



**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ**

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

**FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ**

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

**ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE**

INSTITUTE OF MANUFACTURING TECHNOLOGY

**VÝVOJ ZKUŠEBNÍ METODY MECHANICKÝCH A  
TECHNOLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ FERITOVÉHO  
PRÁŠKU**

ON THE DEVELOPMENT OF TECHNOLOGICAL PROPERTIES OF FERRITE POWDER

**DIPLOMOVÁ PRÁCE**

MASTER'S THESIS

**AUTOR PRÁCE**

AUTHOR

**Bc. Jan Soviš**

**VEDOUCÍ PRÁCE**

SUPERVISOR

**prof. Ing. Miroslav Píška, CSc.**

**BRNO 2016**

# Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav strojírenské technologie
Student:	<b>Bc. Jan Soviš</b>
Studijní program:	Strojní inženýrství
Studijní obor:	Strojírenská technologie a průmyslový management
Vedoucí práce:	<b>prof. Ing. Miroslav Piška, CSc.</b>
Akademický rok:	2015/16

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

## **Vývoj zkušební metody mechanických a technologických vlastností feritového prášku**

### **Stručná charakteristika problematiky úkolu:**

Diplomová práce se zabývá vývojem a zhodnocením metody pro zkoušení technologických vlastností feritového granulátu, která umožní účinnější posouzení vhodnosti daného prášku pro výrobní proces feritových jader. Součástí práce bude uvedení principů a problematiky lisování prášků. V práci bude též popsán a zhodnocen stávající stav kontroly vlastností feritového prášku.

### **Cíle diplomové práce:**

- Úvod, představení výrobní společnosti
- Popis principu lisování feritového prášku
- Charakteristika typů vad a problémů vznikajících při procesu lisování
- Analýza současného stavu kontroly vybraných vlastností prášku
- Návrh zkušební metody mechanických a technologických vlastností prášku
- Technicko-ekonomické zhodnocení

### **Seznam literatury:**

Humár, A. (2008): Materiály pro řezné nástroje. MM publishing s. r.o., Praha.

Nowosielski, R., Babilas, R., Wrona, J. (2007): Microstructure and magnetic properties of commercial barium ferrite powders. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. vol. 20, issues 1-2. pp. 307-310.



Shams, N., Liu, X., Matsumoto, M., Morisako, A. (2005): Manipulation of crystal orientation and microstructure of barium ferrite thin film, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 290-291, pp.138-140.

Carp, O., Barjega, R., Segal, E., Brezeanu, M. (1998): Nonconventional methods for obtaining hexaferrites, Thermochemica Acta 318, pp. 57-62.

Ding, J., Miao, W.F., McCormick, P.G., Street, R. (1998): High-coercivity ferrite magnets prepared by mechanical alloying, Journal of Alloys and Compounds 281, pp. 32-36.

Garcia-Casillas, P.E., Beesley, A.M., Bueno, D., Martinez, C.A. (2004): Remanence properties of barium hexaferrite, Journal of Alloys and Compounds 369, pp. 185-189.

Young, R.A., Wiles, D.B. (1980): Application of the Rietveld methods for structure refinement with powder diffraction data, Advances in X-Ray Analysis 24, pp.1-23.

Toraya, H. (1986): Array type universal profile function for powder pattern fitting. Journal of Applied Crystallography 19, pp. 485-491.

Nowosielski, R., Babilas, R., Dercz, G., Pająk, L. (2006): Microstructure of composite material with powders of barium ferrite, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 17, pp. 117-120.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2015/16.

V Brně, dne 30. 11. 2015



*M. Piška*

prof. Ing. Miroslav Piška, CSc.  
ředitel ústavu

*J. Katolický*

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.  
děkan

## ABSTRAKT

Diplomová práce se zabývá tematikou výroby feritových jader technologií práškové metalurgie ve společnosti EPCOS s.r.o. Šumperk. Nejvíce pozornosti je věnováno procesu zhutňování feritového prášku jednoosým lisováním za studena. V první části práce je představena výrobní společnost; následující část je věnována studiu zákonitostí šíření tlaku v práškovém sloupci při jednoosém lisování a rozboru kritických fází lisování z hlediska tvorby defektů ve výlisku; představeny jsou i základní zkoušky pevnosti výlisků. Důležitý bod tvoří analýza zkušební metody lisovatelnosti prášku, ke které slouží instrumentované lisovací zařízení Powder Testing Center (PTC) společnosti KZK Powder Tech Corporation. Na základě výsledků analýzy byl experimentální lis osazen novým lisovacím nástrojem o menším průměru; změněn byl též zkušební postup a certifikační formulář prášku. Definována je technologická vlastnost pokročilá lisovatelnost prášku, která určuje o vhodnosti prášku pro proces jednoosého lisování pomocí nově zavedeného součinitele pokročilé lisovatelnosti prášku  $\Lambda$ . Navržena je smluvní zkouška pevnosti v ohybu, která slouží k vyhodnocení pevnosti neslinovaných válcových zkušebních těles s velkým poměrem výšky k průměru. Výsledky zkušebních metod ukazují na výrazný vliv úprav prášku na pevnost výlisku a heterogenitu distribuce hustoty v axiální směru. Implementací poznatků do výroby se podařilo v období 2/2016 – 4/2016 snížit hodnotu neshodných kusů, které vznikly v důsledku trhlin v materiálu označeném KLY, o více než 40 % oproti měsícům 8/2015 – 11/2015.

### Klíčová slova

prášková metalurgie, feritový prášek, jednoosé lisování, Powder Testing Center, pevnost výlisku

## ABSTRACT

This master's thesis deals with production of ferrite cores by the powder metallurgy technology in EPCOS s.r.o. Šumperk. Special importance is given to powder compaction process through uniaxial cold pressing in a rigid die. The production company is introduced in the first part and is followed by a study of pressure propagation in a powder bed during uniaxial pressing, then the analysis of critical phases of compaction process in terms of green cracks and compact's defects follows. Main test methods of compact's

green strength are also presented. Significant part of the master's thesis deals with an analysis of a powder technological properties' testing method. For that purpose, an instrumented compaction device called Powder Testing Center (PTC, KZK Powder Tech Corp.) is used. A new pressing tool of smaller diameter was made and mounted to the experimental press; also the testing technique, procedure and certificate of powder's properties was slightly changed. Technological property called advanced compactibility of powder is introduced. Decision about suitability of powder for uniaxial pressing process is made upon the value of newly introduced coefficient of advanced compactibility  $\Lambda$ . Compact's green strength is evaluated by a proposed contract bend test method, which uses cylindrical-shaped testing pieces with high height-to-diameter ratio. The results from both testing methods show the impact of additional granulate adjustment on green strength and heterogeneity of density distribution along axial direction. Implementation of gained knowledge to production process led to more than 40 % cost savings in term 2/2016 – 4/2016 in comparison with term 8/2015 – 11/2015, because of lowering the number of scrap parts from KLY material due to crack reduction.

**Key words**

powder metallurgy, ferrite powder, uniaxial pressing, Powder Testing Center, green strength

**BIBLIOGRAFICKÁ CITACE**

SOVIŠ, J. *Vývoj zkušební metody mechanických a technologických vlastností feritového prášku*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 99 s. Vedoucí diplomové práce prof. Ing. Miroslav Píška, CSc.

### **PROHLÁŠENÍ**

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma **Vývoj zkušební metody mechanických a technologických vlastností feritového prášku** vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených na seznamu, který tvoří přílohu této práce.

---

Datum

---

Bc. Jan Soviš

## **PODĚKOVÁNÍ**

Děkuji tímto prof. Ing. Miroslavu Píškovi, CSc. za jeho velmi cenné rady a odbornou pomoc při vypracovávání této diplomové práce.

Dále děkuji vedoucímu oddělení technologie Ing. Petru Mrkosovi, vedoucí výrobních procesů Ing. Martině Šimečkové a dalším zaměstnancům společnosti EPCOS s.r.o. za poskytnutí nezbytných údajů, praktických rad, ale hlavně za jejich ochotu a čas během vypracovávání diplomové práce.

Velké poděkování patří mým rodičům za podporu projevenou v průběhu studia.



**OBSAH**

ABSTRAKT .....	4
PROHLÁŠENÍ.....	6
PODĚKOVÁNÍ .....	7
OBSAH.....	8
ÚVOD.....	11
1 PŘEDSTAVENÍ VÝROBNÍ SPOLEČNOSTI .....	12
1.1 Obecně o EPCOS s.r.o. ....	12
1.1.1 Divize MAG – ferity.....	13
1.1.2 Divize PPD – pozistory.....	13
2 FERITY A JEJICH VÝROBNÍ PROCES .....	14
2.1 Ferity.....	14
2.1.1 Magneticky měkké ferity .....	14
2.1.2 Magneticky tvrdé ferity .....	14
2.2 Proces výroby feritových jader ve společnosti EPCOS s.r.o.....	15
2.2.1 Výroba prášků a jejich úprava .....	15
2.2.2 Zhutňování prášků .....	17
2.2.3 Slinování .....	19
2.2.4 Dokončovací operace – broušení, povlakování .....	20
3 PRINCIPY A PROBLÉMY LISOVÁNÍ SYPKÝCH HMOT .....	21
3.1 Techniky jednoosého lisování za studena na mechanických lisech .....	21
3.1.1 Jednostranné lisování.....	21
3.1.2 Dvoustranné lisování .....	21
3.1.3 Lisování s plovoucí maticí.....	22
3.1.4 Lisování s mechanicky vedenou maticí.....	22
3.1.5 Lisování bez prolisu.....	23
3.1.6 Lisování s prolisem.....	23
3.2 Teorie lisování prášků.....	23
3.2.1 Parametry sloužící k popisu prášku .....	23
3.2.2 Etapy zhutňování prášku.....	25
3.2.3 Šíření tlaku v práškovém sloupci.....	25
3.2.4 Distribuce hustoty v práškovém sloupci.....	29
3.3 Problémy procesu lisování.....	30
3.3.1 Nehomogenní zhutnění .....	30
3.3.2 Dekomprese .....	31

3.3.3	Vytlačování výlisku .....	32
3.4	Typy vad výlisků .....	34
3.5	Dodatečné úpravy prášků před lisováním .....	35
4	ZKOUŠKY MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ VÝLISKŮ .....	37
4.1	Zkoušky pevnosti výlisků .....	37
4.1.1	Třibodová zkouška pevnosti v ohybu .....	38
4.1.2	Čtyřbodová zkouška pevnosti v ohybu .....	39
4.1.3	Zkouška pevnosti v příčném tahu v tlaku .....	40
4.1.4	Zkouška pevnosti v axiálním tlaku .....	40
4.1.5	Zkouška pevnosti vetknutého nosníku v ohybu .....	41
4.2	Zkouška tvrdosti .....	42
5	ANALÝZA SOUČASNÉHO STAVU KONTROLY VLASTNOSTÍ FERITOVÉHO PRÁŠKU .....	43
5.1	Certifikace prášku .....	43
5.2	Přehled zkušebních metod vybraných vlastností prášku .....	43
5.2.1	Metoda měření sypné hmotnosti a tekutosti .....	44
5.2.2	Analyzátor vlhkosti prášku .....	44
5.2.3	Metoda pro stanovení obsahu pojiv .....	44
5.2.4	Ostatní metody .....	45
5.3	Technologické a mechanické zkoušky na instrumentovaném zařízení Powder Testing Center .....	45
5.3.1	Charakteristika PTC .....	46
5.3.2	Obecný popis zkušebního postupu a měřených parametrů .....	47
5.3.3	Charakteristika experimentu .....	48
5.3.4	Rozbor lisovací křivky .....	48
5.3.5	Rozbor pevnosti výlisku v axiálním tlaku .....	50
5.3.6	Rozbor pevnosti výlisku v příčném tahu .....	52
5.3.7	Rozbor vytlačování výlisku z matrice .....	53
6	NÁVRH ZKUŠEBNÍ METODY MECHANICKÝCH A TECHNOLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ PRÁŠKU .....	55
6.1	Realizace smluvní mechanické zkoušky pevnosti výlisku v ohybu .....	55
6.1.1	Popis zkušebního zařízení a vzorků .....	55
6.1.2	Popis navrženého experimentu .....	56
6.1.3	Výsledky zkoušky pevnosti v ohybu .....	57
6.2	Zkouška technologických vlastností a pevnosti na inovovaném zařízení PTC .....	65
6.2.1	Osazení PTC novým lisovacím nástrojem .....	65

6.2.2	Změna postupu měření.....	67
6.3	Výsledky zkoušek na modifikovaném PTC.....	68
6.4	Pokročilá lisovatelnost.....	72
6.5	Zkušební výrobní dávky jader typu RM.....	77
6.6	Změna certifikačního formuláře.....	77
7	TECHNICKO-EKONOMICKÉ ZHODNOCENÍ.....	79
8	DISKUZE.....	81
8.1	Návrh na další pokračování.....	82
	ZÁVĚR.....	83
	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ.....	85
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	91
	SEZNAM PŘÍLOH A VÝKRESŮ.....	94

## ÚVOD

Nutnou podmínkou úspěchu výrobní firmy v dnešní silně konkurenční době je vysoká kvalita produktů a zároveň efektivní proces jejich výroby. Nejinak je tomu v elektrotechnickém průmyslu v oblasti speciální technické keramiky na bázi ferrimagnetických oxidů – *feritů*. Ferity nachází své uplatnění v mnoha oblastech – od transformátorů, přes indukční snímače, komponenty pro vysokofrekvenční stínění až po bezdrátový přenos energie [1, 2, 3, 4].

Výroba feritů je založena na technologii *práškové metalurgie* (PM), která má v řadě oborů výsadní postavení [5, 6]. Technologie PM umožňuje vyrábět komponenty velmi hospodárně díky sériovosti výroby a vysokému procentu využití vstupního materiálu. Nevýhoda spočívá v převážně empirickém pojetí výrobního procesu a poměrně vysokému procentu neshodně vyrobených kusů.

Klíčovým procesem při výrobě feritů je zhutňování feritového prášku, které obvykle probíhá jednoosým lisováním prášku za studena na mechanických nebo hydraulických lisech [1, 7]. Proces lisování se vyznačuje četnými problémy, které vedou ke vzniku trhlin nebo jiných defektů v důsledku nevhodných technologických vlastností prášku, nedostatečné mechanické pevnosti výlisku, nebo nevhodném technologickém postupu [8, 9, 10]. Z tohoto důvodu je důležité se procesem lisování zabývat – poznat zákonitosti šíření tlaku v prášku; odhalit kritická místa z hlediska vzniku trhlin; odhalit, které vlastnosti prášku jsou důležité pro zajištění dobré slisovatelnosti prášku a které budou minimalizovat riziko vzniku trhlin.

Požadavek střediska Lisovna vedl k zavedení jednoduché smluvní mechanické zkoušky pevnosti výlisku v ohybu. Technologické vlastnosti prášku jsou zjišťovány ze zkoušek provedených na instrumentovaném lisu *Powder Testing Center* od společnosti KZK Powder Tech Corp. Zkušební metoda byla podrobena analýze, na jejímž základě bylo navrženo několik změn. Významnou změnou je osazení lisu novým lisovacím nástrojem menších rozměrů, definování pojmu *pokročilá lisovatelnost prášku* a zavedení *součinitele pokročilé lisovatelnosti prášku A*, který umožní efektivněji posuzovat vhodnost prášku pro proces lisování.

V práci je používána terminologie zavedená normou ČSN EN ISO 3252 pro práškovou metalurgii, ČSN EN 14232 a ČSN P CEN/TR 13233 pro speciální technickou keramiku [11, 12, 13].

## 1 PŘEDSTAVENÍ VÝROBNÍ SPOLEČNOSTI

### 1.1 Obecně o EPCOS s.r.o.

Firma EPCOS s.r.o. Šumperk tvoří součást nadnárodní skupiny TDK a je přední světový výrobce a dodavatel pasivních elektronických komponent a modulů. Počátky zdejší výroby feritů metodou práškové metalurgie spadají do roku 1956. V září roku 1999 je provedena akvizice Divize 3 společnosti Pramet a.s. podnikem Siemens Matsushita Components A.G. se sídlem v Mnichově. Vzniká společnost EPCOS s.r.o. a v témže roce dochází k zahájení výstavby nového závodu. Výroba je v závodu zahájena v říjnu roku 2000 a v Šumperku tak vzniká evropské centrum pro výrobu feritů z magneticky měkkých materiálů. V roce 2009 dochází ke sloučení firmy s částí koncernu TDK. Firma EPCOS s.r.o. od té doby vystupuje pod skupinovým názvem TDK-EPC Corporation.

V Šumperku se nachází dvě divize zabývající se výrobou feritových jader a keramických pozistorů, což jsou komponenty mající zásadní význam pro zajištění spolehlivého napájení, zpracování elektronických signálů a ochranu obvodu před selháním. Společnost je držitelem certifikátů EN ISO 14001:1996 a ISO/TS 16942:2002, čímž se řadí mezi certifikované firmy nejvyšší kvality dodávající zákazníkům z automobilového průmyslu. Obrat za hospodářský rok 2014/2015 činil více než 1,6 mld. Kč, což činí 11% nárůst oproti roku předchozímu. Ke dni 31.3.2015 firma evidovala 790 zaměstnanců a 219 agenturních zaměstnanců. Firma EPCOS s.r.o. podporuje v šumperském regionu celou řadu sportovních, sociálních a kulturních aktivit [4, 14, 15]. Pohled na část budovy divize feritů je na obr. 1.



Obr. 1 Pohled na část budovy divize MAG společnosti EPCOS. s.r.o. Šumperk.



### 1.1.1 Divize MAG – ferity

Divize MAG (Magnetics Business Group) se zaměřuje na výrobu feritových jader z magneticky měkkých materiálů. Ta nachází využití ve zdrojích elektrického napětí (transformátory), indukčních snímačích, ve výkonových měničích pro solární, lékařskou a dopravní techniku nebo v zařízeních určených pro měření spotřeby elektrického proudu. Velké možnosti využití nachází také v bezdrátovém přenosu energie. Vedení společnosti sídlí v německém Heidenheimu. Výrobní portfolio činí přibližně 4000 druhů feritů [4, 16]. Ukázka dvou typů vyráběných jader a jejich využití je na obr. 2.

### 1.1.2 Divize PPD – pozistory

Divize PPD (Piezo and Protection Devices Business Group) vyrábí keramické pozistory. Tyto součástky se využívají ve vyhřívačích sedaček automobilů, tavných pistolí (viz obr. 2), v teplotních a parkovacích senzorech, jako přepět'ová ochrana a nově i v elektroautomobilech. Vedení sídlí v rakouském Deutschlandsbergu. V současnosti je ve výrobním programu asi 1000 druhů pozistorů [4, 16].



Obr. 2 Ukázka výrobního portfolia společnosti EPCOS s.r.o. [16, 17]. a) feritové jádro ZRSH jako součást impederu využívaném pro vysokofrekvenční indukční svařování b) párové jádro typu UR užívané ve vysokonapět'ovém transformátoru pro napájení rentgenové výbojky v počítačovém tomografu – CT, c) pozistor vyrobený technologií injekčního vstřikování a užívaný k ohřívání lepidla v lepící pistoli.

## 2 FERITY A JEJICH VÝROBNÍ PROCES

### 2.1 Ferity

Pojmem *ferit* se obvykle označuje třída magnetických směsí oxidů, jejichž základní složkou jsou oxidy železa. Dalšími složkami jsou oxidy nebo uhličitany přechodných kovů, popř. kovů alkalických zemin. Nejčastěji se jedná o nikl, kobalt, zinek, měď, mangan, chrom, stroncium nebo barium. Svým složením se řadí mezi keramiku a z toho vyplývají jejich vlastnosti jako např. tvrdost a křehkost. Mezi další vlastnosti a výhody feritů patří zejména vysoká rezistivita a s tím související nízké ztráty v důsledku vířivých proudů a to v širokém frekvenčním pásmu (od 10 kHz až 50 MHz), vysoká permeabilita, časová i teplotní stabilita, nízká cena, možnost velké tvarové a rozměrové různorodosti [3, 5].

Ferity se mohou rozdělovat podle jejich krystalové struktury na ferity kubické a hexagonální. Častěji se ovšem dělí podle jejich magnetických vlastností. Podle velikosti koercivity se dělí do dvou tříd na tzv. *magneticky měkké* a *magneticky tvrdé* ferity [18].

#### 2.1.1 Magneticky měkké ferity

Ferity s nízkou koercivitou se nazývají magneticky měkké. Tento druh feritů lze proto snadno odmagnetovat bez velkých hysterezních ztrát [18]. Díky relativně nízkým ztrátám při vysokých frekvencích tvoří základ transformátorů, cívek a elektromagnetů. Dvěma nejběžnějšími typy jsou manganato-zinečnaté ferity (*MnZn ferity*) s vyšší permeabilitou a bodem saturace, což je určuje pro výkonové aplikace [19, 20], a nikl-zinečnaté (*NiZn ferity*), které naopak vykazují vyšší rezistivitu a hodí se proto pro velmi vysoké frekvence, typicky nad 1 MHz [3]. Právě tyto dva typy měkkých feritů se vyrábí ve společnosti EPCOS s.r.o., přičemž z hlediska tržeb jsou dominantní právě MnZn ferity, které tvoří až 99 % tržeb [21].

#### 2.1.2 Magneticky tvrdé ferity

Magneticky tvrdé ferity nebo také permanentní feritové magnety vykazují po magnetizaci vysokou remanenci [18]. Barnaté a strontnaté ferity se stechiometrickým vzorcem  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ , resp.  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  jsou i dnes nejpoužívanějšími materiály pro permanentní magnety. Vykazují výbornou chemickou stabilitu a jejich výroba je relativně levná. Díky vysoké koercitivní síle, poměrně nízké hustotě, vysoké Curiově teplotě a odolnosti proti korozi nachází využití např. v reproduktorech, elektromotorech nebo jako

záznamové médium [22, 23]. Smícháním feritového prášku s polymerním materiálem a následným zpracováním do formy tenkého pruhu či cívky je možné získat elastické magnetické médium [24].

## 2.2 Proces výroby feritových jader ve společnosti EPCOS s.r.o.

Výroba feritových jader je založena na technologii práškové metalurgie (PM). Mezi jednu z největších předností výroby komponent technikou PM patří vysoká produktivita a současně její hospodárnost. Nevýhodou takovéto výroby je poměrně vysoký počet zmetků.

Výroba feritů se skládá z několika procesů, viz obr. 3 [3, 25]. Prvním procesem je výroba feritového prášku, následuje zhutňování prášku do polotovaru neboli výlisku působením tlaku a jeho následné slinování (spékání, výpal), při kterém se u polotovaru dosáhne požadovaného tvaru a vlastností působením vysoké teploty. Kromě předešlých procesů může být již slinované jádro předmětem dalších výrobních operací. Poměrně častá je operace broušení, lapování nebo povlakování epoxidovým práškem. Metody jednotlivých výrobních procesů mohou být různé. Tato práce se bude podrobněji zabývat pouze těmi, které nachází své uplatnění ve společnosti EPCOS s.r.o.



Obr. 3 Schéma procesu výroby feritových jader.

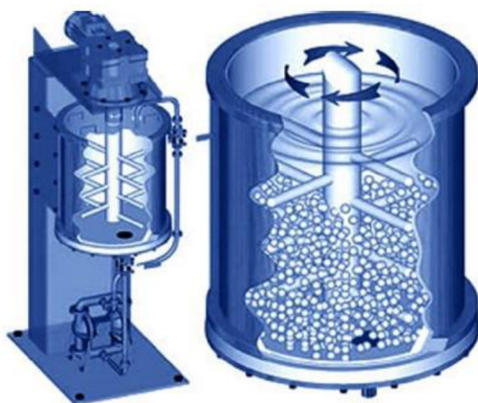
### 2.2.1 Výroba prášků a jejich úprava

Podstatou výroby keramických prášků je převod vstupních surových materiálů pomocí speciálních výrobních postupů do práškového stavu, který zajistí jeho dobrou sypkost a lisovatelnost. Technologie výroby prášků je podrobně zpracována např. v [5, 6, 26]. Zde představený způsob je pro přehlednost zjednodušený.

Základní složku MnZn feritového prášku tvoří směs oxidů železa ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), manganu ( $\text{Mn}_3\text{O}_4$ ) a zinku ( $\text{ZnO}$ ), která ho řadí mezi keramické materiály [3]. Podle požadavků na vlastnosti materiálu se do směsi přidávají další oxidy tzv. *legujících prvků*, mezi něž patří Ca, Nb, Ti, V, Co, atd. Další fází je rozmělnění směsi, při které dochází k porušování částic v důsledku mechanického napětí vyvolaného třením. Zároveň dochází k promíchávání směsi. Z tohoto důvodu se tato fáze někdy nazývá homogenizace.

Samotná směs oxidů ještě nevykazuje magnetické vlastnosti, ty materiál získá při další operaci nazývané *kalcinace*. Při kalcinaci je směs vystavena působení vysoké teploty, při které vzniká specifická feritická struktura.

Další fáze spočívá v převodu směsi do suspenze a následném intenzivním mletí ve speciálním zařízení nazývaném *atritor* (viz obr. 4a). V atritoru slouží k pohybu mletého materiálu míchadlo a oběhové čerpadlo, které zajišťuje cirkulaci suspenze. Po dosažení požadovaných rozměrů částic se do suspenze přidají pomocné látky za účelem ovlivnění sypkosti a slisovatelnosti prášků. Pokud má suspenze požadovanou hustotu a viskozitu, pokračuje výroba tzv. *atomizací* neboli *rozprašovacím sušením*. Atomizací se rozumí proces rozstříkávání suspenze v proudu horkých spalin pod vysokým tlakem v zařízení nazývaném *atomizér*. Sušením vznikají granule různých tvarů a rozměrů, proto se prášek někdy nazývá pojmem *granulát* [25, 27]. O nevýhodách atomizace pojednává např. [20].



Obr. 4 Zařízení používaná v procesu výroby feritového prášku: a) atritor [6], b) atomizér.

#### Pomocné látky

Pomocných látek ve výrobě prášků je několik typů [28]. Pro zajištění dostatečné kohezivní pevnosti, tekutosti granulí a mechanické pevnosti výlisků slouží *pojivo*. Správný výběr pojiva zajistí nejen dostatečnou pevnost výlisku, ale také nebude způsobovat mikrostrukturální defekty při odplyňovací fázi procesu slinování. Pro keramické materiály je hojně využívaným organickým pojivem polyvinylalkohol (PVA), u kterého probíhá rozklad postupně v širším teplotním intervalu [29]. Dalšími pomocnými látkami jsou *plastifikátory*, který slouží ke změkčení PVA, čímž zlepšují tvarovatelnost prášku; *maziva*,

kteřá snižují tření mezi jednotlivými granulemi i mezi výliskem a stěnou matrice, a *disperzanty*, které snižují viskozitu suspenze. V keramickém průmyslu jako plastifikátor slouží vysokomolekulární polyethylenglykol (PEG), jako mazivo se užívá např. stearan zinečnatý [6, 28, 30].

V současné době probíhá v Šumperku pouze laboratorní výroba prášku pro účely výzkumu a vývoje. Feritový granulát se proto do šumperského závodu dováží od několika zahraničních dodavatelů, z nichž nejvýznamnější jsou dva dodavatelé. Dodavatelé jsou v další části textu značeni KLY a XIA.

### 2.2.2 Zhutňování prášků

Zhutňování nebo také kompaktizace prášku je proces, kterým se připraví polotovar působením tlakové síly. Zhutňovat prášky je možné různými způsoby. Mezi nejčastěji užívané způsoby patří lisování za sucha pevným nástrojem za studena, za tepla (*warm compaction*) nebo za horka (HP – *hot pressing*); izostatické lisování, které využívá jako tlakové médium kapalinu (metoda CIP – *Cold Isostatic Pressing*) nebo plyn (metoda HIP – *Hot Isostatic Pressing*); válcování, při kterém je prášek lisován dvěma rotujícími válci, nebo termoplastické tvarování metodou injekčního vstřikování (IM – *injection moulding*) [1, 5, 6, 26, 31, 32]. Lisování prášků je ve výrobním postupu produkce feritů klíčovým procesem, kterému proto musí být věnována patřičná pozornost. Ve společnosti EPCOS s.r.o. je nejrozšířenější metodou lisování pevným nástrojem na mechanickém nebo hydraulickém lisu.

#### Lisovací stroje

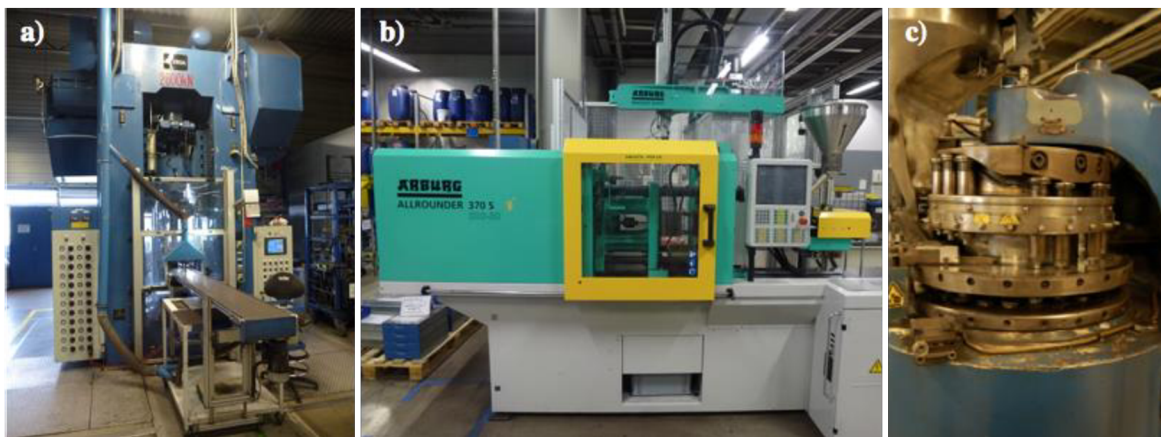
Podle způsobu, jakým se lisy uvádějí do chodu, nebo podle použité technologie rozdělujeme lisy ve společnosti EPCOS s.r.o. na mechanické, hydraulické, rotační a vstřikovací. Důležitým parametrem lisů je maximální tvářecí síla. Podle velikosti tvářecí síly se v EPCOS s.r.o. rozdělují na velké, střední a malé. Velké lisy umožňují použití síly 500 a více kN, malé lisy jsou stavěny pro síly do 60 kN. Další důležité parametry lisu jsou zdvih horního razníku, dráha matrice a počet zdvihů za minutu [33, 34].

Nejvyšší zastoupení na lisovně mají mechanické lisy, které se používají pro výrobu jader o finální rozměru od 2,5 mm (označení R 2,5, toroid) až po jádra v řádu stovek mm (typ R 202, UR 114). Výhodou mechanických lisů je jejich vysoká produktivita. Pro výrobu velmi velkých jader je zapotřebí vysokých tvářecích sil, které však dostupné mechanické lisy již neumožňují vyvinout. Z tohoto důvodu se používají hydraulické lisy,



keré potřebné síly generovat dokážou. Jejich nevýhodou je zejména výrazně nižší produktivita.

Pro výrobu jader malého a středního objemu, především pak toroidů, se používají rotační tabletové lisy, jejichž základ tvoří otočný karusel, viz obr. 5c. Ten lze osadit více nástroji, což umožňuje vysokou produktivitu odlisovaných jader na jedno otočení karuselu. Zcela jinou technologii tvoří hydraulické vstřikovací stroje (*vstřikolisy*, obr. 5b) určené pro výrobu velmi malých a tvarově komplikovaných jader. Tyto lisy pracují na principu vstřikování nahřátého granulátu s vysokým obsahem pojiva do lisovací formy. Technologie vstřikování prášku je ekonomicky méně výhodná z důvodu vysoké ceny speciálně upraveného prášku; v praxi je ale často jediným způsobem, jak určitý typ jádra vyrobit [34]. Příklady lisů používané ve společnosti EPCOS s.r.o. jsou na obr 5.



Obr. 5 Ukázka různých typů lisů na středisku Lisovna: a) mechanický lis FY260 o tvářecí síle 2600 kN, b) vstřikovací lis Arburg Allrounder, c) otočný karusel rotačního lisu FETTE.

### Lisovací nástroj

Každý nástroj se skládá z několika částí. Nejzákladnějšími částmi jsou razníky a matrice, popř. trny [7, 8, 25, 35]. Razníky jsou vyráběny z ocelí pro práci za studena – vysokolegované nástrojové oceli ČSN 41 9573, popř. z rychlořezné oceli ČSN 41 9830. Oceli se zušlechťují na tvrdost 62, resp. 65 HRC. Díky své pevnosti a houževnatosti jsou vhodné pro značně namáhané nástroje [36]. Větší životnost je zajištěna použitím PVD povlaků tloušťky 1–4  $\mu\text{m}$  s tvrdostí 32 GPa podle Brinella. Matrice je obvykle ocelová (ČSN 41 9552, zušlechtěná na tvrdost 55 HRC) s vložkou ze slinutého karbidu (SK) G30 střední struktury a 14–15% obsahu kobaltu [37]. Důvodem použití SK vložky je větší životnost nástroje. Stykové plochy lisovacích nástrojů jsou broušeny na drsnost  $R_a = 0,025 \mu\text{m}$ .

### 2.2.3 Slinování

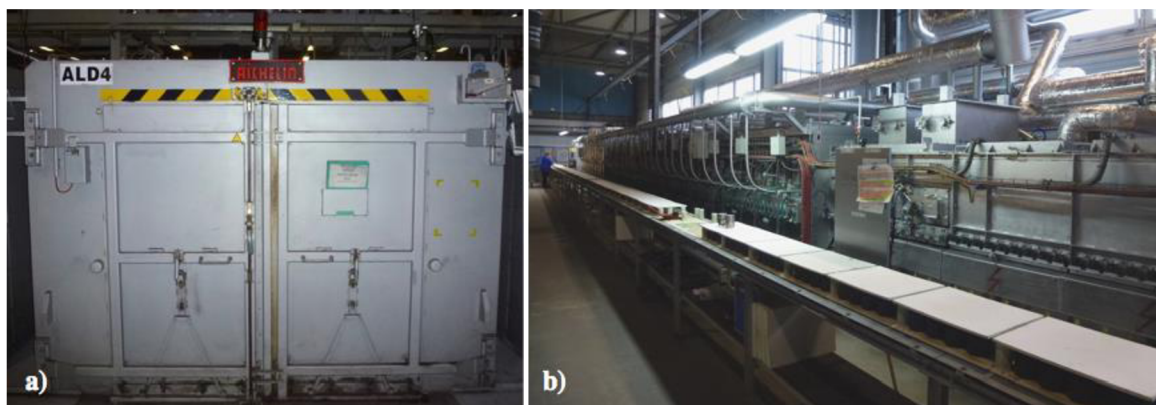
Pevnost práškových polotovarů vyrobených lisováním za studena nebývá dostatečná. Požadovaných vlastností lze dosáhnout tzv. slinováním [6, 26], což je proces, při kterém je polotovar po dobu několika hodin umístěn v peci, kde je vystaven teplotám ležícím pod teplotou tavení materiálu. Ve výrobě technické keramiky se pro tento proces používá výraz *výpal*.

Slinování se realizuje difuzí. Difuzi usnadňuje vysoká povrchová energie částic prášku. Prášky s menšími rozměry částic mají vyšší povrchovou energii a slinování proto u nich probíhá rychleji. Rozhodující roli na finální rozměry má teplota a doba slinování, zatímco požadované elektromagnetické vlastnosti, které jsou klíčové pro použití feritů, jsou ovlivňovány teplotou, ale také atmosférou uvnitř pece. Atmosféra uvnitř pece je tvořena směsí vzduchu, dusíku a kyslíku, přičemž jejich poměry jsou přesně definovány a regulovány v závislosti na použitém vypalovacím programu.

Celý vypalovací cyklus v peci trvá v průměru 24 hodin [21]. V první fázi tohoto cyklu, tzv. *odplyňovací fázi*, dojde k odpaření organických pojiv a maziv [9, 29]. Odplyňovací fáze trvá asi 3–4 hodiny a teplota v peci dosahuje cca 400 °C. Poté následuje postupné navyšování teploty až na hlavní slinovací (vypalovací) teplotu. Tento tzv. *nájezd* musí být postupný, aby se předešlo tvorbě defektů. Rychlost nájezdu se v průměru pohybuje okolo 4,5 °C/min a celá fáze trvá okolo 6 hodin. Po nájezdu následuje výdrž na hlavní vypalovací teplotě po dobu 1–5 hodin (pro velká jádra až 20 hodin). V této fázi dochází k intenzivnímu slinování granulí, v důsledku čehož má finální jádro o cca 15–16 % menší rozměry než výlisek. Dalším krokem je snížení teploty v peci a změna pecní atmosféry.

Ve společnosti EPCOS s.r.o. se nachází více druhů pecí [21]. Prvním typem jsou pece komorové neboli stacionární, do kterých jsou umístěna jádra na speciálním žáruvzdorném vozíku a ten je v průběhu celého vypalovacího cyklu uložen na stejném místě. Pec se pro každý jednotlivý cyklus startuje a po jeho ukončení vypíná, což ovšem vede k vysokým energetickým a provozním nákladům. Výhodou těchto pecí je možnost nastavování individuálního vypalovacího programu s různou dobou výdrže a velikosti hlavní slinovací teploty, doby nájezdu nebo atmosféry. Představitelem jsou komorové slinovací pece a samostatné odplyňovací pece, které se z časových i energetických důvodů používají k odplynění velkoobjemových jader. Druhým typem jsou pece průběžné neboli kontinuální. Průběžná pec je provozována kontinuálně, bez zastavení, díky čemuž dosahuje

nižších provozních nákladů. Jádra nejsou uložena na vozíku, ale jsou pokládána na keramické desky, které jsou unášeny dopravním pásem. V peci jsou různé zóny s atmosférou regulovanou průtokoměry a teplotou nastavenou regulátory. Ukázka průběžné a komorové pece je na obr 6.



