

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10) **PL 248386 B1**

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **445666**

(22) Data zgłoszenia: **2023.07.24**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2025.01.27 BUP 04/2025**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2025.12.08 WUP 49/2025**

(51) MKP:

G01N 21/47 (2006.01)

G01N 21/01 (2006.01)

G01N 15/0205 (2024.01)

G01N 33/20 (2019.01)

(73) Uprawniony z patentu:

POLITECHNIKA WROCŁAWSKA, Wrocław, PL

(72) Twórca(-y) wynalazku:

KONRAD GRUBER, Wrocław, PL

IRYNA SMOLINA, Wrocław, PL

WOJCIECH STOPYRA, Wrocław, PL

(74) Pełnomocnik:

rzech. pat. Elżbieta Biały, Wrocław, PL

(54) Tytuł:

Sposób kontroli rozkładu wielkości cząstek proszku

PL 248386 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób kontroli rozkładu wielkości cząstek proszku znajdujący zastosowanie przy kontroli jakości proszków metalowych, w szczególności sferycznych proszków metalowych wykorzystywanych do wytwarzania przyrostowego (druku 3D). Sposób może mieć zastosowanie do kontroli rozkładu wielkości cząstek proszków metalowych w różnych scenariuszach. W szczególności w warunkach laboratoryjnych, warunkach produkcyjnych oraz po odpowiednim przystosowaniu, sposób może zostać zintegrowany z systemami wytwarzającymi i/lub przetwarzającymi proszki metalowe. Jednym ze zintegrowanych zastosowań sposobu jest integracja z drukarkami 3D do wytwarzania przyrostowego metodą fuzji łoża proszkowego – ang. Powder Bed Fusion (PBF), w tym metodą PBF-LB/M (fuzja łoża proszkowego stopów metali za pomocą wiązki laserowej), zgodnie z normą ISO/ASTM 52911-1:2019. W takim zintegrowanym układzie wchodzący w skład wynalazku układ pomiarowy może być umieszczony na układzie wyrównującym proszek metalowy, a pomiar odbywać się w czasie rzeczywistym, w trakcie standardowego nakładania warstw proszku metalowego warstwa po warstwie. Sposób przeznaczony jest do kontroli proszków o wielkości cząsteczek w zakresie od 0.1 μm do 1 mm.

Sposób według wynalazku jest w szczególności dedykowany do proszków metali, których rozkład wielkości cząstek może ulegać zmianom w czasie i jest zależny od warunków przetwarzania, transportowania, składowania. Do takich proszków zaliczają się między innymi proszki stalowe, proszki stopów aluminium, proszki stopów tytanu, proszki stopów niklu, proszki stopów miedzi. Niemniej sposób według wynalazku, ze względu na wykorzystywanie uniwersalnej cechy rozproszenia światła przez powierzchnię proszku, może mieć również zastosowanie do proszków innych materiałów, w tym proszków tworzyw sztucznych, ceramiki lub innych materiałów występujących w postaci proszków, oraz, w trakcie których wykorzystania istotna jest kontrola rozkładu wielkości cząstek takich proszków – proszków wykorzystywanych w przemyśle rolnym i spożywczym – na przykład mąki, ziarna, oraz proszków wykorzystywanych do produkcji leków w przemyśle farmaceutycznym.

Celem kontroli rozkładu wielkości cząstek proszku jest wykrywanie różnic pomiędzy partiami/wariantami proszków, które charakteryzują się jednakowym składem chemicznym, stopniem utlenienia oraz innymi właściwościami fizyko-chemicznymi, ale ich wytwarzanie, wykorzystanie do procesów przemysłowych, magazynowanie oraz inne operacje transportowo-produkcyjno-logistyczne mogą mieć wpływ na ich rozkład frakcji (rozkład wielkości cząstek).

