

# Інструмент, порошки, пасти

---

УДК 621.921

**Yaofeng Guo<sup>1, 2, 3</sup>, Gaoliang Zhang<sup>1, 2, 3, \*</sup>, Tengfei Ye<sup>1, 2, 3</sup>,  
Guanwen Qian<sup>1, 2, 3</sup>, Yizhen Li<sup>1, 2, 3</sup>, Hengwen Xia<sup>1, 2, 3</sup>,  
Donghua Zuo<sup>1, 2, 3</sup>, Wushan Wu<sup>1, 2, 3</sup>, Yanjun Zhao<sup>1, 2, 3</sup>**

<sup>1</sup>State Key Laboratory for High Performance Tools,

Zhengzhou, P.R. China

<sup>2</sup>Zhengzhou Research Institute for Abrasives & Grinding Co., Ltd.,

Zhengzhou, P.R. China

<sup>3</sup>Zhengzhou Sanmo Super Hard Materials Co., Ltd.,

Zhengzhou, P.R. China

\*zgl@zzsm.com

## **Оцінка рівномірності змішування порошків в абразивній промисловості**

*Наразі все ще не існує єдиного стандарту для оцінки однорідності змішування в абразивній промисловості. З використанням для дослідження порошків, які зазвичай застосовують у шліфувальних кругах на смоляній зв'язці, розроблено просту специфікацію відбору проб і статистичний метод оцінки однорідності. За допомогою різних методів виявлення однорідності суміші оцінювали з макроскопічної та мікроскопічної точок зору. Результати показали, що метод органічних розчинників підходить для макроскопічного аналізу смоляної зв'язки. Рентгенофлуоресцентна спектрометрія підходить для макроскопічного аналізу наповнювачів. Метод кальцинування придатний для макроскопічного аналізу речовин, які можуть окислюватися на повітрі. Метод оптичної мікроскопії придатний для онлайн-контролю вихідних порошків в режимі реального часу. Для аналізу мікрооднорідності використовували растровий електронний мікроскоп.*

**Ключові слова:** порошок, однорідність змішування, абразиви, макроскопічний аналіз, макроаналіз.

## **ВСТУП**

Змішуванням порошкових матеріалів називається операція, за якої рух частинок порошку з різним складом і різним розміром частинок змінюється за швидкістю або напрямком, і частинки в кінцевому підсумку досягають рівномірного розподілу в змішувачі. Змішування порошкових матеріалів широко застосовують у фармацевтиці [1, 2], харчовій промисловості [3], порошковій металургії [4], 3D-друку [5], композитних матеріалах [6] тощо.

© YAOFENG GUO, GAOLIANG ZHANG, TENGFEI YE, GUANWEN QIAN, YIZHEN LI, HENGWEN XIA,  
DONGHUA ZUO, WUSHAN WU, YANJUN ZHAO, 2025

Процес змішування порошку – це, по суті, процес конкуренції між рушійною силою (енергією зсуву) і блокуючою силою (енергією когезії) [7]. Через відмінності в розмірі частинок, щільності та поверхневих властивостях різних вихідних порошків важко уникнути сегрегації в процесі змішування. Згідно з ефектом бразильського горіха, менші частинки з більшою ймовірністю тонуть [8]. Під дією сили тяжіння частинки з високою щільністю тонуть з більшою ймовірністю. Завдяки більшій питомій поверхні та поверхневій енергії ультрадисперсних порошків, мікронні та нанопорошки легше агрегуються. Рівномірність змішування порошків безпосередньо визначає якість продукції. Дуже важливо ефективно змішувати порошкові матеріали та оцінювати однорідність [9].