Obr. 6 Různé typy pecí: a) komorová odplyňovací, b) průběžná vypalovací.

#### **2.2.4 Dokončovací operace – broušení, povlakování**

Slinovaná jádra je ve většině případů nezbytné podrobit dalším výrobním operacím z důvodu splnění požadavků zákazníka. Mezi tyto operace patří především broušení stykových ploch, povlakování jader epoxidovým práškem nebo lepení párových jader k sobě [3].

Broušení probíhá hlavně z důvodů tvarových deformací povrchu, které znemožňují kvalitní sesazení stykových ploch párových jader. Změnou jakosti povrchu se ustavuje požadovaná indukčnost jádra. K broušení se používají brusné kotouče s diamantovou brusnou vrstvou. Ještě nižších hodnot drsnosti stykových ploch se dosahuje lapováním, při kterém stykové plochy získají zrcadlový lesk. Broušením se dosahuje drsnosti povrchu  $R_a = 1,0 \mu\text{m}$ , při lapování až  $R_a = 0,3 \mu\text{m}$ . Operace broušení se též využívá z důvodu zajištění požadované přesnosti rozměrů [38].

Ferity se vyznačují vysokou rezistivitou; přesto se u některých jader využívá izolační vrstva ve formě povlaků. Ochranu před zkratem zvýšením průrazného napětí zajišťují např. povlaky na bázi epoxidového prášku nebo parylenu.

### 3 PRINCIPY A PROBLÉMY LISOVÁNÍ SYPKÝCH HMOT

Naprostá většina feritových prášků ve společnosti EPCOS s.r.o. je tvářena jednoosým lisováním za studena v pevné matici. V této kapitole jsou proto představeny různé techniky jednoosého lisování prášků za studena, dále parametry popisující chování prášku při lisování. Uvedeny jsou některé principy tohoto procesu, zejména zákonitosti šíření tlaku a distribuce hustoty v práškovém sloupci. Představeny jsou problémy vznikající při lisování a přehled typických vad výlisků. Závěrem je uveden přehled dodatečných úprav prášků některými aditivami, které jsou přimíchávány do prášků před samotným procesem lisování za účelem zlepšení jejich slisovatelnosti.

#### 3.1 Techniky jednoosého lisování za studena na mechanických lisech

Při jednoosém lisování prášků nedochází ve všech místech lisovaného dílu ke stejnoměrnému zhutnění; tlak se v prášku na rozdíl od tekutin nešíří hydrostaticky. Tření jednotlivých granulí o sebe i o stěny matrice brání rovnoměrnému šíření tlaku. Z hlediska vysokých nároků na kvalitu je však nutné docílit co nejrovnoměrnějšího rozdělení hustoty ve výlisku. V praxi se proto používají různé pohyby jednotlivých dílů lisovacího nástroje – horního razníku, dolního razníku a matrice. Podle těchto pohybů rozlišujeme dva základní typy jednoosého lisování [8, 17, 35, 39]:

- jednostranné lisování – lisovací pohyb provádí pouze jeden razník,
- dvoustranné lisování – lisovací pohyb provádí oba razníky.

Matrice může být během lisovacího cyklu nehybná nebo pohyblivá.

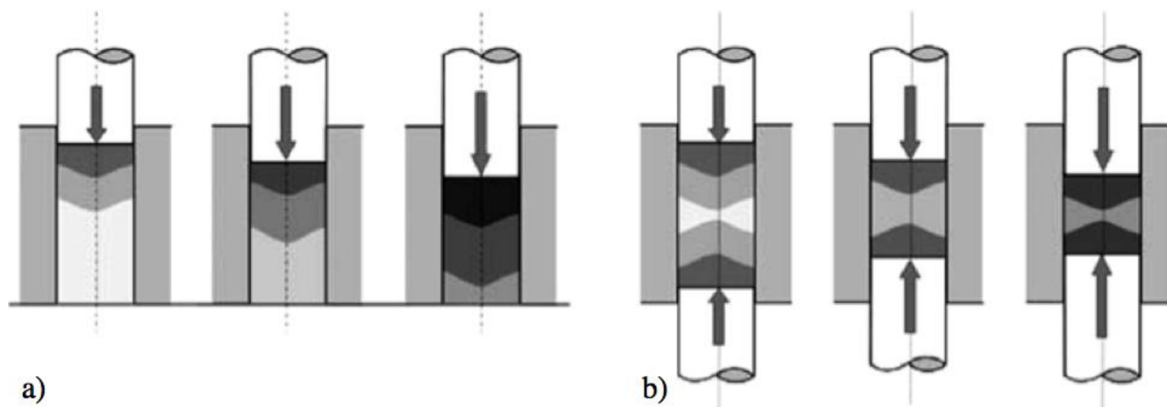
##### 3.1.1 Jednostranné lisování

Jednostranné lisování, zobrazené na obr. 7a, je nejjednodušším způsobem lisování na mechanických lisech. Obvykle jsou spodní razník a matrice nepohyblivé; lisovací pohyb provádí pouze horní razník. Výlisek je v důsledku tření prášku o stěny matrice více zhutněn ve své horní části.

##### 3.1.2 Dvoustranné lisování

Druh lisování, který umožňuje dosáhnout rovnoměrnější distribuce hustoty, se nazývá dvoustranné lisování. Lisovací pohyb provádějí oba razníky; matrice zůstává v průběhu celého lisovacího cyklu nehybná. Nejvíce zhutněná místa se nachází těsně pod oběma razníky; směrem ke středu výlisku hustota klesá. V případě stejných drah razníků uprostřed

výlisku vznikne tzv. *neutrální zóna* (NZ), což je oblast s nejnižší hustotou i pevností. V NZ jsou v síly vyvolané oběma razníky v rovnováze. Lisování je zobrazeno na obr. 7b.



Obr. 7 Princip jednoosého lisování v pevné matrici: a) jednostranné, b) dvojstranné [7].

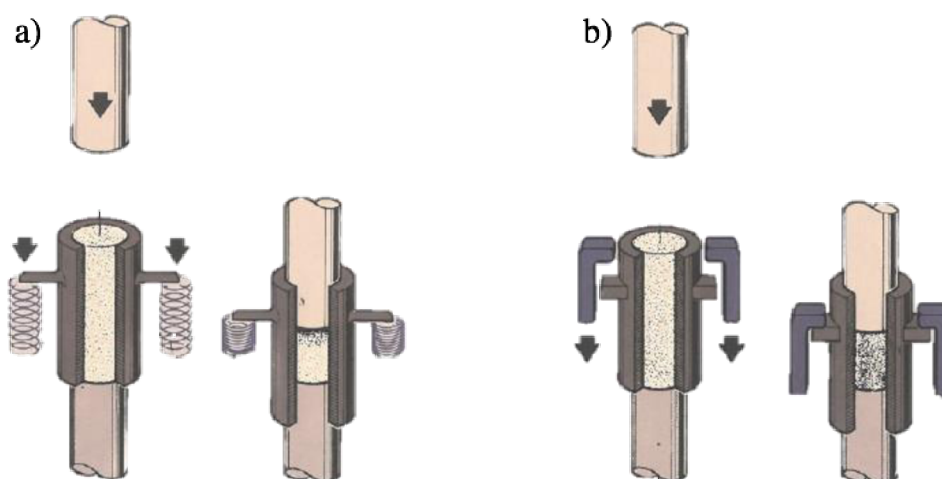
### 3.1.3 Lisování s plovoucí matricí

Zvýšení efektivity lisovacího cyklu si vyžádalo zavedení nové techniky – lisování s plovoucí matricí. Horní razník se pohybuje směrem dolů do matrice, která je podepřena pružinami určité tuhosti, spodní razník napevno uchycen do adaptoru. Jakmile třecí síla mezi práškem a stěnou matrice dostatečně vzroste, začne se matrice pohybovat společně s horním razníkem vůči spodnímu razníku. Díky tomuto dochází k dvoustrannému lisování, přičemž druhý pohyb nekoná razník, nýbrž matrice vůči spodnímu razníku. Nevýhodou je generování pohybu matrice výhradně třecími silami, které jsou velmi obtížně kontrolovatelné. Tření je ovlivňováno nehomogenním rozdělením maziva v prášku, rostoucím opotřebením a změnami teploty matrice v průběhu lisování [8]. Lisování matricí podepřenou pružinami je na obr. 8a.

### 3.1.4 Lisování s mechanicky vedenou matricí

Nedostatek předchozího typu lisování odstraňuje samočinně ovládaná matrice. Matrice je, po jejím uzavření horním razníkem, mechanicky vedena směrem dolů. Pohyb matrice je v určitém bodě zastaven, ale horní razník v pohybu ještě pokračuje. Toto nastavitelné lisování horním razníkem rozdělené do dvou pohybů (před a po vstupu do matrice) se nazývá *prolis*. Mechanickým nastavením pohybu matrice a prolisu je rozdělení hustoty ve výlisku optimálně říditelné. Většina mechanických lisů ve společnosti EPCOS s.r.o. pracuje právě na tomto principu, který je ukázán na obr. 8b.





Obr. 8 a) Lisování s plovoucí maticí; b) Lisování s mechanicky vedenou maticí [17].

### 3.1.5 Lisování bez prolisu

Při lisování bez prolisu není pohyb horního razníku rozdělen do dvou kroků. Částečné zhutnění prášku pod horním razníkem nastává při vstupu razníku do matrice. Poté se pohybují společně stejnou rychlostí vzhledem ke spodnímu razníku, což způsobuje zhutňování prášku převážně v dolní části výlisku. Neutrální zóna je vychýlena od středu směrem do horní poloviny výlisku. Její poloha závisí na hloubce vstupu horního razníku do matrice, kterou však nelze výrazně měnit.

### 3.1.6 Lisování s prolisem

Při lisování s prolisem je pohyb horního razníku vůči matici rozdělen do dvou částí. Stejně jako v případě lisování bez prolisu vstupuje horní razník do matrice, uzavírá ji a částečně zhutňuje práškový sloupec. Následně se společně pohybují až do lisovací polohy matrice. V následujícím kroku zůstává matrice ve stejné poloze, ale horní razník pokračuje v pohybu směrem dolů. V této fázi nastává druhé zhutnění prášku směrem odshora. Dráha prolisu je nastavitelná, díky čemuž lze měnit rozdělení hustoty ve výlisku.

## 3.2 Teorie lisování prášků

### 3.2.1 Parametry sloužící k popisu prášku

Dříve než bude uveden bližší rozbor procesu zhutňování prášku, je vhodné uvést některé parametry, které se využívají k popisu vlastností prášku nebo výlisku.

#### Sypná hmotnost prášku $\rho_s$

Sypnou hmotností prášku  $\rho_s$  se rozumí hustota volně sypaného prášku, která se stanoví z hmotností prášku  $m$  nasypaného definovaným způsobem přes násypku do odměrného

válce. Postup jejího stanovení se řídí normou ČSN EN 725-9, zabývající se zkušebními metodami pro keramické prášky. Sypná hmotnost se někdy zaměňuje za objemovou hmotnost prášku, která nemá blíže specifikované podmínky stanovení [11, 40].

#### Sypná hmotnost prášku po setřesení $\rho_{ss}$

Sypnou hustotou po setřesení  $\rho_{ss}$  se rozumí hustota sypaného prášku, který byl vystaven definovanému počtu vibrací určité intenzity. Postup jejího stanovení se řídí normou ČSN EN 725-8 [41].

#### Teoretická hustota $\rho_t$

Teoretická, též skutečná nebo absolutní hustota práškové směsi odpovídá hustotě směsi bez pórů [8]. Závisí na hmotnostním obsahu jednotlivých komponent v daném prášku  $w_{t1}, w_{t2}, \dots, w_{tn}$ , kde  $n$  je počet komponent, a jejich hustotě  $\rho_1, \rho_2, \dots, \rho_n$ . Teoretická hustota je dána vztahem

$$\rho_t = \frac{\sum w_{ti}}{\sum V_i} = \sum w_{ti} / \sum \frac{w_{ti}}{\rho_i}. \quad (3.1)$$

#### Relativní sypná hmotnost prášku $\rho_{sr}$

Relativní sypnou hmotností prášku  $\rho_{sr}$  se rozumí podíl sypné hmotnosti a teoretické hustoty prášku.

#### Průměrná hustota výlisku v matici $\rho_p$

Průměrnou hustotou výlisku v matici  $\rho_p$  se rozumí průměrná hustota výlisku před jeho expanzí způsobenou vysunutím z matrice.

#### Relativní průměrná hustota výlisku $\rho_{pr}$

Relativní průměrnou hustotou výlisku  $\rho_{pr}$  se rozumí podíl průměrné hustoty výlisku v matici a teoretické hustoty.

#### Hustota výlisku po výhozu $\rho_{po}$

Výlisek při vytlačování z matrice expanduje díky uvolňování elastického napětí, v důsledku čehož dojde k poklesu jeho průměrné hustoty. Stanovením rozměrů před a po vytlačení z matrice se hustota válcového výlisku po výhozu určí vztahem

$$\rho_{po} = \frac{1}{e_r^2 \cdot e_a} \cdot \rho_p, \quad (3.2)$$

kde:  $e_r$  [-] - součinitel radiální expanze výlisku,  
 $e_a$  [-] - součinitel axiální expanze výlisku.

### Součinitel radiální expanze výlisku $e_r$

Součinitel radiální expanze výlisku  $e_r$  vyjadřuje míru změny rozměru výlisku v radiálním směru. Stanovením rozměrů válcového výlisku lze součinitel  $e_r$  určit vztahem

$$e_r = \frac{D - D_0}{D_0}, \quad (3.3)$$

kde:  $D_0$  [-] - průměr výlisku v matrici,  
 $D$  [-] - průměr výlisku po vysunutí z matrice.

### Součinitel axiální expanze výlisku $e_a$

Součinitel axiální expanze výlisku  $e_a$  vyjadřuje míru změny rozměru výlisku v axiálním směru lisování. Součinitel  $e_a$  lze určit pomocí vztahu

$$e_a = \frac{H - H_0}{H_0}, \quad (3.4)$$

kde:  $H_0$  [-] - výška výlisku v matrici,  
 $H$  [-] - výška výlisku po vysunutí z matrice.

### **3.2.2 Etapy zhutňování prášku**

Aplikací tlaku na prášek přes lisovací razník dochází k jeho zhutňování, přičemž obvykle rozlišujeme dvě fáze zhutňování [6, 7]. Při nízkých tvářecích silách dochází k uspořádávání částic jejich otáčením a přemísťováním tak, aby zaplňovaly póry velkých objemů. Při tomto přemísťování je nutno překonávat vzájemný odpor tření mezi částicemi. I při malých silách dochází k výraznému zhutňování materiálu. Ve druhé fázi se částice plasticky deformují a tím dochází k jejich deformačnímu zpevnování. Intergranulární a intragranulární póry se zmenšují, styková plocha mezi jednotlivými granulami se naopak zvětšuje. Efektivní stříhové napětí uvnitř částic klesá a tím klesá i schopnost prášku se dále zhutňovat. Teoretický rozbor ukazuje, že není možné dosáhnout úplného odstranění porů ani za předpokladu absence deformačního zpevnování granulí [8].

### **3.2.3 Šíření tlaku v práškovém sloupci**

Analytické vyjádření jednoosého lisování prášku je značně komplikované vzhledem k mnoha faktorům, které zhutňování ovlivňují. Popis jednostranného lisování práškového sloupce tvaru válce, který zavedl Janssen a Walker, je v různých obměnách používán mnoha autory [6, 7, 8, 42, 43, 44, 45, 46].

Nechť jednoosé jednostranné lisování prášku probíhá v pevné matrici tvaru válce o průměru  $D_0$ . Působením síly horního razníku  $F_0$  na práškový sloupec dochází k zhutnění

prášku. Síla  $F_0$  se přes práškový sloupec přenáší směrem ke spodnímu razníku. Vlivem tření mezi granulami a stěnou matrice o velikosti  $F_t$  je však síla  $F_p$  působící na spodní razník menší. Velikost třecí síly  $F_t$  je závislá na velikosti normálové neboli radiální síly  $F_r$  působící na stěnu matrice a součiniteli tření  $\mu$ ; dá se vyjádřit vztahem

$$F_t = \mu F_r. \quad (3.5)$$

Celková rovnost sil lze vyjádřit vztahem

$$F_0 = F_p + F_t. \quad (3.6)$$

Pro element o průměru  $D_0$  a výšce  $dx$  ve vzdálenosti  $x$  od horního razníku platí rovnováha sil, která lze, při zanedbání gravitační síly, vyjádřit vztahem

$$\sum F = \pi \frac{D_0^2}{4} p_x - \pi \frac{D_0^2}{4} \cdot (p_x - dp_x) + \pi D_0 \cdot \mu p_r dx = 0, \quad (3.7)$$

kde:  $p_x$  [MPa] - axiální tlak působící ve vzdálenosti  $x$  od horního razníku,  
 $dp_x$  [MPa] - úbytek tlaku v elementu tloušťky  $dx$ ,  
 $p_r$  [MPa] - radiální tlak působící na stěnu matrice.

Axiální tlak vyvozený horním razníkem se nepřenáší hydrostaticky v poměru 1:1 v radiálním směru jako v případě tekutin; přenáší se pouze částečně. Radiální tlak  $p_r$  působící na element tloušťky  $dx$  lze vztáhnout k axiálnímu tlaku  $p_x$  vztahem

$$p_r = k \cdot p_x, \quad (3.8)$$

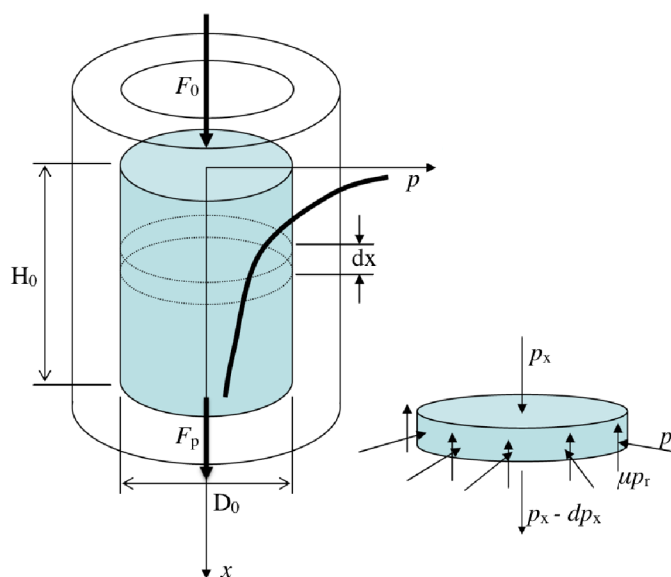
kde:  $k$  [-] - poměr přenosu tlaku v radiálním a axiálním směru.

Za předpokladu stálosti parametrů  $k$  a  $\mu$  lze sloučené rovnice (3.7) a (3.8) integrovat a tlak působící na libovolný průřezu ve vzdálenosti  $x$  od horního razníku je možné vyjádřit vztahem

$$p_x = p_0 \cdot \exp\left(-4\mu k \frac{x}{D_0}\right), \quad (3.9)$$

kde:  $p_0$  [MPa] - tlak působící na prášek v místě lisovacího razníku při jednostranném lisování, lisovací tlak.

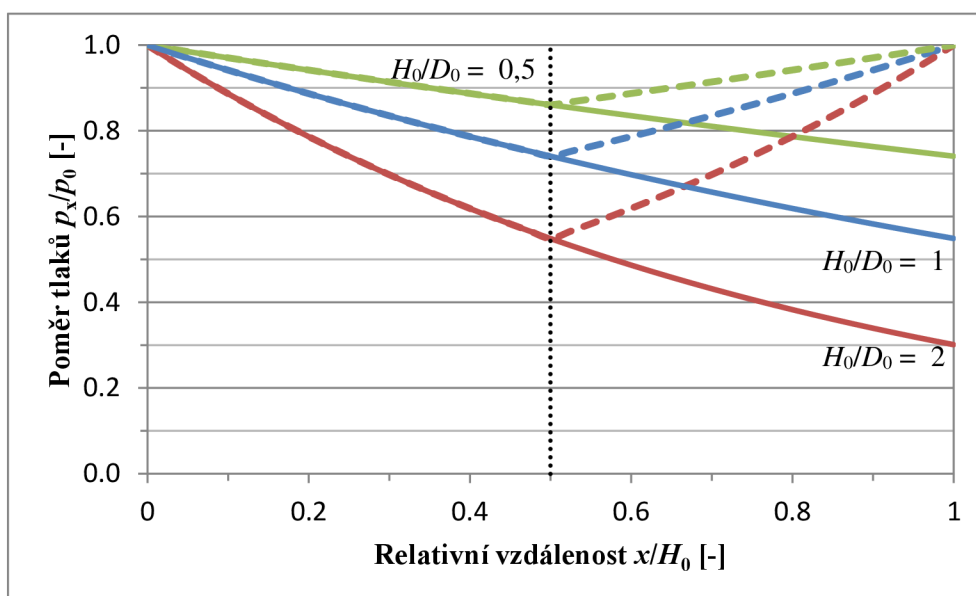
Schéma rozložení tlaku podél axiálního (vertikálního) směru v práškovém sloupci je znázorněn na obr. 9.



Obr. 9 Schéma šíření tlaku podél axiálního směru v práškovém sloupci a úbytek tlaku v elementu tloušťky  $dx$  vlivem tření, upraveno z [44].

Rovnice (3.9) ukazuje, že v práškovém sloupci tlak v důsledku disipace energie třením nelineárně (exponenciálně) klesá s rostoucí vzdáleností od lisovacího razníku. Důsledkem je nehomogenní rozložení napětí ve výlisku, které závisí nejen na velikosti tření mezi granulami a maticí, ale také na geometrických rozměrech výlisku. Dosazením výšky výlisku  $H_0$  do rovnice (3.9) se získá tlak, který působí na dolní nehybný razník. Pro výlisky různých výšek  $H_0$  a průměrů  $D_0$  se poměr  $H_0/D_0$  mění, což má za následek různou distribuci napětí ve výlisku. Z tohoto důvodu jsou pro lisování nevhodné výlisky s vysokými a tenkými stěnami či středními sloupky. Doporučují se výlisky s poměrem  $H_0/D_0$  nejvýše 2 pro jednostranné lisování a poměrem 4 pro oboustranné [44].

Rovnice (3.9) je definována pro jednostranné lisování. Pro dvoustranné lisování rovnice (3.9) platí též, avšak vzdálenost  $x$  vyjadřuje vzdálenost k nejbližšímu razníku. Jelikož je napětí závislé nelineárně na vzdálenosti od lisovacího razníku, lze dvoustranným lisováním získat výrazně homogennější distribuci napětí ve výlisku než v případě lisování jednostranného. V místě rovnováhy sil a nejnižšího napětí dochází ke vzniku tzv. *neutrální zóny* (NZ), ve které má výlisek nejnižší hustotu i pevnost. NZ se v ideálním případě nachází uprostřed výlisku ve vertikálním směru. Velikost axiálního tlaku v závislosti na vzdálenosti  $x$  od lisovacího razníku ve výlisku výšky  $H_0$  pro různé poměry  $H_0/D_0$  pro oba dva typy lisování je znázorněno na obr. 10.



Obr. 10 Ukázka závislosti relativní velikosti axiálního tlaku  $p_x$  na relativní vzdálenosti průřezu  $x$  od lisovacího razníku pro výlisky s různým poměrem výšky  $H_0$  k průměru  $D_0$ . Jednostranné lisování je znázorněno plnou čarou, dvoustranné čárkovanou. NZ je ve středu výlisku.

Řešení pro libovolný tvar výlisku konstantního průřezu při jednostranném lisování je dáno vztahem

$$p_x = p_0 \cdot \exp\left(-4\mu k \cdot \frac{Sx}{4A}\right), \quad (3.10)$$

kde:  $S$  [mm] - obvod průřezu výlisku,

$A$  [mm<sup>2</sup>] - plocha průřezu výlisku.

Rovnice (3.9) i (3.10) umožňují vyhodnotit tlak v libovolném průřezu pouze při znalosti radiálního tlaku  $p_r$  působícího na stěnu matrice. Radiální tlak lze měřit v experimentálním instrumentovaném zařízení, které disponuje senzorem tlaku působícího na stěnu matrice [42, 43]. V případě, že zařízení neumožňuje měření radiálního tlaku  $p_r$ , se používá *Ballhausen-Gasiorkova rovnice* [47, 48] ve tvaru

$$p_x = p_0 \cdot \eta^{\frac{S \cdot x}{4F}}, \quad (3.11)$$

kde:  $\eta$  [-] - součinitel kluznosti prášku.

*Součinitel kluznosti prášku*  $\eta$  (z angl. *coefficient of sliding friction*) charakterizuje účinnost silového přenosu při lisování prášku. Součinitel kluznosti prášku pro válcový výlisek výšky  $H_0$  a průměru  $D_0$  je definován vztahem

$$\eta = \left(\frac{p_p}{p_0}\right)^{D_0/H_0}, \quad (3.12)$$

kde:  $p_p$  [MPa] - tlak na nehybný razník.

Tlakem  $p_p$  se rozumí síla, která je přenesena přes práškový sloupec na nehybný razník při jednostranném lisování, a která je vztažena k velikosti průřezu výlisku.

Díky rovnici (3.12) lze vyhodnotit velikost součinitele kluznosti prášku na základě znalosti velikosti síly působící na oba dva razníky. K tomu je vhodné např. instrumentované lisovací zařízení, které je osazené na horním i spodním razníku snímačem tlaku a které umožňuje stanovovat  $\eta$  kontinuálně v průběhu zhutňování práškového sloupce na základě znalosti aktuální výšky práškového sloupce  $h$  [45, 49]. Součinitel kluznosti může nabývat hodnot v intervalu od 0 do 1. Čím vyšší hodnoty součinitel nabývá, tím nižší je tření prášku o stěny matrice a tím homogennější bude rozložení napětí v práškové sloupci. Některé práce ukazují, že součinitel kluznosti prášku  $\eta$  není konstantní, což potvrzuje fakt, že porovnáním rovnic (3.9) a (3.11) lze  $\eta$  vyjádřit vztahem

$$\eta = e^{-4\mu k} , \quad (3.13)$$

přičemž je známo, že parametry  $k$  a  $\mu$  jsou závislé na lisovacím tlaku, zejména při jeho nízkých hodnotách [45, 50].

### 3.2.4 Distribuce hustoty v práškovém sloupci

Jednoosý tlak aplikovaný přes horní razník na prášek bude disipován třením granulí o stěny matrice i mezi sebou navzájem. Prášek ve spodních místech bude vystaven působení výrazně menšího axiálního tlaku, než je velikost tlaku na horním razníku a proto dojde v těchto místech k nižšímu stupni zhutnění. Výsledkem je určitá distribuce hustoty ve výlisku, která závisí především na velikosti lisovacího tlaku, tření a poměru výšky výlisku k jeho průměru [46, 48, 51].

Předpověď distribuce hustoty podél výšky výlisku vyžaduje znalost závislosti hustoty na lisovacím tlaku. Bylo ukázáno, že v prvním přiblížení lze distribuci hustoty ve válcovém výlisku považovat za lineární [30, 47]. Za tohoto předpokladu je lokální hustota měřená v polovině výšky výlisku  $h = H_0/2$  rovna průměrné hustotě celého výlisku  $\rho_p$ . Velikost tlaku odpovídající této hustotě je tzv. *izostatický tlak*  $p_{izo}$  a pro válcový výlisek je dán vztahem

$$p_{izo} = p_0 \cdot \eta^{\frac{H_0}{2D_0}} . \quad (3.14)$$

Pro keramické prášky odvodil Gasiorek a spol. [47] logaritmickou funkční závislost mezi velikostí izostatického tlaku  $p_p$  a relativní průměrnou hustotou výlisku  $\rho_{pr}$  ve tvaru

$$\log(\log \rho_{pr}) = \alpha \log \frac{p_r + p_a}{p_a} + \log(\log \rho_{sr}), \quad (3.15)$$

kde:  $\rho_{sr}$  [-] - relativní sypná hmotnost,  
 $p_a$  [MPa] - atmosférický tlak v MPa,  
 $\alpha$  [-] - součinitel stlačitelnosti prášku.

Součinitel stlačitelnosti prášku  $\alpha$  nabývá hodnot od 0 do 1 a vyjadřuje schopnost prášku se ztuhnout během lisování. Čím nižší hodnoty součinitel nabývá, tím vyšší tlak je potřeba pro získání výlisku požadované hustoty pro daný typ prášku.

Gasiorek ukázal [47], že z rovnice (3.15) lze odvodit vztah pro lokální hustotu průřezu ve vzdálenosti  $x$  od lisovacího razníku ve tvaru

$$\rho_x = \rho_t \cdot \rho_{sr} [p_a / (p_a + p_0 \cdot \eta^{x/D_0})]^\alpha, \quad (3.16)$$

kde:  $\rho_x$  [-] - hustota v průřezu ve vzdálenosti  $x$  od lisovacího razníku.

Ani Janssen-Walkerova ani Ballhausen-Gasiorkova analýza nepředpokládá, že by v radiálním směru existovaly variace v napětí nebo hustotě. Mnohé práce však ukazují, že tento předpoklad není správný, přičemž pro komplikovanější tvary může být rozložení hustoty i napětí v radiálním směru velmi rozdílné. Podstatný vliv na distribuci hustoty má velikost tření. Hlubší náhled do této problematiky umožňují stále dokonalejší numerické simulace [42, 52, 53, 54]. V další části práce se pro jednoduchost předpokládá stejné rozložení napětí i hustoty v radiálním směru; jejich variace jsou zanedbávány.

### 3.3 Problémy procesu lisování

Proces lisování zahrnuje řadu problémů, jež jsou zvláště patrné při lisování tvarově složitých jader. Tyto problémy nelze vždy úplně eliminovat, avšak vhodným nastavením lisovacích operací, tvarem a materiálem lisovacího nástroje, práškem požadovaných vlastností a vhodným mazivem je lze alespoň částečně redukovat. Obecně je lisování komplikovaný proces, který zahrnuje řadu úskalí při samotném ztuhování prášku, dekompresi i při výhozu výlisku ven z matrice [8, 9, 10, 51, 54, 55, 56].

#### 3.3.1 Nehomogenní ztuhnutí

Nehomogenní ztuhnutí je způsobené samotnou podstatou procesu lisování prášků; velkou roli hraje tření prášku o stěny matrice nebo rozdílný poměr slisování různých částí tvarově složitějšího výlisku [9, 55]. Nehomogenní ztuhnutí je jedním z největších problémů tváření prášků [8, 57]. Gradient hustoty vzniká zejména v místech blízkých



stěnám matrice, kde dochází ke generování střížného napětí v důsledku styku prášku a povrchu matrice [53]. Redukce tření materiálu o stěny nástroje obvykle umožní dosáhnout vyšších hustot vylisku a rovnoměrnějšího rozdělení hustoty i lokální pevnosti materiálu v rámci celého vylisku [30, 58]. Důležité je rovněž vyhnout se těm profilům, které při zátěži způsobují velkou koncentraci napětí v určitých místech vylisku.

Výrazné nehomogenní zhutnění prášku je též příčinou rozdílného chování materiálu během výpalu. Již 2% rozdíl ve velikosti smrštění různých částí jádra je mnohem více než je elastický limit feritového materiálu a musí proto zaručeně vést buď k tvorbě trhlin nebo ke zkroucení vylisku [9]. Tyto trhliny je možné redukovat nebo úplně eliminovat změnou designu lisovacího nástroje, kontrolovaným pohybem jednotlivých částí lisovacího nástroje v průběhu lisovacího cyklu nebo práškem s vysokou tekutostí a deformovatelností.

Jedním z nejdůležitějších předpokladů úspěšné výroby je zajištění co nejvíce homogenní distribuce hustoty ve vylisku. S tím souvisí potřeba přesného kontrolování pohybu všech částí lisovacího nástroje, včetně volitelného pohybu jednotlivých dolních razníků. Různě vysoké práškové sloupce mohou být zhutněny různými rychlostmi, čímž se dosáhne stejného gradientu napětí ve všech práškových sloupcích. Mechanické lisy tento vysoký stupeň kontroly nad procesem lisování neumožňují, proto se pro tvarově velmi složité vylisky používají moderní hydraulické CNC lisy s integrovaným více-deskovým adaptorem nebo elektricky poháněné servo-lisy [8]. Při vývoji nových tvarů a vhodného technologického postupu roste význam numerických simulací [42, 54, 57, 59].

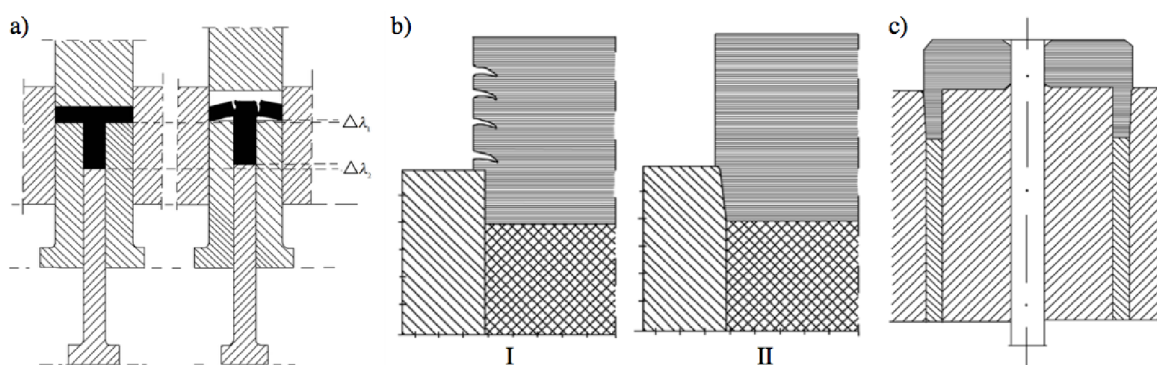
### 3.3.2 Dekomprese

Pojmem dekomprese se rozumí odsunutí lisovacího razníku od povrchu vylisku. Během lisovacího cyklu s mechanicky vedenou maticí je nejvyšší tlak vyvozen horním razníkem v tzv. *dolním mrtvém bodu*. Horní razník se začne pohybovat vzhůru, na prášek přestane působit axiální tlak a dolní razníky proto společně s vyliskem elasticky expandují v axiálním směru. Pokud mají dolní razníky různou délku, může jejich rozdílná elastická expanze způsobit trhliny ve vylisku ještě před jeho výhozem z matrice, viz obr. 11a [55]. Tento efekt ještě podpoří rozdílná elastická expanze různě vysokých částí vylisku. Vady tohoto typu se obtížně detekují, během následného slinování navíc nezmizí. Zabránit jejich vzniku lze tehdy, pokud všechny části vylisku budou udržovány přiměřeně velkým axiálním protitlakem během vyhazování. Protitlak zajistí jejich plynulejší expanzi.

Elastická expanze neboli *zpětné dopružení* výlisku způsobí zvětšení rozměrů výlisku. Přírůstek v axiálním směru je charakterizován součinitelem axiální expanze  $e_a$ . Zpětné dopružení je závislé na [8, 3, 60]:

- lisovacím tlaku  $p_0$ , lisovací hustotě  $\rho_p$ ,
- vlastnostech prášku,
- použitých mazivech a dalších příměsí,
- tvaru a materiálu matrice.

Zajímavým poznatkem spojeným s dekompresí je *hystereze radiálního napětí* [61]. Bylo ukázáno, že i po úplné dekompresi v axiálním směru působí na výlisek radiální tlakové napětí o velikosti meze kluzu prášku. Předpokladem Longova modelu je značné zjednodušení v podobě absence deformačního zpevnování a zanedbatelného tření. Zahrnutím vlivu tření se reziduální napětí zvýší o faktor  $(1 - \mu)^{-1}$  [8].



Obr. 11 a) Elastická expanze spodních razníků, b) vytlačování výlisku – vznik horizontálních trhlin (I), jejich eliminace mírným zkosením výstupního prostoru matrice (II), c) tvar výlisků náchylný na trhliny způsobených rozdílnou velikostí radiální expanze různých částí výlisku [8].

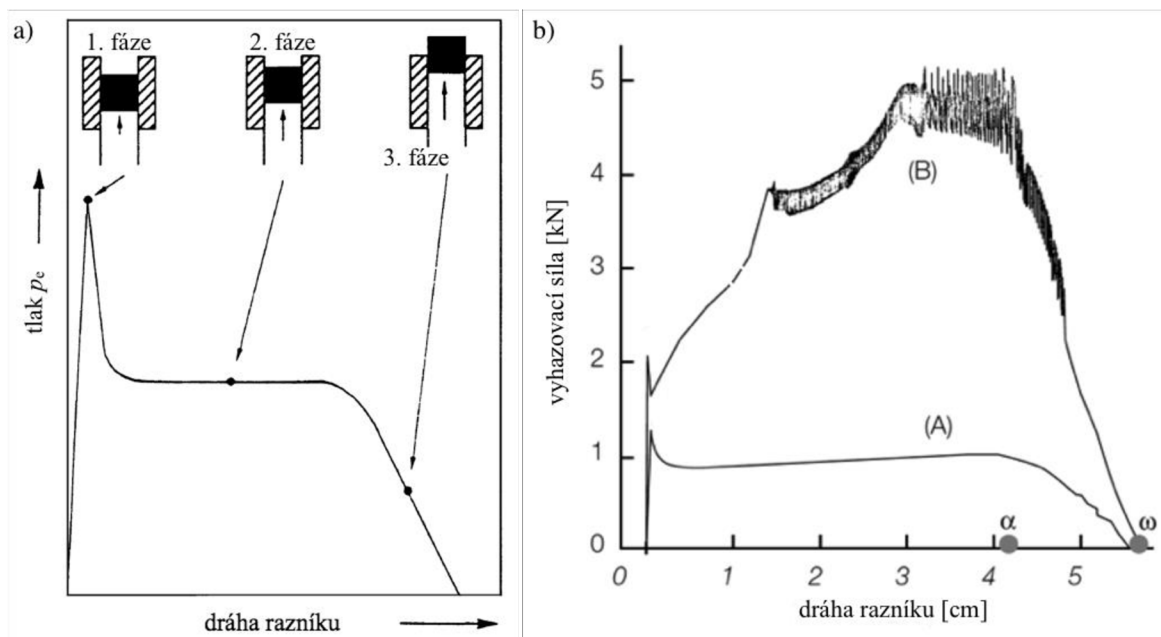
### 3.3.3 Vytlačování výlisku

Přímým důsledkem reziduálního radiálního napětí je fakt, že pro opuštění prostoru matrice je nutné, aby byla na výlisek vyvinuta značná síla. Tento proces se nazývá *vyhazování* nebo *vytlačování*; pro lisování s mechanicky vedenou matricí se používá termín *stahování matrice*. Vztáhnutím velikosti této síly na obsah průřezu výlisku je určen *vyhazovací tlak*  $p_e$  potřebný pro vytlačení výlisku z matrice. Potřebný tlak je lineárně závislý na poměru výšky k průměru, závisí také na součiniteli tření  $\mu$ . Proces vyhazování sestává ze tří částí, viz obr. 12.