Dotychczas kontroli rozkładu wielkości cząstek proszku można było dokonać następującymi sposobami. I tak, analiza laserowa rozpraszania światła (LAS) polega na naświetlaniu próbki proszku laserem i następującej analizie rozproszonego światła. Na podstawie charakterystyki rozproszenia światła można określić rozkład wielkości cząstek w próbce. Do technik LAS zalicza się między innymi dyfrakcję laserową (LD) i analizę rozpraszania światła dynamicznego (DLS), które pozwalają na pomiar cząstek w zakresie mikro- i nanometrów. Innym sposobem jest analiza mikroskopowa, która polega na obserwacji i pomiarze rozmiarów cząstek proszkowych za pomocą mikroskopu optycznego lub mikroskopu elektronowego. Przy użyciu odpowiedniego oprogramowania, można również dokonać analizy obrazu i wyznaczyć rozkład wielkości cząstek na podstawie uzyskanych danych mikroskopowych. Kolejną metodą to analiza dyfrakcyjna laserowa (LDA), która wykorzystuje zjawisko dyfrakcji światła na cząstkach proszku. Światło lasera jest kierowane na próbkę, a rozproszone światło jest analizowane. Na podstawie wzorców dyfrakcyjnych można określić rozkład wielkości cząstek w próbce. Wszystkie powyższe metody wymagają jednak odpowiedniej dyspersji próbki proszkowej. Analizowane cząstki proszku są najczęściej rozpylane w strudze powietrza lub strudze wodnej (dla metod LAS i LDA) lub mieszane i utwardzane w żywicy, rozpraszane na szkiełku albo przyklejane do specjalnego stolika przystosowanego do badań mikroskopowych (dla metod mikroskopowych). Tylko odpowiednia dyspersja cząstek badanych (zachowanie dystansów pomiędzy cząstkami), umożliwia pomiar rozkładu wielkości cząstek tymi metodami.

Z Molenda J. et. al. „Ocena przydatności pomiaru reflektancji światła widzialnego z wykorzystaniem sfery integrującej do badania zawartości niewypalonego węgla w lotnych popiołach” Chemik 2011, 65(7), pp. 615–620 znane jest do realizacji powyższego zadania wykorzystanie kuli całkującej, której spodnie otwarcie zamyka się badaną próbką. Badaną próbkę oświetla się światłem rozproszonym i mierzy się reflektancję, porównując ją z wzorcem reflektancji, wedle którego skalibrowany jest układ pomiarowy.

Z japońskiego zgłoszenia patentowego JPH1183628A znany jest sposób oceny składu gleby na podstawie widma optycznego odbitego światła rozpraszającego z wykorzystaniem strefy integrującej w postaci kuli całkującej.

Problemem jaki stoi do rozwiązania przed przedmiotowym wynalazkiem jest rozwiązanie pozwalające na zastosowanie wskazanego powyżej pomiaru reflektancji światła widzialnego z wykorzystaniem sfery integrującej w postaci kuli całkującej do pomiaru rozkładu wielkości cząstek gęsto ułożonej warstwy proszku metalowego. Sposób według wynalazku ma być łatwiejszy w integracji z systemami wytwarzającymi i przetwarzającymi proszki metali.

Celem według wynalazku jest sposób, który umożliwi szybką i ekonomiczną detekcję jakościowych oraz ilościowych różnic pomiędzy partiami/wariantami proszków, pod kątem ich rozkładu frakcji. I tak, rozwiązanie według wynalazku ma umożliwić detekcję zarówno jakościowych jak i ilościowych różnic pomiędzy poszczególnymi partiami/wariantami proszków pod kątem różnicy w ich rozkładzie frakcji.

