

INSTRUMENTIRANA NAPRAVA ZA ANALIZO VEDENJA KOVINSKIH PRAHOV MED HLADNIM ENOOSNIM STISKANJEM

AN INSTRUMENTED CELL TO ANALYSE THE BEHAVIOUR OF METAL POWDERS DURING COLD UNIAXIAL DIE COMPACTION

Borivoj Šuštaršič¹, Ladislav Kosec², Tomaž Špan³, Milan Jelenko⁴, Matjaž Torkar¹

¹ Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 1000 Ljubljana, Slovenija

² NTF, Univerza v Ljubljani, Aškerčeva 6, 1000 Ljubljana, Slovenija

³ Conphis d.o.o., Cesta na Svetje 10, 1215 Medvode, Slovenija

⁴ Unior d.d., Kovaška industrija, Kovaška c. 10, 3214 Zreče, Slovenija
borivoj.sustarsic@imt.si

Prejem rokopisa - received: 2001-12-17; sprejem za objavo - accepted for publication: 2002-01-18

Razvili in izdelali smo instrumentirano celico za analizo vedenja kovinskih in keramičnih prahov med njihovim hladnim enoosnim stiskanjem. Celica je vgrajena v univerzalni servo-hidravlični preizkuševalni stroj Instron 1255, ki nam v tem primeru rabi kot enoosna stiskalnica. Celoten sistem omogoča tudi ugotavljanje vedenja stiskanca (surovca) pri njegovem izmetavanju iz orodja kot tudi določitev njegovih trdnostnih lastnosti. Z razvito programsko opremo je bilo omogočeno zajemanje vseh merjenih veličin, njihova obdelava, izračun osnovnih medsebojnih odvisnosti ter njihova vizualna in grafična predstavitev. Sistem lahko koristno uporabimo tudi za določitev tlačne preoblikovalne trdnosti konvencionalnih kovinskih materialov. V prispevku predstavljamo samo napravo in nekaj eksperimentalnih rezultatov, dobljenih z novo napravo med enoosnim stiskanjem vodnoatomiziranih jeklenih prahov. Predstavljamo tudi sistem, ki omogoča določevanje tlačne preoblikovalne trdnosti v odvisnosti od stopnje deformacije konvencionalnih kovinskih materialov.

Ključne besede: kovinski prahovi, hladno enoosno stiskanje, laboratorijski preizkusi

The densification of metal powders via automatic uniaxial die compaction in hydraulic or mechanical presses is a very important operation in standard P/M manufacturing procedures for sintered metal parts with complex shapes. Consequently, a knowledge of how the metal powders behave during cold compaction is very important for the development of new powdered materials and the manufacturing optimisation of sintered parts. Recently, some computer models have been developed which enable the successful prediction and simulation of the dynamic behaviour of powders during their compaction and ejection from the die. The models are used to calculate a series of process parameters that are important for the optimum powder compaction into the complex compact, for the dimensioning of the dies and presses and for the prediction of the die life. The reasons for crack formation inside the compact can also be analysed.

An instrumented die is used for the exact experimental determination of the parameters and the data needed for the determination of the appropriate constitutive law which describes the powder/compact behaviour during the compaction/ejection. Actuators and sensors are connected to a computer and adequate hardware/software is used for the continuous, fast and accurate acquisition, processing, and analysis of the measured data.

The complete analysis and determination of all constitutive parameters requires a complex instrumented die (cell) in which the powder is subjected to a 3D stress field. Recently, it has been proved that it is possible to obtain enough experimental data with a simpler instrumented cylinder die in which the investigated powder is compressed uniaxially. The die must be incorporated into the press, which makes it possible to control the compaction of the powders up to high pressures (800-900 MPa) and relatively high green densities (above 95% of T.D.). This kind of equipment allows us to determine all the experimental data which describe the behaviour of a new or existing powder material during compaction, and allows the analysis and experimental validation of a certain model, or the starting points for the development of a new model.

A new instrumented cell for the analysis of metal and ceramic powders during uniaxial cold compaction was developed at the Institute of Metals and Technology, Ljubljana. The cell was incorporated into a universal 500 MPa Instron 1255 (UK) servo-hydraulic testing machine which serves as a uniaxial press. The complete system also allows us to analyse the behaviour of the compact during its ejection, as well as to determine the compacts' green strength. The developed software allows us to continuously collect and process all the measured values and calculate the basic relationships and present them graphically.

In this article we present the new equipment and some experimental results obtained during the compaction of water-atomised steel powders. The system can also be used independently for the determination of the compaction true-stress-strain curves of conventional materials. Therefore, some experimental results from this area are also presented.

Key words: metal powders, uniaxial die compaction, laboratory testing

1 UVOD

Hladno zgoščevanje kovinskih prahov z avtomatskim enoosnim stiskanjem v kovinskih modelih, na mehanskih ali hidravličnih stiskalnicah, je ena od najpomembnejših operacij v standardnem P/M postopku izdelave sintranih izdelkov^{1,2}. Zato je poznanje vedenja kovinskih prahov

med stiskanjem izredno pomembno tako s stališča razvoja novih prašnatih materialov kot tudi optimiranja redne proizvodnje sintranih izdelkov. V novejšem času je že razvita cela vrsta računalniških modelov s katerimi je možno uspešno napovedati (simulirati) dinamično vedenje prahov med stiskanjem in izmetavanjem

surovcev iz orodja³⁻⁸. Napovedati je možno vrsto procesnih parametrov, pomembnih za optimalno stiskanje prahov v surovce kot tudi za dimenzioniranje stiskalnic in napovedovanje vzdržljivosti orodij ali vzrokov za nastanek razpok v surovcih. Zato da bi lahko uspešno napovedali vedenje prahu med stiskanjem, potrebujemo natančno instrumentirano orodje, s katerim bi določili zelene konstitutivne parametre stiskanja. Za popolno tridimenzionalno analizo in določitev vseh konstitutivnih parametrov vedenja prahov med stiskanjem bi potrebovali drago instrumentirano celico, v kateri bi prah izpostavili triosnemu napetostnemu stanju⁹. Vendar je v svetu vedno več podatkov in rezultatov, ki kažejo na to, da je možno uspešno analizirati vedenje prahu med stiskanjem tudi v orodju enostavne oblike (valjčka) v katerem enoosno stiskamo prah v surovec¹⁰⁻¹³. Orodje mora biti vgrajeno v univerzalno stiskalnico, ki omogoča kontrolirano zvezno, po možnosti obojestransko, zgoščevanje prahov do visokih tlakov (800-900 MPa) oziroma do relativno velikih zelenih gostot (nad 95 % teoretične gostote). Orodje mora biti seveda opremljeno s primernimi senzorji (tlaka, pomika in deformacij), povezano z računalnikom in ustrezno programsko opremo, ki omogoča zaznavanje merjenih veličin, njihov prenos in obdelavo eksperimentalno dobljenih podatkov med stiskanjem prahu. Šele takšno orodje omogoča določitev nujno potrebnih eksperimentalnih podatkov o vedenju novih ali obstoječih prašnatih materialov med neprekinjenim stiskanjem ter popolnoma zadovoljivo analizo oziroma eksperimentalno potrditev veljavnosti postavljenih modelov ali eksperimentalnih izhodišč za postavitev novih modelov.