Zpočátku tlak  $p_e$  prudce stoupá až do okamžiku překonání statického tření. Velikost tlaku může pro tenká, vysoká jádra přesáhnout i lisovací tlak  $p_0$ . Důsledky jsou dvojí:

- Spodní část výlisku je podrobena dodatečnému zhutnění, které může způsobit vznik defektů.
- Dlouhé a štíhlé spodní razníky designované pro odolání lisovacího tlaku se mohou zdeformovat nebo zlomit.

Ve druhé fázi potřebný tlak poklesne a v ideálním případě je konstantní po dobu pohybu výlisku v matrici (obr. 12a, 12b průběh A). Velikost tření je v této fázi charakterizována dynamickým součinitelem tření. Pokud je povrch matrice opotřebován nebo nedostatečně promazán, dochází ke vzniku studených svarů mezi výliskem a matricí, jež mohou být rozpoznatelné výrazným nárůstem potřebného tlaku  $p_e$  a charakteristickým zvukem. Průběh je spojen s tzv. *stick-slip* mechanismem, který se projeví rychlým střídavým stoupáním a klesáním tlaku  $p_e$ , viz obr. 12b průběh B [8].



Obr. 12 a) Schéma průběhu výhozu výlisku z matrice, b) průběh vyhazovacího tlaku  $p_e$  pro vhodné podmínky vyhazování (A) a nevhodné podmínky způsobené opotřebovanou matricí a nevhodným mazivem (B). V bodě  $\alpha$  se výlisk začíná dostávat z matrice, v bodě  $\omega$  je proces ukončen; upraveno z [8].

Třetí fáze vyhazování nastává v okamžiku, kdy se výlisk začne postupně dostávat ven z matrice. Plocha výlisku ve styku s matricí se zmenšuje, úměrně tomu klesá potřebná síla. Nejzávažnější důsledek reziduálního radiálního napětí nastává právě v momentě, kdy výlisk mívá horní okraj matrice. Horní část výlisku mimo matrici elasticky expanduje v radiálním směru, zatímco na část výlisku v matrici stále působí radiální tlakové napětí. V horizontálním směru je generováno střížné napětí, které může ve výlisku způsobovat horizontální trhliny, viz obr. 11b. Při návrhu lisovacího nástroje se doporučuje nepatrné

zkosení výstupní části matrice a zaoblení hran za účelem snížení stříhového napětí; o technických detailech se pojednává např. v [10, 54]. Zvláště náchylné k tvorbě trhlin jsou výlisky s masivním tělem a dlouhými, tenkými plášti, u nichž dochází k rozdílné radiální expanzi, viz obr. 11c [8].

### 3.4 Typy vad výlisků

*Defekt* nebo *vada* je nehomogenita, diskontinuita nebo jiná strukturní nepravidelnost keramického materiálu typu velké zrno, pór, nečistota, trhlina, aj. Pokud je materiál mechanicky namáhaný, dochází v místě vady ke koncentraci napětí; tím se zvyšuje riziko mechanického selhání. PM a oblast speciální technické keramiky rozlišuje několik druhů vad, následující seznam se řídí normou ČSN EN 14232 – Termíny, definice a zkratky, normou ČSN EN 843-6, která se zabývá metodickými pokyny fraktografického vyhodnocování keramických materiálů a divizní směrnici Vzhledové vady feritových jader společnosti EPCOS s.r.o. [12, 62, 63].

#### Čepice

*Čepice* (z angl. *cap*) je typ vady, při které dojde k částečnému nebo úplnému oddělení segmentu z horního nebo spodního čela výlisku. Čepice se objeví ihned po vytlačení výlisku z matrice, objevuje se také při zkoušce axiální pevnosti v tlaku. Proces tvorby čepic je spojován s řadou příčin, jmenovitě s rychlostí komprese prášku, použitím vysokého lisovacího tlaku, viskoelastickou odezvou výlisku, uvíznutím vzduchu v materiálu, napěťovým polem, distribucí hustoty a dalšími. Sarkar a kol. ukázal, že kritickým parametrem pro tvorbu čepic je míra přírůstku tvářecí síly za časovou jednotku [64]. Velikost této míry nad určitou hranicí podporuje nehomogenní distribuci hustoty, výrazné viskoelastické zotavení a vysoké radiální napětí uvnitř výlisku. Společně tyto faktory vedou ke tvorbě čepic [42, 60].

#### Pórovitá oblast

*Pórovitá oblast* je zóna vyšší pórovitosti, obvykle třírozměrná, vznikající v důsledku nízkého stupně zhutnění nebo znečištění.

#### Přelisek

*Přelisek* je ostrý výstupek na jedné nebo více hranách jádra. Přelisek je tvořený přebytečným materiálem oproti výkresové dokumentaci daného jádra.

#### Rozvrstvení, delaminace

*Rozvrstvení* neboli *delaminace* označuje jak samotnou vadu, tak proces její tvorby; obecně se jedná o vadu ve tvaru horizontální vrstevnaté struktury, která vzniká uvnitř materiálu.

#### Trhlina

*Trhlina* je linie lomu nezpůsobující úplné oddělení; může být výsledkem mechanického nebo tepelného poškození během výroby. Trhliny jsou jedním z nejběžnějších a nejzávažnějších problémů PM [10, 65]. Podle místa vzniku se dělí na trhliny způsobené při zhutňování prášku (z angl. *pressing cracks*) a trhliny vzniklé při dekompresi a vyhazování výlisku (*ejection cracks*) [54].

#### Úlomek

*Úlomek*, také odštěpek, je odlomený kus materiálu z hrany, rohu nebo jiné části výlisku. Obecně je způsoben mechanickým poškozením v důsledku manipulace.

#### Velké zrno

*Velké zrno* je zrno abnormálních rozměrů. Nachází se v prášku jako důsledek nesprávné kontroly velikosti částic prášku. Jeho přítomnost může usnadnit porušení výlisku.

#### Vměstek, inkluze

*Vměstek* je vada způsobená znečištěním cizím tělesem.

#### Vytrženina

*Vytrženina* je defekt, který vznikne odstraněním povrchové vrstvy materiálu výlisku v důsledku jeho adheze k horní nebo spodní části lisovacího nástroje v průběhu procesu lisování. Problematika adheze materiálu k lisovacímu nástroji je v průmyslové praxi závažným problémem. Adheze je ovlivněna řadou vlivů, jako je např. typ a množství použitého maziva, vlhkost prášku, jakost povrchu lisovacích nástrojů, atd.

### **3.5 Dodatečné úpravy prášků před lisováním**

Před samotným procesem lisování může prášek podléhat některým dodatečným úpravám [66]. Důvody dodatečných úprav mohou být různé – odstranění příliš velkých granulí v případě lisování jader o malém objemu; snížení třecích sil prášku o stěny matrice nebo zvýšení schopnosti granulí se plasticky deformovat.

Odstranění granulí nevhodných rozměrů se provádí přesíváním přes síto požadovaných rozměrů. Heterogenní rozvrstvení prášku v důsledku transportu či jiné manipulace způsobuje variabilitu v plnění matrice práškem, což vede nestabilitě procesu. Promísení prášku za účelem dosažení shodného podílu jednotlivých rozměrových frakcí granulátu v celém objemu se nazývá *homogenizace granulátu*. Významný vliv na vlastnosti PVA a PEG má vlhkost prášku [51]. Vlhkost prášku ovlivňuje schopnost granulí se deformovat, proto se granulát dovlhčuje na požadované hodnoty přidavkem vody nebo jiného aditiva. Snížení třecích sil především mezi granulemi a stěnami matrice zajišťuje přidavek malého množství maziva. Mazivo granule obalí a zlepšuje tak přenos tlaku v práškovém sloupci. Maziva snižuje energii potřebnou pro výhoz výlisku z matrice. Hojně používaný je *stearan zinečnatý*, což je zinečnatá sůl kyseliny stearové. Nevýhodou je snížení hodnoty teoretické hustoty směsi. O nevýhodách maziva je uvedeno více např. v [32, 58, 67].

## 4 ZKOUŠKY MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ VÝLISKŮ

Dvě nejčastěji vyšetřované mechanické vlastnosti výlisků jsou jejich pevnost a tvrdost, přičemž daleko větší význam v praxi mají zkoušky pevnosti. Právě zkouškám pevnosti je věnována velká pozornost v oddíle 4.1, indentačním zkouškám tvrdosti se pouze informativně věnuje oddíl 4.2. Popis několika dalších mechanických vlastností práškových materiálů a metody jejich stanovení lze nalézt v [5, 68].

### 4.1 Zkoušky pevnosti výlisků

Jedním z nejdůležitějších parametrů vylisovaných polotovarů je jejich mechanická pevnost. Pevnost by měla být natolik velká, aby umožnila jejich pohodlnou manipulaci, nebo aby umožnila odolat napětím vyvolaných teplotou při odplyňování [69, 70]. Pevnost výlisků může být ukazatelem kvality lisovacího procesu. Některé studie ukazují, že nejdůležitějším parametrem určujícím pevnost výlisku není jeho hustota, ale lisovací tlak [71, 72]. Významnou charakteristikou práškových výlisků je jejich křehkost. Běžná jednoosá tahová zkouška používaná pro kovy není příliš vhodná. Vhodné se jeví použití takové metody, která umožní zjistit stav převládajícího typu napětí v místě porušení. Žádoucí je též jednoduchost tvaru zkušebního tělesa.

V minulosti se nejčastěji pevnost výlisků určovala pomocí třibodové ohybové zkoušky a označovala se jako pevnost v ohybu nebo ohybová pevnost. Nevýhodou zkoušky je, že působení nejvyššího napětí je vystaven pouze povrch a porušení je proto iniciováno spíše povrchovými než objemovými vadami. V 50. letech minulého století byla zavedena zkouška pevnosti v příčném tahu pro měření pevnosti betonu. Velmi brzy se její použití rozšířilo do mnoha oblastí jakými je např. keramika, kovové kompozity nebo farmaceutický průmysl. V praxi se užívají i další metody, byť patří mezi méně časté; podrobněji o metodách a tvarech zkušebních vzorků pojednává [55, 69, 70].

Chování vzorků, které vzniknou lisováním za sucha, se v praxi popisuje pomocí *dvouparametrického Weibullova rozdělení*. Podrobnější seznámení s Weibullovou statistikou by bylo nad rámec této práce; pro zájemce lze doporučit např. následující odkazy: [5, 69, 70, 71, 73].

Je nutno podotknout, že problematika pevnosti výlisků je často diskutovaným tématem. Hodnoty pevnosti při experimentálních měřeních vykazují nemalý rozptyl i přes identické zkušební podmínky. Důvodem je především mikrostruktura zkušebních těles. Různé zkušební metody vedou k různým hodnotám pevnosti výlisku [69, 74].

#### 4.1.1 Tříbodová zkouška pevnosti v ohybu

Princip zkoušky pevnosti v ohybu spočívá v podrobení zkušebního tělesa z prášku za kontrolovaných podmínek rovnoměrně narůstající ohybové síle, přičemž zátěž roste až do porušení tělesa. Pevnost se měří na zkušebním tělese, které je slisováno určitým tlakem, nebo na vzorku s udanou lisovací hustotou [75, 76]. Ohybové zkoušky umožňují stanovit elastické parametry materiálu (Youngův modul pružnosti a Poissonův poměr) měřením průhybu zkušebního tělesa, více viz [55, 77].

Pro zkoušky pevnosti v ohybu se obvykle používá výlisek ve tvaru hranolu o rozměrech  $L \times b \times h$ . Délka hranolu by měla být minimálně  $10 \times$  větší než jeho výška či šířka. Hranoly nejsou lisovány na výšku, což zaručuje menší rozdíl v rozdělení hustoty než v případě válcového výlisku, který je nutné lisovat na výšku. Pevnost hranolu je testována ve směru kolmém na směr lisování [70].

Při ohybu vzorku vzniká v místě řezu různé podélné napětí. V místě na horní straně hranolu vzniká maximální tlakové napětí, v místě neutrální osy je napětí nulové a na spodní straně hranolu je nejvyšší tahové napětí. V případě čistě elastického chování materiálu je absolutní velikost obou napětí stejná. Napětí v ose kolmé na zkoušení jsou považována za nulová. Maximální velikost napětí je rovna

$$\sigma_{omax} = \frac{h \cdot M_o}{2 \cdot J} = \frac{M_o}{W_o}, \quad (4.1)$$

kde:  $\sigma_{omax}$  [MPa] - pevnost v ohybu,  
 $M_o$  [N.m] - velikost ohybového momentu,  
 $J$  [mm<sup>4</sup>] - kvadratický moment průřezu okolo neutrální osy,  
 $h$  [mm] - tloušťka zkušebního vzork,  
 $W_o$  [mm<sup>3</sup>] - průřezový modul v ohybu.

Pro tříbodovou zkoušku ohybem působí síla uprostřed mezi dvěma podpěrami, které jsou umístěny v blízkosti konců zkušebního tělesa, viz obr. 13a. Napětí při porušení je

$$\sigma_{3B} = \frac{3 \cdot a \cdot F_{max}}{2 \cdot b \cdot h^2}, \quad (4.2)$$

kde:  $\sigma_{3B}$  [MPa] - pevnost výlisku v ohybu při tříbodové zkoušce,  
 $F_{max}$  [N] - velikost zátěžné síly při porušení výlisku,  
 $a$  [mm] - vzdálenost spodních podpěr,  
 $b$  [mm] - šířka výlisku.



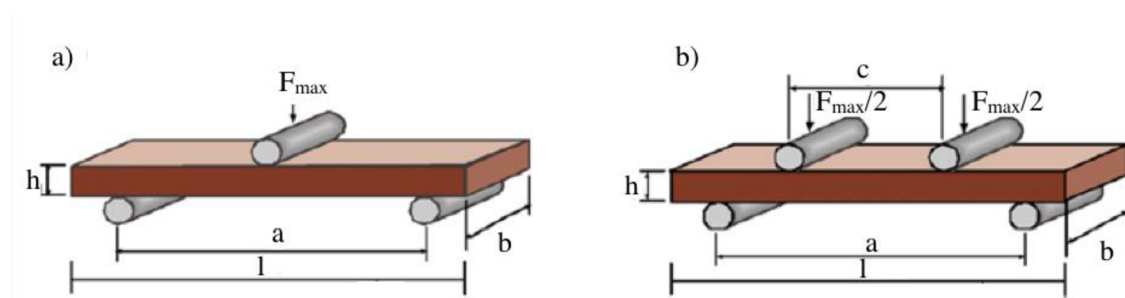
Tříbodová zkouška pevnosti v ohybu pro speciální technickou keramiku ve slinutém stavu je detailně popsána v ČSN EN 843-1 [76], kovových materiálů ve stavu slinutém i před slinutím je popsána v normě ČSN EN 23995 a ČSN EN ISO 3325 [75, 78].

#### 4.1.2 Čtyřbodová zkouška pevnosti v ohybu

Čtyřbodová zkouška pevnosti vylisku ohybem se od tříbodové liší použitím jedné válcové podpěry navíc, viz obr. 13. V důsledku toho se změni momenty sil působící na hranol. Pevnost zkušební tělesa v ohybu se určí ze vztahu

$$\sigma_{4B} = \frac{3 \cdot (a - c) \cdot F_{max}}{2 \cdot b \cdot h^2}, \quad (4.3)$$

kde:  $\sigma_{4B}$  [MPa] - pevnost vylisku v ohybu při 4-bodové zkoušce,  
 $c$  [mm] - vzdálenost mezi zátěžnými válci.



Obr. 13 Schéma a) 3-bodové a b) 4-bodové zkoušky pevnosti vylisku v ohybu, upraveno z [69].

Zkouška 4-bodová má vyšší vypovídací hodnotu o pevnosti v tahu za ohybu, jelikož k porušení zkušební vylisku dochází ve střední oblasti namáhané pouze čistým ohybem. Posouvající síly jsou ve střední části nosníku rovny nule. V případě 3-bodové zkoušky jde vždy o kombinaci ohybu a smyku, proto je méně vhodná než zkouška 4-bodová [53].

Tab. 4.1: Vztahy používané pro výpočet pevnosti v ohybu zkušební tělesa obdélníkového a kruhového průřezu, upraveno podle [70].

	Obdélníkový průřez		Kruhový průřez	
	3-bodová zkouška	4-bodová zkouška	3-bodová zkouška	4-bodová zkouška
$J$	$\frac{b \cdot h^3}{12}$	$\frac{b \cdot h^3}{12}$	$\frac{D^4}{\pi 64}$	$\frac{D^4}{\pi 64}$
$M_0$	$\frac{a}{4} F_{max}$	$\frac{a}{2} F_{max}$	$\frac{a}{4} F_{max}$	$\frac{a}{2} F_{max}$
$\sigma_{omax}$	$\frac{3a}{2bh^2} F_{max}$	$\frac{3(a-c)}{2bh^2} F_{max}$	$\frac{8a}{\pi D^3} F_{max}$	$\frac{8(a-c)}{\pi D^3} F_{max}$

$b$  – šířka tělesa obdélníkového průřezu;  $h$  – výška tělesa obdélníkového průřezu;  $D$  – průměr válcového tělesa;  $J$  – kvadratický moment průřezu okolo neutrální osy;  $M_0$  – ohybový moment sil;  $\sigma_{omax}$  – pevnost v ohybu;  $a$  – vzdálenost mezi spodními podpěrami;  $c$  – vzdálenost mezi působišti zátěže u 4-bodové zkoušky;  $F_{max}$  – zátěž, při které dojde k porušení.

#### 4.1.3 Zkouška pevnosti v příčném tahu v tlaku

Zkouška pevnosti výlisku v příčném tahu je v současné průmyslové praxi jedna z nejpoužívanějších metod pro zkoušení pevnosti zhutněných polotovarů práškové metalurgie nebo tablet ve farmaceutickém průmyslu. Zkouška je někdy nazývána jako *nepřímá tahová zkouška*, *radiální tlaková zkouška* nebo *brazilský test*, jelikož byla v roce 1953 navržena dvěma brazilskými inženýry Carneirem a Barcellem [70]. Popularitu si získala jednoduchostí přípravy zkušební vzorku a rychlosti testování [30, 69].

Zkušebním tělesem je výlisek tvaru válce. Poměr výšky válce k jeho průměru je obvykle v intervalu 0,25–0,50 [70]. Malý poměr výšky k průměru je předpokladem platnosti teorie elastického zatěžování tenkého disku [79]. Výlisek je jednoduše umístěn mezi dvě rovnoběžné tlačné desky nebo razníky bez nutnosti další fixace, viz obr. 14b.

Působením tlakové síly se ve výlisku začne generovat příčné tahové napětí, které je podél celého průměru stálé, viz obr. 14c. Napětí při dosažení meze pevnosti v tahu způsobí destrukci zkušební tělesa; důkazem je, že k porušení výlisku dochází podél jeho průměru ve vertikálním směru. Pomocí Hertzovy teorie [79] pro elastické zatěžování tenkého elastického disku napříč průměrem je možné tahové napětí  $\sigma_t$  vyjádřit vztahem:

$$\sigma_t = \frac{2F_{max}}{\pi \cdot D \cdot t}, \quad (4.4)$$

kde:  $\sigma_t$  [MPa] - pevnost výlisku v příčném tahu,  
 D [mm] - průměr válcového zkušební tělesa,  
 t [mm] - tloušťka válcového zkušební tělesa.

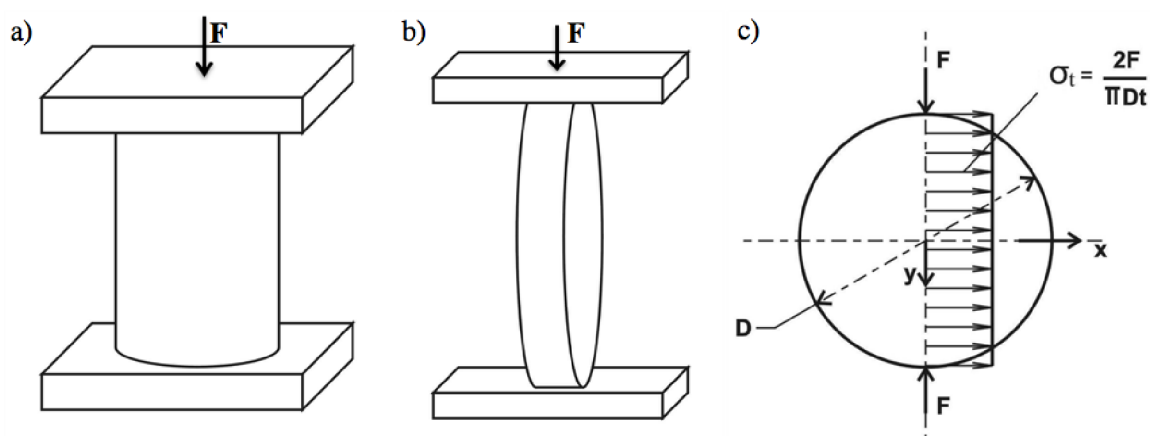
Použití metody by nemělo vést k porušení v důsledku stříhu. Výslednou hodnotu pevnosti může ovlivnit řada faktorů, zejména homogenita výlisku, zkušební podmínky, tření mezi deskami a výliskem, a další [56, 68, 80].

#### 4.1.4 Zkouška pevnosti v axiálním tlaku

Při zkoušce pevnosti v axiálním tlaku působí síla v hlavní ose zkušební výlisku, proto se jí někdy říká *axiální zkouška pevnosti v tlaku*. V ideálním případě dochází ve výlisku náhle ke křehkému porušení při maximálním smykovém napětí, tj. pod úhlem 45° ve směru působení síly. Pevnost výlisku v axiálním tlaku je dána vztahem [43]

$$\sigma_{ax} = \frac{4F_{max}}{\pi \cdot D^2}, \quad (4.5)$$

kde:  $\sigma_{ax}$  [MPa] - pevnost výlisku v axiálním tlaku.



Obr. 14 Schéma a) zkoušky pevnosti výlisku v axiálním tlaku (axiální tlaková zkouška), b) radiální zkoušky pevnosti v tlaku (nepřímá tahová zkouška), c) průběhu tahového napětí napříč výliskem při nepřímé tahové zkoušce, upraveno z [70].

#### 4.1.5 Zkouška pevnosti vetknutého nosníku v ohybu

Jak bylo uvedeno výše, kromě obvyklých metod, jakými je zkouška tříbodová, čtyřbodová nebo zkouška pevnosti v příčném tahu, je možné používat i jiné zkoušky v závislosti na požadavcích.

Takovou zkouškou může být i smluvní ohybová zkouška vetknutého nosníku.

Pokud působí na vetknutý nosník síla velikosti  $F$ , potom je ohybový moment vnějších sil  $M_o$  ve vzdálenosti  $l$  dán vztahem:

$$M_o = F \cdot l . \quad (4.6)$$

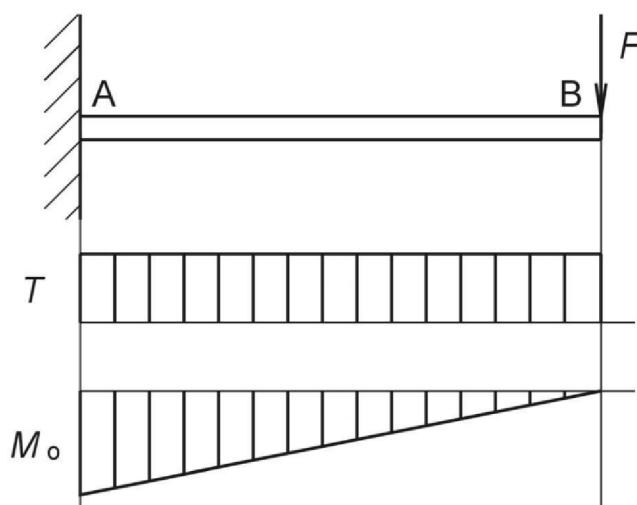
Průřezový modul v ohybu  $W_o$  pro kruhový profil průměru  $D$  je dán vztahem:

$$W_o = \pi \cdot \frac{D^3}{32} . \quad (4.7)$$

Pevnost v ohybu pro vetknutý nosník kruhového průřezu je dána podílem ohybového momentu síly, při které dojde k porušení, a průřezového modulu v ohybu:

$$\sigma_{omax} = \frac{F_{max} \cdot l}{\pi \cdot \frac{D^3}{32}} . \quad (4.8)$$

V místě vetknutí je ohybový moment nejvyšší a proto bude docházet k porušení výlisku v tomto místě, viz obr. 15. Schéma zatěžování nosníku, včetně posouvající síly  $T$  a ohybového momentu  $M_o$  je na obr. 15. Nutno podotknout, že se pro zjednodušení předpokládá, že konec nosníku je pevně držen, vetknutí je tuhé a platí jednoduché úvahy pružnosti (vliv posouvající síly je zanedbatelný vůči vlivu ohybového momentu) [81].



Obr. 15 Schéma zkoušky pevnosti v ohybu pro vetknutý nosník. Ohybový moment  $M_o$  vyvolaný vertikální zátěžnou silou působící na konci nosníku je největší v místě vetknutí, zpracováno podle [82].

#### 4.2 Zkouška tvrdosti

Statické indentační zkoušky, mezi které se řadí např. zkouška podle Rockwella, Vickerse nebo Brinella se v PM obvykle využívají pro zjištění zdánlivé tvrdosti a mikrotvrdosti již slinutých materiálů [83]. Indentační zkoušky se však využívají i ke zjišťování lokálních mechanických vlastností vylisků. Na základě tvrdosti lze posuzovat např. lokální plasticitu materiálu a míru zhutnění prášku ve zkoumaném místě. Více o problematice lze najít např. [68].

## 5 ANALÝZA SOUČASNÉHO STAVU KONTROLY VLASTNOSTÍ FERITOVÉHO PRÁŠKU

Kontrola vlastností feritového prášku probíhá na základě souboru zkušebních metod, z nichž některé jsou popsány v normě ČSN 42 0890. Celý proces kontroly vlastností feritového prášku v EPCOS s.r.o. se nazývá *certifikace prášku* a je představen v podkapitole 5.1. Používané zkušební metody pro proces certifikace jsou představeny v podkapitole 5.2. Doplnkovou část certifikace tvoří technologické a doplňkové mechanické zkoušky prováděné na instrumentovaném lisovacím zkušebním zařízení *Powder Testing Center* společnosti KZK Powder Technology Corp., USA. Experimentální část diplomové práce je založena právě na studiu a analýze zkušebního procesu na zařízení PTC. Některé výstupy této analýzy jsou představeny v podkapitole 5.3.

### 5.1 Certifikace prášku

*Certifikací prášku* se ve společnosti EPCOS s.r.o. rozumí proces zjišťování a ověřování jeho fyzikálních, chemických, mechanických a technologických vlastností pomocí souboru vybraných zkušebních metod, které jsou dále popsány. Výstupem procesu certifikace je *Certifikační formulář granulátu*, viz příloha 1.

Ve společnosti EPCOS s.r.o. Šumperk se v současné době vyrábí pouze malé množství prášku především pro potřeby střediska Materiálového vývoje. Feritový granulát se proto dováží od několika zahraničních dodavatelů, z nichž nejvýznamnější jsou dodavatelé, kteří jsou v této práci značeni jako KLY a XIA.

Při převzetí každé šarže prášku probíhá ověřování vlastností dodaného prášku. Pro certifikaci je používáno několik typů zkušebních metod. Každá certifikace se obvykle provádí pouze na jednom typu jádra. Jedná se o jádro R34 toroidního tvaru o jmenovitém vnějším průměru 34,0 mm, vnitřním průměru 20,5 mm a výšce 12,5 mm, viz výkres 1. Certifikační jádra jsou lisována na střední hustotu ( $3,00 \pm 0,02$ ) g/cm<sup>3</sup> v počtu cca 120 kusů a následně slinována na vypalovacím programu pro certifikaci.

### 5.2 Přehled zkušebních metod vybraných vlastností prášku

Pro použití jakéhokoli prášku ve výrobě je nutné znát některé jeho vlastnosti [3]. Vlastnosti prášku se stanovují některou fyzikální, chemickou, mechanickou nebo technologickou zkušební metodou [6]. Stručný přehled používaných metod ve společnosti EPCOS s.r.o. je uveden níže.

### 5.2.1 Metoda měření sypné hmotnosti a tekutosti

Sypnou hmotností nebo sypnou hustotou  $\rho_s$  se rozumí hustota volně sypaného prášku, která se stanoví z hmotnosti objemové jednotky volně tekutého prášku zjištěné za podmínek specifikovaných v normě ČSN EN 725-9 [40]. Do odměrného válce o objemu  $100 \text{ cm}^3$  se přes definovanou násypku volně nasype prášek o hmotnosti  $m$ . Hladina prášku v kovovém válci je kovovým pravítkem zarovnána do úrovně horního okraje odměrného válce. Znalost sypné hmotnosti je důležitá pro výpočet tzv. *plnicího faktoru*, který je dán podílem požadované hustoty vylisku a sypné hustoty. Její velikost je určena vztahem

$$\rho_s = \frac{m}{100} \quad (5.1)$$

kde:  $\rho_s [\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}]$  - sypná hmotnost,  
 $m [\text{g}]$  - hmotnost  $100 \text{ cm}^3$  volně sypaného prášku

Tekutostí prášku se rozumí doba potřebná pro přesypání  $100 \text{ cm}^3$  prášku přes trysku kovové násypky. Doba průtoku je měřena pomocí stopek. Parametr tekutosti prášku je důležitý především pro určení doby nezbytné pro úplné naplnění prostoru matrice práškem. Pokud je tekutost prášku nízká, hrozí vznik zmetků z důvodu nedostatečného plnění matrice. Lisovací přísady, např. maziva a plastifikátory, tekutost prášku i sypnou hustotu snižují [6].

### 5.2.2 Analyzátor vlhkosti prášku

Měření vlhkosti prášku  $\phi$  na analyzátoru vlhkosti slouží ke stanovení aktuální vlhkosti granulátu. Doba měření na analyzátoru je 5 min při teplotě sušení  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ . Analyzátor funguje na principu vážení množství prášku před a po vysušení. Součásti měřicího zařízení a zkušební postup jsou specifikovány v [84].

### 5.2.3 Metoda pro stanovení obsahu pojiv

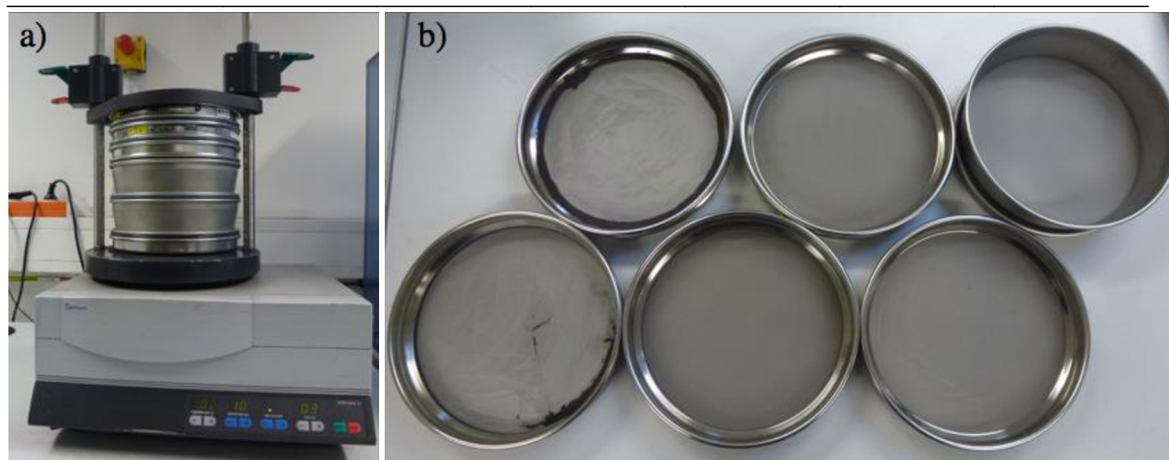
Množství pojiv  $\kappa$  v prášku je v PM důležitý parametr. Na jeho základě se přistupuje k rozhodnutím o době trvání odplyňovací a slinovací fáze. Stanovení obsahu pojiv je založeno na principu vážení prášku před a po odstranění organických pojiv. Při teplotách  $360 \text{ }^\circ\text{C}$ , na kterou je předehřáta vysoušecí pec, by měla být veškerá organická pojiva z prášku odstraněna. Přesný postup stanovení obsahu pojiv, včetně částí zkušebního zařízení, uvádí [85].

### 5.2.4 Ostatní metody

Výše uvedené metody nejsou všechny, které se používají pro charakterizaci vlastností a chování prášku samotného, slisovaného do polotovaru, slinovaného nebo jinak dokončeného. Stanovit podíl rozměrových frakcí částic neboli granulometrické vlastnosti umožňuje *síťová frakční analýza* [6], viz tab. 5.1 a obr. 16. Frakční analýza je založena na soustavě sítí různých rozměrů ok uvedených do kmitavého pohybu, čímž dojde k prosévání a rozdělení prášku. Mezi další užívané metody patří *rentgenová fluorescenční analýza* (XRF), která slouží ke stanovení chemického složení granulátu a vstupních surovin. Obsah pojiv a popis kinetiky vyhořívání pojiva dává *termogravitační analýza* (TGA) [29]. Vážením výlisku na vzduchu a v oleji se určuje jeho hustota. Jiné metody umožňují měřit elektromagnetické vlastnosti – indukčnost jádra, výkonové ztráty, amplitudovou permeabilitu, atd. [3].

Tab. 5.1 Granulometrické vlastnosti typického feritového prášku

Frakce [ $\mu\text{m}$ ]	< 45	45 – 80	80 – 160	160 – 250	250 – 315	> 315
Hm. obsah [%]	2,5	10	35	40	10	2,5



Obr. 16 a) Síťový analyzátor; b) jednotlivá síta s oky o rozměrech 45  $\mu\text{m}$ , 80  $\mu\text{m}$ , 160  $\mu\text{m}$ , 250  $\mu\text{m}$  a 315  $\mu\text{m}$ . Z množství prášku na jednotlivých sítích lze stanovit podíl frakcí v prášku.

### 5.3 Technologické a mechanické zkoušky na instrumentovaném zařízení Powder Testing Center

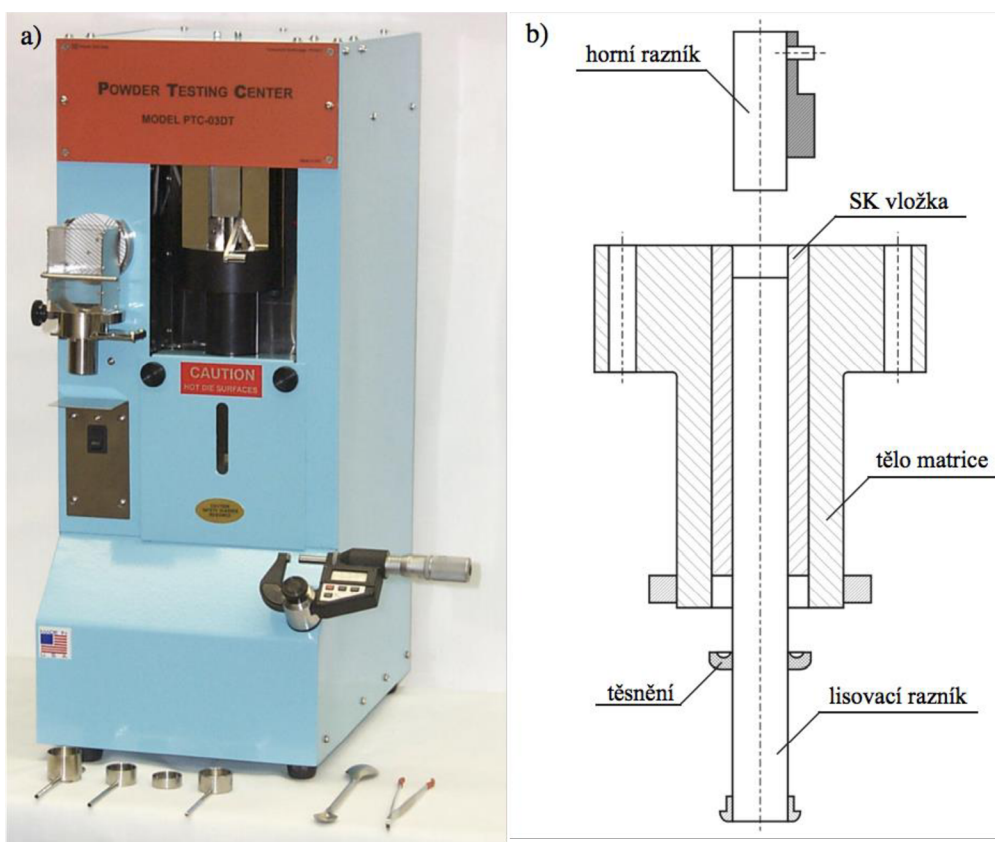
Zjišťovat vlastnosti prášku lze i pomocí smluvní technologické a mechanické zkoušky realizované na instrumentovaném zařízení Powder Testing Center [49], zkráceně PTC (model PTC-03DT, KZK Powder Technology Corp., Monkton, Maryland, USA), viz obr. 17 níže. Z technologických vlastností umožňuje určit sypnou hmotnost prášku, sypnou hmotnost po setřesení, lisovací křivky a další parametry, které slouží pro popis vhodnosti zkoušeného prášku pro lisování. Z mechanických vlastností je možné stanovit pevnost



výlisku v axiálním a radiálním tlaku. Rozbor zkušební metody a studium principů vlastní zkušební metody je základem diplomové práce. Na tyto poznatky navazuje v 6. kapitole vývoj této metody.