Sposób kontroli rozkładu wielkości cząstek proszku, **według wynalazku charakteryzuje się tym**, iż w układzie pomiarowym złożonym z otwartej od spodu kuli całkującej, spektrometru oraz urządzenia do przetwarzania danych dokonuje się pomiaru reflektancji próbki proszku metalowego, przy czym pomiaru reflektancji próbki proszku metalowego dokonuje się w wyżej wymienionej kuli całkującej, której całe spodnie otwarcie zamyka się, podstawianą pod nią, równomiernie płaską warstwą próbki proszku metalowego o grubości dwukrotnie większej niż maksymalna średnica cząstek proszku metalowego i w której wyrównaną wierzchnią powierzchnię próbki proszku metalowego oświetla się światłem rozproszonym, przy czym światło odbite od powierzchni próbki proszku metalowego przechwytywane jest przez wyjście optyczne ustawione pod kątem α wynoszącym 8° , a zmierzoną w kuli całkującej reflektancję próbki proszku metalowego porównuje się ze wzorcem reflektancji, wedle którego skalibrowany jest układ pomiarowy.

Przedmiotowy wynalazek rozwiązuje problem braku istnienia metody, która w sposób zintegrowany z systemami produkcyjnymi pozwalałaby na szybki pomiar rozkładu wielkości cząstek proszku metalowego. W rozwiązaniu według wynalazku wykorzystuje się pomiar reflektancji bezpośrednio w gęsto ułożonej warstwie proszku, co pozwala uzyskać konkretne parametry liczbowe, takie jak mediana wielkości cząstek, co w przeciwieństwie do złożonych metod laboratoryjnych umożliwia bieżącą kontrolę procesu.

Partie/warianty proszków, które różnią się między sobą rozkładem frakcji, mierzonym jako xQ , dla której skumulowana wartość rozkładu Q równa się procentowej zawartości cząstek proszku w rozkładzie, mniejszych niż wielkość cząstki x – xQ jest zatem miarą miąższości proszku; na przykład, $x50$ to średnica cząstek proszku, dla których 50% wszystkich cząstek jest drobniejsza niż x , wykazują silną korelację pomiędzy xQ a reflektancją ich powierzchni w świetle rozproszonym. Tak więc, w wyniku przeprowadzonych badań okazało się, że pomiar reflektancji powierzchni proszku w świetle rozproszonym dla różnych partii/wariantów badanego proszku umożliwia ich jakościowe oraz ilościowe porównanie. Przykładową korelację dla sześciu różnych proszków, w dwóch gatunkach stopów, przedstawiono na figurach rysunku zestawiając średnią reflektancję proszków w świetle rozproszonym z $x50$, w ten sposób uzyskuje się liniową korelację $x50$ w odniesieniu do reflektancji. Rozwiązanie według wynalazku pozwala na szybkie oraz ekonomiczne pomiary kontrolne pomiędzy partiami/wariantami proszków. Rozwiązanie według wynalazku pozwala porównywać ze sobą różne partie/warianty proszków, które różnią się rozkładem wielkości cząstek i określić w sposób jakościowy, który z proszków charakteryzuje się większymi, a który mniejszymi cząsteczkami (drobnoziarnistość/gruboziarnistość). Rozwiązanie według wynalazku pozwala również w sposób ilościowy przybliżyć średnicę równoważną cząstek dla danego proszku, przy czym pomiar ilościowy jest możliwy, jeżeli dla danego wariantu proszku wykonano wcześniejsze pomiary kalibracyjne.

Przedmiot według wynalazku został bliżej objaśniony w oparciu o rysunek, na którym fig. 1 przedstawia wykres średniej reflektancji proszków metalowych w zakresie światła o długości fali od 900 do 1100 nm w zależności od mediany uśrednionej wielkości cząstek proszku metalowego dla trzech różnych proszków stopu tytanu na czterech poziomach $x50$ rozkładu frakcji, fig. 2 wykres średniej reflektancji proszków metalowych w zakresie światła o długości fali od 900 do 1100 nm w zależności od mediany uśrednionej wielkości cząstek proszku metalowego dla trzech różnych proszków stopu niklu na czterech poziomach $x50$ rozkładu frakcji, a fig. 3 układ pomiarowy do realizacji sposobu według wynalazku.