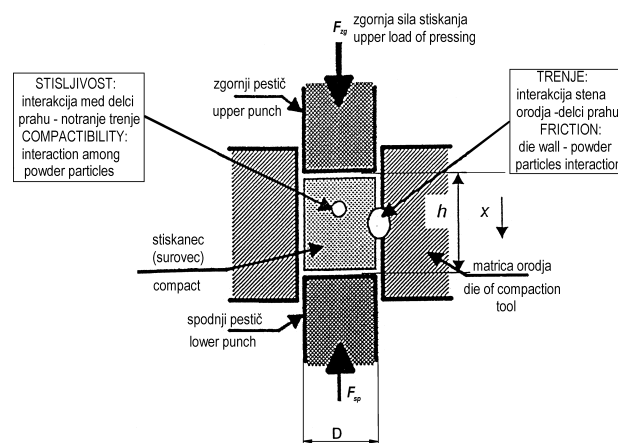
V osnovi nam za določitev stisljivosti oziroma vedenja preiskovanega prahu med stiskanjem in izmetavanjem surovca zadošča že serija enostavnih preizkusov pri katerih kovinski prah stisnemo z različnimi tlaki v surovce enostavne oblike z različno zeleno gostoto. Izdelane surovce lahko tudi kontrolirano porušimo in tako določimo odvisnost med zeleno trdnostjo in zeleno gostoto. Takšna serija enostavnih preizkusov določevanja stisljivosti kovinskih ali keramičnih prahov in trdnosti surovcev je tudi standardizirana¹⁴⁻¹⁷. Tehnološki preizkusi te vrste nam večinoma zadoščajo, če želimo kontrolirati dobavitelja prahu, primerjati različne prahove med seboj, dimenzionirati orodje in izbrati stiskalnico za stiskanje določenega izdelka ali analizirati vpliv različnih dodatkov (npr. trdnih maziv, prahov zlitinskih elementov za ustvarjanje ustrezne kemijske sestave, mehkih in/ali trdih nekovinskih delcev pri izdelavi kompozitov itd.). Pri razvojno-raziskovalnem delu pri novih prašnatih materialih in predvsem modeliranju zgoščevanja kovinskih ali keramičnih prahov na osnovi metod končnih elementov takšni preizkusi ne dajo vseh potrebnih eksperimentalnih podatkov, ki bi v celoti opisali mikro- in makro-mehansko vedenje prahov med stiskanjem v surovce, izmetavanjem surovcev in njihovo porušitvijo. Za ta namen obstajajo že nekatere tržno dosegljive naprave, ki pa imajo tudi

nekatero omejitve (visoka cena, kapaciteta stiskalnice, dimenzije surovca, zaprtost in omejenost programske opreme, konstantna hitrost obremenjevanja)¹⁸. Zato smo začeli z razvojem in izdelavo instrumentirane celice (orodja) za analizo vedenja kovinskih in keramičnih prahov med njihovim hladnim enoosnim stiskanjem. Celico smo vgradili v univerzalni servo-hidravlični preizkuševalni stroj Instron 1255, ki nam v tem primeru rabi kot enoosna stiskalnica. Celotni sistem omogoča tudi ugotavljanje vedenja surovca pri njegovem izmetavanju iz orodja kot tudi določitev njegovih trdnostnih lastnosti. Z razvito programsko opremo je bilo omogočeno zajemanje vseh merjenih veličin, njihova obdelava, izračun osnovnih medsebojnih odvisnosti ter njihova vizualna in grafična predstavitev. Del sistema lahko koristno uporabimo tudi za določitev preoblikovalnosti konvencionalnih kovinskih materialov. V nadaljevanju predstavljamo samo napravo, pripadajočo strojno in programsko opremo ter eksperimentalne rezultate, dobljene pri stiskanju vodno-atomiziranih jeklenih prahov. Predstavljamo tudi sistem, ki omogoča določevanje tlačne preoblikovalne trdnosti v odvisnosti od stopnje deformacije konvencionalnih kovinskih materialov.

2 TEORETIČNO OZADJE

Zaradi notranjega trenja med prašnimi delci ter trenja med delci in stenami orodja (slika 1) so med enoosnim stiskanjem posamezni deli nastajajočega surovca izpostavljeni različnim radialnim in aksialnim napetostim. Zato ima nastajajoči surovec po svojem volumnu tako v radialni kot tudi v aksialni smeri različno zeleno gostoto. Kot bomo videli v nadaljevanju, so razlike v gostoti tem večje, čim večje je trenje in čim večje so razlike v dimenzijah surovca.

Povprečno zeleno gostoto nastajajočega surovca in celotno trenje ugotavljamo med stiskanjem znane mase prahu z zveznim merjenjem višine surovca H ter zgornje



Slika 1: Shematični prikaz hladnega enoosnega stiskanja prahu v orodju¹⁹

Figure 1: Schematic representation of cold uniaxial die compaction of powder¹⁹

sile F_{zg} in sile, prenesene na spodnji pestič F_{sp} . Na osnovi Janssen-Walkerjeve (J-W) analize⁴ velja tudi eksperimentalno potrjena odvisnost med preneseno silo (tlakom) na spodnji pestič in uporabljeno silo (tlakom), ki deluje na zgornji pestič pri enostranskem stiskanju cilindričnega vzorca premera D in trenutne višine x oziroma končne višine H :

$$F_x = F_{zg} \cdot e^{-4\mu_w \cdot z \cdot x/D} = F_{zg} \cdot e^{-C \cdot x/D} \quad (1)$$

pri tem je F_{zg} sila na zgornji pestič (sila stiskanja), F_x (F_{sp}) sila na oddaljenosti x (H) od zgornjega pestiča, μ_w koeficient trenja med prahom in steno orodja in z faktor, ki nam pove kakšno je razmerje med normalnimi in preko prahu, na stene orodja prenesenimi radialnimi napetostmi. Iz enačbe (1) lahko tako pri znanih (merjenih) F_{zg} , F_x oziroma F_{sp} , višini x oziroma H , vsak trenutek izračunamo konstanto C v kateri sta združena (skrita) μ_w in z . Iz enačbe (1) je razviden tudi vpliv geometrije surovca na porazdelitev zelene gostote po njegovi višini. Gasiorek s sodelavci¹⁹ je na osnovi eksperimentalnih opazovanj predložil empirično enačbo, ki ima podobno obliko kot enačba (1):

$$F_{sp} = F_{zg} \cdot \eta^{\frac{H}{D}} \quad (2)$$

V tej enačbi pomeni η t.i. drsno trenje ali na kratko drsni koeficient (angl.: sliding coefficient). Le-ta podaja interakcijo med prahom in stenami orodja med njegovim stiskanjem oziroma zgoščevanjem. Za dani material in stanje površine orodja naj bi bil koeficient drsenja konstanten. Opisuje pa sposobnost prahu za homogeno zgoščevanje. Njegova vrednost je med 0 in 1 ($0 < \eta < 1$). Večji je η , manjše so razlike v zeleni gostoti po višini surovca. Drsni koeficient η je v naslednji medsebojni povezavi s koeficientoma μ_w in z , izhajajoč iz enačb (1) in (2):

$$\eta = e^{-4\mu_w \cdot z} \quad (3)$$

Iz zgornje analize ugotovimo, da mora imeti osnovna instrumentirana celica vsaj tri dovolj občutljive in natančne senzorje s primernim obsegom, ki so sposobni zvezno meriti in v obliki električnega signala posredovati trenutne vrednosti zgornje in spodnje sile stiskanja ter aksialni pomik. Pri tem nas čaka seveda nemalo pasti zaradi radialnih in aksialnih elastičnih deformacij in vsakokratnega nujnega preverjanja in umerjanja senzorjev.

Razlike v radialni smeri navadno zanemarimo, ker imajo surovci ponavadi majhno razmerje med višino in premerom (H/D). Za določitev gradienta zelene gostote v radialni smeri potrebujemo serijo (vsaj treh) čutil (merilnih lističev), razporejenih po višini matrice, ki na osnovi deformacije matrice zaznavajo preko prahu preneseni tlak na steno orodja v radialni smeri. Vendar pa ima tako instrumentirano orodje prednost, saj lahko z enačbo (1) medsebojno neodvisno določimo tudi povprečni koeficient trenja μ_w na steni orodja in prenosno razmerje med aksialnim in radialnim tlakom z , ki

je merilo za notranje trenje med prašnimi delci. Raziskave¹⁰ so pokazale, da je z za jeklene prahove v območju stiskanja relativno konstanten, navadno z naraščajočo obremenitvijo rahlo raste in je med 0,4 in 0,6. V našem primeru naprave zaenkrat nismo opremili s čutili radialnega tlaka. Zato kot merilo celotnega trenja lahko z napravo določimo le drsni koeficient η . Ker smo z metodo končnih elementov ugotovili, da je v našem primeru glede na izbrane materiale in dimenzije orodja ter pogoje preizkušanja deformacija matrice v radialni smeri zanemarljiva je v izračunih upoštevana le eksperimentalno ugotovljena aksialna deformacija. Ta je praktično linearno odvisna od uporabljenega tlaka in je relativno velika, ker poleg elastične deformacije pestičev zaradi velikih razsežnosti sistema v osi stiskanja prihaja do deformacij in zračnosti drugih mehanskih sklopov ter »dihanja« hidravličnega mehanizma.