У нещодавньому огляді [10] підсумовано загальні методи оцінки однорідності змішаних порошків у фармацевтичній, харчовій та пластмасовій промисловостях: УФ-спектрофотометрія з абсорбцією в ультрафіолетовій області спектра (UV-vis) має низькі експлуатаційні витрати, але низьку чутливість за низьких концентрацій; високоефективна рідинна хроматографія (ВЕРХ) має високу чутливість, але високу вартість. Метод електропровідності може бути використаний для оцінки рівномірності змішування струмопровідних порошків, але не може бути використаний для аналізу ізоляційних вихідних матеріалів. Метод термічного аналізу (TGA/DSC) може надати інформацію про всю суміш, але недостатній відбір проб в автономному режимі може призвести до більшої кількості помилок. Рентгівська мікрохроматографія може надати тривимірну інформацію про порошки матеріалів, але не може ідентифікувати матеріали зі схожою структурою і властивостями. Електроємнісна хроматографія може бути використана в умовах високої температури і високого тиску, але вона може бути застосована лише для порошків з помітною варіацією діелектричної проникності. Спектроскопія ближньої інфрачервоної області (NIR) дозволяє проводити моніторинг зразка в режимі онлайн/безперервно, але проникнення світла в зразок обмежене. Спектроскопія комбінаційного розсіювання підходить для багатокомпонентної змішаної оцінки, але може призвести до помилкових результатів через інтерференцію флуоресценції. Акустична емісійна спектроскопія може відстежувати ефект змішування в режимі онлайн, але може контролювати тільки інформацію про поверхню порошків. Чутливість флуоресцентної спектрометрії вища, ніж абсорбційної, але застосовність цього методу залежить від інтенсивності флуоресценції змішаних компонентів. Аналіз зображень є найбільш широко застосовуваним, але він дозволяє отримати лише інформацію про поверхню змішаного матеріалу. Вищезгадані методи в основному призначені для аналізу сировини в харчовій, медичній та інших галузях промисловості, а об'єктами детектування є переважно полімерні матеріали. Вихідні порошки абразивної промисловості включають різноманітні матеріали, такі як полімери, неорганічні неметали та метали, що ускладнює виявлення та оцінку однорідності змішування.

В абразивній промисловості в процесі змішування часто виникають такі проблеми, як агломерація і сегрегація мікропорошків з різними характеристиками (рис. 1), які серйозно впливають на самозагострення і термін служби шліфувальних кругів. Оскільки рухи порошків в змішувачі дуже складні, а розподіл частинок вихідних матеріалів після змішування важко виявити, в абразивній промисловості досі не існує єдиного стандарту для оцінки рівномірності змішування. Тому спосіб обґрунтованої оцінки ефекту змішування матеріалів став актуальною проблемою для абразивної промисловості. У цій статті авторами запропоновано просту специфікацію вибірки та статистичний

метод оцінки однорідності. Отримані результати допоможуть швидко оцінити однорідність порошку в промисловому виробництві.

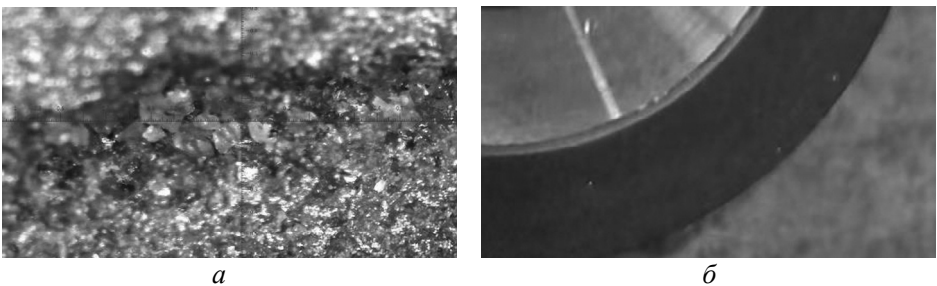


Рис. 1. Дефекти шліфувального круга, спричинені нерівномірним змішуванням порошків: *а* – мікроабразивне розділення; *б* – макроагломерація.

**ПРОВЕДЕННЯ ЕКСПЕРИМЕНТУ**

**Вибір матеріалів**

Для того, щоб підвищити репрезентативність дослідження, для змішування та аналізу було обрано найпоширеніших вихідний матеріал для шліфувальних кругів зі смоляною зв’язкою. Вихідний матеріал, що використовували в цьому експерименті, містив типові мікропорошки, наповнювачі високої щільності, частинки, що легко агломеруються, та широко використовувані порошки смол. Параметри вихідних порошків наведено в табл. 1.