Przykład 1

Opisany w niniejszym przykładzie pierwszym według wynalazku sposób pozwala na określenie w sposób jakościowy, który z proszków metalowych charakteryzuje się większymi, a który mniejszymi cząsteczkami. W niniejszym przykładzie realizacji próbkę 1 badanego proszku metalowego wsypuje się do otwartego od góry pojemnika 2. Badaną próbką 1 proszku metalowego zasypuje się całą przestrzeń pojemnika 2. Wierzchnią warstwę próbki 1 proszku metalowego wyrównuje się listwą zgarniającą tak, aby wierzchnia jej powierzchnia była równomiernie płaska. Grubość warstwy próbki 1 proszku metalowego musi być przynajmniej dwukrotnie większa niż maksymalna średnica cząstek proszku metalowego. Pojemnik 2 z powyższą próbką 1 proszku metalowego umieszcza się pod otwartą od dołu kulą całkującą 3, ze zintegrowanym źródłem światła 4 i przesłoną rozpraszającą 5. Powierzchnia próbki 1 proszku metalowego pod kulą całkującą 3 zajmuje całą otwartą ścianę kuli całkującej 3. Na potrzeby rozwiązania według wynalazku stosuje się kulę całkującą 3, której powierzchnia wewnętrzna wykonana jest z materiału o wysokiej refleksyjności. Powyższe umożliwia rozproszenie światła wewnątrz kuli całkującej 3 i oświetlenie próbki 1 proszku metalowego. Światło odbite od powierzchni próbki 1 proszku metalowego jest przechwytywane przez wyjście optyczne 6 ustawione pod kątem α wynoszącym 8° , a następnie przesyłane światłowodem 7 do spektrometru 8 zawierającego kamerę CCD 8a oraz monochromator 8b. Ze spektrometru 8 sygnał światła odbitego od powierzchni próbki 1 proszku metalowego jest następnie przesyłany w formie cyfrowej do urządzenia do przetwarzania danych 9. Określenie refleksyjności próbki 1 proszku metalowego polega na określeniu natężenia światła odbitego od powierzchni wierzchniej warstwy próbki 1 proszku metalowego umiejscowionego pod kulą całkującą 3, przy wybranych długościach fal (w zależności od zastosowanego źródła światła 4, spektrometru 8, w tym monochromatora 8b), a następnie porównaniu natężenia zmierzonego dla próbki 1 proszku metalowego, z natężeniem światła zmierzonym dla wzorca refleksyjności. Przed powyższymi czynnościami dokonuje się kalibracji układu pomiarowego z wykorzystaniem wzorca refleksyjności o wysokiej, znanej refleksyjności. Kalibracji układu pomiarowego dokonuje się w sposób tożsamy z wyżej przedstawionym. Wzorzec refleksyjności stanowi proszek metalowy, dla którego w przedmiotowym układzie pomiarowym dokonano pomiaru poziomu refleksyjności i dla którego dotychczas znaną metodą oszacowano rozkład frakcji.

Przykład 2

Opisany w niniejszym przykładzie drugim według wynalazku sposób pozwala na określenie średnicy równoważnej cząstek dla danego proszku metalowego. Sposób według niniejszego przykładu wykonania różni się od sposobu realizacji pierwszego tym, iż odmiennie dokonywana jest kalibracja układu pomiarowego. Dla wykonania analizy ilościowej zależności refleksyjności i rozkładu wielkości cząstek proszku metalowego wykonuje się co najmniej kilka pomiarów kalibracyjnych dla proszków metalowych o różnym rozkładzie frakcji, a następnie wykonuje się dopasowanie liniowe. Poziom xQ jest przedstawiony na osi x (na przykład x50), a procentowo wyrażona, uśredniona refleksyjność na osi y. Wielkość cząstki xQ dla próby kalibracyjnej jest oszacowana za pomocą innej metody umożliwiającej określenie rozkładu frakcji proszku metalowego, na przykład metodą analizy obrazu z obrazu mikroskopowego, metodą laserową lub metodą dyfrakcyjną. Po ustaleniu wzorca dla każdej kolejnej badanej próbki 1 proszku metalowego szacowanie rozkładu frakcji proszku metalowego odbywa się poprzez podstawienie zmierzonej refleksyjności do wzoru funkcji liniowej otrzymanej na podstawie dopasowania liniowego podczas kalibracji.

