. 32 (2010): s.128–139.
- Stachowiak G.W. "Particle angularity and relationship to abrasive and erosive wear". Wear. 241 (2000): s. 214–219.