Ena od popularnejših⁴ empirično ugotovljenih zvez med povprečno zeleno gostoto surovca ρ_z in uporabljeno silo F_{zg} oziroma tlakom stiskanja p_{zg} ima logaritemsko obliko:

$$\rho_z = a + b \cdot \ln(p_{zg}) \quad (4)$$

Če predpostavimo, da je odvisnost med povprečno gostoto in tlakom na kateri koli ravnini stiskanja (višini x) enake oblike, potem lahko v enačbo (4) vstavimo enačbo (1) in dobimo odvisnost s katero lahko določimo porazdelitev gostote po višini stiskanca, če prej eksperimentalno določimo konstante a , b in C .

$$\rho_x = a + b \cdot \ln(p_{zg}) - b \cdot C \cdot \frac{x}{D} \quad (5)$$

Iz enačbe (5) je razvidno, da je porazdelitev povprečne gostote po višini stiskanca odvisna od velikosti empirično določenih parametrov a , b in C . Surovec z relativno velikim produktom $b \cdot C$ (in/ali velikim razmerjem h/D) bo relativno heterogen in bo imel relativno velike razlike v gostoti po višini. Čeprav so parametri a , b in C empirične narave, jim lahko pripišemo fizikalni pomen. Konstanta oziroma parameter a je premosorazmeren trdoti aglomeratov oziroma delcev prahu. Večji je a , mehkejši so delci prahu in manjši tlak je potreben za dosego določene gostote. Parameter b je sposobnost za deformacijo (hitrost utrjevanja oziroma zakon utrjevanja). V parametru C je skrit koeficient trenja med steno orodja in prahom. Koeficient trenja μ_w je manjši, če so stene orodja dodatno mazane in razlike v gostoti po višini stiskanca bodo zato manjše, za izbrani prah pa absolutno gledano dosežene zelene gostote višje.

Na žalost splošno veljavnih enačb zgoščevanja prahov med stiskanjem ni. Za prakso še najbolj uporabne so empirično določene zveze med gostoto in tlakom stiskanja, ki se nato na podoben način, kot je prikazano zgoraj, vgrajujejo v model J-W oziroma enačbo za porazdelitev gostote po višini surovca. Tako npr. za kovinske prahove Bocchini²⁰ uporablja polinomsko odvisnost med gostoto stiskanja in uporabljenim tlakom p_{zg} oziroma silo stiskanja F_{zg} :

$$\bar{\rho}_z = A_1 + B_1 \cdot F_{zg}^{0.5} + C_1 \cdot F_{zg} \quad (6)$$

Iz preizkusov določevanja stisljivosti nato po metodi najmanjših kvadratov ali kar rešitve niza enačb določimo konstante A_1 , B_1 in C_1 . Ker empirično dobljena krivulja stisljivosti ni odvisna samo od notranjih lastnosti prahu (kemijske sestave, mikrostrukture in mehanskih lastnosti) in njegovih morfoloških lastnosti (oblika, velikost in velikostna porazdelitev delcev, stanje površine itd.), temveč tudi od geometrije in razmer na meji delci - stena orodja (koeficienta μ_w in z), je takšna krivulja uporabna samo, ko medsebojno primerjamo različne prahove, ki so bili stiskani v enakih razmerah. Seveda pa lahko te razmere tudi spreminjamo (npr.: hrapavost stene orodja, vsebnost trdnega maziva, velikostno porazdelitev delcev itd.) in opazujemo učinek sprememb na stisljivost prašne mešanice ter tako optimiziramo njeno stisljivost. Eksperimentalna opazovanja Gasioreka in sodelavcev so pokazala, da stisljivost nekaterih prahov lahko opišemo z naslednjo zvezo med neto tlakom p_r in relativno zeleno gostoto ρ_{ra} :

$$\rho_{ra} = \rho_{rp} \left(\frac{p_g}{p_g + p_r} \right)^\alpha \quad (7)$$

pri tem je α koeficient kompaktilnosti, p_g gravitacijski tlak prahu in ρ_{rp} relativna nasipna gostota prahu. Če nas zanima za stiskanec z obsegom O_b in površino A porazdelitev gostote po višini stisnjene vzorca, v enačbi (7) neto tlak p_r zamenjamo z lokalnim tlakom p_x :

$$\rho_{rx} = \rho_{rp} \left(\frac{p_g}{p_g + p_a \cdot \eta_{O_b \cdot x/4 \cdot A}} \right)^\alpha \quad (8)$$

Gasiorekovi preizkusi¹⁹ na nekaj keramičnih (Mn-Zn feriti, WC) in kovinskih (Fe, Cu-Sn) prahovih so pokazali, da zgornja enačba relativno dobro opisuje njihovo realno zgoščevanje med eno in obojestransko stiskanjem v kovinskem orodju. Koeficient kompaktilnosti α v svojem modelu pojmuje kot materialno konstanto, ki opisuje vedenje prahu oziroma je merilo sposobnosti za njegovo zgoščitev med hladnim enoosnim stiskanjem. Vendar so naše preiskave²² pokazale, da koeficient kompaktilnosti ni konstanten in se pri atomiziranih prahovih na osnovi Fe spreminja s tlakom oziroma stopnjo zgostitve.

V zgornjih enodimenzionalnih modelih oziroma enačbah se v posameznih "konstantah" skrivajo dejanske fizikalno-kemijske in reološke lastnosti prašnih delcev oziroma prahu kot celote. Nekateri raziskovalci²³ so tem konstantam hoteli dati resničen fizikalni pomen oziroma jih vključiti v modele (npr.: trdoto delcev, koeficient utrjevanja, mejo plastičnosti, tlačno trdnost itd.), vendar z relativno malo uspeha, saj je narava stiskanja zelo kompleksna in so v njej različni med seboj prepletajoči se mehanizmi. Vrednost teh modelov je predvsem v tem, da lahko na nek relativno enostaven matematičen način opišemo in tudi razumemo vedenje nekega prahu med stiskanjem. Pri tem moramo seveda jasno vedeti, da enačbe ali modeli, veljavni za duktilne materiale, ne

bodo veljali za trde in krhke, ter da že znotraj posameznih skupin lahko pričakujemo občutne razlike. Zato v praksi tudi najdemo toliko empiričnih enačb in načinov.

Po stiskanju surovca sledi faza njegovega izmetavanja (izbijanja) iz matrice. Med izmetavanjem želimo posneti karakteristično krivuljo izmetavanja, ki nam pove, kakšno je trenje med surovcem in steno orodja. Zato med izmetavanjem istočasno merimo silo, potrebno za izmetavanje, in relativni pomik surovca v matrici.

Surovec po izmetavanju iz orodja stehtamo, izmerimo njegove dimenzije in izračunamo njegovo zeleno gostoto. Zaradi elastičnih deformacij je zelena gostota surovca zunaj orodja nekaj manjša kot v njem, saj med izmetavanjem iz matrice pride do ekspanzije surovca. Iz dimenzijskih meritev surovca v orodju in zunaj njega lahko tako določimo tudi radialno ϵ_r in aksialno ϵ_a ekspanzijo, ki sta odvisni od končne zelene gostote surovca in karakteristični za preiskovani prah.