### 5.3.1 Charakteristika PTC

Experimentální zařízení Powder Testing Center nalézá své použití při zjišťování technologických a mechanických vlastností prášků kovových, keramických, farmaceutických, ale i dalších. Zařízení je propojené s PC s potřebným softwarem, dále je vybavené elektromechanickým pohonem a pracuje na principu jednoosého jednostranného lisování prášku v pevné matici. Maximální velikost lisovací síly je 98,1 kN, rychlost lisování je konstantní a pohybuje se okolo 1 mm/s. V případě potřeby je možné matici osadit elektrickým topným tělískem o výkonu 800 W, které umožňuje provádět lisování za horka až do teploty 300 °C. Zařízení dovoluje použití matic o jmenovitém průměru od 6,35 mm do 19,05 mm. Matrice je možné dle požadavků relativně snadno vyměňovat. Před provedením změn byla k dispozici jediná matrice o průměru 12,70 mm. Výšku výlisku je možné měnit dle požadavků v rozmezí od 2 mm do 16 mm [49].



Obr. 17 a) Instrumentované zkušební zařízení Powder Testing Center, model PTC-03DT (KZK Powder Tech Corp.) včetně příslušenství; b) lisovací nástroj PTC, upraveno z [49].

Jednotka je vybavená snímačem síly na obou raznících. Díky tomu je možné zaznamenávat průběh síly aplikované na dolní razník a síly působící na nehybný razník v důsledku jejího přenosu práškovým sloupcem. Polohový senzor, kterým je osazen spodní razník, umožňuje vyhodnocovat aktuální průměrnou hustotu výlisku a proto je možné sestřizovat křivky průměrné hustoty výlisku v závislosti na lisovacím tlaku. PTC umožňuje používat dva lisovací módy: 1) lisování na požadovanou hustotu výlisku v matici nebo 2) lisování požadovaným tlakem. Přehled technických parametrů PTC je uveden v tab. 5.2.

Tab. 5.2 Technické parametry zkušebního zařízení Powder Testing Center

Model:	PTC-03DT	Průměr matrice:	12,7 mm
Pohon:	elektromechanický	Max výška plnění:	40 mm
Max. tvářecí síla:	98,1 kN	Výška výlisku:	2–16 mm
Rychlost lisování:	~1,0 mm/s	Typ lisování:	jednostranné
Tvar a materiál matrice:	válcová, SK	Materiál razníků:	nástrojová ocel

### 5.3.2 Obecný popis zkušebního postupu a měřených parametrů

Samotnému zahájení zkoušky vybraného prášku na PTC předchází zadání údajů o názvu operátora provádějícího měření, názvu a typu zkoušeného prášku, požadovaného lisovacího módu, požadované výšce a hustotě výlisku, popř. maximálním lisovacím tlaku.

Samotné zkoušení zahrnuje 5 různých částí:

- vyhodnocení sypné hmotnosti  $\rho_s$  a hmotnosti po setřesení  $\rho_{ss}$ ,
- proces jednostranného lisování dolním razníkem v pevné matici v požadovaném módu (obvykle mód požadované hustoty výlisku),
- vyhodnocení expanze výlisku po vytlačení z matrice,
- zkouška pevnosti výlisku v axiálním tlaku (tzv. *axiální pevnost*),
- zkouška pevnosti výlisku v radiálním tlaku (tzv. *radiální pevnost*).

Výstupem těchto pěti zkušebních částí je datová tabulka obsahující více než 40 různých parametrů a údajů, jako je např. pořadové číslo zkoušky; název a typ prášku; sypná hmotnost prášku, hmotnost po setřesení, teoretická hustota prášku; hustota výlisku před a po výhozu výlisku z matrice; maximální lisovací tlak; součinitel kluznosti prášku; axiální a radiální pevnost výlisku; výška, průměr a hmotnost výlisku; tlak a energie potřebné pro výhoz výlisku z matrice a další. Ze všech těchto údajů se pouze některé z nich vkládají do certifikačního formuláře zkoušeného prášku, jejich přehled. uvádí tab. 5.3.

Tab. 5.3: Přehled výstupních veličin ze zkoušky na zařízení PTC vkládaných do Certifikátu granulátu, jejich jednotek a typických hodnot.

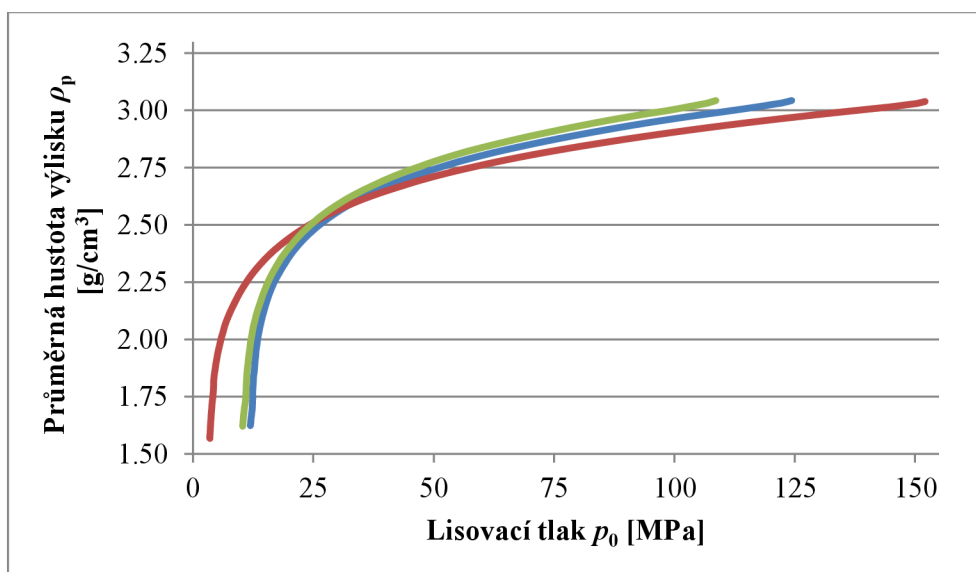
symbol	veličina	jednotka	hodnota
$\rho_s$	sypná hmotnost	[g.cm <sup>-3</sup> ]	1,45
$\rho_{ss}$	sypná hmotnost po setřesení	[g.cm <sup>-3</sup> ]	1,54
$\rho_p$	průměrná hustota výlisku v matrici	[g.cm <sup>-3</sup> ]	3,04
$\rho_{po}$	hustota výlisku po výhozu	[g.cm <sup>-3</sup> ]	2,90
$p_0$	lisovací tlak	[Mpa]	123
$a$	součinitel stlačitelnosti prášku	[-]	0,146
$\eta$	součinitel kluznosti prášku	[-]	0,628
$e_r$	součinitel radiální expanze výlisku	[-]	1,0054
$e_a$	součinitel axiální expanze výlisku	[-]	1,0355
$\sigma_{ax}$	axiální pevnost	[Mpa]	10,3
$C$	součinitel kohezivitu výlisku	[-]	0,86
$\sigma_{rad}$	radiální pevnost	[Mpa]	6,5

### 5.3.3 Charakteristika experimentu

Studium metody měření a měřených parametrů probíhalo v období 08/2015 – 10/2015. Zařízení je umístěné v klimatizované místnosti s teplotou pohybující se v intervalu od 24°C do 25°C. Většina měření byla provedena se dvěma vzorky granulátu dodavatele KLY, které nesly označení KLY87479 a KLY48133. Prášek KLY87479 byl rozdělen na jednotlivé frakce, viz oddíl 5.2.4. Dále byla používána pouze frakce s granulemi většími než 315  $\mu\text{m}$  o sypné hustotě  $\rho_s = 1,16 \text{ g/cm}^3$ . Důvodem byla snaha co nejvíce snížit vliv heterogenity prášku na výsledky zkoušek. Prášek KLY87479 byl měřen se všemi frakcemi. Při lisování se vycházelo z teoretické hustoty prášku  $\rho_t = 4,613 \text{ g/cm}^3$  stanovené pro feritový prášek s množstvím pojiva 1,8 %. Lisování probíhalo spodním razníkem v matrici o průměru  $D_0 = 12,7 \text{ mm}$ , přičemž výlisek měl hmotnost 3,8 g. Požadované hustotě uvnitř matrice  $\rho_p = 3,05 \text{ g/cm}^3$  odpovídá při dané hmotnosti a průměru matrice výška výlisku  $H_0 = 9,835 \text{ mm}$ . Poměr výšky k průměru takového výlisku je 0,77. Zkoušky byly prováděny též pro hustotu výlisků  $3,15 \text{ g/cm}^3$  a  $3,30 \text{ g/cm}^3$ . Celkem bylo provedeno více než 60 zkoušek.

### 5.3.4 Rozbor lisovací křivky

Základním výstupem PTC je závislost lisovacího tlaku  $p$  na průměrné hustotě výlisku v matrici  $\rho_s$ , popř.  $\rho_{sr}$ . Křivka se nazývá *lisovací křivka* [49, 51], viz obr. 18.

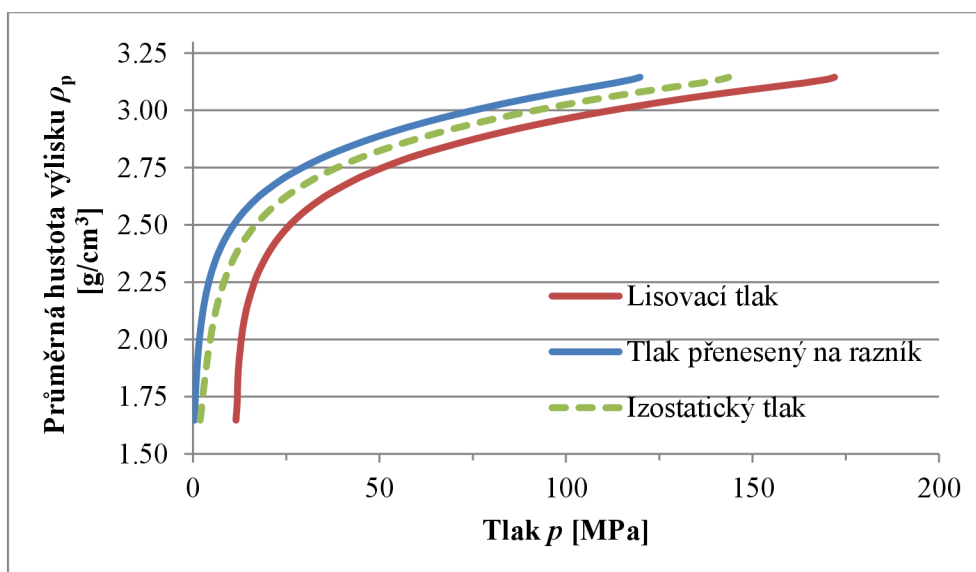


Obr. 18 Lisovací křivka: závislost lisovacího tlaku na průměrné hustotě výlisku v matrici pro tři různé šarže feritového prášku.

Lisovací křivka nejdříve strmě stoupá, což odpovídá výraznému zhutňování prášku při působení malým tlakem. Směrnice křivky však začne zhruba od hustoty  $\rho_{sr} = 2,6 \text{ g/cm}^3$  výrazně klesat, což značí, že další zhutňování prášku je již velmi obtížné. Pro malé přírůstky hustoty je potřeba velkého přírůstku tvářecí síly. Lisovací křivky různých materiálů se více či méně liší, důvodem je zejména rozdílná deformační schopnost různých prášků, která je ovlivněna výrobou a aditivy.

Výhodou PTC, na rozdíl od standardních výrobních lisů, je kontinuální snímání síly (tlaku) působící na oba razníky a zároveň snímání aktuální polohy lisovacího razníku v průběhu celého procesu zhutňování. Díky tomu je možné zobrazit nejen lisovací křivku pro lisovací tlak  $p_0$ , ale zároveň pro tlak  $p_p$  přenášený na nehybný razník. PTC zaznamenává data z celého průběhu měření do textového souboru, což umožňuje uživateli kromě práce s daty v originálním softwaru PTC i jejich zpracování v jiném vhodném programu (např. MS Excel). Ukázka lisovací křivky pro tlaky  $p_0$  a  $p_p$  je na obr. 19.

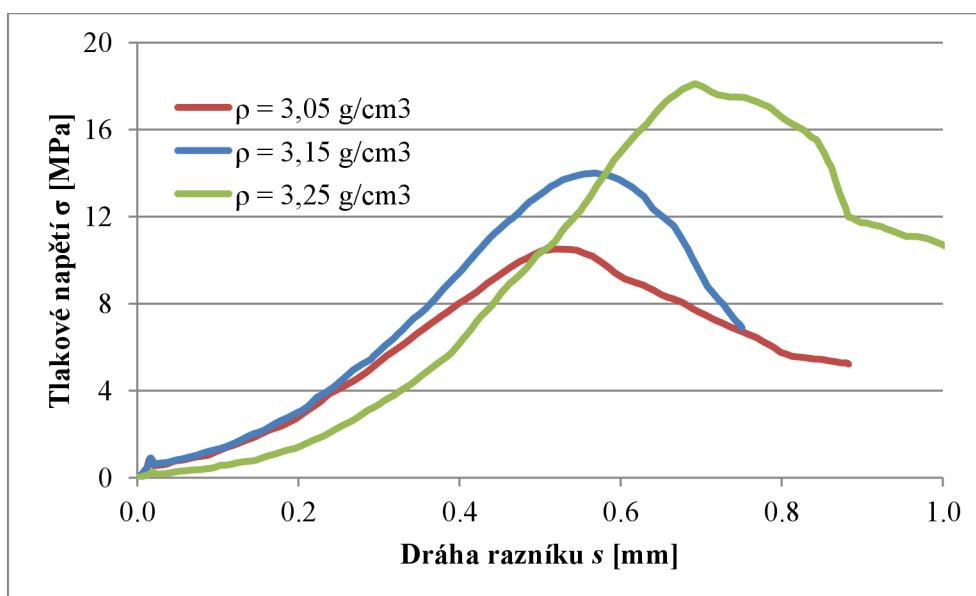
Z obr. 19 lze vyčíst, že rozdíl tlaků  $p_0$  a  $p_p$  je cca 50 MPa, což znamená, že v důsledku tření došlo téměř k 30% úbytku tlaku. Výlisek bude mít proto v horní části nižší hustotu než ve spodní. Tlaku potřebnému pro vylisování výlisku střední (průměrné) hustoty odpovídá izostatický tlak  $p_{iso}$ . [47, 49] Data, které poskytuje tato lisovací křivka, umožňují vyhodnotit např. součinitel stlačitelnosti prášku  $\alpha$  nebo součinitel kluznosti prášku  $\eta$ .



Obr. 19 Lisovací křivka pro tlak  $p_0$  aplikovaný na lisovací razník (červeně), tlak  $p_p$  působící na nehybný horní razník (modře). Čárkovaně je zobrazen izostatický tlak  $p_{izo}$ .

### 5.3.5 Rozbor pevnosti vylisku v axiálním tlaku

Výstupem zkoušky pevnosti vylisku v axiálním tlaku (viz oddíl 4.1.4) je křivka zobrazená na obr. 20. Nejvyšší hodnota tlakového napětí ve vylisku odpovídá pevnosti vylisku v tlaku neboli axiální pevnosti  $\sigma_{ax}$ . Pevnost vylisku roste s lisovací hustotou.



Obr. 20 Průběh tlakového napětí ve vylisku vyvolaného zátěžnou silou při axiální tlakové zkoušce pro tři vylisky o průměrné hustotě 3,05 g/cm<sup>3</sup> (červeně); 3,15 g/cm<sup>3</sup> (modře) a 3,25 g/cm<sup>3</sup> (zeleně).

V oddíle 3.3 bylo ukázáno, že defekty ve formě určitých trhlin a rozvrstvení vznikají při vytlačování vylisku z matrice. Gasiorek a kol. na základě experimentů usoudili [65], že vznik defektů související s vytlačováním vylisku z matrice může být redukován za

předpokladu, že pevnost výlisku bude větší než třecí síla působící na plochu výlisku, která je ve styku s matricí. Předpoklad je možné vyjádřit nerovností

$$\sigma_{ax} > \frac{F_t}{S_p}, \quad (5.2)$$

kde:  $S_p$  [mm<sup>2</sup>] - obsah pláště výlisku.

Pomocí rovnic (3.6) a (3.12) lze vztah (5.2) upravit na tvar

$$\frac{\sigma_{ax} \cdot S_p}{F_0 \cdot \left(1 - \eta^{\frac{H_0}{D_0}}\right)} > 1. \quad (5.3)$$

Nerovnice (5.2) a (5.3) potvrzuje praktická pozorování, proč nárůst mechanické pevnosti výlisku pouze v důsledku zvyšování lisovacího tlaku nepovede k úplné eliminaci defektů [56]. Vztah (5.3) umožňuje zavést bezrozměrný parametr, který závisí především na vlastnostech prášku, materiálu matrice a jakosti jejího povrchu. Tento technologický parametr je nazýván *součinitel kohezivitu výlisku*, značí se  $C$  a je definován vztahem

$$C = \frac{\sigma_{ax} \cdot S_p}{F_0 \cdot \left(1 - \eta^{\frac{H_0}{D_0}}\right)}. \quad (5.4)$$

Znalost lisovacího tlaku, tlaku přeneseného práškem na nehybný razník a pevnosti výlisku vyhodnocené PTC umožní vyjádřit součinitel kohezivitu ve tvaru

$$C = \frac{\sigma_{ax} \cdot 4H_0}{D_0 \cdot (p_0 - p_p)}. \quad (5.5)$$

Pokud je součinitel kohezivitu výlisku  $C$  menší než 1, nabývají třecí síly větší velikosti než je pevnost výlisku a výlisek proto bude náchylný k tvorbě trhlin při jeho vytlačování z matrice. Součinitel kohezivitu výlisku by měl být vždy větší než 1. Z rovnice (5.5) vyplývá, že součinitel kohezivitu výlisku bude růst, pokud bude růst pevnost výlisku nebo se sníží tření v matrici, čímž se sníží rozdíl tlaků  $p_0$  a  $p_p$ . Za předpokladu stejných procesních podmínek, především drsnosti povrchu matrice, jejího materiálu a stejného množství přidávaného maziva, závisí hodnota součinitele  $C$  pouze na vlastnostech prášku. Soudržnost výlisku, která přímo souvisí se součinitelem kohezivitu, lze zvyšovat lisováním vyššími tvářecími silami, používáním optimálního typu a množství pojiva a maziva.

Součinitel kohezivitu je přímo úměrný velikosti zjištěné axiální pevnosti výlisku v tlaku. Vzhledem k tomu, že standardně se pevnost výlisku určuje pouze u jednoho

vzorku, je nutné zjistit, jakou variabilitu vykazují hodnoty pevnosti pro větší počet vzorků. Opakovaným zkoušením za stejných podmínek bylo získáno 20 hodnot pevnosti, které byly vyhodnoceny ve statistickém softwaru Minitab. Krabicový graf axiální pevnosti je vidět na obr. 21a, statistické parametry získané popisnou statistikou jsou v tab. 5.4.

### 5.3.6 Rozbor pevnosti výlisku v příčném tahu

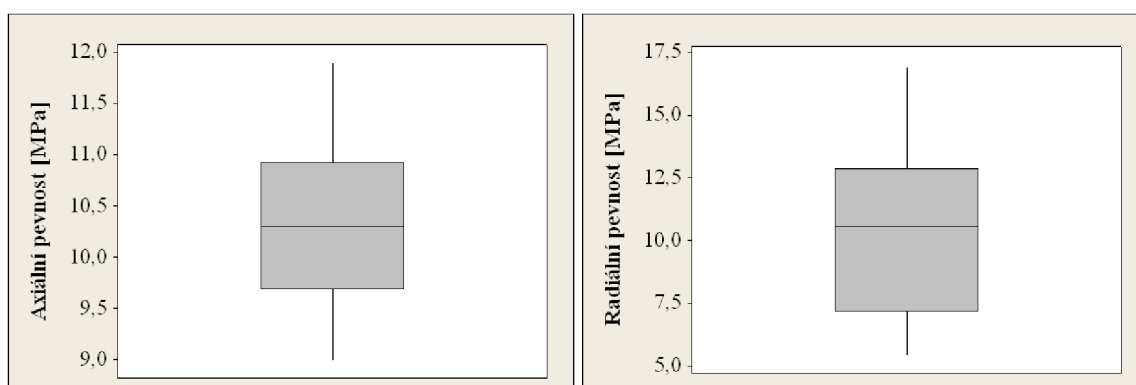
Druhou zkouškou pevnosti výlisku realizovanou na PTC je radiální pevnost výlisku v tlaku. Rozdílem oproti obvyklým podmínkám zkoušky je nevhodný poměr výšky k průměru výlisku, který se pohybuje v rozmezí 0,72 – 0,77 v závislosti na průměrné hustotě. Zkušební tělesa bývají ve tvaru disku s poměrem 0,10 – 0,50, více viz oddíl 4.1.3.

Podstatou se jedná o zkoušku v příčném tahu, avšak parametr, který je vyhodnocován jako *radiální pevnost výlisku* neodpovídá pevnosti v příčném tahu  $\sigma_t$ , jak ji definuje vztah (4.4). Manuál PTC [49] definuje radiální pevnost dle vztahu

$$\sigma_{rad} = \frac{F}{s_d \sqrt{(s_0^2 - s_s^2)}}, \quad (5.6)$$

kde:  $s_d$  [mm] - aktuální vzdálenost mezi razníky.

Měřením pevnosti 20 vzorků lisovací hustoty 3,05 g/cm<sup>3</sup> byl zjištěn výrazný rozptyl hodnot radiální pevnosti, viz obr. 21b a statistický popis v tab. 5.4. Velikosti rozptylu hodnot radiální pevnosti brání jakémukoliv porovnávání různých prášků mezi sebou.



Obr. 21 Krabicový graf hodnot axiální (vlevo) a radiální pevnosti v tlaku (vpravo). Dolní (horní) horizontální strana obdélníku odpovídá tzv. dolnímu (hornímu) kvartilu statistického souboru.

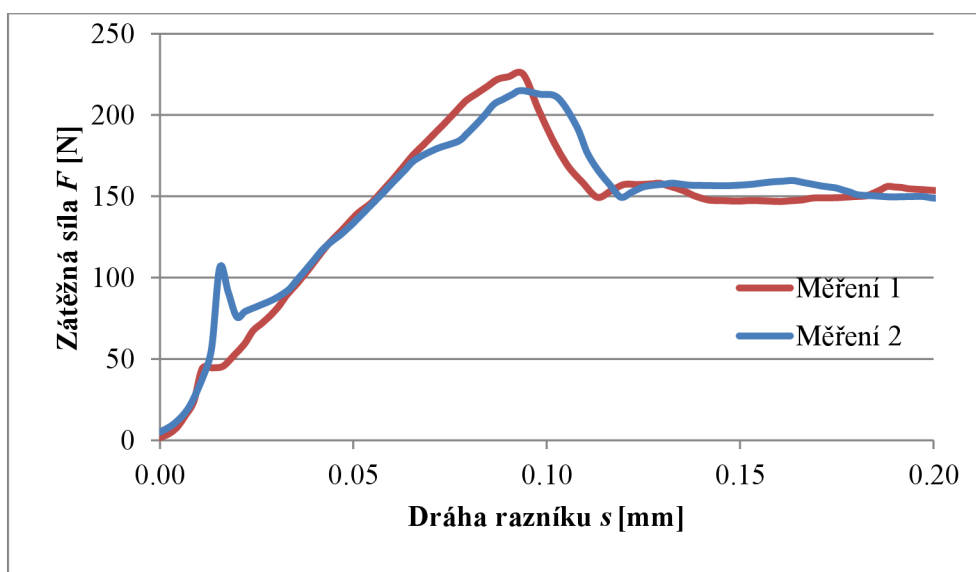
Tab. 5.4 Popisná statistika souboru axiální a radiální pevnosti 20 výlisků ze stejného prášku

Proměnná	$N$	$\bar{x}$	$s$	$Q1$	$\tilde{x}$	$Q3$	$s^2$	95% CI
$\sigma_{ax}$	20	10,295	0,776	9,700	10,300	10,925	2,900	9,932–10,658
$\sigma_{rad}$	20	10,475	3,398	7,175	10,550	12,850	11,500	8,885–12,065

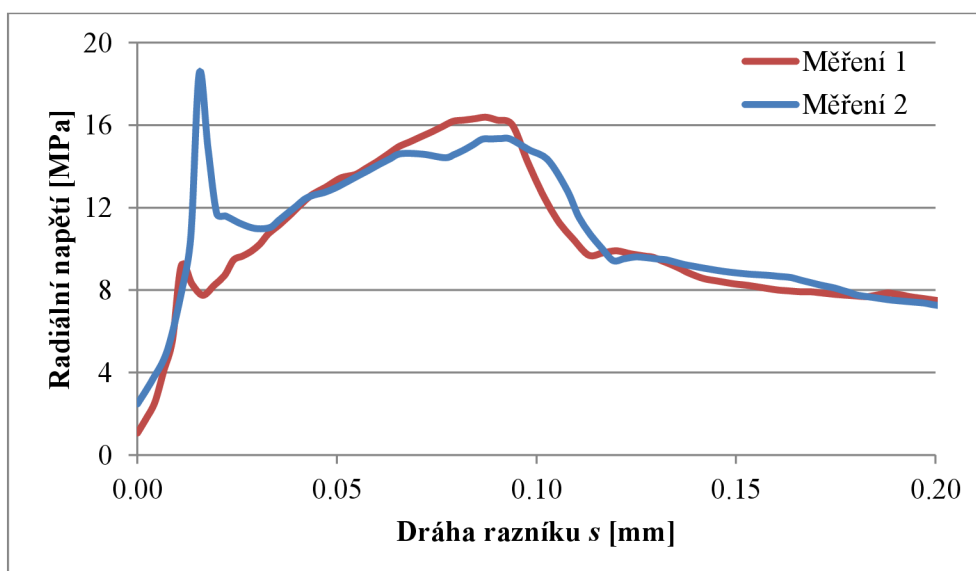
$\bar{x}$  – aritmetický průměr,  $s$  – směrodatná odchylka,  $Q1$  – dolní kvartil,  $\tilde{x}$  – medián,  $Q3$  – horní kvartil,  $s^2$  – rozptyl, 95% CI – 95% interval spolehlivosti pro střední hodnotu.



Vysvětlení naměřených hodnot dává rovnice (5.6) a obr. 22 a 23. Porovnáním průběhu zátěžné síly  $F$  (obr. 22) a průběhu radiální pevnosti  $\sigma_{\text{rad}}$  (obr. 23) lze usoudit, že velký rozptyl v hodnotách způsobuje softwarem nesprávně vyhodnocený pík radiální pevnosti  $\sigma_{\text{rad}}$  při deformaci cca 0,015 mm. Toto chybné vyhodnocení je velmi časté: v průměru 4–6 hodnot ze 20 je vyhodnoceno nesprávně, přičemž dochází i k nadhodnocení o 6 a více MPa.



Obr. 22 Průběh zátěžné síly při zkoušce radiální pevnosti výlisku v tlaku.



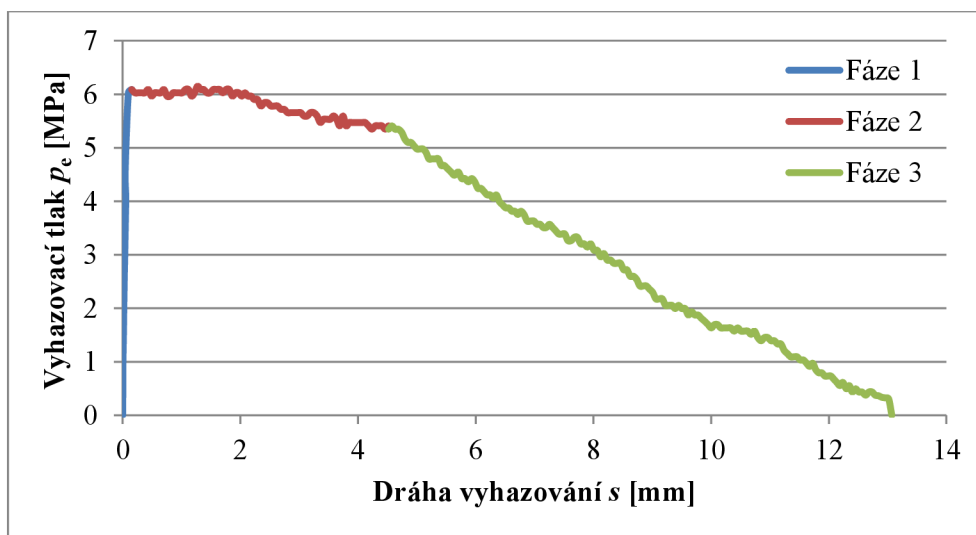
Obr. 23 Průběh radiálního napětí, daného vztahem (5.6), odpovídající zátěži z obr. 21. Radiální pevnost  $\sigma_{\text{rad}}$  je v případě 2. měření chybně vyhodnocena jako pík při dráze cca 0,015 mm.

### 5.3.7 Rozbor vytlačování výlisku z matrice

Vytlačování výlisku z matrice je jedna z nejkritičtějších fází procesu lisování. Na plášť výlisku působí třecí síla, kterou je nutno překonat, aby bylo možno výlisk z matrice

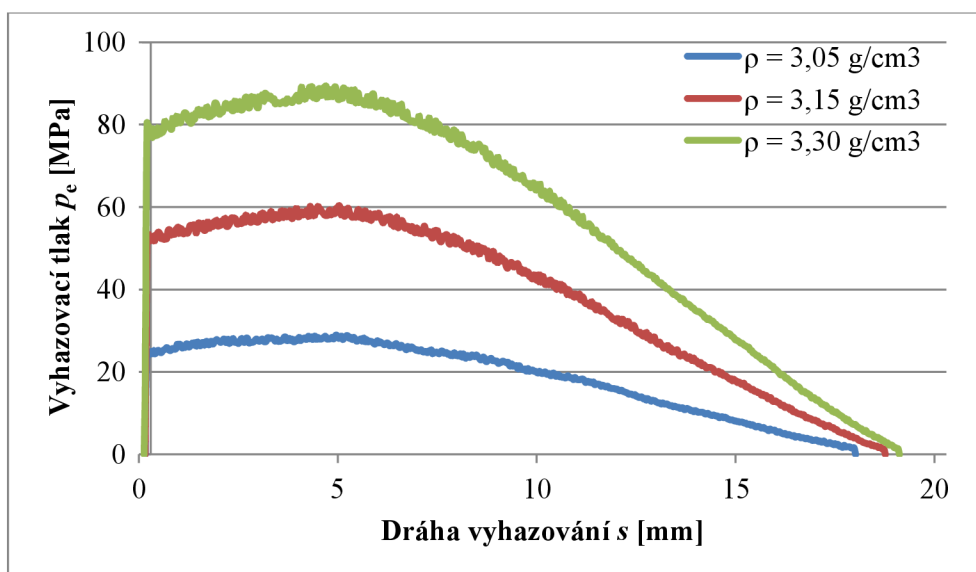
vytlačit. PTC umožňuje velikost potřebné síly měřit a vykreslit ji jako sílu vztaženou k obsahu průřezu výlisku do grafu, jenž je zobrazen na obr. 24.

V první fázi vysunování (modře) je nutné překonat statické tření výlisku o stěny matrice. Po překonání tření se výlisek začne pohybovat uvnitř matrice (červená). Třetí fáze (zeleně) nastává v okamžiku, kdy se výlisek začne postupně dostávat ven z matrice. Styková plocha výlisku s matricí se zmenšuje, úměrně tomu klesá potřebná síla.



Obr. 24 Průběh vyhazovacího tlaku  $p_e$  na dráze vyhazování výlisku z matrice.

Vyhazovací tlak  $p_e$  je závislý na lisovací hustotě, viz obr. 25. S rostoucí hustotou výrazně roste velikost radiálního tlaku  $p_r$ , kterým působí výlisek na stěnu matrice, která brání jeho rozpínání. Zvýšením hustoty výlisku z hodnoty  $3,05 \text{ g/cm}^3$  na  $3,30 \text{ g/cm}^3$  může vzrůst potřebná síla více než 3-násobně.



Obr. 25 Průběh vyhazovacího tlaku  $p_e$  pro různé hodnoty průměrné hustoty výlisku  $\rho_p$ .

## 6 NÁVRH ZKUŠEBNÍ METODY MECHANICKÝCH A TECHNOLOGICKÝCH VLASTNOSTÍ PRÁŠKU

Návrh jednoduché mechanické zkoušky výlisků z feritového prášku je včetně popisu experimentu představen v podkapitole 6.1. Použití této smluvní mechanické zkoušky vedlo k překvapivým závěrům týkajících se vlivu dodatečných úprav prášku na pevnost výlisků. Výsledky smluvní zkoušky v ohybu jsou představeny ve stejné podkapitole. Vývoj technologické zkoušky na PTC, který spočívá zejména v použití nového lisovacího nástroje menšího průměru, je představen v oddíle 6.2. Technologické vlastnosti prášků, mezi něž patří součinitel kluznosti prášku  $\eta$ , kohezivita výlisku  $C$  a součinitel síly výhozu  $\gamma$ , ukazují v části 6.3 na výrazné rozdíly kvality prášků různých úprav. Stěžejní poznatky jsou aplikovány v podkapitole 6.4, ve které se zavádí pojem pokročilá lisovatelnost prášků a která je charakterizována v této práci navrženým součinitelem pokročilé lisovatelnosti  $\Lambda$ . Oddíl 6.5 se věnuje zkušebním výrobním dávkám různě upravených prášků a část 6.6 popisuje změny v certifikačním formuláři prášku.

### 6.1 Realizace smluvní mechanické zkoušky pevnosti výlisku v ohybu

Nejčastější mechanickou zkouškou výlisků je zkouška pevnosti v příčném tahu, viz oddíl 4.1.3. Tato i většina ostatních mechanických zkoušek používá výlisky, které mají takový tvar a jsou lisovány takovým způsobem, aby se u nich dosáhlo co nejvíce homogenní distribuce hustoty. Středisko Lisovna ve společnosti EPCOS s.r.o. však mělo zájem zkoumat, k jakému prolisování dojde v NZ při axiálním lisování dlouhého a tenkého výlisku. Důvodem byly problémy při lisování jader, která mají vysoké a tenké stěny. Domněnkou bylo, že se v takových výliscích granulát obtížně přesouvá, čímž vznikají velmi rozdílně zhutněná místa. Místa s velmi nízkou hustotou vykazují vysokou pórovitost a jejich pevnost je proto nejnižší. Málo zhutněná místa jsou následně místem vzniku defektů.

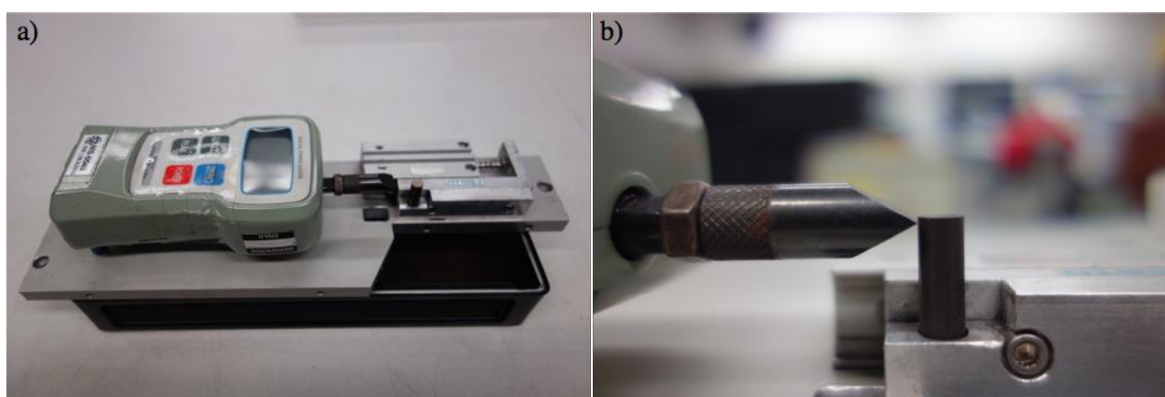
#### 6.1.1 Popis zkušebního zařízení a vzorků

Požadavkem kladeným na zkoušku pevnosti byla především jednoduchost zkušební metody při současné dobré opakovatelnosti měření a tvaru výlisku, který by umožnil zkoumat míru prolisování granulí v NZ. Na základě uvážení a diskuze byla zvolena jednoduchá smluvní zkouška pevnosti v ohybu.

Zkušebním tělesem je jádro označené SC5,7. Jedná se o jádro válcového typu, přičemž před slinutím je jeho délka cca 25,0 mm a průměr  $D$  6,1 mm (poměr  $H/D = 4,1$ ).

Zkušebním zařízením je siloměr opatřený hrotem; výlisek je pro zkoušku uchycen do držáku. Pohyb výlisku vůči hrotu siloměru je realizován ručním posuvem. Výlisek je vetknutý do držáku a je proto, až na malou vůli, pevně ukotven. Každé jádro je při zkoušení vetknuto v délce 12,5 mm do držáku o průměru 6,3 mm. Vertikální vzdálenost hrotu od místa vetknutí je 11,0 mm. Pod vlivem rostoucí zátěže dojde při překročení meze pevnosti v ohybu k porušení výlisku. Porušení nastává v místě maximálního ohybového momentu  $M_0$ , proto je zařízení koncipováno tak, že k porušení dochází v místě neutrální zóny. Jedná se o zkoušku destrukční.