Zastrzeżenie patentowe

1. Sposób kontroli rozkładu wielkości cząstek proszku, **znamienny tym**, że w układzie pomiarowym złożonym z otwartej od spodu kuli całkującej (3), spektrometru (8) oraz urządzenia do przetwarzania danych (9) dokonuje się pomiaru refleksyjności próbki (1) proszku metalowego, przy czym pomiaru refleksyjności próbki (1) proszku metalowego dokonuje się w wyżej wymienionej kuli całkującej (3), której całe spodnie otwarcie zamyka się, podstawianą pod nią, równomiernie płaską warstwą próbki (1) proszku metalowego o grubości dwukrotnie większej niż maksymalna średnica cząstek proszku metalowego i w której wyrównaną wierzchnią powierzchnią próbki (1) proszku metalowego oświetla się światłem rozproszonym, przy czym światło odbite od powierzchni próbki (1) proszku metalowego przechwytywane jest przez wyjście optyczne (6) ustawione pod kątem α wynoszącym 8° , a zmierzoną w kuli całkującej (3) refleksyjność próbki (1) proszku metalowego porównuje się ze wzorcem refleksyjności, wedle którego skalibrowany jest układ pomiarowy.

Rysunki

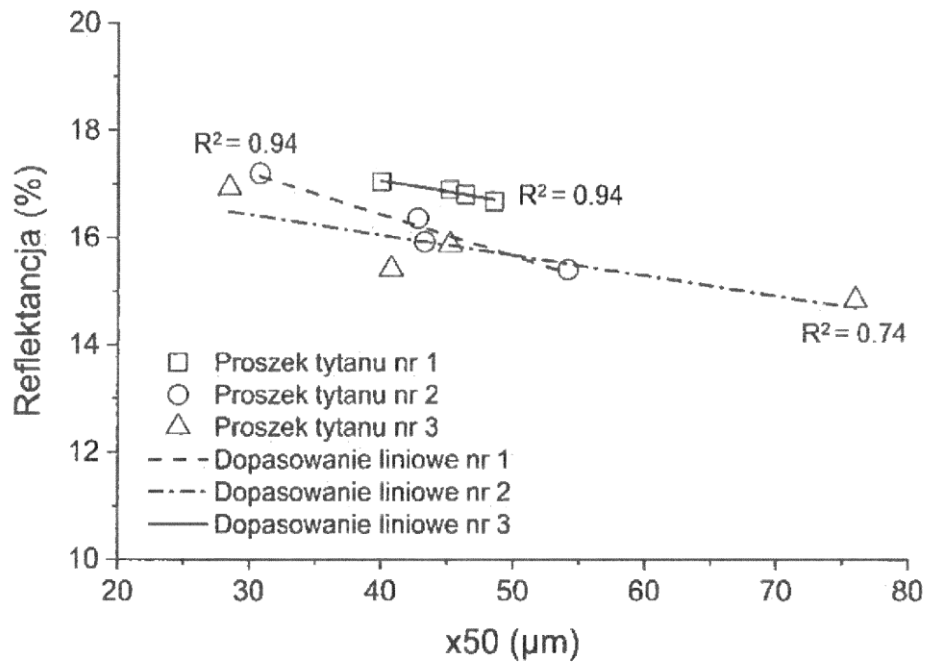


Fig. 1

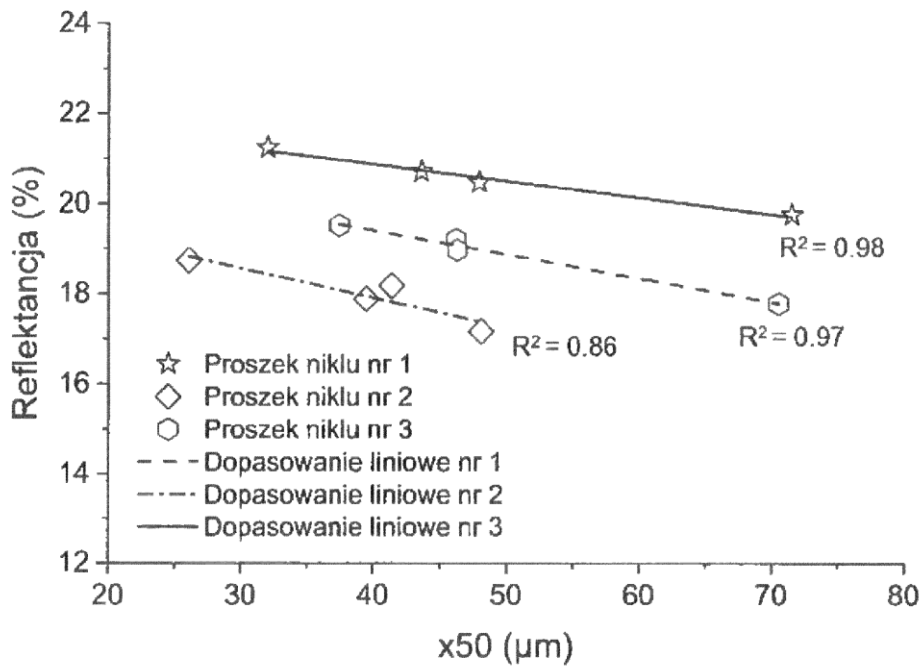


Fig. 2

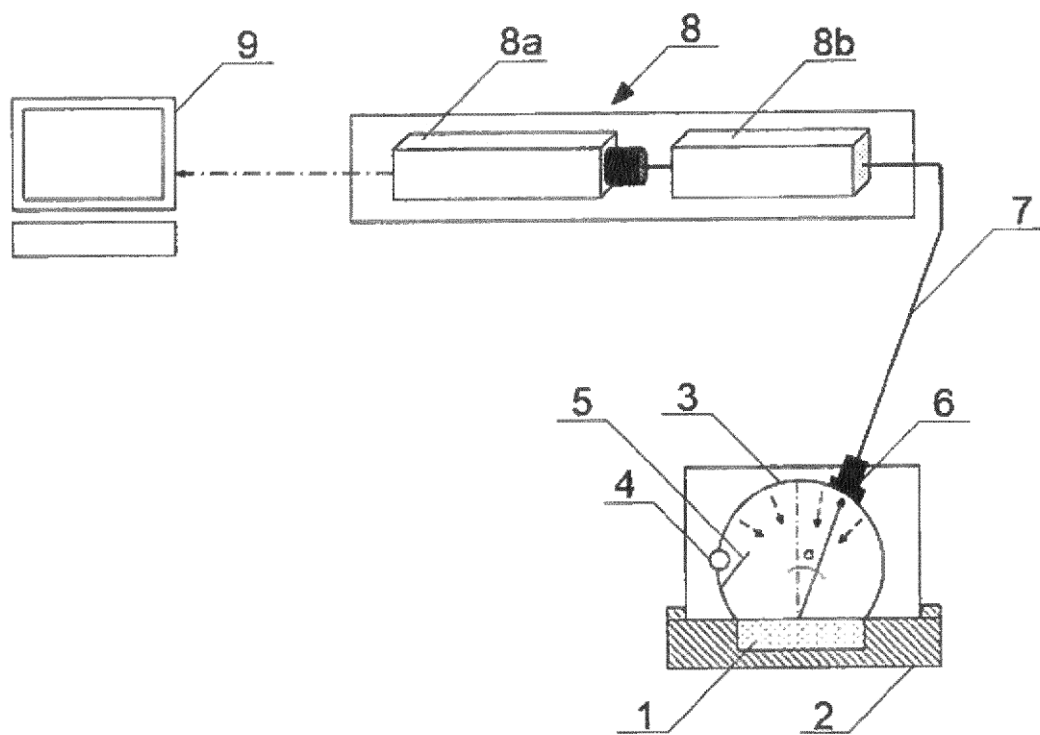


Fig. 3