Za prakso in modeliranje zgoščevanja prahov (nastanek razpok med stiskanjem ali izmetavanjem, krušenje med transportom itd.) je pomembna tudi zelena trdnost oziroma odvisnost med zeleno trdnostjo surovca in povprečno ali parcialno zeleno gostoto oziroma tlakom stiskanja. Jasno je, da z naraščajočim tlakom stiskanja (zeleno gostoto) raste število in površina stikov (hladnih zvarov) med kovinskimi delci in s tem tudi kohezija med delci oziroma trdnost surovca. Zelena trdnost surovca (valjčka) navadno izmerimo lahko na dva načina. Valjček porušimo tako, da ga obremenjujemo v smeri osi (tlačno) ali radialno (strižno). Med obremenjevanjem merimo silo in aksialno deformacijo surovca. Standardiziran je tudi postopek določevanja upogibne zelene trdnosti na surovcu pravokotnega ali kvadratnega preseka¹⁶⁻¹⁷.

Vrsta raziskovalcev²³⁻²⁴ je v preteklosti ugotavljala zeleno trdnost surovcev iz različnih keramičnih in kovinskih prahov ter poizkušala postaviti splošno zvezo med zeleno (najpogosteje tlačno ali upogibno) trdnostjo σ_z in povprečno zeleno gostoto ρ_z , poroznostjo ali tlakom stiskanja. Žal je nastala le vrsta empiričnih enačb, ki veljajo strogo samo za preiskovane sisteme. Najpogosteje uporabljane so potenčna, polinomska in eksponentna oblika enačbe:

$$\sigma_z = C \cdot \sigma_{0r} \cdot \rho_z^n \quad (9a)$$

$$\sigma_z = A + B \cdot \rho_z^m \quad (9b)$$

$$\sigma_z = A + B \cdot e^{K_1 \cdot \rho_z^{m+K_2}} \quad (9c)$$

pri čemer so A , B , C , K_1 , K_2 ter m in n materialne konstante, v katerih so skrite individualne lastnosti prašnih delcev. Najpogosteje se kot samostojen parameter v enačbah nahaja tlačna trdnost popolnoma gostega materiala σ_{0r} .

Ko obravnavamo oziroma ugotavljamo (tlačno) trdnost surovcev, moramo posebej opozoriti še na eno njihovo fenomenološko značilnost. Pod vplivom enoosne tlačne obremenitve se surovec nekaj časa najprej širi

(podobno kot geološki materiali), medtem ko se klasični porozni materiali zgoščujejo s plastično deformacijo. Vzrok za to je sproščanje med enoosnim stiskanjem medsebojno ukleščenih delcev. Ta pojav je v nekaterih elasto-plastičnih modelih 2-D in 3-D oziroma njihovih konstitutivnih enačbah upoštevan. Podobno je v teh modelih zajeta tudi dodatna plastična deformacija surovcev med njihovim izmetavanjem zaradi sproščanja elastičnih napetosti oziroma deformacij. Ta dva pojava v zgornjih enodimenzionalnih modelih nista posebej zajeta.

Velikost delcev močno vpliva na zeleno trdnost. Ker je pri manjših delcih pričakovati večje število stikov med delci, lahko pričakujemo pri bolj drobnih prahovih večje zelene trdnosti. Vendar se takšni prahovi težje stiskajo zaradi velikega trenja med delci. Zato v praksi kombiniramo prahove s širšo velikostno porazdelitvijo delcev in izkoriščamo prednosti drobnih (večja zelena trdnost, boljša sinterabilnost) in grobih delcev (večja stisljivost in izkoristek). Na zeleno trdnost močno vpliva tudi oblika delcev. Mehansko medsebojno ukleščenje nepravilno oblikovanih delcev močno poveča zeleno trdnost in vpliva tudi na nastanek manjših por. Na zeleno trdnost surovcev iz granulato, ki vsebujejo zelo drobne keramične delce, vplivata predvsem vrsta in vsebnost dodanega polimernega veziva (navadno PVA - polivinil alkohol), ker med temi delci ne pride do plastične deformacije in hladnega adhezijskega zvarjanja. Zelo drobni (1-10 μm) keramični prahovi se namreč granulirajo (razpršilno sušijo; angl: spray drying) v obliko (granulat 45-150 μm), primernejšo za hladno enoosno stiskanje. Dodano polimerno vezivo ima tudi mazalne lastnosti in zmanjšuje notranje trenje ter trenje med delci in steno orodja.

3 PRAKTIČNO DELO

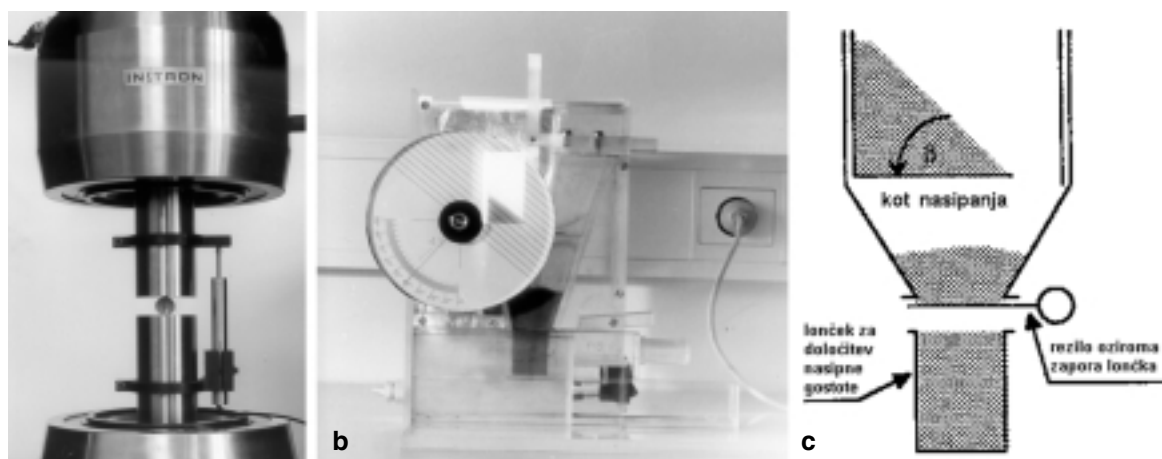
Na **sliki 2** je prikazan posnetek izdelane instrumentirane celice (orodja) za analizo vedenja kovinskih in keramičnih prahov med njihovim hladnim enoosnim stiskanjem. Orodje je vgrajeno v univerzalni servo-hidravlični preizkuševalni stroj Instron 1255, ki nam rabi kot enoosna stiskalnica 500 kN. Prednost te stiskalnice je, da omogoča kontrolirano zvezno enostransko obremenjevanje pri različnih hitrostih obremenjevanja (pomik zgornjega bata v razponu od 0,01 do 100 mm/min).

Orodje z zunanjim premerom 80 mm in višino 85 mm omogoča izdelavo surovcev premera 24 mm in višine od 15 do 20 mm. Standardna zatehta preiskovanega prahu je 50 g. Pestiči orodja so izdelani iz orodnega jekla, medtem ko je matrica iz karbidne trdine, preko katere je vroče nasajen tlačni obroč iz orodnega jekla. Matrica ima štiri izvrtine, v katere je možno vstaviti vzmeti izbrane jakosti, s katerimi simuliramo obojestransko stiskanje na plavajoči matrici, ker protisila vzmeti kompenzira trenje med nastajajočim surovcem in stenami orodja. Podnožje, nosilci in deli za centriranje merilne celice spodnje sile so izdelani iz nerjavnega jekla. Za merjenje zgornje sile smo uporabili originalni senzor, ki je vgrajen v preizkuševalni stroj. Dodatno smo nabavili in vgradili senzor spodnje sile in senzor pomika. Izbrani senzor spodnje sile je merilna celica 350 kN tip CCDT stolpične konstrukcije, izdelana iz nerjavnega jekla. Senzor pomika je standardno induktivno (LVDT) tipalo tipa AML/EU \pm 12.5-10 S z merilnim območjem 25 mm. Senzorji tlaka in pomika so povezani preko SCXI (angl.: Signal Conditioning System) modulov tipa SCXI-1305 in SCXI-1321 podjetja National Instruments (Austin, Teksas) z osebnim računalnikom (PC). Moduli skrbijo za ustrezno zajemanje, uravnavanje, prenos in obdelavo merjenih vrednosti. V okolju oken smo z grafičnim programskim jezikom za inštrumentiranje