Zkušebním měřidlem je digitální siloměr Shito STO-0.5 o jmenovité síle 5 N s rozlišitelností 0,001 N. Třída přesnosti měřidla je 0,5 a dovolené přetížení je 30 %. Zařízení je uzpůsobené pro měření síly tahové i tlakové. Zkušební zařízení pro zkoušku pevnosti v ohybu je zobrazeno na obr. 26.



Obr. 26 a) Zkušební zařízení pro smluvní zkoušku pevnosti výlisku v ohybu; b) detailní pohled na vetknutý výlisek a hrot siloměru.

Požadavkem kladeným na tuto zkušební metodu není znalost maximální velikosti průhybu. Dostatečným výstupem je velikost síly při porušení výlisku. Jelikož se v principu jedná o vetknutý nosník kruhové průřezu, je možné (viz oddíl 4.1) na základě znalosti síly při porušení, vzdálenosti působíště síly  $l$  od místa vetknutí a průměru vzorku  $D$  vyjádřit pevnost v ohybu vztahem

$$\sigma_{omax} = \frac{F_{max} \cdot l}{\pi \cdot \frac{D^3}{32}} \quad (6.1)$$

### 6.1.2 Popis navrženého experimentu

Experiment, který má za úkol zjistit, zda dochází k různému prolisování granulí v závislosti na běžně používaných dodatečných úpravách prášku, spočívá v použití 4 různých druhů prášků. Vzorkem pro zkoušku pevnosti výlisku v ohybu byly tři šarže

prášku od dodavatele KLY označené 48133, 87501 a 87502 a jedna šarže 30734 od dodavatele XIA. Každá ze čtyř šarží prášku byla připravena v celkem 8 různých variantách v závislosti na typu a množství přidaného aditiva, viz tab. 6.1. Jádra byla lisována na 3 různé průměrné hustoty  $\rho_{po}$  pro jednu každou variantu. Průměrné hustoty výlisku  $\rho_{po}$  byly  $2,90 \text{ g/cm}^3$ ,  $2,95 \text{ g/cm}^3$  a  $3,00 \text{ g/cm}^3$ , které odpovídají hodnotám běžným v sériové výrobě. Podle potřeby byly odlisovány i výlisky o jiné průměrné hustotě.

Tab. 6.1 Osm různých variant úprav prášku v závislosti na použitém aditivu a jeho množství

Varianta úpravy	Popis	Varianta úpravy	Popis
I	Prášek bez úpravy	IIIb	0,30 hm. % aditiva III
IIa	0,40 hm. % aditiva II	IVa	0,15 hm. % aditiva IV
IIb	0,60 hm. % aditiva II	IVb	0,30 hm. % aditiva IV
IIIa	0,15 hm. % aditiva III	V	0,15 hm. % aditiva V

Zkušební jádro SC 5,7 je lisováno dvoustranným lisováním na lise o tvářecí síle 60 kN. Nastavením velikosti prolisu je možné docílit polohy NZ ve středu výlisku. Kontrola správnosti seřízení lisu se provádí ověřováním rozměrů, hmotnosti a polohy NZ na středisku Kontrola hustoty. Pokud požadavky souhlasí s výrobním protokolem daného jádra, je povoleno lisování zkušební dávky. Velikost této zkušební dávky je stanovena na min. 50 ks. Po odlisování jsou jádra transportována ke zkušebnímu zařízení na středisko Kontroly hustoty. Metoda zkoušky pevnosti v ohybu je blíže popsána v oddíle 6.1.1.

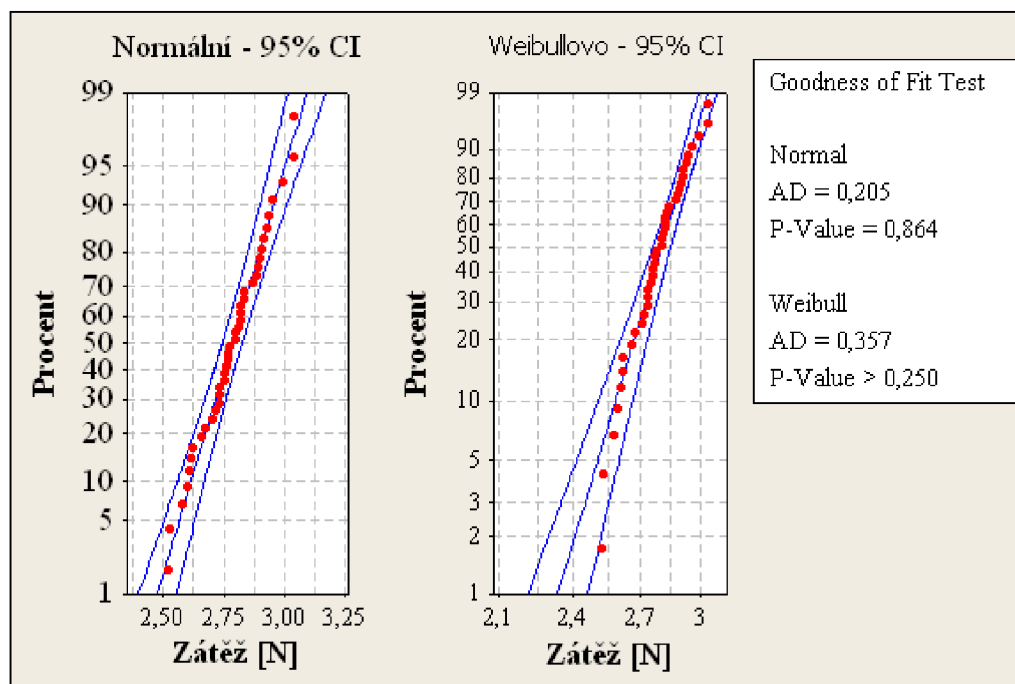
Většina vzorků byla zatěžována do porušení v den jejich odlisování nebo den následující, naprostá většina zkoušek byla provedena pouze jedním operátorem. Cílem byla snaha zajistit stále stejný nebo alespoň podobný průběh silového zatěžování z důvodu absence konstantní rychlosti zatěžování nebo posuvu. Minimální počet odzkoušených jader činil 40 ks. Dohromady bylo odlisováno a odzkoušeno více než 96 různých dávek jader SC 5,7 v průběhu 3 měsíců (období 11/2015–01/2016).

### 6.1.3 Výsledky zkoušky pevnosti v ohybu

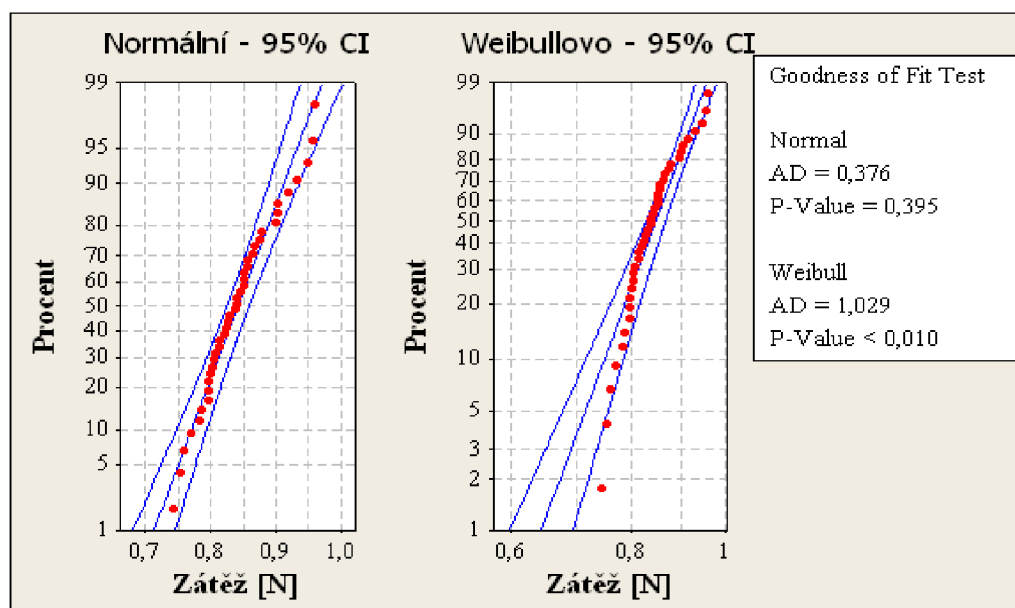
Zkouška mechanické pevnosti výlisku spočívala v měření velikosti zátěžné síly při porušení výlisku pro všech 96 různých dávek a jejich následném vyhodnocení a zpracování pomocí PC ve statistickém softwaru Minitab. Grafy byly vytvořeny v MS Excel.

Pro statistické zpracování pevností produktů PM se v praxi používá Weibullovo rozdělení [5, 69, 73]. Z tohoto důvodu byly všechny výsledky testovány na hypotézy o dvou typech rozdělení – Weibullova a normálního Gaussova rozdělení. Pro některé dávky byla  $p$  hodnota větší než 0,05 a proto hypotéza o výběru z Weibullova rozdělení

nebyla zamítnuta na hladině významnosti 0,05, viz obr. 27. Poměrně často se ale vyskytoval případ, kdy hypotézu o výběru z Weibullova rozdělení bylo nutno zamítnout, viz obr. 28. Hypotéza o výběru z normálního rozdělení však nemusela být zamítnuta nikdy; dále se proto předpokládá normální rozdělení hodnot.



Obr. 27 Ukázka testu hypotéz o rozdělení v softwaru Minitab. Na hladině významnosti 0,05 se nezamítá hypotéza o normálním (p-hodnota rovna 0,864) ani Weibullovu rozdělení (p-hodnota větší než 0,250).



Obr. 28 Ukázka testu hypotéz o rozdělení v softwaru Minitab. Na hladině významnosti 0,05 se nezamítá hypotéza o normálním rozdělení (p-hodnota rovna 0,395), hypotéza o Weibullovu rozdělení však zamítnuta na této hladině je (p-hodnota menší než 0,05).

Stabilita měření byla vyhodnocena pomocí *regulačního diagramu pro individuální hodnoty spojitéch dat (I-MR diagram; diagram individuálních hodnot a klouzavých rozpětí)*. Použity byly testy 1,2 a 3, kde:

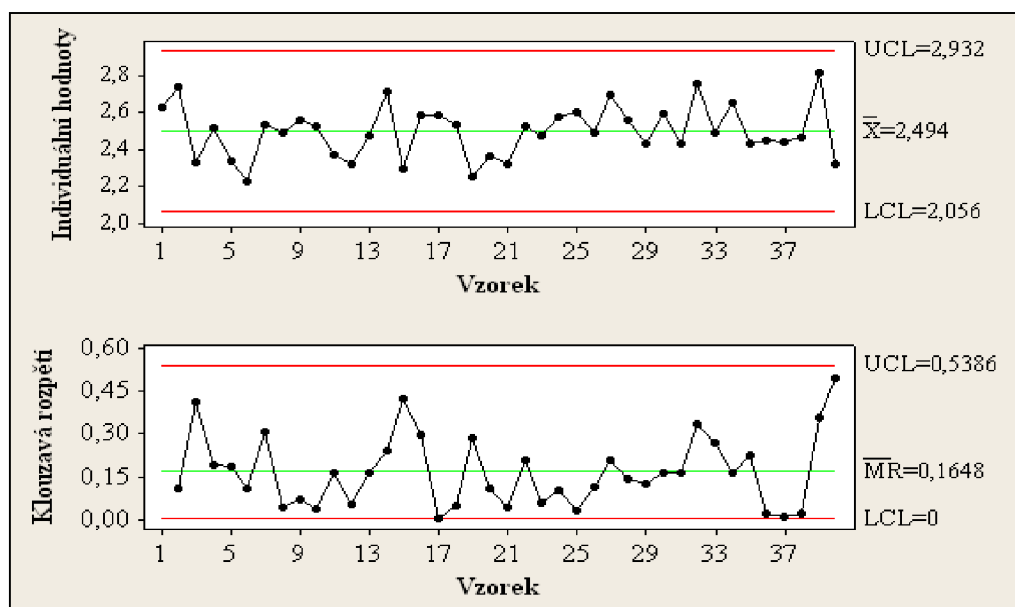
Test 1 – 1 bod leží dále než 3 směrodatné odchylky od střední hodnoty;

Test 2 – 9 bodů je v řadě na stejné straně od střední hodnoty stabilních procesů;

Test 3 – 6 bodů v řadě je rostoucích, resp. klesajících [86].

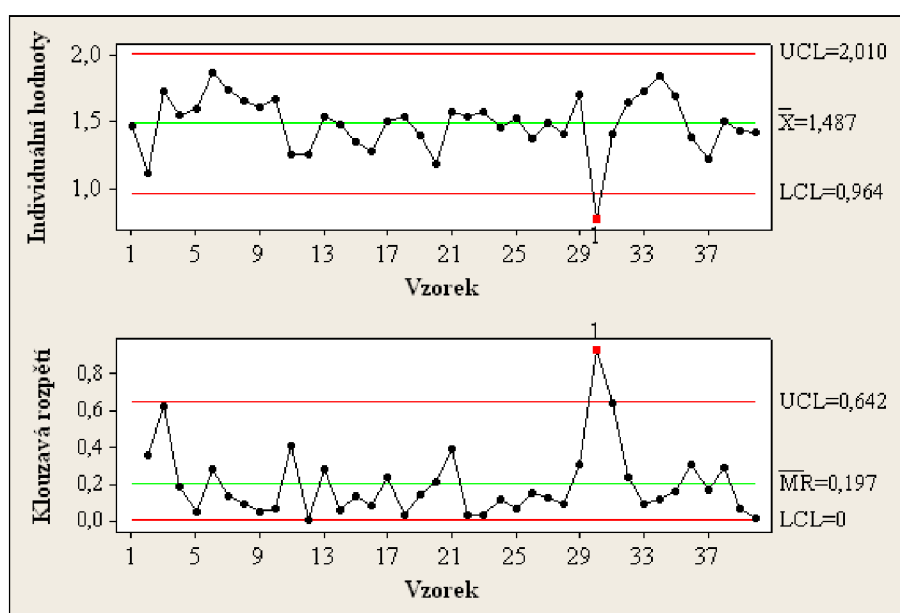
Stabilních procesů byla většina. Ukázka stabilního procesu je na obr. 29. V ojedinělých případech se vyskytly nestabilní procesy, většinou s 1–3 hodnotami ve vzdálenosti větší než 3 směrodatné odchylky od střední hodnoty (Test 1), viz obr. 30. Takovéto body byly z vyhodnocení vyloučeny. Každé vyhodnocované měření však vždy sestávalo z více než 35 hodnot.

Graf na obr. 31 ukazuje, že v určité oblasti je pevnost výlisků lineárně závislá na jeho průměrné hustotě. Na obr. 31 není na ose y vynesena pevnost, ale velikost zátěžné síly při porušení výlisku; ze vztahu (6.1) však vyplývá, že pevnost v ohybu je přímo úměrná zátěžné síle. Počet zkušebních vzorků pro každou lisovací hustotu byl 40 ks, index determinace použité lineární regresní funkce dosahuje hodnoty téměř 100 %. Danou závislost popisuje velmi přesně.

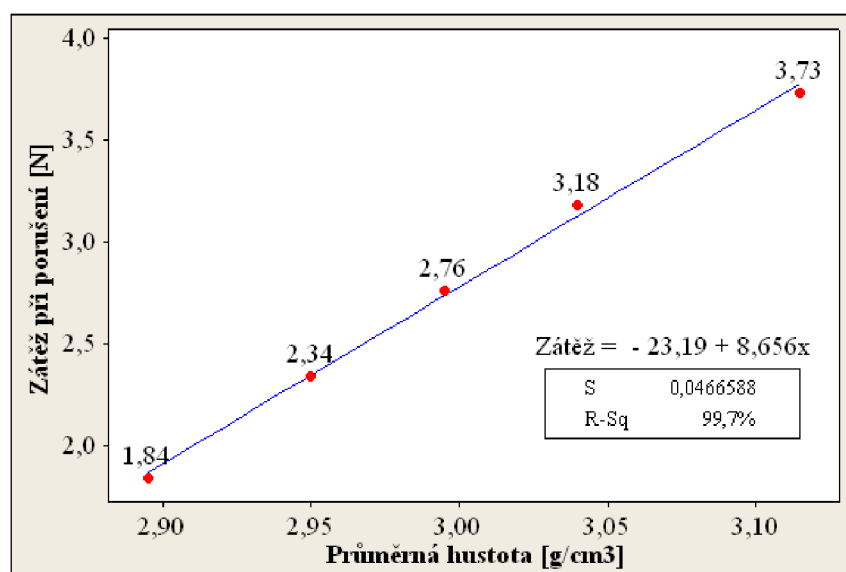


Obr. 29 Ukázka regulačního diagramu pro individuální hodnoty spojitéch dat (I-MR diagram) pro stabilní proces. Všechny hodnoty prošly testy 1–3.





Obr. 30 Ukázka regulačního diagramu pro individuální hodnoty spojitých dat (I-MR diagram) pro nestabilní proces – 1 hodnota je vzdálena více než 3 směrodatné odchylky od střední hodnoty.

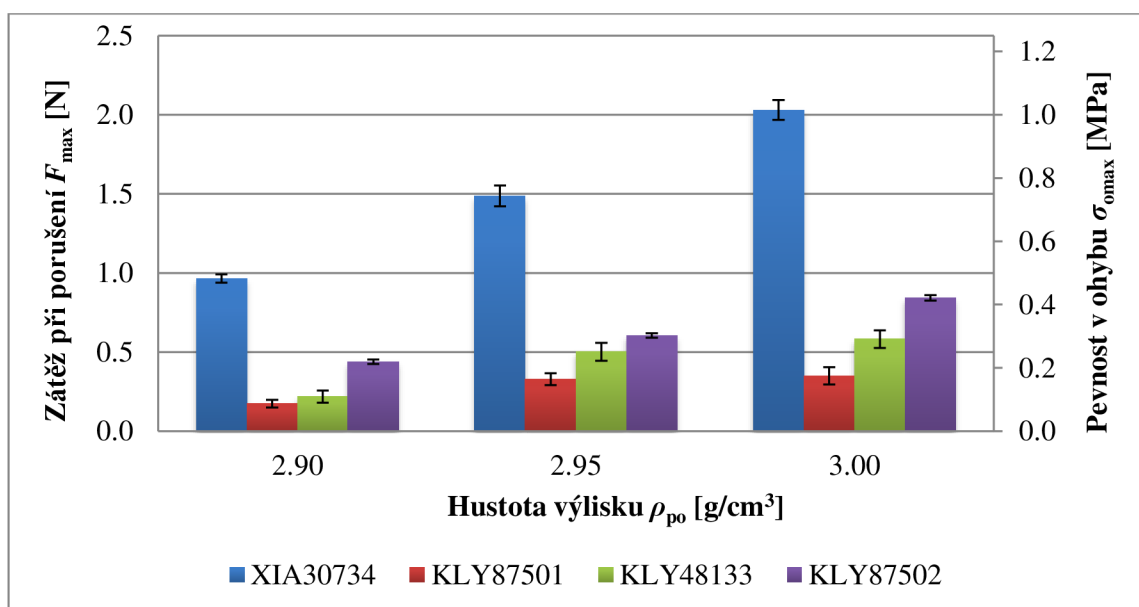


Obr. 31 Graf závislosti zátěžné síly  $F_{\max}$  potřebné pro porušení výlisku o lisovací hustotě 3,00 g/cm<sup>3</sup> ohybem.

### Varianta úpravy prášku I

Varianta I spočívala v lisování neupraveného prášku. Zkušební vzorky pro mechanickou zkoušku pevnosti byly v tomto případě velmi křehké pro všechny prášky od dodavatele KLY, potřebná zátěž pro deformaci se pohybovala okolo 0,5 N, což odpovídá pevnosti v ohybu přibližně 0,25 MPa. Schopnost vytvářet soudržný výlisek tvaru SC5,7 byla pro prášky KLY velmi nízká. Pevnost výlisků dodavatele XIA dosahovala 1 MPa při

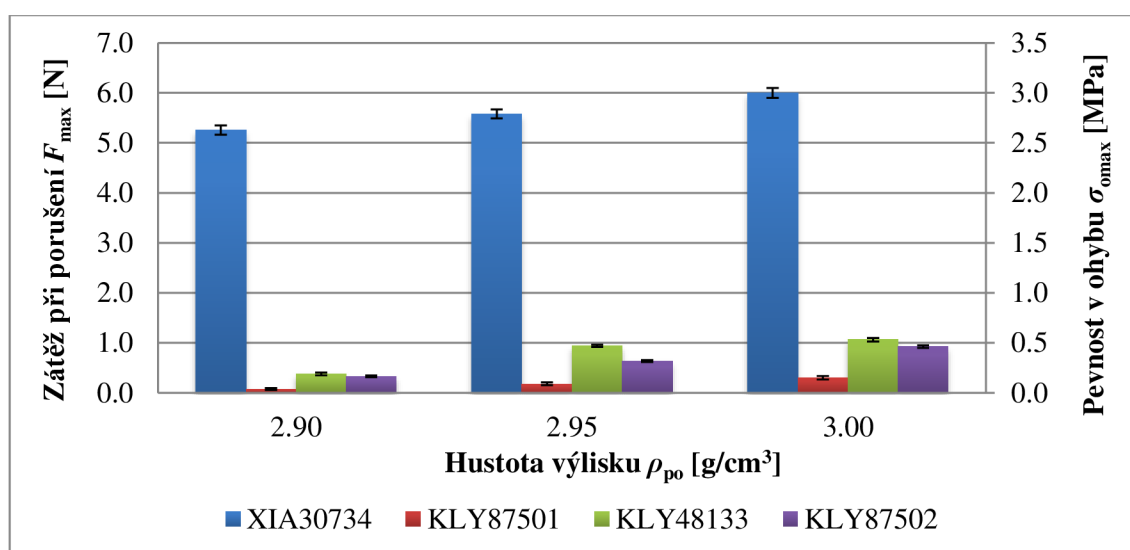
průměrné hustotě výlisku  $\rho_{po} = 3,00 \text{ g/cm}^3$ . Prášky od výrobců KLY a XIA se liší způsobem výroby i svým složením, tím je možné odůvodnit tak podstatné rozdíly pevností. Prášky KLY se vyznačují výrazně nižšími lisovacími tlaky potřebnými pro dosažení požadované hustoty, než je potřeba v případě prášku XIA, viz tab. 6.2. Energie spotřebovaná na plastickou deformaci granulí bude proto ve srovnání s XIA prášky menší, více viz oddíl 6.2. Výsledky mechanické zkoušky pro typ úpravy prášku I jsou uvedeny na obr. 32. Uvedený interval spolehlivosti střední hodnoty pro spolehlivost 95 % a rozsah výběru 40 hodnot je vztažen k maximální zátěži.



Obr. 32 Úprava prášku I: výsledky mechanické zkoušky pevnosti výlisku v ohybu.

### Varianta úpravy prášku II

Varianta úpravy II obsahovala dvě části, IIa a IIb, které se lišily množstvím přidaného aditiva II. Výlisky XIA vykazovaly velmi vysoké hodnoty pevností. Pouze vlivem úpravy vzrostla pevnost výlisku v neutrální zóně na 5-násobek, resp. 3-násobek pro výlisk průměrné hustoty  $\rho_{po}$   $2,90 \text{ g/cm}^3$ , resp.  $3,00 \text{ g/cm}^3$ . Úprava II neměla na pevnost výlisků KLY téměř žádný vliv, pro nízké hustoty naopak došlo ke snížení pevnosti v NZ. Prášek KLY48133 v úpravě IIb nebylo možné na hustotu výlisku  $2,90 \text{ g/cm}^3$  vůbec odlisovat. Úprava II má velmi pozitivní vliv na mechanické vlastnosti prášku XIA; žádný, nebo i negativní vliv na vlastnosti prášků KLY. Výsledky mechanické zkoušky pro variantu úpravy prášku IIa jsou uvedeny na obr. 33; graf pevnosti a zátěže při porušení pro výlisky varianty IIb je v příloze 2.



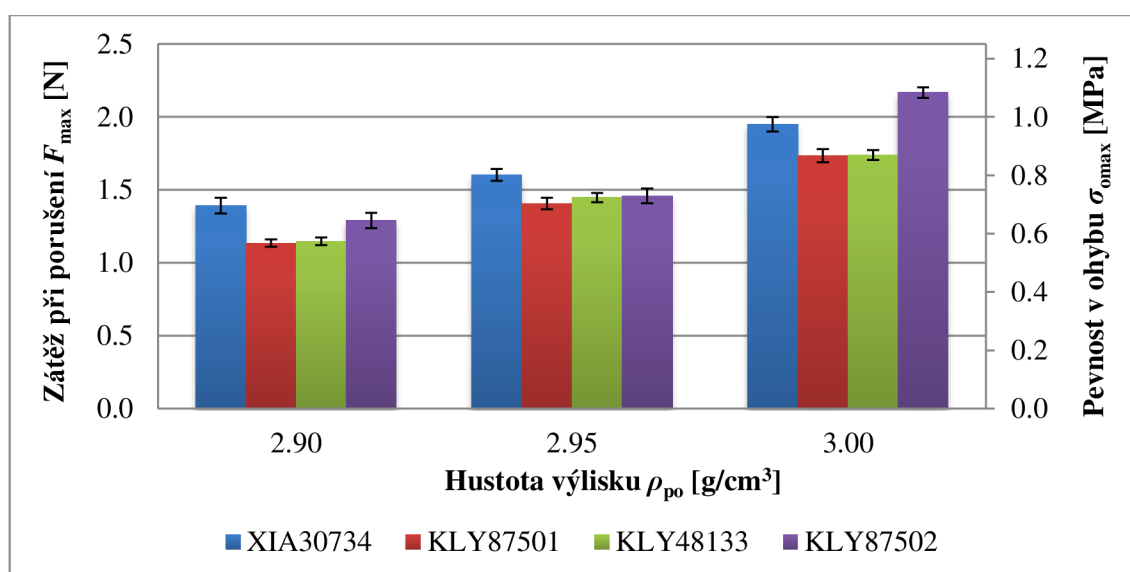
Obr. 33 Úprava prášku IIa: výsledky mechanické zkoušky pevnosti výlisku v ohybu.

Tab. 6.2: Údaje o lisovací síle, max. zátěži a pevnosti výlisků v ohybu pro průměrné hustoty 3,00 g/cm<sup>3</sup> pro 4 šarže prášků v úpravách I–V.

3,00 g/cm <sup>3</sup>	Úprava:	I		II		III		IV		V
		a	b	a	b	a	b	a	b	
XIA30734	lisovací síla [kN]	10,2	7,7	7,6	8,4	8,2	7,9	7,6	6,9	
	zátěž [N]	2,03	6,00	6,51	1,95	2,63	2,72	2,74	5,32	
	pevnost [MPa]	1,00	2,96	3,22	0,96	1,23	1,34	1,35	2,63	
KLY87501	lisovací síla [kN]	6,0	4,7	4,8	4,7	5,4	4,7	4,4	4,6	
	zátěž [N]	0,35	0,30	1,30	1,73	2,00	0,61	0,72	2,79	
	pevnost [MPa]	0,17	0,15	0,64	0,86	0,99	0,30	0,36	1,38	
KLY48133	lisovací síla [kN]	7,0	5,4	5,8	5,5	5,4	5,6	5,2	4,8	
	zátěž [N]	0,58	1,07	2,65	1,74	2,14	1,42	1,55	2,76	
	pevnost [MPa]	0,29	0,53	1,31	0,86	1,06	0,70	0,77	1,36	
KLY87502	lisovací síla [kN]	4,9	4,1	3,8	4,1	4,9	4,2	4,1	3,8	
	zátěž [N]	0,84	0,93	0,81	2,17	2,32	0,84	0,72	2,22	
	pevnost [MPa]	0,42	0,46	0,40	1,07	1,14	0,41	0,36	1,09	

### Varianta úpravy prášku III

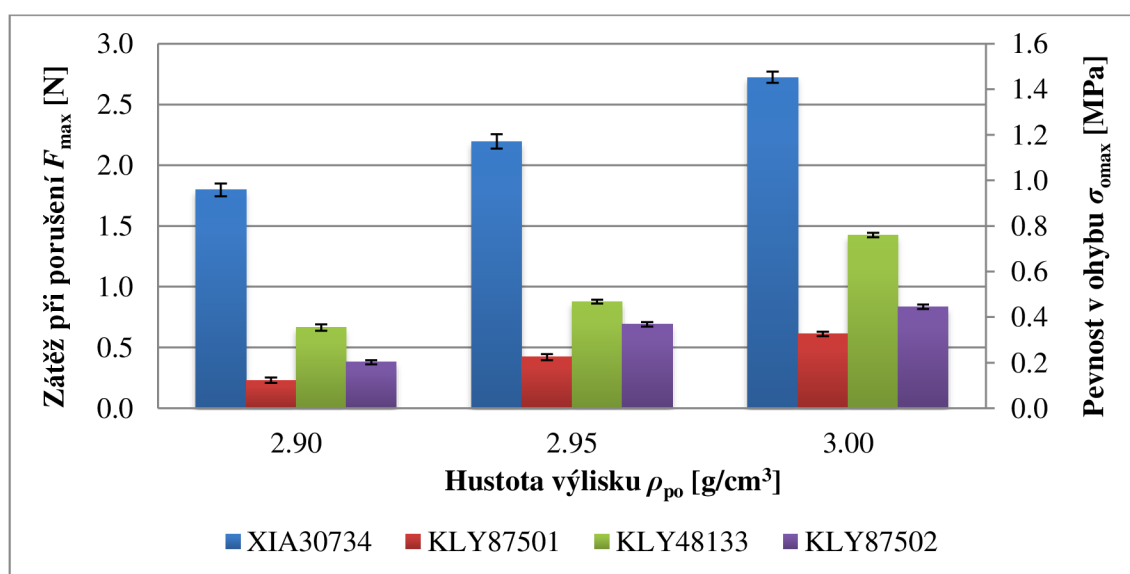
Varianta III měla v obou případech výrazný vliv na zvýšení pevnosti v ohybu prášku KLY; pevnost výlisků byla srovnatelná s prášky XIA. Výlisky dosahovaly i při nejnižší průměrné hustotě  $\rho_{po}$  2,90 g/cm<sup>3</sup> pevnosti okolo 0,6 MPa, která zaručovala jejich bezproblémovou manipulaci. Pevnost pro hustotu 3,00 g/cm<sup>3</sup> se pohybovala v intervalu 0,8–1,1 MPa. Úprava III má pozitivní vliv na mechanické vlastnosti prášku XIA a zejména KLY. Graf zátěže při porušení a pevnosti v závislosti na lisovací hustotě výlisku pro úpravu IIIa je uveden na obr. 34, varianta IIIb je uvedena v příloze 2.



Obr. 34 Úprava prášku IIIa: výsledky mechanické zkoušky pevnosti výlisku v ohybu.

#### Varianta úpravy prášku IV

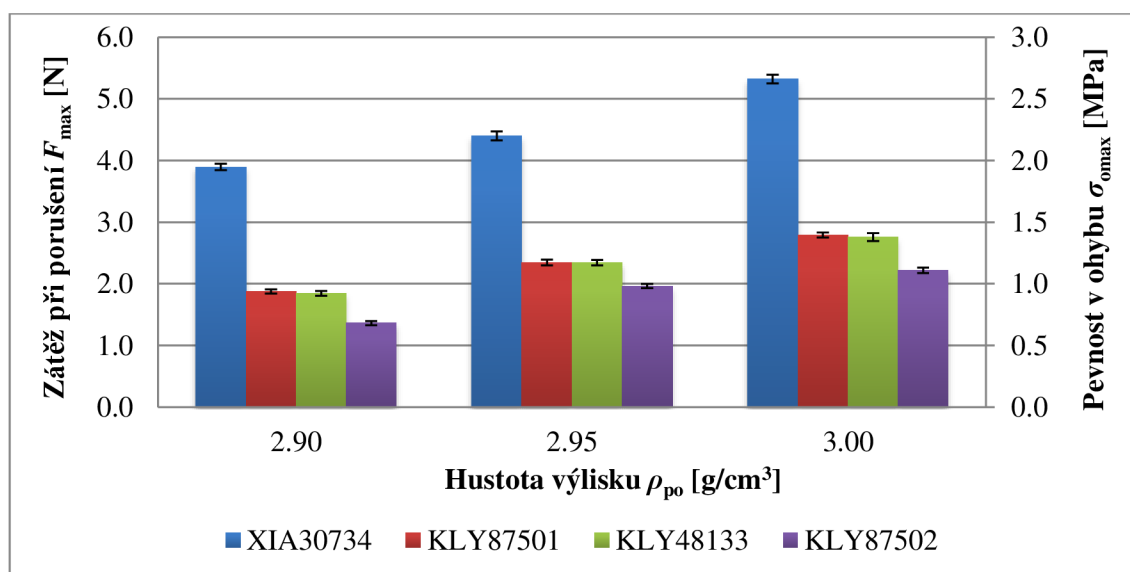
Varianta IV neměla na pevnost výlisků KLY pozitivní vliv, výlisky se vyznačovaly velkou křehkostí – pevnost v ohybu nedosahovala hodnot 0,5 MPa. Výjimkou byla šarže KLY48133 při hustotě  $\rho_{po} = 3,00 \text{ g/cm}^3$ , která přesáhla hodnotu 0,7 MPa. Prášek XIA v úpravě IV vedl ke zvýšení pevnosti o 30 % při hustotě  $\rho_{po} = 3,00 \text{ g/cm}^3$ . Úprava IV má pozitivní vliv na mechanické vlastnosti prášku XIA a spíše negativní vliv na prášky KLY. Graf zátěže při porušení a pevnosti výlisku v závislosti na hustotě  $\rho_{po}$  pro úpravu IVa je uveden na obr. 35, varianta IVb je uvedena v příloze 2.



Obr. 35 Úprava prášku IVa: výsledky mechanické zkoušky pevnosti výlisku v ohybu.

### Varianta úpravy prášku V

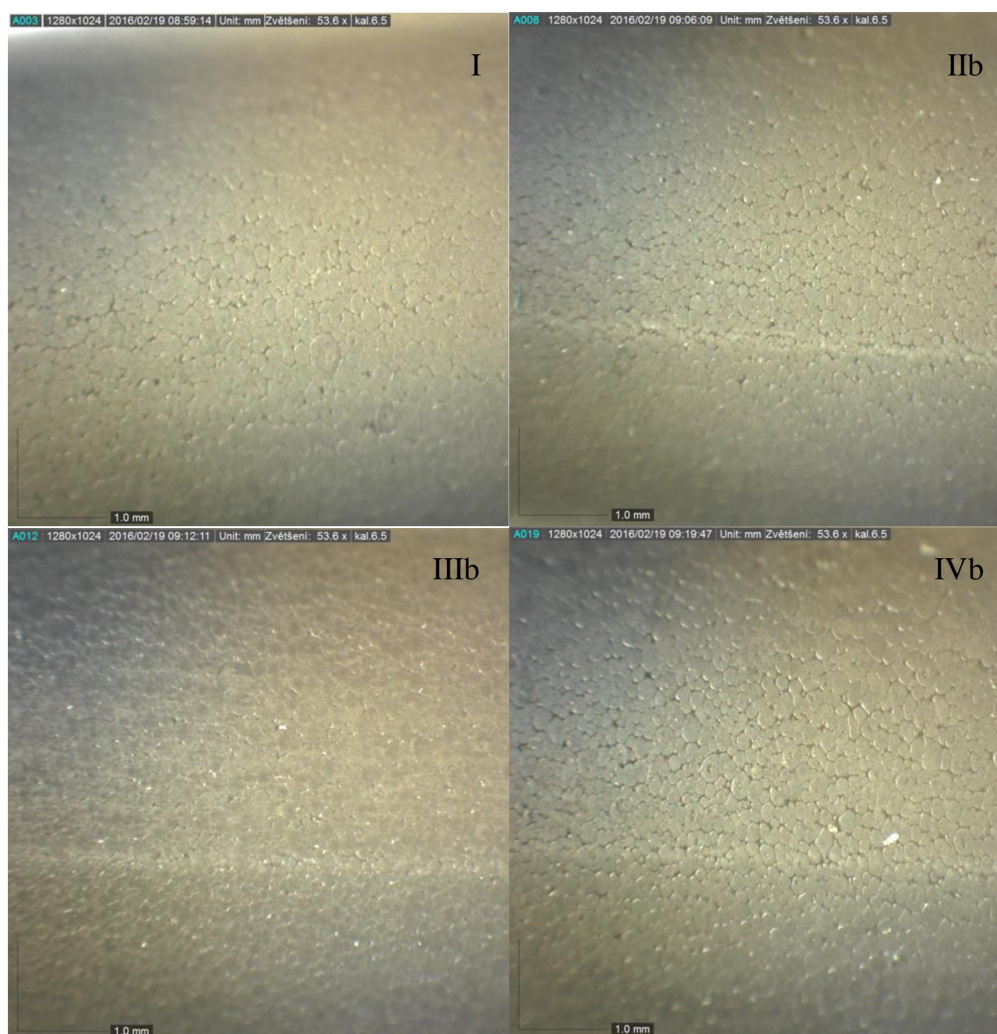
Nejvyšších hodnot mechanické pevnosti výlisků KLY se dosahovalo při variantě V. Pevnost výlisků i pro nejnižší hustoty dosahovala téměř 1,0 MPa, pro hustotu  $\rho_{po}$  3,00 g/cm<sup>3</sup> dosahovala hodnot téměř 1,5 MPa. Výrazný vliv prokázala varianta V i pro prášky XIA. Nevýhodou je zvýšená adheze výlisku k lisovacímu nástroji, čímž vznikaly vady v podobě vytržení. Úprava V má pozitivní vliv na mechanickou pevnost výlisků z prášku XIA i KLY. Graf zátěže při porušení a pevnosti v závislosti na hustotě výlisku pro úpravu V je uveden na obr. 36.