Slika 2: a) Instrumentirano orodje za analizo vedenja prahov med hladnim enoosnim stiskanjem prahu s senzorji tlaka in pomika ter b) povezava z računalnikom, ki avtomatsko sproti zapisuje, obdeluje in ugotavlja (izpisuje) izmerjene vrednosti

Figure 2: a) instrumented cell for the analysis of powder behaviour during uniaxial cold compaction and b) hardware/software for the automatic acquisition and processing of measured data, as well as their visual and graphical presentation



Slika 3: a) sistem za določevanja zelene trdnosti surovcev ter tlačne trdnosti in krivulj tečenja konvencionalnih kovinskih materialov, b) slika naprave za določevanje nasipnega kota in nasipne gostote kovinskih prahov in c) shematični princip njenega delovanja

Figure 3: a) system for the determination of powder compacts' green strength and true-stress-strain behaviour of conventional materials, b) apparatus for the determination of apparent density and angle of repose of the investigated powders and c) schematic principle of its operation

LabVIEW 5.0 izdelali ustrezno programsko opremo, ki omogoča umerjanje senzorjev, izračunavanje ter vizualno in grafično predstavitev najpomembnejših medsebojnih odvisnosti. Celotni sistem ni opremljen z aktuatorji za avtomatski zagon/ustavitev preko PC. Zato sta potrebna ročni zagon in ustavitev stiskalnice ter merjenja in je zaenkrat potrebno sinhronizirano delo dveh operaterjev; enega, ki deluje z računalnikom in drugega, ki upravlja preizkuševalni stroj.

Celotni sistem omogoča tudi ugotavljanje vedenja surovca pri njegovem izmetavanju iz orodja kot tudi določitev njegovih trdnostnih lastnosti. Ker preizkuševalni stroj v statičnem režimu nima hoda spodnjega bata, je po stiskanju treba za fazo izmetavanja surovca, matrico obrniti, premestiti senzor pomika in surovec izbijati od zgoraj. V prihodnosti nameravamo to operacijo poenostaviti z nabavo še enega senzorja pomika LVDT z večjim merilnim območjem (50 mm). Za določevanje zelene trdnosti ali tlačne preoblikovalne trdnosti konvencionalnih materialov je treba v pritrdilne glave vpeti ustrezna bata (slika 3a). Zato celoten preizkus poteka v treh ločenih stopnjah: *stiskanje prahu* oziroma *oblikovanje surovca* ⇒ *izmetavanje surovca* ⇒ *obremenjevanje surovca do porušitve*. Ustrezno temu je tudi programska oprema razdeljena na tri dele oziroma tri podprograme (*Prah*, *Izbijanje* in *Tlačni preizkus*).

Poleg mase prahu je osnovni vhodni morfološki podatek o preiskovanem prahu njegova nasipna gostota. Kako prah polni orodje je odvisno od medsebojnega trenja med delci na kar vpliva predvsem velikost in oblika delcev. Zato pred preizkusom določevanja stisljivosti določimo še nasipno in stresano gostoto prahu ter njegov nasipni kot. V ta namen smo po razvili in izdelali lastno nestandardizirano napravo (sliki 3b in 3c).

Preizkus določevanja stisljivosti poteka tako, da najprej odpremo programsko okno za umerjanje senzorjev (slika 4). Senzorja tlaka umerimo v izbranem območju obremenitev in sicer, ko je obremenitev enaka

nič in na maksimumu izbranega območja (5, 10, 20 50 ali 100 % od 500 kN). Senzor pomika kalibriramo na valjček znane višine. Po umerjanju v matrico vsujemo zatehto preiskovanega prahu, zapremo orodje z zgornjim pestičem in v programsko okno (slika 5) na računalniku vpišemo osnovne podatke o preizkusu in preiskovanem prahu: datum preizkusa, ime preiskovalca, hitrost obremenjevanja in meritve (število odčitkov na sekundo), proizvajalca prahu, vrsto in značilnosti njegove izdelave, vsebnost trdnega maziva, način mazanja sten orodja (navadno stearinska kislina), teoretično, nasipno in stresano gostoto ter nasipni kot. Nato vključimo stiskalnico in pričnemo s preizkusom določevanja stisljivosti prahu. Na monitorju računalnika se nam



Slika 4: Programsko okno za umerjanje senzorjev v podprogramu "Prah"

Figure 4: Program window for the calibration of sensors in the subroutine "Powder"

prične avtomatično izpisovati izbrana merjena odvisnost. Navadno izberemo in spremljamo odvisnosti med F_{zg} , F_{sp} in povprečno zeleno gostoto ρ_{zel} . Kovinske prahove navadno stiskamo do zgornjega tlaka 800 MPa. Keramični prahovi se plastično ne deformirajo. Zato jih stiskamo do precej nižjih tlakov (približno 200 MPa).

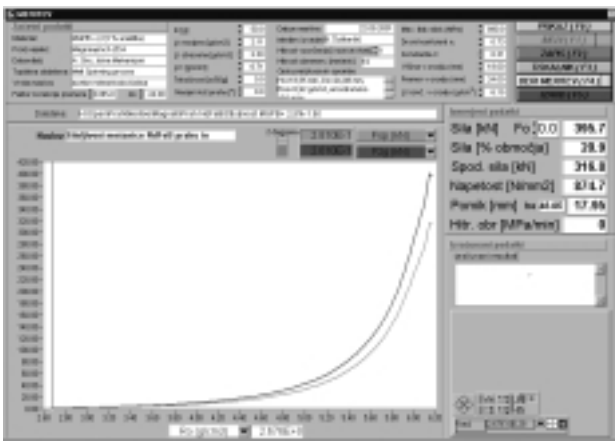
Ko je stiskanje prahu v surovec končano, ustavimo stiskalnico, dvignemo zgornji bat in na računalniku shranimo meritev z vsemi podatki v formatu "txt" tako, da lahko po potrebi vse izmerjene veličine obdelamo po želji še v kakšnem od ustaljenih programskih orodij za delo s preglednicami (Excel, Quattropro, Origin itd.), kar pa v večini primerov ni potrebno, saj lahko preko ukaza za izpis z osnovnim programskim orodjem izdelamo

večino odvisnosti (slika 6). Najpogostejše so: krivulja stisljivosti ($\rho_{zel} = f(p_{sr})$), krivulja kompaktilnosti prahu ($\alpha = f(\rho_{zel})$) in krivulja drsnega trenja ($\eta = f(\rho_{zel})$).

Na podoben način poteka tudi izvajanje preizkusa in samo računalniško sledenje izbivanja surovca iz matrice. Ker so sile trenja pri izbivanju precej manjše kot pri stiskanju, delamo na nižjem območju stiskalnice (navadno 10 % = 50 kN). V natančnejšo predstavitev podprograma "Izbijanje" zaradi pomanjkanja prostora ne bomo zahajali. Rezultat preizkusa je krivulja izbivanja (sila - pomik). Programsko okno podprograma "Izbijanje" in značilno krivuljo, dobljeno pri izbivanju surovca iz mehkomagnetnega kompozitnega materiala Somaloy, vidno na zaslonu PC, prikazujemo na sliki 7.

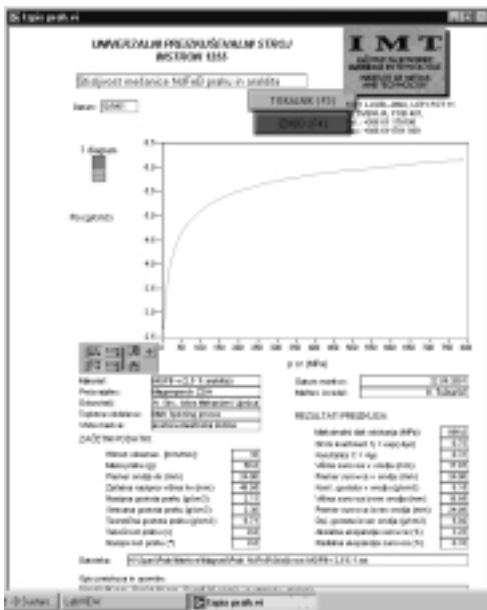
Na izrisanih krivuljah se pri obremenitvi (pribl. 7kN), ki je enaka masi zgornje glave, sistematično pojavlja motnja (slika 7), ki pa jo lahko zanemarimo, saj pomeni prehod, ko servo-hidravlični sistem prehaja iz "nateznega" (kompenzacija mase zgornje vpenjalne glave stroja) v tlačno obremenjevanje. Ta lepotna napaka na izrisanih krivuljah je torej sistemske narave in jo na tem stroju ni možno odpraviti. Tudi ni preveč moteča, saj se pojavlja pri zelo nizkih obremenitvah, ko prah šele pričnemo zgoščevati oziroma, ko je že izdelani surovec praktično izbit iz orodja.