Obr. 36 Úprava prášku V: výsledky mechanické zkoušky pevnosti výlisku v ohybu.

### Srovnání vzhledu povrchu vzorků

Povrch vzorků KLY87501 o hustotě  $\rho_{po}$  2,90 g/cm<sup>3</sup> a 3,00 g/cm<sup>3</sup> ve variantě I, IIb, IIIb a IVb byl vyfotografován pod optickým mikroskopem. Srovnáním je možné vidět, že granule při nižší hustotě výlisku nejsou dostatečně zdeformovány, čímž je zachována výrazná pórovitost, viz obr. 37. Pevnost v ohybu takových výlisků je nízká. Obzvláště zhoršené kvality povrchu je dosaženo úpravou IVb, naopak úprava IIIb vedla k výliskům s nižší vzhledovou porézností povrchu. Vzhledem k tomu, že vznik mikrotrhlin je iniciován na povrchu strany výlisku, která je podrobena tahovému napětí, je pravděpodobné, že výrazné navýšení pevnosti v ohybu KLY materiálu při úpravě III souvisí právě s nižší porézitou povrchu. Výsledky ohybové pevnosti korelují s pohledovým zhodnocením struktury povrchu výlisků. Obrázky povrchu výlisků výše zmíněných úprav pro hustoty 3,00 g/cm<sup>3</sup> jsou v příloze 3.



Obr. 37 Vzhled povrchu výlisků varianty I, IIb, IIIb a IVb o lisovací hustotě 2,90 g/cm<sup>3</sup>.

## 6.2 Zkouška technologických vlastností a pevnosti na inovovaném zařízení PTC

Zařízení PTC bylo na základě poznatků z kapitoly 3, 4 a 5 osazeno lisovacím nástrojem menšího průměru, který umožní lépe napodobit podmínky zhutňování prášku u jader s tenkými, vysokými plášti. Změny byly provedeny i ve zkušebním postupu. Zvláštní důraz je kladen na tři parametry, které byly zvoleny jako vhodné pro popis technologické vlastnosti prášku – pokročilé lisovatelnosti prášku. Mezi zvolené parametry patří součinitel kluznosti prášku, kohezivitu výlisku a součinitel síly výhozu.

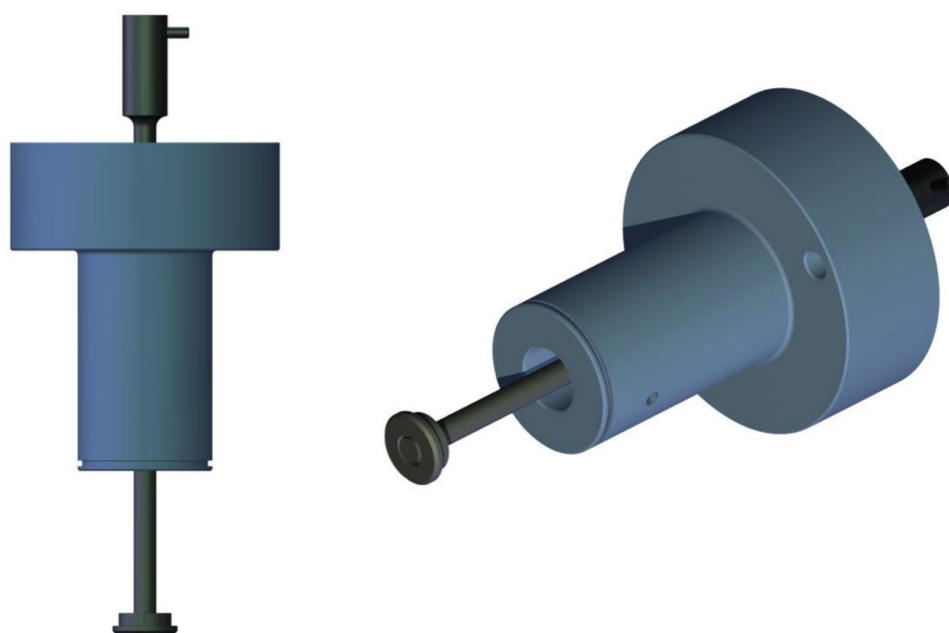
### 6.2.1 Osazení PTC novým lisovacím nástrojem

Přenos tvářecí síly, resp. tlaku práškovým sloupcem souvisí s rozměry výlisku. Závisí zejména na velikosti třecí síly prášku o stěnu matrice a poměru H/D zkoušeného výlisku, viz kap. 3. Za účelem vyhodnocení vlivu úprav prášku na parametry, které popisují



vhodnost prášku pro lisování, bylo rozhodnuto o výrobě lisovacího nástroje menšího průměru. Výkres lisovacího nástroje se nachází v příloze, výkres 2.

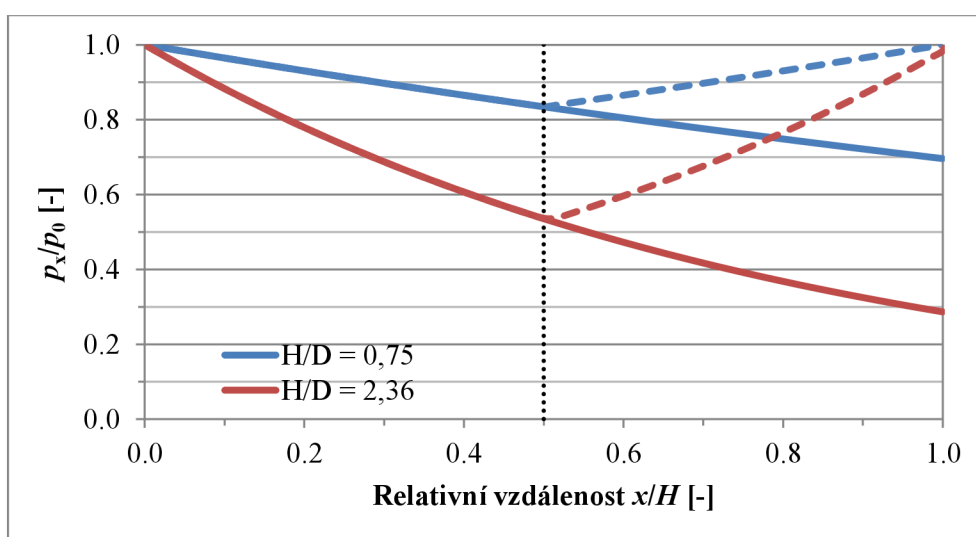
Lisovací nástroj sestává z matrice a dvou razníků jmenovitého průměru 6,35 mm. Razníky jsou vyrobeny z nástrojové oceli ČSN 41 9436 zušlechtěné na tvrdost 60 HRC, tělo matrice je z oceli ČSN 41 9552 zušlechtěné na tvrdost 55 HRC. Tělo matrice má v sobě za tepla vsazenou vložku ze SK G30. Materiál G30 má střední strukturu o velikosti zrna 2,5  $\mu\text{m}$ , jeho tvrdost je 1090 HV [37]. Model lisovacího nástroje lze vidět na obr. 38.



Obr. 38 Model nového lisovacího nástroje jmenovitého průměru 6,35 mm pro instrumentovaný lis PTC. Jednoosé jednostranné lisování je realizováno dolním razníkem; horní razník je nepohyblivý.

#### Křivka lisovatelnosti prášku

Kromě zmenšení průměru vylisku bylo rozhodnuto o lisování vylisků větší výšky za účelem dosažení vysokého poměru  $H/D$ , který je typický pro pláště jader. Rozdíl tlaků  $p_0$  a  $p_p$  by se podle poznatků o chování prášku při jednoosém lisování měl zvýraznit (kap. 3). Zvýraznit by se měl vliv tření a úpravy prášku na heterogenitu distribuce hustoty ve vylisku. To umožňuje zvýšit citlivost pro rozlišování vhodnosti prášků pro proces lisování. Lisovací křivka pro původní a současný lisovací nástroj 12,7 mm, resp. 6,35 mm je uvedena na obr. 39. Poměr  $H/D$  původního vylisku nejvyšší hustoty  $\rho_p$  byl 0,75; poměr nového vylisku je 2,36 pro jakoukoliv lisovací hustotu. Čárkovaně je zobrazen teoretický průběh dvoustranného lisování v ideálním případě, při kterém je  $NZ$  ve středu vylisku.  $NZ$  je znázorněna tečkovaně.



Obr. 39 Křivka distribuce relativního napětí ve výlisku pro původní (modře) a současný výlisek (červeně).

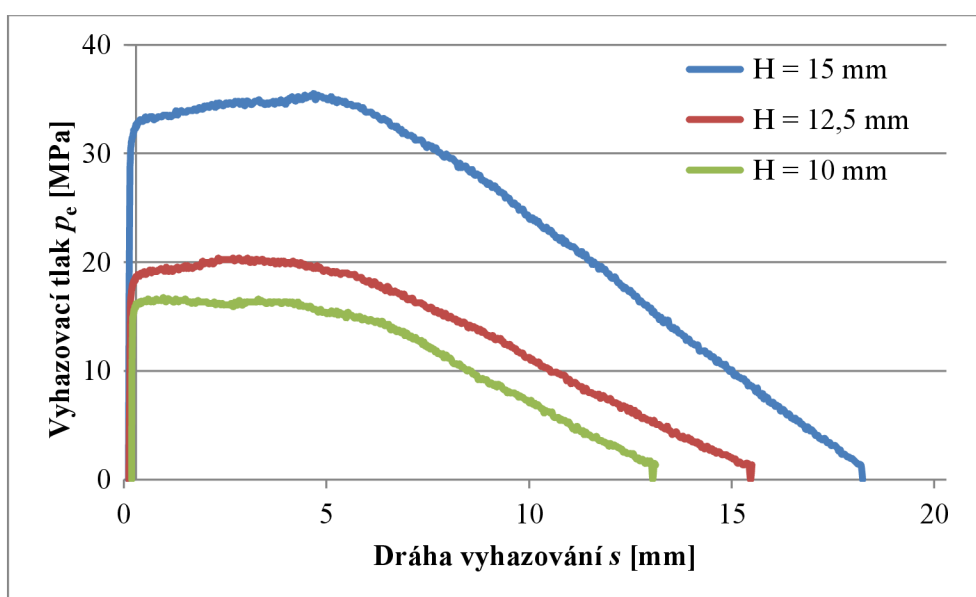
### 6.2.2 Změna postupu měření

Analýza zkušební metody PTC ukázala na nepotřebnost první fáze měření. První fáze zahrnuje stanovení některých technologických vlastností prášku, mezi které patří např. sypná hmotnost prášku  $\rho_s$ , úhel ukládání prášku při sypání  $\beta$ , nebo hmotnost po setřesení  $\rho_s$ . Hodnota sypné hmotnosti prášku je přesněji určena při certifikaci (viz oddíl 5.2); tuto hodnotu je možné zadat do softwaru přímo bez nutnosti jejího zjišťování. Hodnota hmotnosti po setřesení ani úhel ukládání při sypání není pro výpočet žádných dalších parametrů potřeba.

Změnu doznalo i lisování výlisků o různých hustotách. V původním nastavení měl výlisek pro různé hustoty stále stejnou hmotnost, důsledkem čehož se měnila jeho výška i velikost stykové plochy. Velikost tření, resp. tlak  $p_e$  se proto pro výlisky různých hustot nedal objektivně porovnávat, viz obr. 40.

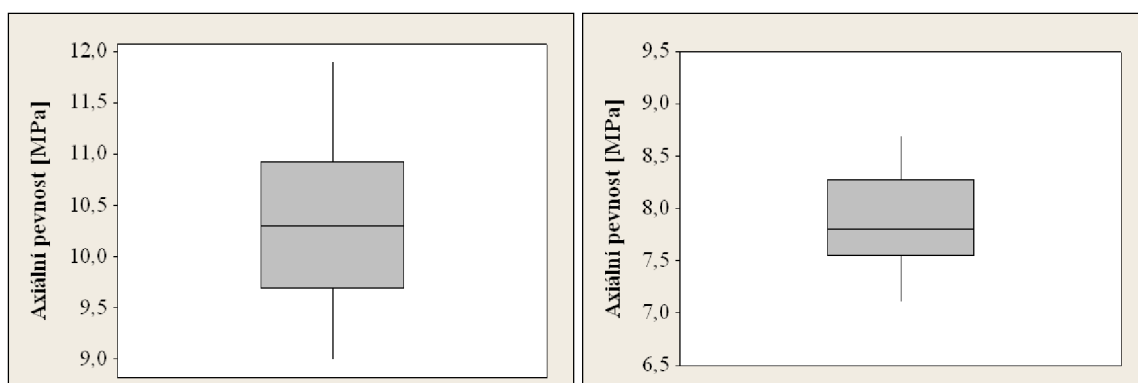
Větší změna se týká zkoušky pevnosti výlisku v axiálním tlaku. Vzhledem k rozptylu hodnot axiální pevnosti bylo rozhodnuto o zkoušení dvou vzorků namísto jednoho za účelem zvýšení přesnosti hodnoty součinitele kohezivnosti výlisku  $C$ . Změna tvaru výlisku vedla ke snížení rozptylu hodnot pevnosti výlisku, viz obr. 41. Axiální pevnost výlisku poklesla, což potvrzuje některé studie o závislosti pevnosti výlisku na jeho tvaru nebo zkušební metodě [69, 74].





Obr. 40 Průběh vyhazovacího tlaku  $p_e$  pro výlisky stejné hustoty  $\rho_p$  a rozdílné výšky  $H$ .

Zkouška radiální pevnosti výlisku není vzhledem k nesprávnému vyhodnocování a nevhodnému tvaru výlisku dále používána, viz oddíl 4.1 a 5.2.



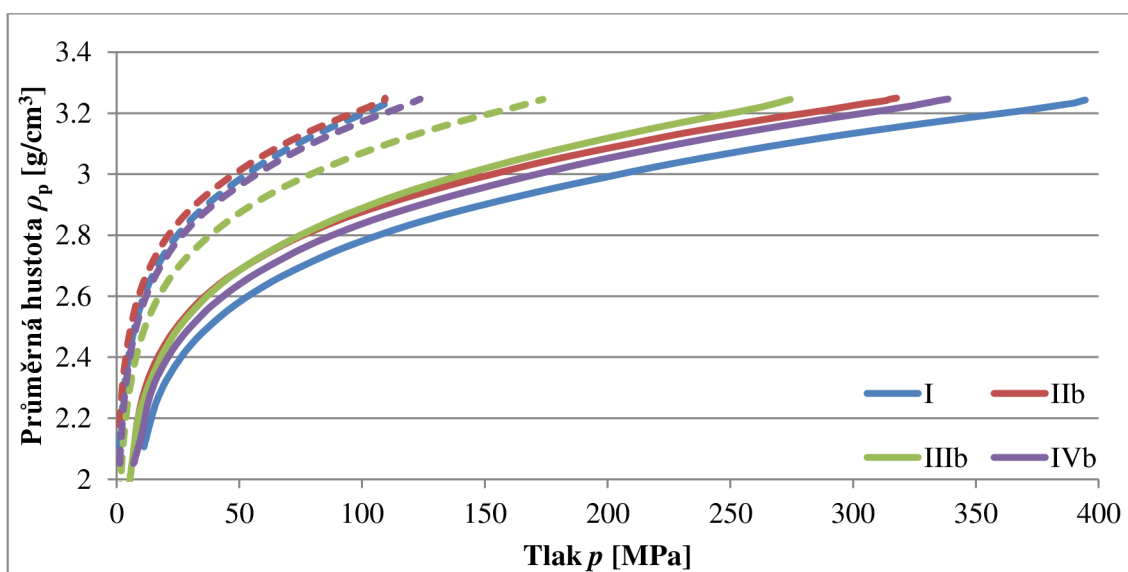
Obr. 41 Porovnání rozptylu 20 hodnot axiální pevnosti v tlaku  $\sigma_{ax}$  pro původní (vlevo) a současný tvar výlisku (vpravo).

### 6.3 Výsledky zkoušek na modifikovaném PTC

Celkem 4 šarže prášků, 29 variant úprav a tři různé lisovací hustoty poskytly značně obsáhlý soubor informací o lisovatelnosti prášků na PTC s novým lisovacím nástrojem. Vzorky XIA30734 v úpravě II a KLY48133 IVa se nepodařilo uchovat. Zkoušky probíhaly v období 01 – 03/2016.

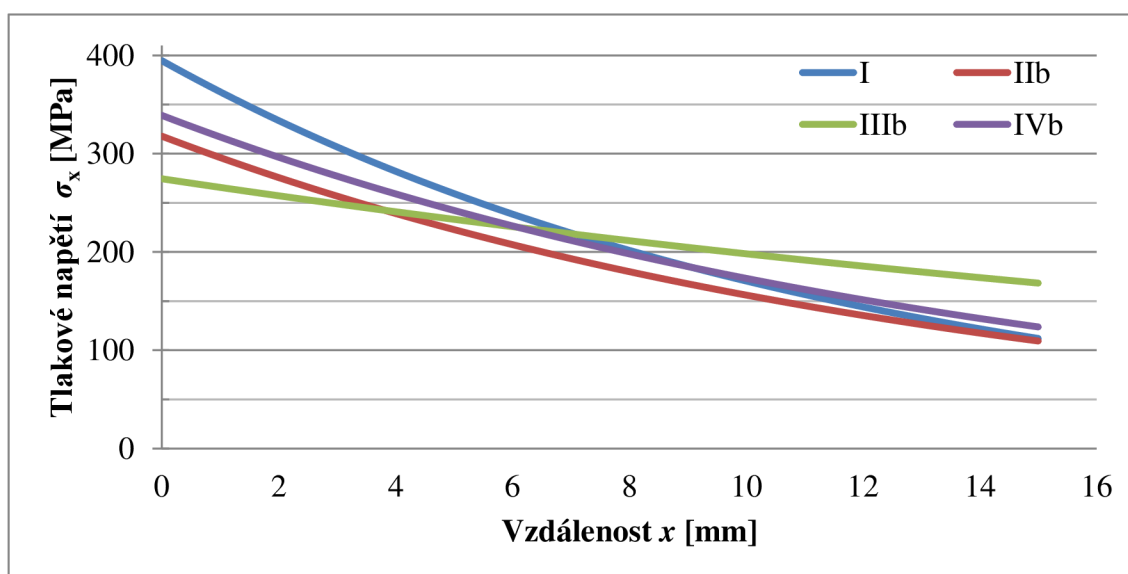
Díky použití nového nástroje menšího průměru a vyšších výlisků se zvětšila plocha pláště výlisků, což ukázalo na velké rozdíly kvality prášků různých úprav. Zvláště výrazně se projevoval vliv tření na schopnost prášku se rovnoměrně zhutňovat. Rozdíly v průběhu tlaků na horním a spodním razníku jsou vidět na lisovacích křivkách na obr. 42. Čím více

jsou křivky od sebe vzdáleny, tím nerovnoměrněji se prášek zhutňuje. Vyšší gradient napětí ve výlisku zvyšuje jeho náchylnost ke vzniku vad.



Obr. 42 Lisovací křivky tlaků  $p_0$  (plně) a  $p_p$  (čárkovaně) pro 4 varianty úprav prášku KLY48133.

Výlisky z neupraveného granulátu (I) vykazovaly vysoké ztráty třením, což se viditelně projevilo na různé hustotě výlisku. Energie ztracená v důsledku tření je přímo úměrná velikosti plochy mezi křivkou tlaků  $p_0$  a  $p_p$ . Aditivum II snížilo potřebný lisovací tlak, nezpůsobil však posun křivky  $p_p$  k vyšším hodnotám. Energie spotřebovaná na plastickou a elastickou deformaci granulí je úměrná ploše pod křivkou  $p_p$  (vůči ose  $y$ ), je proto téměř stejná, jako v případě I. Aditivum III vedlo k nejlepším přenosům tvářecích sil práškem – hustota byla ve výliscích distribuována nejrovnoměrněji.



Obr. 43 Průběh napětí  $\sigma_x$  ve výlisku v závislosti na vzdálenosti řezu  $x$  od razníku.

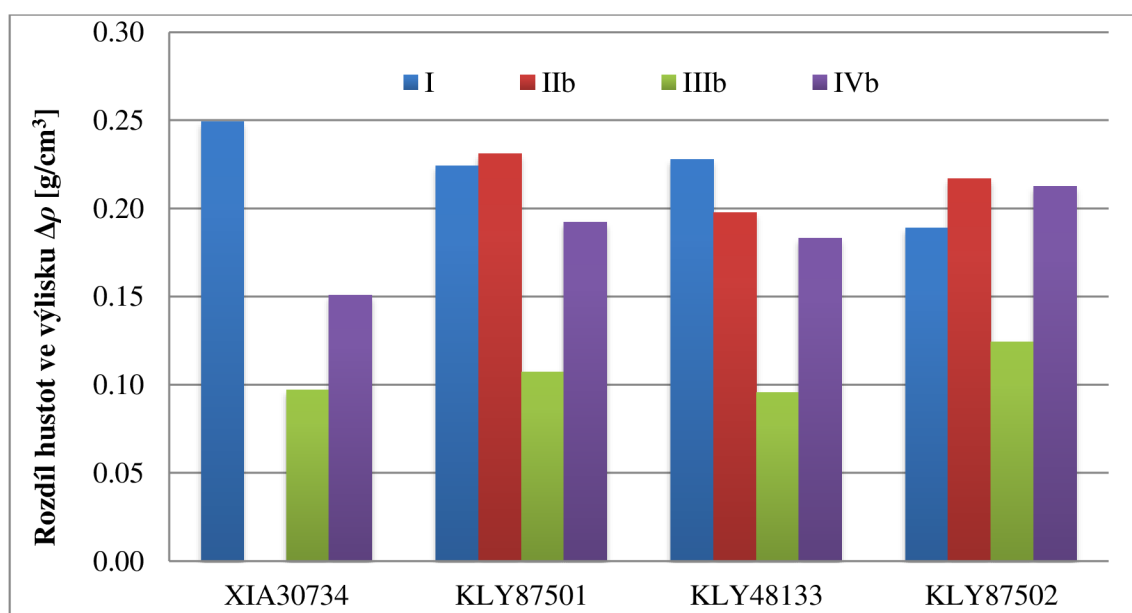
Průběh napětí v příčném řezu výlisku v závislosti na vzdálenosti řezu  $x$  od lisovacího razníku je znázorněn na obr. 43. Hodnota napětí v každém místě je určena dle vztahu (3.11). Výlisky I budou nejnáchylnější k rozvrstvení a tvorbě jiných defektů v důsledku vysokých rozdílů v hustotách, které jsou způsobeny rozdílným napětím. Výlisky III jsou nejvíce homogenní, ke tvorbě vad budou náchylné nejméně. Rozdíl tlaků  $p_0$  a  $p_p$  lze pro daný tvar a rozměry výlisku vyjádřit pomocí součinitele kluznosti prášku, viz tab. 6.3.

Tab. 6.3 Relativní úbytek tlaku ve výlisku v závislosti na součinitele kluznosti prášku pro poměr výšky výlisku k průměru  $H/D = 2,36$ .

$\eta$ [-]	0,54	0,56	0,58	0,60	0,62	0,64	0,66	0,68
$\Delta p$ [%]	76,7	74,6	72,4	70,1	67,7	65,2	62,5	59,8
$\eta$ [-]	0,70	0,72	0,74	0,76	0,78	0,80	0,82	0,84
$\Delta p$ [%]	56,9	54,0	50,9	47,7	44,4	41,0	37,4	33,8

Rozdíl hustot výlisku v místě pod horním a spodním razníkem lze za předpokladu lineární distribuce hustoty, vyjádřit ze vztahu (3.16). Dosazením vzdálenosti  $x = 0$  a  $x = H_0$  do vztahu (3.16) lze rozdíl hustot vyjádřit vztahem

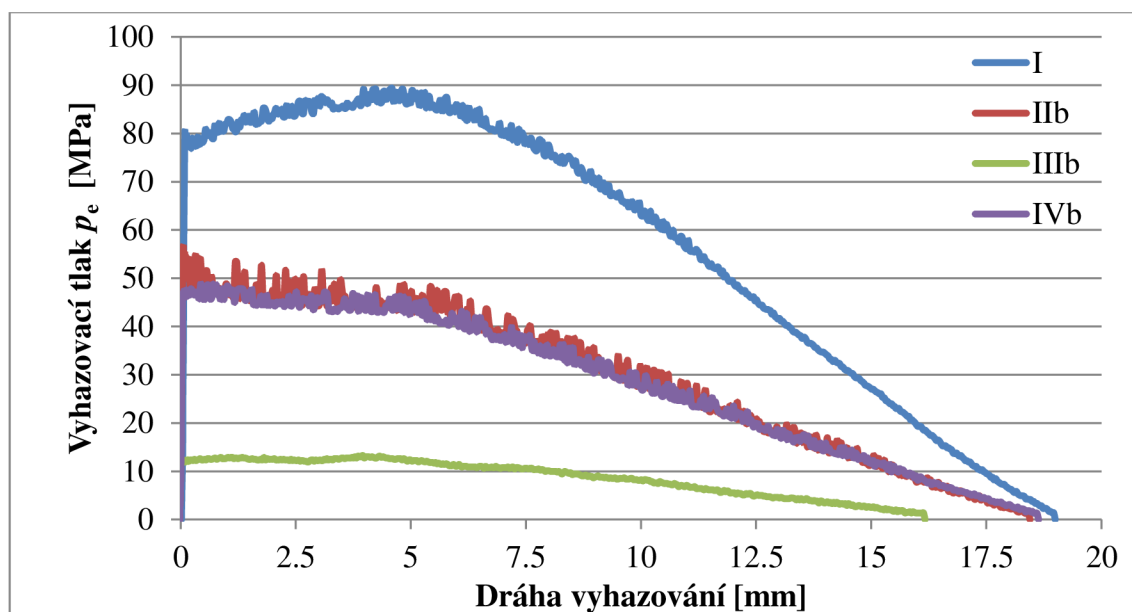
$$\Delta\rho = \rho_t \cdot \rho_{sr} \left[ \frac{p_a}{(p_a+p_0)} - \frac{p_a}{(p_a+p_0 \cdot \eta^{x_0/D_0})} \right]^\alpha \quad (6.2)$$



Obr. 44 Vliv 4 různých úprav prášku na maximální velikost rozdílu hustot ve výlisku za předpokladu platnosti lineárního modelu hustoty.

Rozdíl hustot  $\Delta\rho$  může být ve výlisku 15 mm vysokém i více než  $0,20 \text{ g/cm}^3$ , přičemž šířka toleranční pole střední hustoty jakéhokoliv výlisku je typicky  $0,06 \text{ g/cm}^3$ . Úpravy II a IV nevedly ke snížení heterogenity distribuce hustoty ve výlisku oproti neupravenému

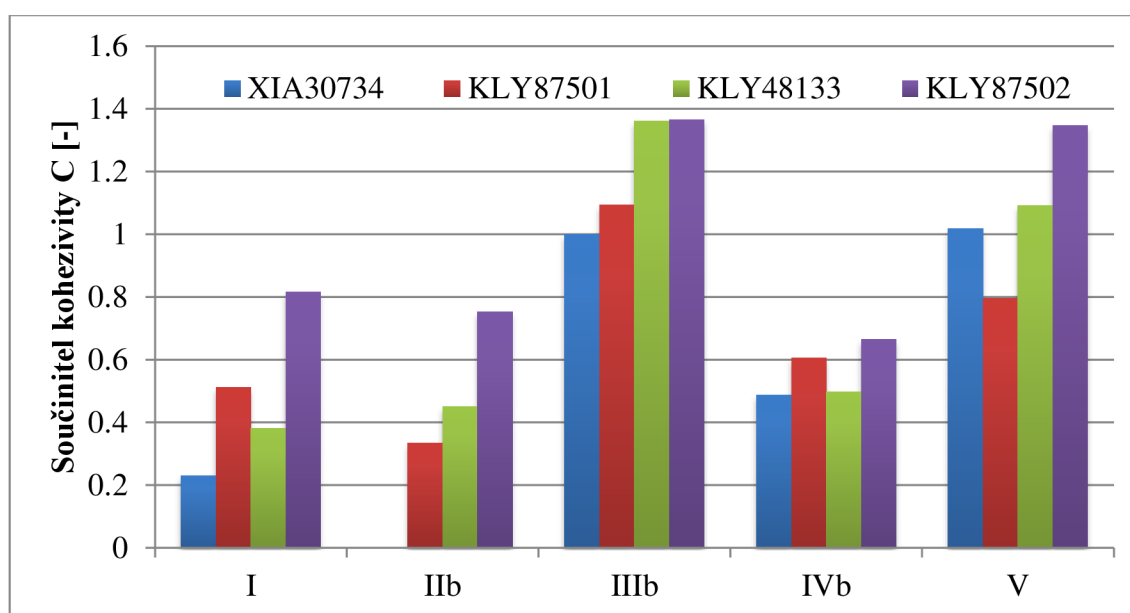
prášku (I). Pozitivní vliv pro všechny materiály má úprava III a V. Vzorek XIA30734 v úpravě IIb nebyl k dispozici. Ukázka vlivu některých úprav je znázorněna na obr. 44. Vytlačování výlisku z matrice je kritickou fází procesu lisování, viz kap. 3. Energie pro vytlačení výlisku by proto měla být co nejnižší, aby se předcházelo tvorbě defektů. Neupravené granuláty (I) vykazují vysoké hodnoty tlaku  $p_e$ . Prášky v úpravě II a IV vedly k více než 30% snížení potřebného tlaku, úprava III pak snížila potřebnou sílu (tlak) o více než 80 %, viz obr. 45.



Obr. 45 Graf tlaku  $p_e$  potřebného pro vytlačení výlisku z matrice pro různé úpravy prášku KLY48133.

Nižší hodnoty tření a také rovnoměrnější zhutnění se výrazně projeví v parametru kohezivitu výlisku  $C$  [49, 65]. Z něj lze efektivně usuzovat na náchylnost výlisku k delaminaci vrstev. Součinitel kohezivitu by měl být větší než 1. Porovnáním jednotlivých prášků mezi sebou lze vidět, že neupravené granuláty s výjimkou KLY87502 mají nízký součinitel kohezivitu, viz obr. 46. Vyšší hodnota  $C$  pro neupravený KLY87502 je dána jiným typem organického pojiva než má KLY87143 a KLY87501. Hodnot  $C > 1$  bylo dosaženo pouze v případě úprav III a V.

Přehled nejdůležitějších PTC parametrů prášků KLY i XIA všech úprav pro hustotu v matrici  $\rho_p 3,25 \text{ g/cm}^3$  je uveden v příloze 4.



Obr. 46 Hodnota součinitele koheziviny výlisku C pro různé úpravy prášku.

#### 6.4 Pokročilá lisovatelnost

Technologická vlastnost *lisovatelnost prášku* je normou ČSN EN ISO 3252 definována jako schopnost prášku být slisován na těleso, které si udrží svůj tvar během následného zpracování [11]. Norma ČSN EN ISO 3927 definuje podmínky stanovení lisovatelnosti prášku při jednoosém tlaku. Lisovatelnost odpovídá pouze hodnotě lisovací hustoty výlisku, který byl získán působením jednoho nebo řadou předepsaných tlaků za specifikovaných podmínek [87]. Jednotka lisovatelnosti je  $\text{g/cm}^3$ . Taková definice lisovatelnosti je absolutně nedostačující pro zhodnocení schopnosti prášku být slisován na soudržné těleso. Z tohoto důvodu se v této diplomové práci zavádí technologická vlastnost *pokročilá lisovatelnost prášku*, která umožňuje rozhodnout o vhodnosti prášku pro proces lisování na základě nově definovaného parametru, kterým je *součinitel pokročilé lisovatelnosti prášku*  $\Lambda$ .

Součinitel pokročilé lisovatelnosti prášku  $\Lambda$  je součtem tří normovaných PTC parametrů, jejichž součet je pro *vhodný prášek* roven 1,0 (normovaný součinitel kluznosti prášku, normovaný součinitel koheziviny výlisku, normovaný tlak na nehybný razník) a tzv. *normovaného součinitele síly výhozu*, který je pro vhodný prášek roven 0. Takto definovaný součinitel pokročilé lisovatelnosti v sobě zahrnuje několik podstatných vlivů, které ovlivňují vhodnost prášku pro lisování. Definice těchto normovaných parametrů se odvíjí od více než 100 zkoušek provedených na PTC.

### Vhodný prášek

Vhodným práškem se rozumí prášek, jehož součinitel kluznosti prášku  $\eta$  je roven 0,70; součinitel kohezivity  $C$  je 1,0 [50]; velikost tlaku  $p_p$  přeneseného na nehybný razník je 110 MPa pro tvar výlisku s poměrem  $H/D = 2,4$  a *součinitel síly výhozu*  $\gamma$  je roven 0.

### Normovaný součinitel kluznosti prášku $\tilde{\eta}$

Normovaný součinitel kluznosti prášku  $\tilde{\eta}$  se získá ze součinitele kluznosti prášku po jeho vynásobení koeficientem 10/21. Parametr zohledňuje velikost tření a schopnost prášku být rovnoměrně zhutněn. Normovaný součinitel kluznosti vhodného prášku je roven právě 1/3.

### Normovaný součinitel kohezivity výlisku $\tilde{C}$

Normovaný součinitel kohezivity výlisku  $\tilde{C}$  se získá ze součinitele kohezivity výlisku  $C$  normováním koeficientem 1/3. Parametr zohledňuje axiální pevnost v tlaku, celkovou třecí sílu působící na povrch výlisku a poměr výšky výlisku k jeho průměru. Normovaný součinitel  $\tilde{C}$  pro vhodný prášek má velikost právě 1/3.

### Normovaný tlak $\tilde{p}_p$

Normovaný tlak  $\tilde{p}_p$  se získá z hodnoty tlaku  $p_p$  jeho vynásobením koeficientem 1/330. Parametr zohledňuje absolutní velikost energie spotřebované na plastickou a elastickou deformaci prášku. Pro jiný poměr výšky výlisku k průměru než 2,4 je nutno váhu koeficientu přepočítat.

### Normovaný součinitel síly výhozu $\tilde{\gamma}$

Součinitel síly výhozu  $\gamma$  je parametr, který v sobě zahrnuje poměr vyhazovacího tlaku  $p_e$  a průměrného napětí ve výlisku, které je rovno tlaku  $p_{izo}$ . Tento poměr je pro vhodný prášek 0,15. Součinitel  $\gamma$  se získá odečtem poměru právě od hodnoty 0,15; jeho hodnota pro vhodný prášek je proto 0. Součinitel může nabývat kladných i záporných hodnot. Parametr zohledňuje radiální tlak, kterým výlisek působí na stěnu matrice i tlaky, které působí na oba razníky. Normovaný součinitel síly výhozu  $\tilde{\gamma}$  je součinitel  $\gamma$  vynásobený koeficientem 0,50.

### Výpočet součinitele pokročilé lisovatelnosti prášku $\Lambda$ a jeho použití

Pomocí výše uvedených parametrů je možné součinitel pokročilé lisovatelnosti prášku  $\Lambda$  vyjádřit vztahem

$$\Lambda = \tilde{\eta} + \tilde{C} + \tilde{p}_p + \tilde{\gamma}. \quad (6.3)$$

Porovnáváním výsledků smluvní mechanické zkoušky v ohybu a zkoušky mechanických a technologických vlastností na PTC bylo rozhodnuto o definování tří různých oblastí pokročilé lisovatelnosti prášku. Podle velikosti součinitele pokročilé lisovatelnosti prášku  $\Lambda$  je možné prášky dělit do tří tříd:

- třída I – prášky nevhodné pro lisování:  $\Lambda < 0,8$ ;
- třída II – prášky podmíněně vhodné pro lisování:  $0,8 \leq \Lambda < 1,0$ ;
- třída III – prášky vhodné pro lisování:  $\Lambda \geq 1,0$ .

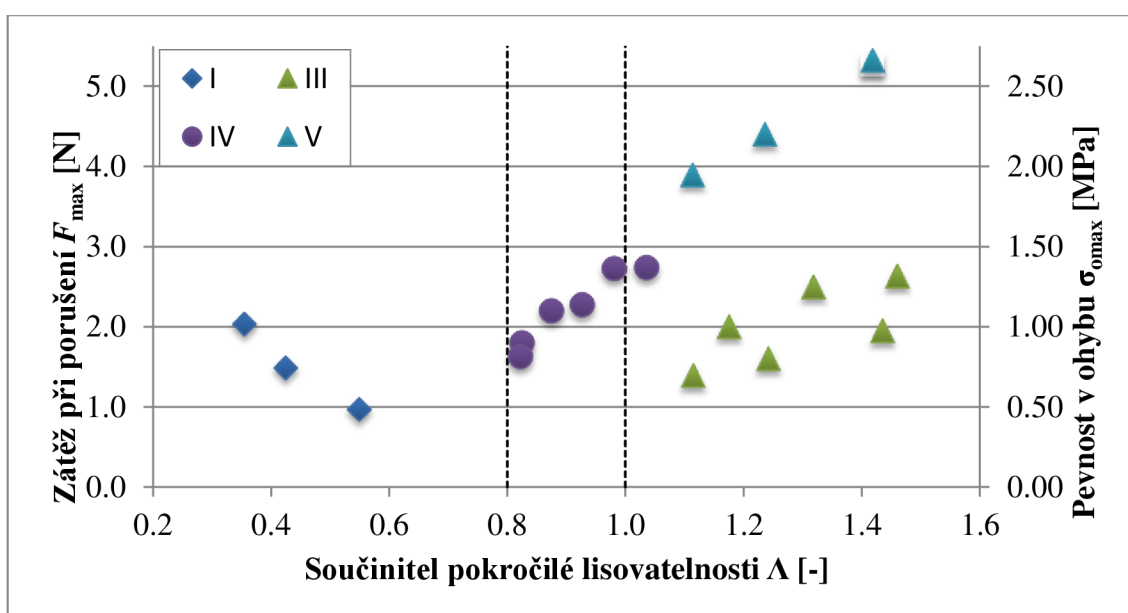
Prášky třídy II jsou nevhodné pro tvarově složitá jádra s úzkými, tenkými stěnami nebo sponami; pro tvarově jednodušší jádra by se trhliny a jiné defekty ovlivněné kvalitou prášku neměly vyskytovat.