Tudi v podroben opis poteka preizkusov določevanja zelene trdnosti surovcev in določevanja tlačne preoblikovalne trdnosti konvencionalnih materialov se zaradi pomanjkanja prostora ne bomo spuščali. Potek in način določevanja zelene strižne trdnosti surovcev (t.i. "brazilski test")¹³ je razviden s slike 3a. Za izračun tlačne preoblikovalne trdnosti moramo poznati koeficient trenja na stiku preizkušane - tlačni bat. Ta se z obremenitvijo spreminja in ga določimo ločeno s standardnim preizkusom v odvisnosti od obremenitve ter glede na uporabljeni material in mazivo. Preizkusa potekata podobno kot preizkus določevanja stisljivosti prahov. Najprej odpremo programsko okno za umerjanje senzorja tlaka in pomika in ju umerimo v izbranem



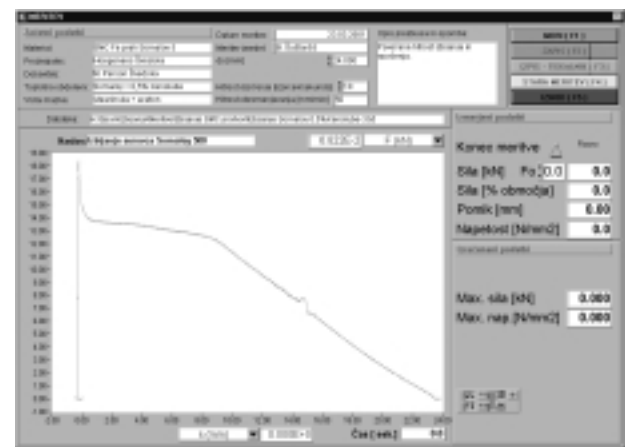
Slika 5: Programsko okno za izvajanje in spremljanje rezultatov preizkusa stisljivosti

Figure 5: Program window for the execution and monitoring of the compressibility test



Slika 6: Programsko okno za pripravo izpisa preizkusa stisljivosti z izbrano odvisnostjo

Figure 6: Program window for the preparation of the print of the compressibility test with the selected dependency



Slika 7: Programsko okno za izvajanje in spremljanje rezultatov preizkusa izbivanja surovca

Figure 7: Program window for the execution and monitoring of the compact ejection out of the die

območju obremenitev oziroma pomikov. Po umerjanju med tlačna bata vstavimo preizkušanec. Za določevanje tlačne preoblikovalnosti navadno uporabljamo valjčke $\phi 10 \times 12-13$ mm. V programsko okno (slika 8) na računalniku vpišemo osnovne podatke o preizkusu in preiskovanem materialu. Nato vključimo stiskalnico in prično obremenjevati preizkušanec. Surovce obremenjujemo do porušitve, medtem ko dobro preoblikovalne konvencionalne materiale stiskamo do logaritemske aksialne deformacije $\phi_h = 1,0-1,1$. Na monitorju računalnika se nam prične avtomatično izrisovati izbrana odvisnost in trenutne najpomembnejše merjene vrednosti. Navadno izberemo in spremljamo odvisnost med obremenitvijo F_{zg} in aksialnim pomikom zgornjega bata h ali preoblikovalno trdnostjo K_f in logaritmsko deformacijo ϕ_r .

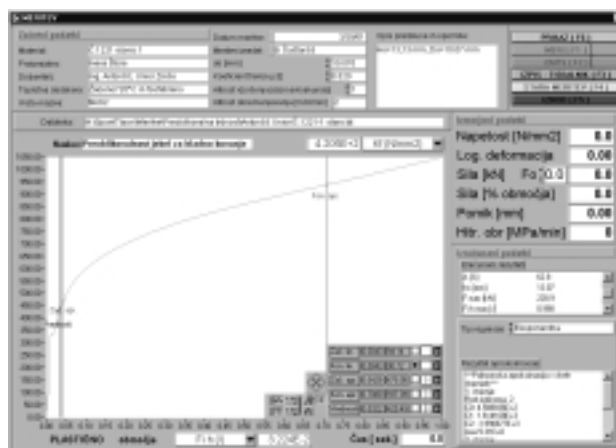
Ko je obremenjevanje končano, ustavimo stiskalnico, dvignemo zgornji bat in na računalniku dobljeno odvisnost $K_f = f(\phi_r)$ obdelamo polavtomatsko s programom za eksponentno in polinomsko regresijo. Nato meritev shranimo z vsemi podatki v formatu "txt" tako da lahko po potrebi vse izmerjene veličine obdelamo po želji še v kakšnem od drugih ustaljenih programskih orodij za delo s preglednicami, kar pa v večini primerov ni potrebno, saj lahko z ukazom za izpis z osnovnim programskim orodjem izdelamo večino odvisnosti (slika 9).

4 REZULTATI IN DISKUSIJA

Z opisanim sistemom smo v zadnjem letu in pol izvršili že vrsto preizkusov in preiskav. Izdelano napravo in programsko opremo še stalno izpopolnjujemo in odpravljamo ugotovljene pomanjkljivosti, čeprav je izdelani sistem že skoraj v celoti izpolnil naša pričakovanja. Tako smo v preteklem obdobju analizirali vedenje (stisljivost, izmetavanje, zeleno trdnost) vrste kovinskih prahov med hladnim enosnim stiskanjem. Naj naštejemo le nekaj najpomembnejših: vodno atomizirani prahovi hitroreznih (HR) jekel, prahovi Alnico, komercialni mehkomagnetni kompozitni prahovi na osnovi železa s komercialnim imenom Somaloy (Hoeganaes, Švedska) in trdomagnetni NdFeB vrste MQP-B (Magnequench, ZDA).

Analizirali smo vpliv različnih dodatkov, npr. trdnih anorganskih in organskih maziv, kot sta MoS_2 in diamidna smola z dolgimi verigami maščobnih kislin Wax C Micropowder PM²¹, ki ga bomo v nadaljevanju pisali okrajšano kar C_{wax} . Raziskave vedenja vodno atomiziranih prahov HR jekel vrste PM-23 z dodatki mehkih in trdih faz med stiskanjem so pokazale²², da:

- dodatek MoS_2 izboljšuje stisljivost in kohezijo prašnih mešanic
- standardno organsko mazivo (C_{wax}) daje manjšo silo izmetavanja ter manjšo radialno in aksialno ekspanzijo surovcev
- stisljivost večine jeklenih prahov, izdelanih z vodno atomizacijo lahko izrazimo z relativno enostavno