### Pokročilá lisovatelnost prášku XIA30743

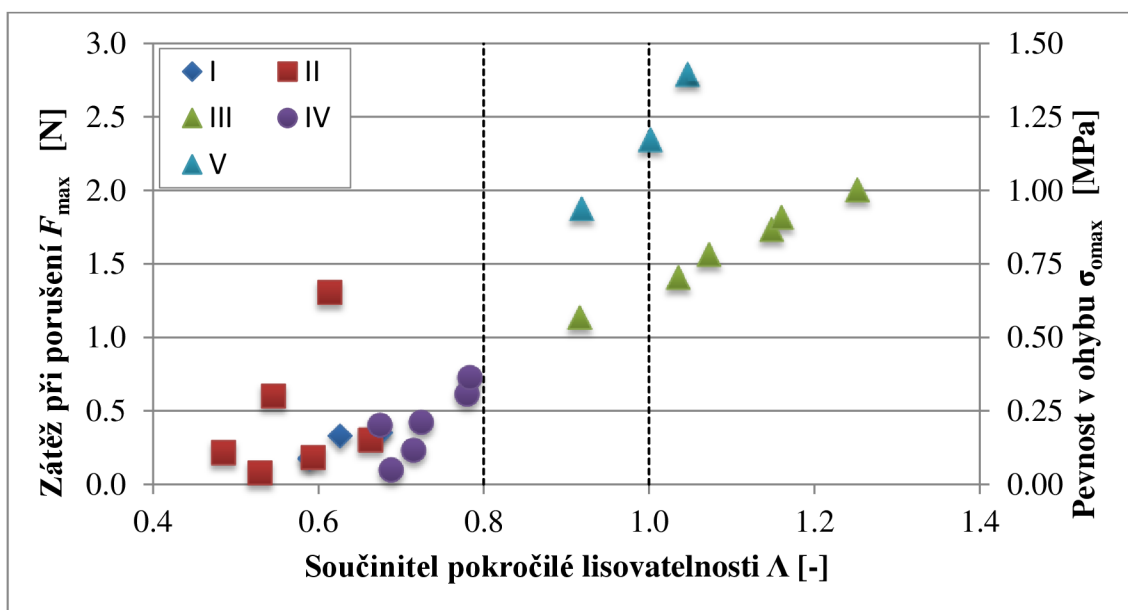
Prášky XIA jsou obecně lépe lisovatelné než prášky KLY. Navržený součinitel pokročilé lisovatelnosti  $\Lambda$  prášku XIA30734 tuto domněnku potvrzuje. Vyjma úpravy prášku I jsou všechny prášky v úpravě III–V podmíněně vhodné nebo vhodné pro lisování vylisků všech tří lisovacích hustot. Prášky v úpravě II nebylo možné zkoušet kvůli degradaci použitého aditiva. Hodnoty součinitele  $\Lambda$  dobře korelují s hodnotami pevnosti v ohybu  $\sigma_{\max}$ , viz obr. 47. Neupravený prášek I dosahuje nízkých hodnot součinitele lisovatelnosti z důvodu velmi vysokého tření prášku o stěnu matrice, což významně zvyšuje náchylnost k trhlinám v důsledku vysokého střížného napětí. Prášky I proto nejsou vhodné pro lisování na jakoukoli ze tří lisovacích hustot, přestože jejich pevnost je poměrně vysoká.

### Pokročilá lisovatelnost prášku KLY87501

Pokročilá lisovatelnost byla stanovena i pro prášky KLY. Prášek 87501 je nevhodný pro lisování v úpravách I, II, IV pro jakoukoliv ze tří lisovacích hustot. Podmíněně vhodné jsou prášky v úpravách III a V pro nejnižší lisovací hustoty; vhodné jsou tyto prášky pro ostatní lisovací hustoty. Hodnoty součinitele pokročilé lisovatelnosti  $\Lambda$  velmi dobře korelují s výsledky smluvní ohybové zkoušky, viz obr. 48.



Obr. 47 Korelace hodnot součinitele pokročilé lisovatelnosti a maximální zátěže při smluvní ohybové zkoušce pro různé úpravy prášku XIA30734 a různé lisovací hustoty.

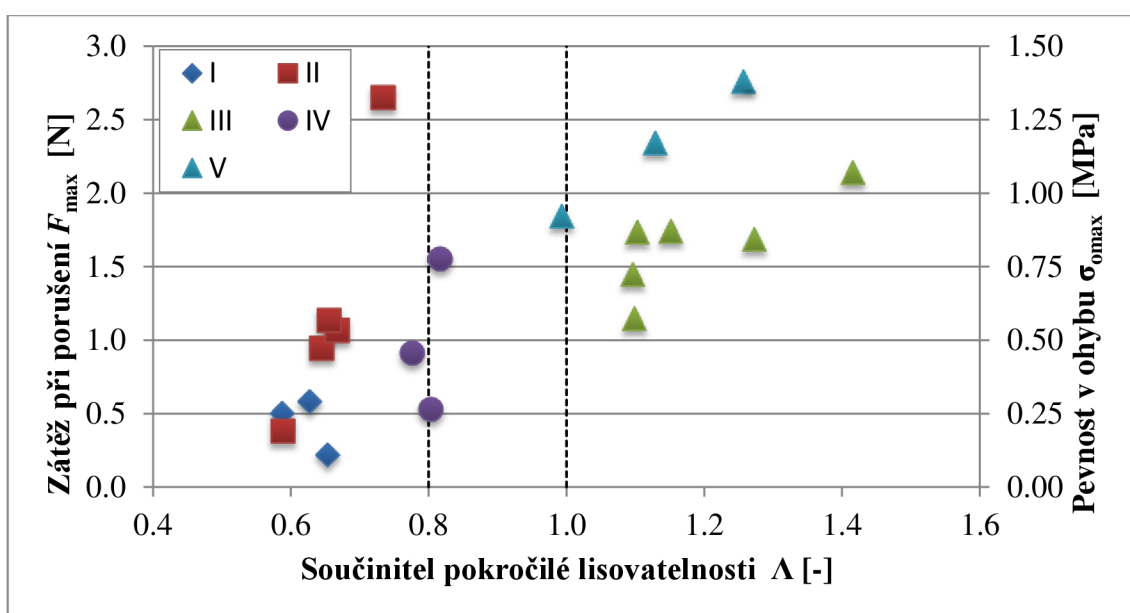


Obr. 48 Korelace hodnot součinitele pokročilé lisovatelnosti a maximální zátěže při smluvní ohybové zkoušce pro různé úpravy prášku KLY87501 a různé lisovací hustoty.

#### Pokročilá lisovatelnost prášku KLY48133

Prášek 48133 je z hlediska pokročilé lisovatelnosti podobný prášku 87501. Úpravy prášku I–II jsou nevhodné pro lisování pro jakékoli nastavení lisovací hustoty; úprava IV je na pomezí nevhodnosti a podmíněné vhodnosti. Vhodné jsou téměř všechny prášky III a V pro výlisky různých středních hustot. Korelace mezi hodnotami součinitele  $\Lambda$  a výsledky zkoušky ohybem je vidět na obr. 49.

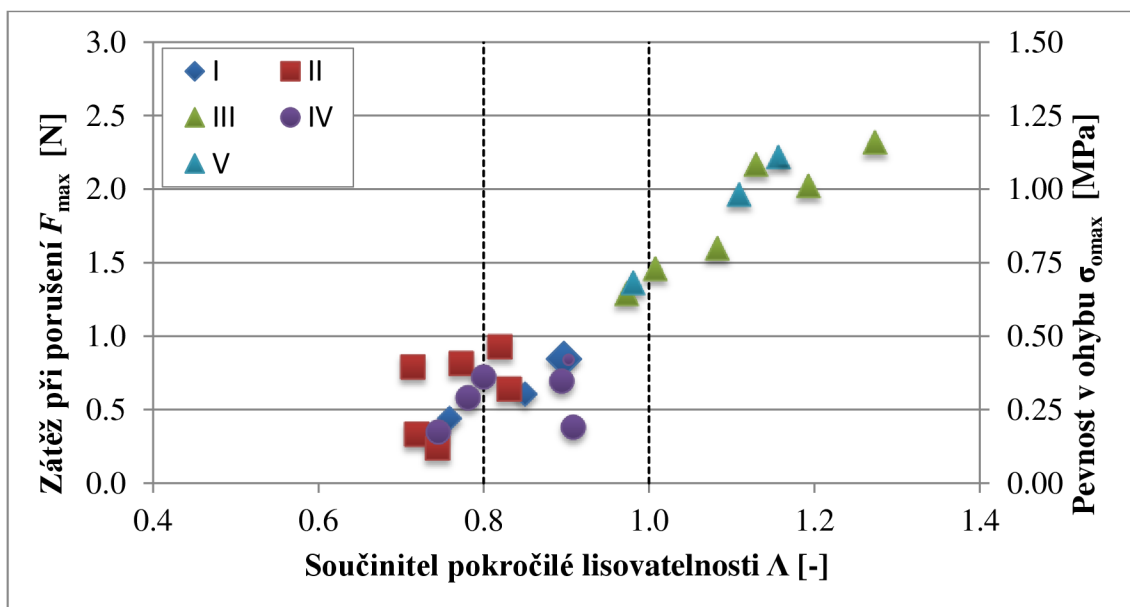




Obr. 49 Korelace hodnot součinitele pokročilé lisovatelnosti a maximální zátěže při smluvní ohybové zkoušce pro různé úpravy prášku KLY48133 a různé lisovací hustoty.

#### Pokročilá lisovatelnost prášku KLY87502

Prášek 87502 je vyroben s jiným typem pojiva, což se viditelně projevuje v hodnotách součinitele pokročilé lisovatelnosti zejména neupraveného prášku (I), viz obr. 50. Prášky úprav I, II a IV jsou z hlediska pokročilé lisovatelnosti pro vyšší lisovací hustoty podmíněně vhodné. Lisovatelnost úprav III a V je podobná jako u ostatních KLY prášků.



Obr. 50 Korelace hodnot součinitele pokročilé lisovatelnosti a maximální zátěže při smluvní ohybové zkoušce pro různé úpravy prášku KLY87502 a různé lisovací hustoty.

### 6.5 Zkušební výrobní dávky jader typu RM

Výsledky smluvní ohybové zkoušky i hodnoty součinitele pokročilé lisovatelnosti ukazovaly na rozdílný vliv jednotlivých úprav prášku na jeho vhodnost pro proces lisování. Účelem bylo ověřit, jak se tyto úpravy projeví ve výrobě jednoho určitého typu jádra (RM) čtyř různých velikostí. Na začátku května 2016 byly známy výsledky výroby dvou typů jader (RM6 a RM14). Celkem bylo plánováno odlisovat, vypálit a nabrousit 12 výrobních dávek jader pro každou ze čtyř velikostí jádra. Použity byly vždy dva různé materiály, tři různé úpravy (I, IIIa, IVa) a dvě různé lisovací hustoty.

#### RM6

Čtyři výrobní dávky z osmi z prášku o úpravách I a IV se nepodařilo vůbec odlisovat; jejich součinitel pokročilé lisovatelnosti se pohyboval hodnotách  $\Lambda < 0,90$ , což odpovídá spodní polovině třídy II. Naopak prášky se součinitelem  $\Lambda > 1,0$  vykazovaly nízký počet vad spojených s výskytem defektů, vyjma vytrženin, které ve vyhodnocování nejsou zahrnuty. Vizualně se jednalo o nejpohlednější jádra s žádnými nebo malými trhlinami. Čtyři dávky o hodnotě  $\Lambda = 0,84-0,93$  vykazovaly pouze drobné trhliny; celkový počet neshodných kusů byl nízký. Průměrný počet jader jedné výrobní dávky činil asi 13 500 ks.

#### RM14

Jádro RM14 má ve srovnání s RM6 větší rozměry a plný střední sloupek, jejich lisování je méně technologicky náročné. Rozdíly se projeví i ve zkušebních výrobních dávkách – na rozdíl od jader RM6 se nepodařila odlisovat pouze 1 výrobní dávka z prášku v úpravě IIIa. Materiál se vyznačoval vysokou adhezí k lisovacímu nástroji, což znemožňovalo plynulý průběh lisování. Všechny ostatní dávky se úspěšně podařilo vyrobit. Průměrná velikost dávky činila 2100 ks. Pět dávek jader z prášku I a IVa z celkových osmi se vyznačovalo nízkou hustotou dna nebo plášťů; riziko vzniku trhlín je zde vyšší. Součinitel pokročilé lisovatelnosti 4 dávek z 5 byl nižší než 0,90; z hlediska pokročilé lisovatelnosti se jedná o prášky spodní oblasti třídy II.

### 6.6 Změna certifikačního formuláře

Získané poznatky byly implementovány do certifikačního formuláře. Namísto anglických termínů byly použity české výrazy podle normy ČSN EN 14232 a ČSN EN ISO 3252 [11, 12]. Některé méně užitečné údaje byly z tab. 5.3 odstraněny a nahrazeny vhodnějšími.

Zrušené parametry:

- sypná hmotnost po setřesení  $\rho_{ss}$ ,
- úhel ukládání při sypání,
- součinitel stlačitelnosti  $\alpha$ ,
- součinitel radiální expanze výlisku  $e_r$ ,
- radiální pevnost  $\sigma_{rad}$ .

Implementované parametry:

- tlak  $p_p$  na nehybný razník,
- rozdíl hustot ve výlisku  $\Delta\rho$ ,
- vyhazovací tlak  $p_e$ ,
- součinitel pokročilé lisovatelnosti  $\Lambda$ ,
- třída pokročilé lisovatelnosti prášku.

## 7 TECHNICKO-EKONOMICKÉ ZHODNOCENÍ

Přesné zhodnocení přínosu nabytých poznatků týkajících se zejména mechanické pevnosti a lisovatelnosti prášků dodavatele KLY pro výrobu je velmi obtížné. Zhodnocení je značně ztíženo širokým sortimentem vyráběných jader v průběhu roku s menší či větší náchylností k tvorbě trhlin nebo jiných vad; přesným ohodnocením ceny vadných jader podle místa vzniku defektu, nebo zahrnutím všech provedených víceprací. Významnou roli znemožňující exaktní vyhodnocení má vliv externích faktorů, které jsou závislé na ročním období (teplota a vlhkost vzduchu na lisovně) a které taktéž ovlivňují lisovatelnost jader.

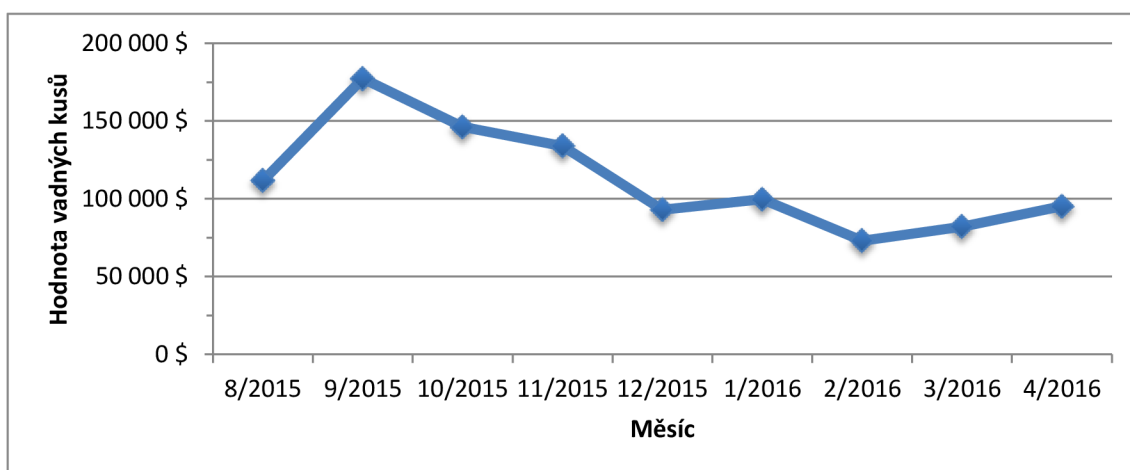
Určitý odhad lze učinit na základě hodnoty vadných výrobků z prášku KLY, na který byl převážně cílen vývoj zkušebních metod. Problémy s lisováním prášku KLY v průběhu druhé poloviny minulého roku narůstaly, přičemž v období září–listopad 2015 dosahovaly vrcholu. *Průměrná hodnota neshodných kusů* vyjádřená v ocenění variabilních nákladů v závislosti na výrobní operaci, při které vznikly, činila v období 8/2015–11/2015 142 315 Kč. *Průměrná hodnotová zmetkovitost*, která zahrnuje kromě hodnoty vadných kusů i vícepráce a finální cenu jádra, dosáhla v tomto období hodnoty 7,06 %. V prosinci 2015 a lednu 2016 se začalo s prvními změnami ve výrobě, které spočívaly zejména v omezování těch úprav prášku, které neměly výraznější vliv na zvýšení mechanické pevnosti KLY materiálů. Průměrná hodnota vadných kusů v těchto dvou měsících poklesla na 96 377 Kč a průměrná hodnotová zmetkovitost činila 6,23 %. Období únor–duben 2016 se vyznačovalo ještě větší důsledností pro úpravy prášku vhodným aditivem a také navýšením průměrné hustoty lisovaných jader. Účinky těchto opatření se již zřetelně projevovaly – průměrná hodnota vadných kusů v tomto období byla 83 458 Kč a hodnotová zmetkovitost činila 3,94 %. Pokles hodnoty neshodných kusů oproti průměru v měsících srpen až listopad 2015 je 41,4 %; pokles hodnotové zmetkovitosti je 44,2 %. Vývoj hodnoty neshodných kusů z materiálu KLY v období 8/2015–4/2016 je na obr. 51.

Úspora variabilních nákladů v období 5 měsíců, během kterých začala být prováděna změnová opatření ve výrobě, činila 268 448 Kč. Odhadovaná úspora v následujících 7 měsících by za předpokladu stejného objemu zakázek a současné průměrné hodnotě neshodných kusů 83 458 Kč dosáhla 412 000 Kč. Odhadovaná roční úspora v důsledku snížení počtu vyrobených neshodných jader je 680 448 Kč.

Je nutno podotknout, že výše zmíněný odhad finanční úspory se týká pouze hodnoty vadných jader (variabilních nákladů), reálný dopad bude zřejmě vyšší v důsledku uvolnění

výrobních kapacit, vyšší životnosti lisovacích nástrojů v důsledku efektivního snižování třecí síly vhodným aditivem, atd.

Snížení počtu neshodných kusů mohlo částečně ovlivnit i zavedení jiného typu pojiva pro některé granuláty KLY, nebo používání nižší teploty při výrobě prášku rozprašovací sušením. Obě změny nastaly ve sledovaném období.

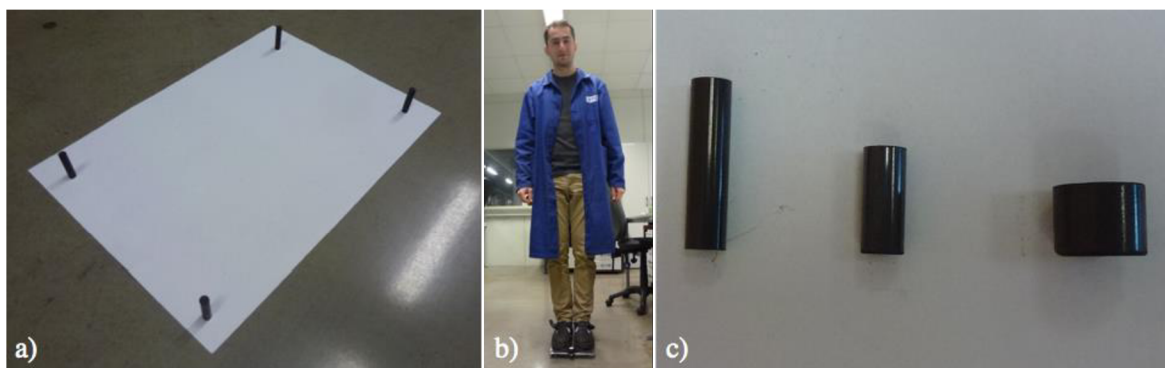


Obr. 51 Hodnota vyrobených neshodných kusů v období srpen 2015 až duben 2016. Hodnota je vyjádřena v ocenění variabilních nákladů v závislosti na výrobní operaci, při které vznikly.

## 8 DISKUZE

PTC osazené novým lisovacím nástrojem menšího průměru vedlo k učinění poznatku o výrazném vlivu různých aditiv na heterogenitu distribuce hustoty. Variabilita hustoty výlisku je z hlediska lisování velmi nežádoucí. Rozdíl hustot spodní a horní části PTC-výlisku (obr. 52c uprostřed) výšky 15 mm a poměru  $H/D = 2,36$  se pohyboval od  $0,09 \text{ g/cm}^3$  až do  $0,25 \text{ g/cm}^3$  za předpokladu lineárního rozdělení hustoty. Za účelem porovnání byla jádra SC5,7 rozřezána na tři díly. Jádra SC5,7 jsou na rozdíl od PTC-výlisků lisována dvojstranným lisováním s NZ uprostřed. Hustota každého ze tří dílů byla určena na kontrolním středisku lisovny; měřena byla vždy dvě jádra stejného vzorku. Poměr poloviny výšky k průměru činí 2,1, distribuce hustoty obou typů jader by proto měla být podobná. Výsledky na SC jádrech potvrdily výrazné rozdíly, které se pohybovaly od  $0,08$  až do  $0,20 \text{ g/cm}^3$  v závislosti na typu úpravy prášku. Šířka tolerančního pole střední hustoty je ve výrobě  $0,06 \text{ g/cm}^3$ . Jádro SC5,7 je na obr. 52c vlevo, vpravo se nachází PTC-výlisek z původního nástroje.

Za účelem ověření reálnosti hodnot axiální pevnosti výlisku v tlaku byl proveden menší experiment. Podle propočtu by zátěž o hmotnosti 75 kg měla ve válcovém výlisku průměru 6,1 mm vyvolat tlakové napětí 25,1 MPa. Průměrná axiální pevnost v tlaku pro PTC výlisk je v závislosti na materiálu 6–9 MPa. Za předpokladu podobných hodnot pevnosti pro SC jádro by již 4 výlisky měly tuto zátěž vydržet, aniž by došlo k porušení. Při zajištění rovnoměrného zatěžování všech čtyř výlisků nedošlo k jejich zničení a experiment proto potvrdil reálnost měřených hodnot. Experimentu je na obr. 52a a 52b.



Obr. 52 Ověření reálnosti získaných hodnot axiální pevnosti v tlaku. a) Rozmístění 4 SC jader, jež budou podrobena zátěži; b) 75 kg zátěž; c) vlevo: jádro SC5,7, uprostřed: současný PTC-výlisek, vpravo: předchozí PTC výlisek.

### 8.1 Návrh na další pokračování

Navržená mechanická zkouška pevnosti jader ohybem ukázala význam úprav prášku jednotlivými aditivy na mechanické vlastnosti výlisku, avšak pro širší používání není především z časových důvodů vhodná. Zdlouhavé jsou především prostoje na kontrolním středisku lisovny. Dalším důvodem je obtížnost zajištění polohy NZ přesně na střed výlisku, což značně ztěžuje objektivní porovnávání různých prášků stejných úprav mezi sebou. Chybí též možnost propojení stávajícího siloměru s PC. Otázkou je i reprodukovatelnost výsledků měření různými operátory vzhledem k nedefinované rychlosti posuvu. Vhodným jádrem by z hlediska efektivity výroby zkušebních těles byly certifikační toroidy; jejich počet by se pouze navýšil, např. na 140 ks oproti původním 120 ks. Potřeba lisování na jiném lisu s jiným nástrojem by odpadla. Zkušební zařízení by mělo umožnit provést zkoušku s přesně definovanou rychlostí deformace s následným přenosem dat do PC kvůli dalšímu zpracování. Moderní univerzální testovací zařízení těmito funkcemi disponují. Typ mechanické zkoušky pevnosti je nutno pečlivě zvážit; pro toroidy připadá v úvahu i tzv. *C-kroužková zkouška* [88].

Zkouška radiální pevnosti v tlaku byla pro nevhodnost zpracování dat softwarem PTC vynechávána. Vzhledem k tomu, že se jedná o nejpoužívanější zkoušku pevnosti výlisků, je vhodné přemýšlet o jejím znovuzavedení v případě, že by byl navržen program, který by z datového výstupu PTC dokázal vyhodnotit pevnost podle vztahu (4.4). Další návrh je zavedení lisování dvou různě vysokých zkušebních těles – nízké pro zkoušku radiální pevnosti v tlaku; vysoké pro zkoušku axiální pevnosti.

Současný systém zkoušky na zařízení PTC umožňuje efektivně zkoumat účinnost tribologických vlastností používaných aditiv. Jednou z možností je zkoumat vhodnost různých typů komerčně dostupných maziv, viz [32, 67, 89].

Posledním návrhem je směřování zkoušek i do oblasti stále více se rozvíjejících numerických simulací. G. R. Klinzing a spol. při studiu vývoje rozložení hustoty a teploty při procesu lisování tablet dochází k závěru, že numerické simulace metodou konečných prvků nabízí unikátní, cenově efektivní nástroj při navrhování a optimalizaci lisovacího procesu [90]. Numerické simulace ve spojení s experimentálním přístupem velmi napomáhají rozvíjet oblast zhutňování prášků [42, 52, 53, 54, 57, 59].

## ZÁVĚR

Předmětem diplomové práce bylo navrhnout, resp. inovovat zkušební metodu mechanických a technologických vlastností feritového prášku, která by umožnila efektivně posuzovat vhodnost nebo nevhodnost daného prášku pro proces jednoosého lisování za studena ve společnosti EPCOS s.r.o. Šumperk.

### MECHANICKÁ ZKOUŠKA

- Zavedena byla smluvní mechanická zkouška pevnosti v ohybu. Dle požadavků střediska lisovny bylo zvoleno zkušební těleso SC5,7 válcového tvaru, které má velký obsah pláště vůči objemu tělesa díky vysokém poměru výšky výlisku k jeho průměru ( $H/D = 4,1$ ).
- Lisování zkušebního tělesa probíhá v axiálním směru technikou dvojstranného lisování na mechanickém lisu, tím je ve výlisku dosaženo značně heterogenní distribuce napětí a hustoty v axiálním směru. Poloha neutrální zóny výlisku je operátorem lisu nastavena na střed. Standardně jsou lisována tělesa se střední hustotou  $3,00 \text{ g/cm}^3$  a šířkou tolerančního pole  $0,04 \text{ g/cm}^3$ .
- Zkušební zařízení sestává ze siloměru opatřeného hrotem a tvarového držáku, který slouží pro vetknutí zkušebního tělesa. Zátěž realizuje operátor ručním posuvem výlisku vzhledem k hrotu siloměru, údaje o velikosti síly při porušení tělesa zaznamenává do PC, ve kterém proběhne vyhodnocení průměrné pevnosti v ohybu. Počet zkušebních vzorků je 40 ks.

### ZKOUŠKA NA POWDER TESTING CENTER

- Zkušební metoda mechanických a technologických vlastností prášku na instrumentovaném lisovacím zařízení PTC byla podrobena analýze, na jejímž základě byly oproti původnímu nastavení provedeny následující změny:
  - osazení zařízení lisovacím nástrojem menšího průměru ( $\varnothing 6,35 \text{ mm}$ ) za účelem lisování vzorků s větším poměrem výšky k průměru,
  - lisování vzorků s větší a konstantní výškou nezávislou na lisovací hustotě,
  - zkrácení postupu měření díky vynechání první části měření,
  - navýšení počtu vzorků pro axiální zkoušku pevnosti z jednoho na dva kusy,



- pozastavení zkoušky radiální pevnosti z důvodu chybného vyhodnocování této pevnosti softwarem PTC. Opětovně zavedena bude po vytvoření software, který pevnost umožní vyhodnocovat dle vztahu (4.4),
- modifikace PTC přílohy certifikačního formuláře prášku – zrušeny byly parametry s nízkou vypovídací hodnotou, implementovány parametry nové,
- definování pojmu pokročilá lisovatelnost prášku a její rozdělení do tří tříd,
- zavedení součinitele pokročilé lisovatelnosti  $\Lambda$  jako součtu čtyř normovaných technologických parametrů (součinitel kluznosti prášku, součinitel kohezivitu výlisku, součinitel síly výhozu a tlak na nehybný razník). Součinitel  $\Lambda$  koreluje s hodnotami pevnosti výlisku v ohybu a je vhodným parametrem pro popis vhodnosti prášku pro proces lisování.

#### VÝSTUPY OBOU ZKUŠEBNÍCH METOD

- Obě zkušební metody byly použity k vyhodnocení vlastností čtyř různých prášků dvou dodavatelů (KLY a XIA) a různých úprav. Výsledky ukázaly, že:
  - tvary s velkým poměrem H/D jsou výrazně ovlivněny třením prášku o stěnu matrice, což vede k výraznému úbytku axiálního tlaku  $p_x$ . Výroba nedefektních jader tohoto typu nebo jejich částí je značně obtížná.
  - různé úpravy mají rozdílný vliv na snížení velikosti třecích sil, homogenitu rozdělení hustoty ve výlisku a pevnost výlisku v tlaku,
  - výrazný vliv úprav na pevnost výlisků v ohybu. Vliv některých úprav je rozdílný pro prášky XIA a KLY.
- Výsledky zkoušek byly podkladem pro změnu doporučených úprav prášku před procesem lisování a pro zavedení vyšších lisovacích hustot jader z materiálu KLY.
- Zkušební výrobní dávky jader typu RM až na výjimky potvrdily poznatky získané z obou zkušebních metod – výlisky o nižších lisovacích hustotách a nízké hodnotě součinitele tření  $\Lambda$  nebyly vhodné pro lisování zejména jádra RM6.
- Postupnou implementací změn se podařilo snížit počet vyráběných neshodných kusů. Průměrná hodnota neshodných kusů v období 2/2016 – 4/2016 poklesla o více než 40 % oproti období 8/2015 – 11/2015. Odhadovaná roční úspora v důsledku snížení počtu vyrobených neshodných jader činí 680 448 Kč.

**SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ**

1. CHANG, Isaac a Yuyuan ZHAO. *Advances in powder metallurgy: properties, processing and applications*. 1st pub. Cambridge: Woodhead Publishing, 2013. ISBN 978-0-85709-420-9.
2. IMANAKA, Yoshihiko. *Advanced ceramic technologies & products*. Tokyo: Springer, c2012. ISBN 978-4-431-53913-1.
3. SOFT FERRITES: A User's Guide [online]. Chicago: Magnetic Materials Producers Association, 1997 [cit. 2016-05-18]. Dostupné z: <http://www.magneticsgroup.com/pdf/mmpa%20SFG-98.pdf>.
4. EPCOS s.r.o., *Představení společnosti EPCOS s.r.o. Šumperk – prezentační plakát*. Šumperk: EPCOS s.r.o., 2013.
5. CARTER, C. Barry a M. Grant NORTON. *Ceramic materials: science and engineering*. 2nd ed. New York: Springer, c2013. ISBN 978-1-4614-3522-8.
6. SKOTNICOVÁ, Kateřina a Miroslav KURSA. *Prášková metalurgie: studijní opora*. Vyd. 1. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2014. ISBN 978-80-248-3596-9.
7. THÜMMLER, Fritz a R OBERACKER. INSTITUTE OF MATERIALS (GREAT BRITAIN). *An introduction to powder metallurgy*. Institute of Materials, 1993. ISBN 090171626X.
8. Production of Sintered Components: *Höganäs Handbook for Sintered Components*. Höganäs AB. Sweden, 2013 [cit. 2016-05-18]. Dostupné z: [https://www.hoganas.com/globalassets/media/sharepoint-documents/HandbooksAllDocuments/Handbook2\\_Production\\_of\\_Sintered\\_Components\\_December\\_2013\\_0675HOG\\_interactive.pdf](https://www.hoganas.com/globalassets/media/sharepoint-documents/HandbooksAllDocuments/Handbook2_Production_of_Sintered_Components_December_2013_0675HOG_interactive.pdf).
9. STIJNTJES, Th. G. W. et al. Processing and crackformation of manganese zinc ferrous ferrites and MgZn-Ferrite. In: Ferrites: Proceedings of the ICF 6. Tokyo, Japan: *The Japan Society of Powder and Powder Metallurgy Conference*, 1992, s. 45-52.
10. GARNER, S., E. RUIZ, J. STRONG a A. ZAVALIANGOS. Mechanisms of crack formation in die compacted powders during unloading and ejection: An experimental and modeling comparison between standard straight and tapered dies. *Powder Technology*. Elsevier B.V, 1409, **264**, 114-127.
11. ČSN EN ISO 3252. *Prášková metalurgie - Slovník*. Praha: Český normalizační institut, 2001.
12. ČSN EN 14232. *Speciální technická keramika - Termíny, definice a zkratky*. Praha: ÚNMZ, 2009.
13. ČSN P CEN/TR 13233. *Speciální technická keramika - Definice a značky*. Praha: Český normalizační institut, 2008.
14. Výroční zpráva 2015 [online]. Šumperk: EPCOS, 2015, 36 stran [cit. 2016-05-20]. Dostupné také z: <https://or.justice.cz/ias/ui/vypis-sl-detail?dokument=39635197&subjektId=224766&spis=838094>.

15. EPCOS s.r.o., *ECHO – interní časopis společnosti EPCOS s.r.o. Šumperk*. Šumperk: EPCOS s.r.o., únor 2016.
16. EPCOS s.r.o., *Představení výrobků EPCOS s.r.o. Šumperk – prezentační plakát*. Šumperk: EPCOS s.r.o., 2014.
17. EPCOS s.r.o., *Pressverfahren und Maschinenfunktionen - Příručka lisaře*. Šumperk: EPCOS s.r.o.
18. RICHA S., B. C. YADAV: Ferrite Materials: Introduction, Synthesis Techniques, and Applications as Sensors, *International Journal of Green Nanotechnology*. 2012, 4:2, 141-154.
19. DONG L. et al., MnZn power ferrite with high Bs and low core loss, *Ceramics International*, Volume 42, Issue 7, 15 May 2016, Pages 9152-9156.
20. KOGIAS, G., V. TSAKALOUDI, P. VAN DER VALK a V. ZASPALIS. Improvement of the properties of MnZn ferrite power cores through improvements on the microstructure of the compacts. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. Elsevier B.V, 1201, **324**(2), 235-241.
21. EPCOS s.r.o., *Zpravodaj EPCOS s.r.o. – interní časopis společnosti EPCOS s.r.o. Šumperk*. Šumperk: EPCOS s.r.o., únor 2009.
22. DING, J., MIAO, W.F., MCCORMICK, P.G., STREET, R., High-coercivity ferrite magnets prepared by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 1998, 281, pp. 32-36.
23. NOWOSIELSKI, R., BABILAS, R., WRONA, J., Microstructure and magnetic properties of commercial barium ferrite powders. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. vol. 20, 2007, issues 1-2. pp. 307-310.
24. NOWOSIELSKI, R., BABILAS, R., DERCZ, G., PAJAŁ, L., Microstructure of composite material with powders of barium ferrite, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 2006, 17, pp. 117-120.
25. EPCOS s.r.o., *Zpravodaj EPCOS s.r.o. – interní časopis společnosti EPCOS s.r.o. Šumperk*. Šumperk: EPCOS s.r.o., prosinec 2008.
26. HUMÁR, Anton. *Materiály pro řezné nástroje*. MM Publishing, 2008. ISBN 978-80-254-2250-2.
27. EPCOS s.r.o., *Zpravodaj EPCOS s.r.o. – interní časopis společnosti EPCOS s.r.o. Šumperk*. Šumperk: EPCOS s.r.o., srpen 2008.
28. KONRÁD, P. *Optimization of binders system for improving core pressability: Project*. EPCOS s.r.o. Šumperk, 2016.
29. BAKLOUTI, S., J. BOUAZIZ, T. CHARTIER a J. F. BAUMARD. Binder burnout and evolution of the mechanical strength of dry-pressed ceramics containing poly(vinyl alcohol). *Journal of the European Ceramic Society*. Elsevier Ltd, 2001, **21**(8), 1087-1092.
30. ÖZKAN, Necati a Brian J. BRISCOE. Characterization of die-pressed green compacts. *Journal of the European Ceramic Society*. Elsevier Ltd, 1997, **17**(5), 697-711.