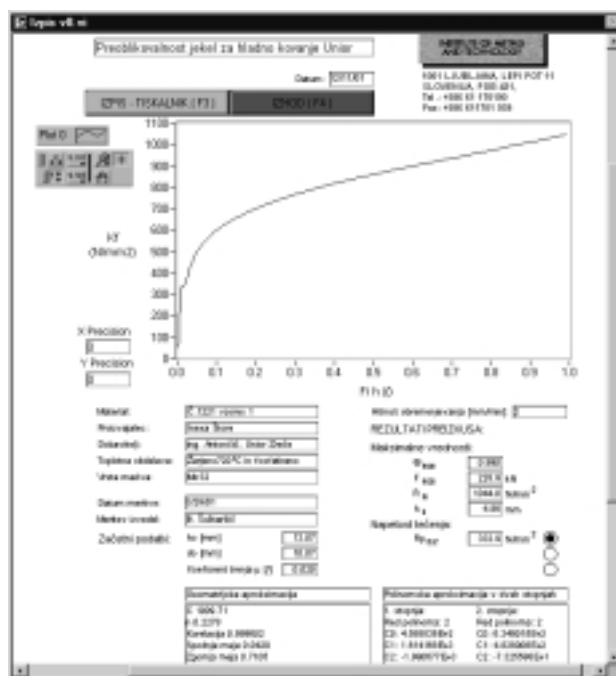
Slika 8: Programsko okno za izvajanje in spremljanje rezultatov preizkusa določevanja zelene trdnosti surovca in tlačne preoblikovalne trdnosti konvencionalnih kovinskih materialov

Figure 8: Program window for the execution and monitoring of results of the determination of the compact green strength and true-stress-strain curve of conventional metals and alloys

polinomsko zvezo (enačba (6)), ki pa jo je možno v področju nižjih tlakov stiskanja (do 600 MPa) še nadalje poenostaviti v naslednjo obliko:

$$\bar{p}_z = A_1 + B_1 \cdot F_{zg}^{0,5} \quad (10)$$

Na sliki 10 so prikazane krivulje relativne stisljivosti vodnoatomiziranega prahu HR jekla PM-23 z različno vsebnostjo MoS_2 . Za primerjavo je podana tudi stisljivost istega prahu HR jekla z dodatkom 1,5 mas.% C_{wax} .



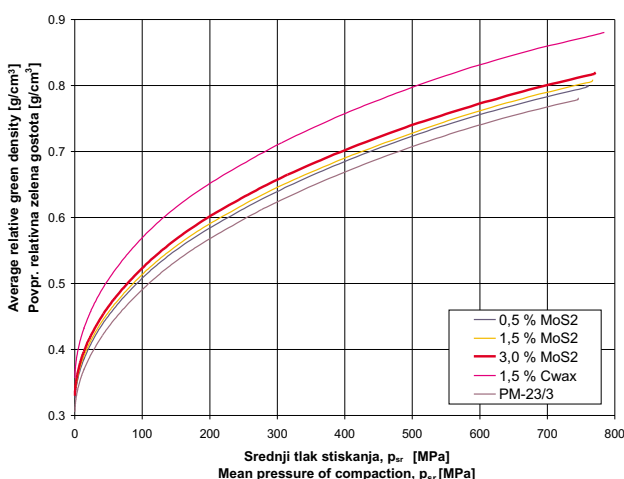
Slika 9: Programsko okno za pripravo izpisa preizkusa določevanja zelene trdnosti surovca in tlačne preoblikovalne trdnosti konvencionalnih kovinskih materialov

Figure 9: Program window for the preparation of the imprint of the compact is green strength and the true-stress-strain curve test of conventional metals and alloys

Na **sliki 11** so prikazane krivulje stisljivosti vodnoatomiziranega prahu HR jekla PM-23 z različno vsebnostjo MoS₂ in C_{wax} nekoliko drugače, in sicer tako, da je na abscisi podan kvadratni koren iz srednjega tlaka stiskanja. Tako lahko enostavno s polinomske regresije druge stopnje ugotovimo parametre A_p, B_p in C_p enačbe (6). Ker so krivulje skoraj premice in je korelacijski koeficient praktično enak ena (R² ≈ 1), vidimo, da lahko stisljivost preiskovanih mešanic odlično opišemo s to enačbo v celotnem območju tlakov stiskanja.

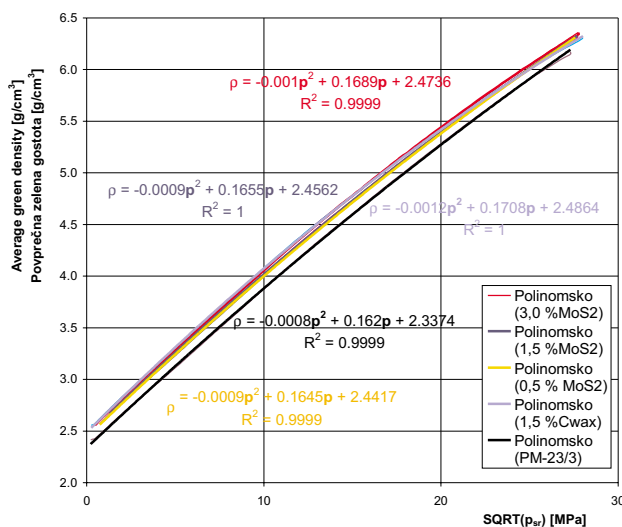
Na **sliki 12** so prikazane krivulje drsnega trenja prašnih mešanic vodnoatomiziranega prahu HR jekla vrste PM-23 z različno vsebnostjo MoS₂ v primerjavi z enakim prahom HR, ki pa vsebuje dodatek 1,5 mas.% C_{wax}. Iz diagrama je razvidno, da imajo vse krivulje drsnega trenja praktično enako obliko. Z naraščajočo zeleno gostoto oziroma tlakom stiskanja, koeficient drsnega trenja η rahlo pada. Zato lahko sklepamo, da celotno trenje (produkt μ_wxz) rahlo raste. Največji η ima praktično v celotnem območju prašna mešanica z dodatkom 1,5 mas.% C_{wax}, iz česar lahko sklepamo, da je ima organsko mazivo boljše mazalne sposobnosti kot MoS₂. Mikroskopske preiskave²² so pokazale, da lahko to pripišemo bolj enakomerni porazdelitvi maziva po površini delcev, zahvaljujoč njegovi morfologiji (delci v obliki lističev) in manjši nagnjenosti k tvorbi skupkov (aglomeraciji) delcev. Zanimivo je, da pri nižjih tlakih stiskanja kažeta najmanjše trenje mešanici brez dodatka maziva oziroma z 0,5 % MoS₂. Vendar moramo poudariti, da so stene orodja dodatno mazane s stearinsko kislino, ki pri nižjih tlakih odločilno vpliva na zmanjšanje drsnega koeficienta η, saj takrat prevladuje trenje med delci in stenami orodja μ_w.

Za nekaj domačih proizvajalcev (Unior Zreče, ARSED, Novo mesto) smo v okviru ekspertnega dela že ugotavljali preoblikovalnost jekel v hladnem. Kot primer



Slika 10: Krivulje stisljivosti vodnoatomiziranega prahu HR jekla z različno vsebnostjo MoS₂ in enakega prahu HR jekla z dodatkom 1,5 mas.% C_{wax}

Figure 10: Compressibility curves of water-atomised HSS powders with different contents of organic (C_{wax}) and inorganic lubricants (MoS₂)



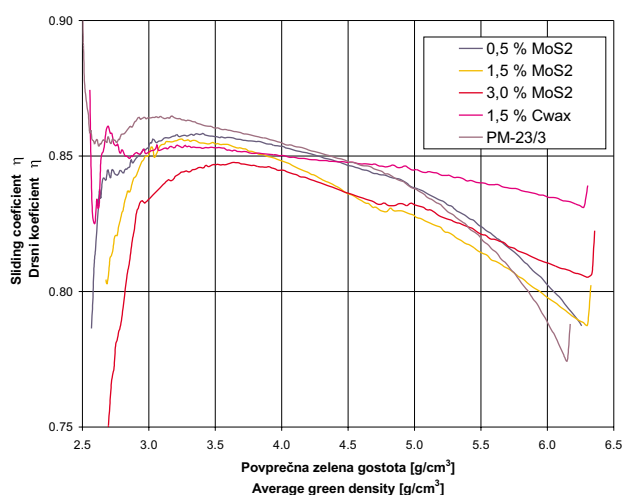
Slika 11: Krivulje stisljivosti vodnoatomiziranega prahu HR jekla z različno vsebnostjo MoS₂ in 1,5 mas.% C_{wax}, prikazane v obliki, ki nam kaže, da lahko stisljivost preiskovanih mešanic opišemo z enačbo (6)

Figure 11: Compressibility curves of selected water-atomised HSS powder mixtures with different contents of organic (C_{wax}) and inorganic lubricants (MoS₂), displayed in the form which shows excellent accordance with the polynomial equation (6)

podajamo krivulji tlačne preoblikovalnosti jekla za hladno rotacijsko kovičenje, dobljeni pri različnih hitrostih obremenjevanja oziroma pomika zgornjega bata.