31. TRUNEC, Martin. *Termoplastické tvarování pokročilé keramiky: Thermoplastic shaping of advanced ceramics : zkrácená verze habilitační práce*. Brno: VUTIUM, 2006. ISBN 80-214-3184-9.
32. HANEJKO, F.. Single press/single sinter solutions to high density. *Powder Metallurgy*. 2010, **53**(2), 100-102.
33. ROMANOVSKIJ, V. P. *Příručka pro lisování za studena*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1959. Řada strojírenské literatury.
34. EPCOS s.r.o., *Zpravodaj EPCOS s.r.o. – interní časopis společnosti EPCOS s.r.o. Šumperk*. Šumperk: EPCOS s.r.o., leden 2009.
35. EPCOS s.r.o., *DORST TPA kurs: Funkční princip lisu TPA s excentrickým pohonem*. Šumperk: EPCOS s.r.o.
36. ÜRBACHER, Ivan, Karel MACEK a Josef STEIDL. *Lexikon technických materiálů se zahraničními ekvivalenty: kovy, plasty, keramika, kompozity : základní dílo : aktuální stav říjen 2001 - včetně 13. doplňků*. Praha: Odborné nakladatelství technické literatury, c2001. ISBN 80-86229-02-5.
37. Tungsten Carbide Grades. In: HARTMETALL-GESELLSCHAFT [online]. [cit. 2016-05-19]. Dostupné z: <https://www.hmtg.de/en/information/grades.hartmetall>.
38. Dragoun, Filip <[filip.dragoun@epcos.com](mailto:filip.dragoun@epcos.com)>. E-mailová korespondence: *Část k výrobním procesům po výpalu jádra - popis k DP* [online], 2016-04-14 13:36. [cit. 2016-05-21].
39. EPCOS s.r.o., *DORST TPA kurs: Funkční princip lisu TPA s excentrickým pohonem*. Šumperk: EPCOS s.r.o.
40. ČSN EN 725-9. *Speciální technická keramika - Zkušební metody pro keramické prášky - Část 9: Stanovení sypané hmotnosti*. Praha: Český normalizační institut, 2006.
41. ČSN EN 725-8. *Speciální technická keramika - Zkušební metody pro keramické prášky - Část 8: Stanovení sypané hmotnosti po setřesení*. Praha: Český normalizační institut, 2006.
42. WU, C.-Y., O.M. RUDDY, A.C. BENTHAM, B.C. HANCOCK, S.M. BEST a J.A. ELLIOTT. Modelling the mechanical behaviour of pharmaceutical powders during compaction. *Powder Technology*. Elsevier B.V, 2005, **152**(1), 107-117.
43. Biplob M., J. Hilden, J. D. Litster, Compaction mechanics of plastically deformable dry granules, *Powder Technology*, Volume 291, April 2016, Pages 328-336.
44. KWON, P. *Powder Metallurgy P/M*. In: Michigan State University: College of Engineering [online]. [cit. 2016-05-22]. Dostupné z: <http://www.egr.msu.edu/~pkwon/me478/powder.pdf>.
45. TURENNE, S., C. GODÈRE a Y. THOMAS. Evaluation of friction conditions in powder compaction for admixed and die wall lubrication. *Powder Metallurgy*. 1999, **42**(3), 263-268.
46. MICHRAFY, A., M.S. KADIRI a J.A. DODDS. Wall Friction and its Effects on the Density Distribution in the Compaction of Pharmaceutical Excipients. *Chemical Engineering Research and Design*. Elsevier B.V, 2003, **81**(8), 946-952.

47. GASIOREK, S., K.Z. KORCZAK a K.K. KAMINSKI. *Compressibility of metal powders*. Cleveland.
48. AZHDAR, Bruska. *Novel Technique to Improve High-Velocity Cold Compaction* [online]. Stockholm, 2006 [cit. 2016-05-18]. Dostupné z: [https://www.researchgate.net/publication/265040927\\_Novel\\_Technique\\_to\\_Improve\\_High-Velocity\\_Cold\\_Compaction\\_Processing\\_of\\_Polymer\\_Powders\\_and\\_Polymer-Based\\_Nanocomposite\\_High\\_Performance\\_Components](https://www.researchgate.net/publication/265040927_Novel_Technique_to_Improve_High-Velocity_Cold_Compaction_Processing_of_Polymer_Powders_and_Polymer-Based_Nanocomposite_High_Performance_Components). Doctoral Thesis. KTH Chemical Science and Engineering. Vedoucí práce Bengt Stenberg.
49. KZK POWDER TECH CORP. *Powder Testing Center model PTC-04DT – User's Manual V-37*. Monkton, USA: KZK Powder Tech Corp., ©2015.
50. HOLZ, D., P. VAN DER VALK, G. KOGIAS, E. ELEFThERIOU a V. ZASPALIS. Industrial Quantitative Control of the Pressing Behavior of Spray-Dried MnZn-Ferrite Granules. *Journal of the American Ceramic Society*. Malden, USA: Blackwell Publishing Inc, 0706, **90**(6), 1780-1786.
51. Brian J. a Necati ÖZKAN. Compaction behaviour of agglomerated alumina powders. *Powder Technology*. Elsevier B.V, 1997, **90**(3), 195-203.
52. PÉREZ-FOGUET, A., A. RODRÍGUEZ-FERRAN a A. HUERTA. Efficient and accurate approach for powder compaction problems. *Computational Mechanics*. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 0302n. l., **30**(3), 220-234.
53. FALGON, D. et al. Identification procedure of a hardening law for powder compaction. *Powder Technology*. Elsevier B.V, 2005, **157**(1), 183-190.
54. HERNANDEZ, J A, J OLIVER, J C CANTE a R WEYLER. Finite element modelling of ejection cracks in powder metallurgy die compaction processes: case study. *Powder Metallurgy*. 1202, **55**(1), 36-44.
55. KORACHKIN, D., D. T. GETHIN, R. W. LEWIS, J. H. TWEED a D. M. M. GUYONCOURT. Measurement of Young's modulus and tensile failure properties of green powder compacts. *Powder Metallurgy*. 2008, **51**(2), 150-159.
56. SINKA, I.C., F. MOTAZEDIAN, A.C.F. COCKS a K.G. PITT. The effect of processing parameters on pharmaceutical tablet properties. *Powder Technology*. Elsevier B.V, 2009, **189**(2), 276-284.
57. KHOEI, A.R., S.O.R. BIABANAKI a S.M. PARVANEH. Dynamic modeling of powder compaction processes via a simple contact algorithm. *International Journal of Mechanical Sciences*. Elsevier Ltd, 1211, **64**(1), 196-210.
58. LI, Y.Y, T.L NGAI, D.T ZHANG, Y LONG a W XIA. Effect of die wall lubrication on warm compaction powder metallurgy. *Journal of Materials Processing Tech*. Elsevier B.V, 2002, **129**(1), 354-358.
59. GROENENBOOM, Paul et al. *Numerical simulation of powder metal forming process using the SPH Method*. ESI [online]. France: ESI Group, 2013 [cit. 2016-05-18]. Dostupné z: <https://www.esi-group.com/resources/technical-paper/numerical-simulation-powder-metal-forming-process-using-sph-method>.

60. VAN DER VOORT MAARSCHALK, K., K. ZUURMAN, H. VROMANS, G.K. BOLHUIS a C.F. LERK. Stress relaxation of compacts produced from viscoelastic materials. *International Journal of Pharmaceutics*. Elsevier B.V, 1997, **151**(1), 27-34.
61. LONG, W. M., Radial pressures in powder compaction. *Powder Metallurgy*. 2014, **3**(6), 73-86.
62. ČSN EN 843-6. Speciální technická keramika - Mechanické vlastnosti monolitické keramiky při pokojové teplotě - Část 6: Návod pro fraktografické stanovení. Praha: Český normalizační institut, 2010.
63. EPCOS s.r.o., *Divizní výrobní směrnice FERDIV-F3506-X000-23-CZ00 – vzhledové vady feritových jader*. Šumperk: EPCOS s.r.o., 2015.
64. SARKAR, S., S. M. OOI, C. V. LIEW a P. W. S. HENG. Influence of Rate of Force Application During Compression on Tablet Capping. *Journal of Pharmaceutical Sciences*. 1504, **104**(4), 1319-1327.
65. GASIOREK, S., K.Z. KORCZAK. Cohesiveness of a compact. *Advances in Powder Metallurgy*, Vol. 2, 1990.
66. EPCOS s.r.o., *Výrobní směrnice FERSMP-F0506-X000-10-CZ00 – Technologie úpravy granulátu*. Šumperk: EPCOS s.r.o., 2015.
67. PARIS, V., Y. THOMAS a S. ST-LAURENT. High Performance Lubricants for Conventional Medium Density Compaction. Rio Tinto. PM2012 Powder Metallurgy World Congress Yokohama, 2012 [cit. 2016-05-18]. Dostupné z: <http://qmp-powders.com/wp-content/uploads/pdfs/technical-papers/2012-High-Performance-Lubricants-for-Conventional-Medium-Density-Compaction.pdf>.
68. JAIN, S., Mechanical properties of powders for compaction and tableting: an overview. *Pharmaceutical Science & Technology Today*. Elsevier B.V, 1999, **2**(1), 20-31.
69. AMORÓS, J.L., V. CANTAVELLA, J.C. JARQUE a C. FELÍU. Green strength testing of pressed compacts: An analysis of the different methods. *Journal of the European Ceramic Society*. Elsevier Ltd, 2008, **28**(4), 701-710.
70. STANLEY, Peter. Mechanical strength testing of compacted powders. *International Journal of Pharmaceutics*. Elsevier B.V, 2001, **227**(1), 27-38.
71. WESTERHEIDE, R., K.A. DRÜSEDAU, T. HOLLSTEIN, T. SCHWICKERT a H. ZIPSE. Advances in characterisation of machined green compacts. *Journal of the European Ceramic Society*. Elsevier Ltd, 1997, **17**(2), 467-472.
72. BORTZMEYER, D., G. LANGGUTH a G. ORANGE. Fracture mechanics of green products. *Journal of the European Ceramic Society*. Elsevier Ltd, 1993, **11**(1), 9-16.
73. ČSN EN 843-5. Speciální technická keramika - Mechanické vlastnosti monolitické keramiky při pokojové teplotě - Část 5: Statistická analýza. Praha: Český normalizační institut, 2007.
74. MAZEL, V., H. DIARRA, V. BUSIGNIES a P. TCHORELOFF. Comparison of different failure tests for pharmaceutical tablets: Applicability of the Drucker-Prager failure criterion. *Int. Journal of Pharmaceutics*. Elsevier B.V, 2014, 470(1-2), 63-69.

75. ČSN EN 23995. *Kovové prášky. Stanovení pevnosti v ohybu vylisků s pravoúhlým průřezem (ISO 3995:1985)*. Praha: Český normalizační institut, 1995.
76. ČSN EN 843-1. *Speciální technická keramika - Mechanické vlastnosti monolitické keramiky při pokojové teplotě - Část 1: Stanovení pevnosti v ohybu*. Praha: Český normalizační institut, 2007.
77. ČSN EN 843-2. *Speciální technická keramika - Mechanické vlastnosti monolitické keramiky při pokojové teplotě - Část 2: Stanovení Youngova modulu, modulu pružnosti ve smyku a Poissonova poměru*. Praha: Český normalizační institut, 2007.
78. ČSN EN ISO 3325. *Spékané kovové materiály mimo slinuté karbidy - Stanovení pevnosti v ohybu*. Praha: Český normalizační institut, 2000.
79. TIMOSHENKO, S.P. a J.N. GOODIER, *Theory of Elasticity*, McGraw-Hill, New York, 1970.
80. FELL, J. T. and NEWTON, J. M. (1970), Determination of tablet strength by the diametral-compression test. *J. Pharm. Sci.*, 59: 688–691.
81. DOBROVOLNÝ, Bohumil. *Pružnost a pevnost: Technická nauka o pružnosti a pevnosti*. Sv. 6. Praha: Ústav pro učební pomůcky průmyslových. a odborných škol, 1944.
82. JANÍČEK, Přemysl. *Mechanika těles: pružnost a pevnost I*. Brno: CERM, 2004. ISBN 80-214-2592-X.
83. ČSN EN 843-4. *Speciální technická keramika - Monolitická keramika - Mechanické vlastnosti při pokojové teplotě - Část 4: Povrchové zkoušky tvrdosti podle Vickerse, Knoop a Rockwella*. Praha: Český normalizační institut, 2005.
84. EPCOS s.r.o., *Divizní výrobní směrnice FERDIV-F0529-X000-01-CZ00 – Kontrola zbytkové vlhkosti granulátu*. Šumperk: EPCOS s.r.o., 2015.
85. EPCOS s.r.o., *Divizní výrobní směrnice FERDIV-F0533-X000-02-CZ00 – Kontrola obsahu pojiv v hotovém granulátu*. Šumperk: EPCOS s.r.o., 2015.
86. BEDNÁŘ, Josef. *Aplikovaná statistika v průmyslu: vzdělávací a tréninkový modul*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2012.
87. ČSN EN ISO 3927. *Kovové prášky s výjimkou prášků pro tvrdokovy - Stanovení lisovatelnosti při jednoosém tlaku*. Česko: ÚNZM, 2011.
88. ČSN EN 843-7. *Speciální technická keramika - Mechanické vlastnosti monolitické keramiky při pokojové teplotě - Část 7: C-kroužkové zkoušky*. Praha: Český normalizační institut, 2010.
89. VIETH, S., M. UHLMANN, U. KLEMM a F.-D. BÖRNER. The influence of lubricants on uniaxial dry pressing of silanised silicon nitride powder. *Journal of the European Ceramic Society*. Elsevier Ltd, 2005, **25**(15), 3509-3515.
90. KLINZING, G. R., A. ZAVALIANGOS, J. CUNNINGHAM, T. MASCARO a D. WINSTEAD. Temperature and density evolution during compaction of a capsule shaped tablet. *Computers and Chemical Engineering*. Elsevier Ltd, 2010, **34**(7), 1082-1091.

## SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

Zkratka	Jednotka	Popis
<b>CIP</b>	[-]	izostatické lisování za studena
<b>HIP</b>	[-]	žárové izostatické lisování / izostatické lisování za tepla
<b>HP</b>	[-]	jednoosé žárové lisování / lisování za horka
<b>IM</b>	[-]	injekční vstřikování
<b>KLY</b>	[-]	označení dodavatele feritového prášku pro EPCOS s.r.o.
<b>MAG</b>	[-]	divize výroby magneticky měkkých feritů v EPCOS s.r.o.
<b>PEG</b>	[-]	plastifikátor polyethylenglykol
<b>PM</b>	[-]	prášková metalurgie
<b>PPD</b>	[-]	divize výroby pozistorů v EPCOS s.r.o.
<b>PTC</b>	[-]	zkušební instrumentovaný lis Powder Testing Center
<b>PVA</b>	[-]	pojivo polyvinylalkohol
<b>SK</b>	[-]	slinutý karbid
<b>XIA</b>	[-]	označení dodavatele feritového prášku pro EPCOS s.r.o.

Symbol	Jednotka	Popis
<b>A</b>	[mm <sup>2</sup> ]	plocha průřezu výlisku
<b>C</b>	[-]	součinitel kohezivity výlisku
<b>D<sub>0</sub></b>	[mm]	průměr matrice, průměr výlisku v matrici
<b>D</b>	[mm]	průměr výlisku po výhozu
<b>F</b>	[N]	zátěžná síla
<b>F<sub>0</sub></b>	[N]	lisovací síla
<b>F<sub>max</sub></b>	[N]	zátěžná síla při porušení výlisku
<b>F<sub>p</sub></b>	[N]	síla na nehybném razníku
<b>F<sub>r</sub></b>	[N]	radiální síla působící na stěnu matrice
<b>F<sub>t</sub></b>	[N]	třecí síla prášku o stěnu matrice
<b>H</b>	[mm]	výška výlisku po výhozu
<b>H<sub>0</sub></b>	[mm]	výška výlisku v matrici
<b>J</b>	[mm <sup>4</sup> ]	kvadratický moment průřezu okolo neutrální osy
<b>M<sub>0</sub></b>	[N.m]	ohybový moment vnějších sil



<b>Ra</b>	[ $\mu\text{m}$ ]	střední aritmetická úchylka profilu
<b>S</b>	[mm]	obvod průřezu výlisku
<b>W<sub>o</sub></b>	[mm <sup>3</sup> ]	průřezový modul v ohybu
<b>a</b>	[mm]	vzdálenost spodních podpěr při 3- a 4-bodové ohybové zkoušce
<b>b</b>	[mm]	šířka výlisku
<b>c</b>	[mm]	vzdálenost zátěžných válců při 4-bodové ohybové zkoušce
<b>e<sub>a</sub></b>	[-]	součinitel axiální expanze výlisku
<b>e<sub>r</sub></b>	[-]	součinitel radiální expanze výlisku
<b>h</b>	[mm]	výška výlisku ve vyšetřovaném místě
<b>k</b>	[-]	poměr přenosu napětí práškem v radiálním a axiálním směru
<b>l</b>	[mm]	vzdálenost působíště síly od místa vetknutí
<b>p</b>	[MPa]	tlak
<b>p<sub>0</sub></b>	[MPa]	lisovací tlak, tlak aplikovaný na lisovací razník
<b>p<sub>a</sub></b>	[MPa]	atmosférický tlak (0,101325 MPa)
<b>p<sub>izo</sub></b>	[MPa]	izostatický tlak
<b>p<sub>e</sub></b>	[MPa]	vyhazovací tlak, tlak potřebný pro vytlačení výlisku z matrice
<b>p<sub>p</sub></b>	[MPa]	tlak na nehybný razník
<b>p<sub>r</sub></b>	[MPa]	radiální tlak působící na stěnu matrice
<b>p<sub>x</sub></b>	[MPa]	axiální tlak působící na průřez ve vzdálenosti x od lisovacího razníku
<b>t</b>	[mm]	tloušťka výlisku
<b>x</b>	[mm]	vertikální vzdálenost od lisovacího razníku
<b><math>\Lambda</math></b>	[-]	součinitel pokročilé lisovatelnosti
<b><math>\phi</math></b>	[%]	vlhkost prášku
<b><math>\alpha</math></b>	[-]	součinitel stlačitelnosti prášku
<b><math>\beta</math></b>	[°]	úhel charakterizující poměr přenosu radiálního a axiálního tlaku práškem; úhel ukládání při sypání
<b><math>\eta</math></b>	[-]	součinitel kluznosti prášku
<b><math>\kappa</math></b>	[%]	hmotnostní obsah pojiv v prášku
<b><math>\mu</math></b>	[-]	součinitel tření prášku
<b><math>\rho_p</math></b>	[g/cm <sup>3</sup> ]	průměrná hustota výlisku v matrici
<b><math>\rho_{po}</math></b>	[g/cm <sup>3</sup> ]	průměrná hustota výlisku po výhozu

$\rho_{pr}$	[g/cm <sup>3</sup> ]	relativní průměrná hustota výlisku v matrici
$\rho_s$	[g/cm <sup>3</sup> ]	sypná hmotnost prášku / objemová hmotnost
$\rho_{sr}$	[g/cm <sup>3</sup> ]	relativní sypná hmotnost prášku
$\rho_{ss}$	[g/cm <sup>3</sup> ]	hmotnost prášku po setřesení
$\rho_x$	[g/cm <sup>3</sup> ]	hustota průřezu výlisku ve vzdálenosti x od lisovacího razníku
$\rho_t$	[g/cm <sup>3</sup> ]	teoretická hustota prášku
$\sigma_{3B}$	[MPa]	pevnost výlisku v ohybu při tříbodové zkoušce
$\sigma_{4B}$	[MPa]	pevnost výlisku v ohybu při čtyřbodové zkoušce
$\sigma_{ax}$	[MPa]	pevnost výlisku v axiálním tlaku / axiální pevnost
$\sigma_{omax}$	[MPa]	pevnost výlisku v ohybu
$\sigma_{rad}$	[MPa]	radiální pevnost výlisku měřená PTC
$\sigma_t$	[MPa]	pevnost výlisku v radiálním tlaku / příčném tahu
$\sigma_x$	[MPa]	napětí v průřezu výlisku ve vzdálenosti x od lisovacího razníku

## SEZNAM PŘÍLOH A VÝKRESŮ

### Seznam příloh

1. Certifikační formulář prášku, část 1 a část 2.
2. Výsledky smluvní mechanické zkoušky pevnosti výlisku v ohybu pro varianty úprav prášku IIb, IIIb a IVb.
3. Struktura povrchu výlisků KLY87501 varianty I, IIb, IIIb a IVb a průměrné lisovací hustoty  $3,00 \text{ g/cm}^3$  pod optickým mikroskopem.
4. PTC parametry charakterizující pokročilou lisovatelnost 4 šarží feritového prášku v úpravě I–V. Průměrná hustota výlisku v matrici je  $3,25 \text{ g/cm}^3$ .

### Seznam výkresů

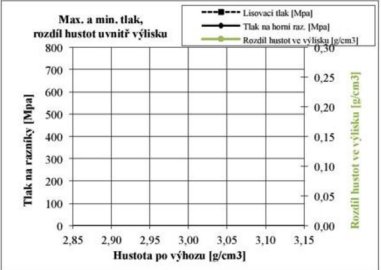
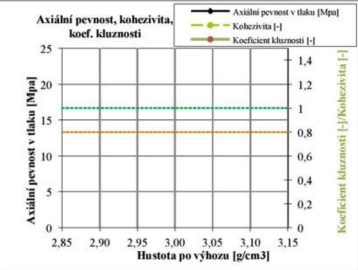
- |    |                          |                         |
|----|--------------------------|-------------------------|
| 1. | Certifikační toroid R34. | C61020-A0045-C014-01-06 |
| 2. | Lisovací nástroj pro PTC | 04862593                |

# PŘÍLOHA 1

Certifikační formulář prášku, část první.

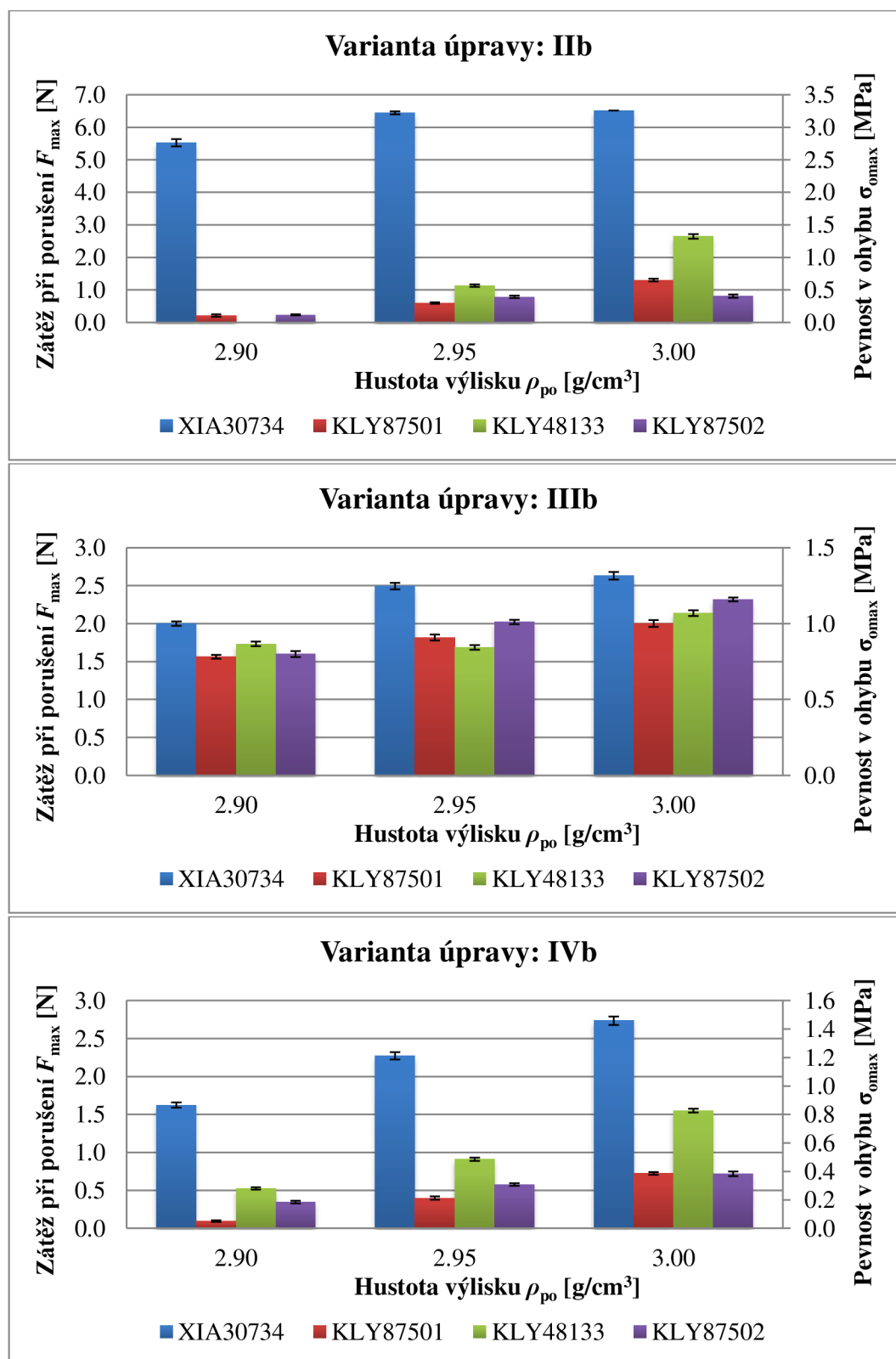
<b>CERTIFIKACE GRANULÁTŮ</b>														
Kód: 34056875		Podávatel: EIPL			TDK divize: N87 HZS									
Materiál: N87 HZS - R34		Datum:			TDK seriál:									
Série:		Měsíc/Jahr:			Výpal:									
Výkres č.: C61020A45C14		Typ jader: R34			Prog. výpal:									
					Stav doručení									
Vydáno:					Datum/Podpis:									
Spec. vydání:					Datum/Podpis:									
MD uvolnění:					Datum/Podpis:									
<b>Složení</b>														
	Fe2O3	MnO	ZnO	CaO	Nb2O5	V2O5	SiO2	ppm						
Hor.Limit	mol%	mol%	mol%	wt%	wt%	wt%	wt%							
Cíl														
Dol.Limit														
Naměř.														
<b>Vyhodnocení</b>														
<b>Kvalifikace testů jader</b>			<b>Parametry granulovaného prášku</b>							<b>Distribuce částic</b>				
2 Wind	AL	μi	Vlastnost	Obsah	Tekutost	Obj.	Obj.hm	Rozdil						
2.62mA	10kHz	10kHz	pojiva	[wt%]	[s]	hmotnost	>315μm	frakci						
Hor.Limit	3488	2750	Hor.Limit	1,20	69	1,48		0,30						
Cíl	2790	2200	Cíl	1,00		0,00								
Dol.Limit	2093	1650	Dol.Limit	0,90		1,39	1,15							
1			Naměř.											
2			Frakce	<45μm	45-80	80-160	160-250	>315μm						
3			Hor.Limit	2,00	10,00			7,00						
4			Dol.Limit	0,50				1,00						
5			Naměř. [wt%]											
6			Hor.Limit											
7			Dol.Limit											
8			Obj.hm [g/cm3]											
9														
10														
11														
12			<b>Lisování/Vypalování</b>				<b>Mechanické vlastnosti</b>							
13			Vlastnost	Hustota	D	m green	ztrát	Smrštění	Smrštění	Rozměry [mm]		m	Hustota	
14			Hor.Limit	3,04			faktor	linear[%]	[%]	da	di	h	[g]	[g/cm³]
15			Cíl	3,02				15,50		Hor.Limit	34,70	21,00	12,80	4,94
16			Dol.Limit	3,00				15,00		Cíl	34,00	20,50	12,50	4,85
17										Dol.Limit	33,30	20,00	12,20	4,76
18			1							1				
19			2							2				
20			3							3				
21			4							4				
22			5							5				
23			6							6				
24			Průměr							Průměr				
25			Smrštění - h							Max				
26			Lis. tlak [kN]							Min				
27			SMP MAG							3*Sigma				
28			Dodavatel							CPK				
29														
30			<b>Elektromagnetické vlastnosti A</b>						<b>Elektromagnetické vlastnosti B</b>					
			Core loss [W/Set]		μi [5kHz, 10 v]				RSS [kΩ]		Bs 25°C			
			100kHz	200mT	N=5	400mT	320mT			10V/0kHz	(mT)			
			25°C	80°C	100°C	120°C	25°C	100°C	5mm					
			Hor.Limit	5,50	3,60	3,20	4,70			0,10	465,00			
			Dol.Limit					2000	2000					
			1											
			2											
			3											
			4											
			5											
			6											
			Průměr											
			Max											
			Min											
			3*Sigma											
			CPK											
<b>Poznámky</b>														
Optická kontrola:														

Certifikační formulář prášku, část druhá.

PTC																																																																										
<p><b>Max. a min. tlak, rozdíl hustot uvnitř výlisku</b></p> 	<p><b>Axiální pevnost, kohezivita, koef. kluznosti</b></p> 	<b>Powder Testing Center</b>																																																																								
		1.	2.	3.																																																																						
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: left;">Measurement</th> <th></th> <th></th> <th></th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>Typ hustoty [g/cm<sup>3</sup>]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Sypná hustota [g/cm<sup>3</sup>]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Hustota v matrici [g/cm<sup>3</sup>]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Hustota po výhozu [g/cm<sup>3</sup>]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Lisovací tlak [Mpa]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Tlak na horní raz. [Mpa]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Úbytek tlaku [%]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Koeficient kluznosti [-]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Rozdíl hustot ve výlisku [g/cm<sup>3</sup>]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Axiální rozpětí [%]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Kohezivita [-]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Axiální pevnost v tlaku [Mpa]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Tlak při vyhozování [Mpa]</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table>					Measurement					Typ hustoty [g/cm <sup>3</sup> ]					Sypná hustota [g/cm <sup>3</sup> ]					Hustota v matrici [g/cm <sup>3</sup> ]					Hustota po výhozu [g/cm <sup>3</sup> ]					Lisovací tlak [Mpa]					Tlak na horní raz. [Mpa]					Úbytek tlaku [%]					Koeficient kluznosti [-]					Rozdíl hustot ve výlisku [g/cm <sup>3</sup> ]					Axiální rozpětí [%]					Kohezivita [-]					Axiální pevnost v tlaku [Mpa]					Tlak při vyhozování [Mpa]				
Measurement																																																																										
Typ hustoty [g/cm <sup>3</sup> ]																																																																										
Sypná hustota [g/cm <sup>3</sup> ]																																																																										
Hustota v matrici [g/cm <sup>3</sup> ]																																																																										
Hustota po výhozu [g/cm <sup>3</sup> ]																																																																										
Lisovací tlak [Mpa]																																																																										
Tlak na horní raz. [Mpa]																																																																										
Úbytek tlaku [%]																																																																										
Koeficient kluznosti [-]																																																																										
Rozdíl hustot ve výlisku [g/cm <sup>3</sup> ]																																																																										
Axiální rozpětí [%]																																																																										
Kohezivita [-]																																																																										
Axiální pevnost v tlaku [Mpa]																																																																										
Tlak při vyhozování [Mpa]																																																																										
TG																																																																										

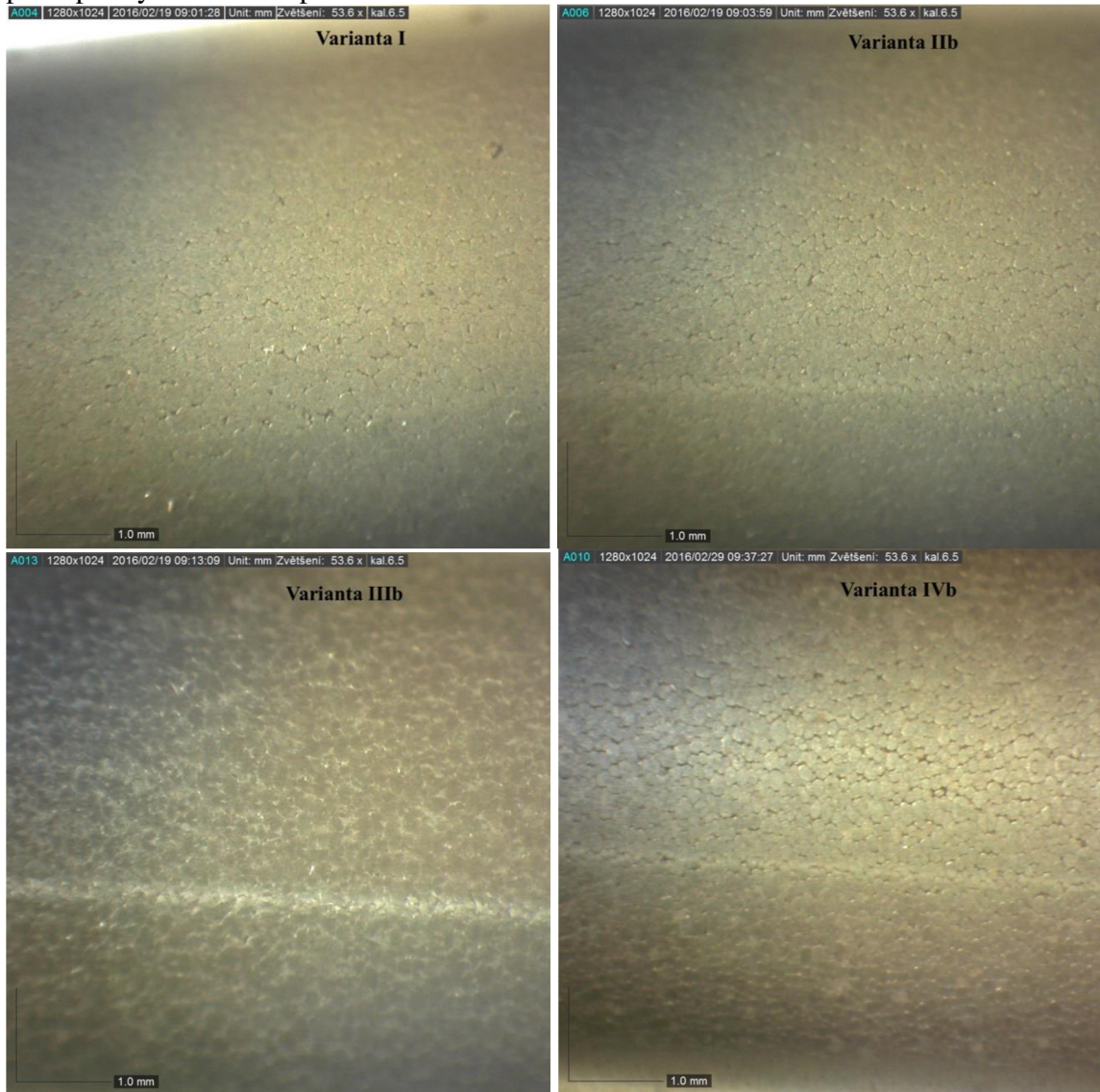
## PŘÍLOHA 2

Výsledky smluvní mechanické zkoušky pevnosti výlisku v ohybu pro varianty úprav prášku IIb, IIIb a IVb.



## PŘÍLOHA 3

Struktura povrchu výlisků KLY87501 varianty I, IIb, IIIb a IVb a lisovací hustoty 3,00 g/cm<sup>3</sup> pod optickým mikroskopem.



## PŘÍLOHA 4

PTC parametry charakterizující pokročilou lisovatelnost 4 šarží feritového prášku v úpravě I–V. Průměrná hustota výlisku v matrici  $\rho_p$  je 3,25 g/cm<sup>3</sup>.

3,25 g/cm <sup>3</sup>	Úprava:	I	II		III		IV		V
			a	b	a	b	a	b	
XIA30734	$p_0$	639	*	*	394	398	431	425	389
	$\eta$	0,52	*	*	0,79	0,80	0,68	0,70	0,78
	$\gamma$	-0,39	*	*	0,04	0,04	-0,03	-0,01	0,04
	$\sigma_{ax}$	11,97	*	*	18,47	17,50	11,90	12,57	18,43
	$C$	0,23	*	*	1,03	1,00	0,44	0,49	1,02
	$\Delta\rho$	0,27	*	*	0,10	0,09	0,10	0,16	0,15
	$\lambda$	0,36	*	*	1,44	1,46	0,98	1,04	1,42
	<i>Třída</i>	I	*	*	III	III	II	III	III
KLY87501	$p_0$	334	347	301	267	284	297	276	285
	$\eta$	0,59	0,60	0,60	0,74	0,79	0,65	0,64	0,74
	$\gamma$	-0,07	-0,07	-0,06	0,01	0,01	-0,02	-0,02	0,04
	$\sigma_{ax}$	12,95	10,75	7,40	16,45	13,90	10,35	11,40	12,10
	$C$	0,51	0,42	0,33	1,15	1,09	0,52	0,61	0,80
	$\Delta\rho$	0,22	0,21	0,21	0,12	0,10	0,18	0,19	0,12
	$\lambda$	0,68	0,66	0,61	1,15	1,25	0,78	0,78	1,05
	<i>Třída</i>	I	I	I	III	III	I	I	III
KLY48133	$p_0$	395	368	318	287	275	*	339	284
	$\eta$	0,59	0,60	0,64	0,77	0,81	*	0,65	0,78
	$\gamma$	-0,12	-0,09	-0,05	0,04	0,05	*	-0,04	0,04
	$\sigma_{ax}$	11,43	10,83	9,87	12,03	15,47	*	11,33	14,60
	$C$	0,38	0,40	0,45	0,85	1,36	*	0,50	1,09
	$\Delta\rho$	0,23	0,22	0,19	0,11	0,09	*	0,18	0,11
	$\lambda$	0,63	0,67	0,73	1,15	1,42	*	1,26	0,82
	<i>Třída</i>	I	I	I	III	III	*	III	II
KLY87502	$p_0$	277	260	243	234	248	221	256	240
	$\eta$	0,66	0,66	0,64	0,74	0,78	0,74	0,68	0,66
	$\gamma$	-0,01	-0,01	-0,04	0,03	0,03	0,00	-0,02	0,03
	$\sigma_{ax}$	14,80	11,37	12,67	15,23	16,20	16,20	13,27	10,47
	$C$	0,82	0,66	0,75	1,20	1,37	1,35	0,81	0,66
	$\Delta\rho$	0,18	0,19	0,21	0,14	0,11	0,18	0,19	0,14
	$\lambda$	0,90	0,82	0,77	1,13	1,27	0,90	0,80	1,16
	<i>Třída</i>	II	II	I	III	III	II	II	III

$p_0$  – lisovací tlak,  $\eta$  – součinitel kluznosti prášku,  $\gamma$  – souč. síly výhozu,  $\sigma_{ax}$  – axiální pevnost výlisku,  $C$  – souč. koheziviny výlisku,  $\Delta\rho$  – max. rozdíl hustot ve výlisku,  $\lambda$  – součinitel pokročilé lisovatelnosti, Třída – třída pokročilé lisovatelnosti prášku, \* – vzorek nebyl k dispozici.