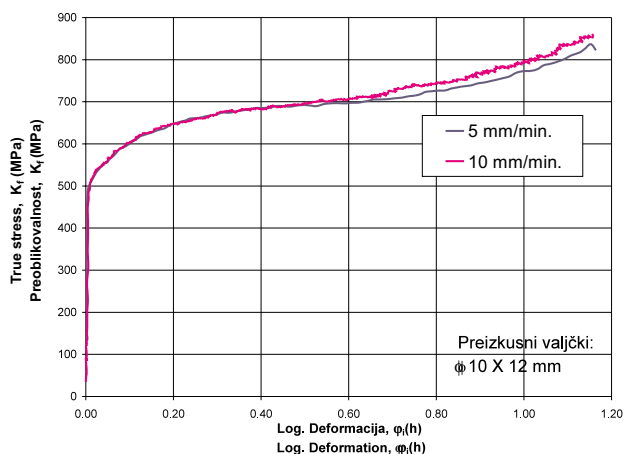
5 SKLEPI

Razvili in izdelali smo instrumentirano, računalniško podprto orodje, ki omogoča osnovno analizo vedenja kovinskih in keramičnih prahov/granulatov med njihovim enostranskim hladnim enosnim stiskanjem. Z



Slika 12: Krivulje drsnega trenja prašnih mešanic vodnoatomiziranega prahu HR jekla z različno vsebnostjo MoS₂ in 1,5 mas.% C_{wax}

Figure 12: Sliding friction curves of water-atomised HSS powder mixtures with different contents of organic (C_{wax}) and inorganic lubricants (MoS₂)



Slika 13: Krivulje preoblikovalnosti jekla za hladno rotacijsko kovičenje

Figure 13: True stress-strain curves of steel for cold rotation riveting

razvito in izdelano programsko opremo je bilo omogočeno zajemanje vseh merjenih veličin, njihova obdelava, izračun osnovnih medsebojnih odvisnosti ter njihova vizualna in grafična predstavitev. Praktični preizkusi so pokazali, da smo izdelali učinkovito orodje, s katerim lahko analiziramo in primerjamo notranje (stisljivost) in zunanje trenje (delci prahu - stene orodja) vseh vrst prašnih mešaníc. Sistem omogoča ugotavljanje vedenja surovca pri njegovem izmetavanju iz orodja kot tudi določitev trdnostnih lastnosti v odvisnosti od zelene gostote. Del sistema lahko koristno uporabimo tudi za določitev tlačne preoblikovalne trdnosti konvencionalnih kovinskih materialov. Možne so še nekatere izboljšave tako same celice (povišane temperature - analiza toplega stiskanja), dodajanje aktuatorjev in novih senzorjev (merjenje radialnega tlaka) kot tudi programske opreme. Naprava ne omogoča le analizo vedenja med enostranskim stiskanjem, saj je možno uspešno simulirati tudi obojestransko stiskanje (plavajoča matrica na vzmeteh), kar omogoča pripravo enakomerno in kontrolirano zgoščenih surovcev za preizkuse sintranja.

Zahvala

Avtorji prispevka se zahvaljujejo Ministrstvu za šolstvo, znanost in šport Republike Slovenije, ki je finančno podprlo projekt EUREKA (EU 2060 - SURTELEM) in s tem omogočilo razvoj inštrumentiranega orodja za analizo vedenja kovinskih prahov med hladnim enoosnim stiskanjem.

6 LITERATURA

- ¹ R. Schmidt, E. Ernst: Influence of Tooling Technology on the Design of PM-Parts, Intensive Short Course of Powder Compaction (ISC of P/M), European Powder Metallurgy Association (EPMA), Torino, Italija, October 1996, 37-55
- ² P. Beiss: Shape Limitations in Rigid Die Compaction, ISC of P/M, EPMA, Torino, Italija, October 1996, 75-94
- ³ D.T. Gethin, R.W. Lewis: Powder Compaction Modelling by the Finite Element Modelling, ISC of P/M, EPMA, Torino, Italija, October 1996, 169-216
- ⁴ I. Aydin, B. J. Briscoe, N. Ozkan: Modelling of Powder Compaction: A Review, Materials Research Society Bulletin, 22(1997)12, 45-51
- ⁵ T. Kraft, H. Riedel, P. Stingl: Finite Element Simulation of Die Pressing and Sintering, Advanced Engineering Materials, 1(1999)2, 107-109
- ⁶ A.K. Ariffin, D.T. Gethin, R.W. Lewis: Finite Element Simulation and experimental validation for multilevel powder compact, Powder Metallurgy, 41(1998)3, 189-197
- ⁷ D. Bouvard: Modelling in Powder Technology, Education programme, Edited by J.M. Torralba and Velasco, PM World Congress and Exhibition, October 1998, Granada, Španija, 146-160
- ⁸ J. Trasorras, T.M. Krauss, B.L. Ferguson: Modelling of Powder Compaction by Finite Element Method, Advances in Powder Metallurgy, Vol.: 1, Powder Metallurgy Institute, Princeton, NJ, 1989, 85-104
- ⁹ P. Doremus et al: High pressure triaxial cell for metal powder, Powder Metallurgy, 38(1995)4, 284-287
- ¹⁰ P. Mosbach et al: Experimental techniques for analysis of die pressing and ejection of metal powder, Powder Metallurgy, 40(1997)4, 269-277
- ¹¹ S. Turenne et al: Evaluation of friction in powder compaction for admixed and die wall lubrication, Powder Metallurgy, 42(1999)3, 263-268
- ¹² D.M.M. Guyoncourt et al: Constitutive data and friction measurements of powders using instrumented die, Powder Metallurgy, 44(2001)1, 25-33
- ¹³ O. Coube, H. Riedel: Numerical simulation of metal powder die compaction with special consideration of cracking, Powder Metallurgy, 43(2000)2, 121-131
- ¹⁴ International Organization for Standardization; ISO 3927: Metallic powders-Determination of compactibility (compressibility) in uniaxial compression, 1985
- ¹⁵ Metal Powder Industries Federation (MPIF): Determination of compactibility (compressibility) of metal powders, Standard No.: 45: Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, 1985/1986, Princeton, New Jersey, ZDA
- ¹⁶ ISO 3995: Metallic powders - Determination of green strength by transverse rupture of rectangular compacts, 1985
- ¹⁷ MPIF: Determination of green strength of compacted metal powder specimens, Standard No.: 15: Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, 1985/1986, Princeton, New Jersey, ZDA
- ¹⁸ K.Z. Korczak: Powder Testing Center, Model PTC-02DT-X in PTC-03DT, Commercial catalogue, 1996, KZK Powder Technologies Corp., Cleveland, Ohio, ZDA
- ¹⁹ S. Gasiorek, K.Z. Korczak, K.K. Kaminski: Compressibility of metal powders, Advances in Powder Metallurgy, Volume 1, 1989, 1-10
- ²⁰ G.F. Bocchini: Powder Mixes-Compressibility Level, Friction Effects, Proceedings of an ISC on P/M, EPMA, Torino, Italija, oktober 1996, 57-73,
- ²¹ Hoechst Wax C Micropowder PM, Hoechst High Chem, Powder Metallurgy, Instruction for use, komercialni katalog W 271 d/e 9061/035, junij 1991
- ²² B. Šuštaršič: Composite high-speed steel with solid lubricant (in Slovene), Ph. D. thesis, NTF, University of Ljubljana, 2000
- ²³ R.M. German: Powder Metallurgy Science, 2. edition, MPIF, Princeton, New Jersey, ZDA, 1994
- ²⁴ R.M. German: Particle Packing Characteristics, MPIF, Princeton, New Jersey, ZDA, 1989