**Таблиця 1. Параметри вихідних порошків**

| Вихідний матеріал             | Алмаз           | SiC                | Cu               | Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | CeO <sub>2</sub>      | Фенольна смола |
|-------------------------------|-----------------|--------------------|------------------|--------------------------------|-----------------------|----------------|
| Щільність, г·см <sup>-3</sup> | 3,52            | 3,2                | 8,9              | 5,1                            | 7,2                   | 1,25           |
| Розмір частинок, мкм          | 6–8             | 1–3                | 8–12             | 1–3                            | 2–4                   | 15–25          |
| Ступінь сферичності           | 0,48            | 0,44               | 0,39             | 0,41                           | 0,36                  | 0,24           |
| Колір                         | жовтий          | сірий              | червоний         | зелений                        | білий                 | жовтий         |
| Характеристика                | типовий абразив | типовий наповнювач | висока щільність | легко агло- мерується          | легко агло- мерується | типова смола   |

Усі вихідні матеріали зважували відповідно до визначених пропорцій. Потім їх змішували разом і рівномірно подрібнювали в кульовому млині протягом 1–3 год. Відповідно до заздалегідь розроблених правил, у змішувачі за допомогою пробовідбірника відбирали багатоточкові проби. На завершення, для перевірки однорідності змішування зразків було використано різноманітні аналізи. Експериментальний процес аналізу однорідності суміші показано на рис. 2.

**Визначення способу відбору проб**

Керуючись “Інструкціями для промисловості: Порошкові суміші та готові дозовані одиниці – стратифікований відбір та оцінка дозованих одиниць у процесі виробництва”, випущеному FDA (Управлінням з контролю за продуктами та ліками) у 2003 році, та Китайським національним стандартом “GB/T

5918–2008 Визначення однорідності змішування кормових продуктів”, було обрано наступний метод відбору зразків: Після того, як матеріали були рівномірно перемішані, було обрано щонайменше десять репрезентативних місць для отримання зразків (рис. 3). Три зразки було отримано за допомогою спеціальних пробовідбірників для кожного місця. Якщо кількість змішування була невеликою, слід було вибрати три репрезентативні позиції (позиція 1\7\10). За різними методами виявлення маса зразка становила 0,5–3 г. Під час відбору проб не дозволялося перевертати та перемішувати порошки.

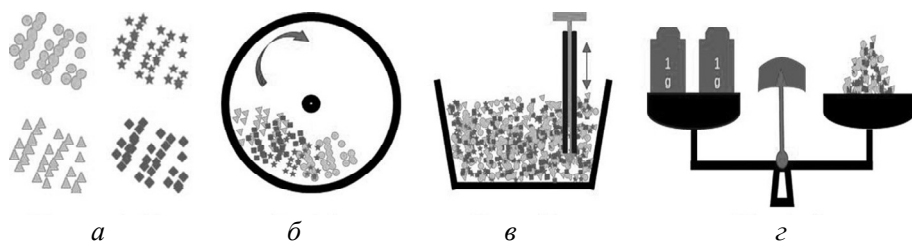


Рис. 2. Експериментальний процес аналізу однорідності суміші: а – вихідні матеріали; б – змішування; в – відбір проб; г – аналіз.

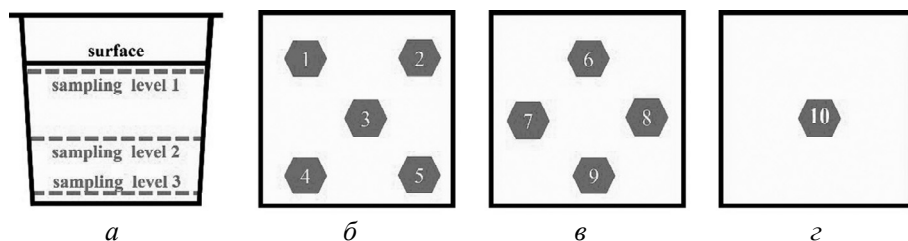


Рис. 3. Схематичне зображення позицій відбору проб: а – вигляд спереду; б – рівень вибірки 1; в – рівень вибірки 2; г – рівень вибірки 3.

### Статистичний метод визначення рівномірності змішування

У кожній з 10 точок відбору проб спочатку вимірювали індекс однорідності змішування першої проби. Якщо показник *RSD* був меншим за 5 %, а значення в одній точці знаходилося в межах середнього діапазону  $\pm 10$  %, суміш вважали однорідною. В іншому випадку слід було перевірити другий і третій зразки. Якщо другий і третій зразки задовольняли вищезазначеним умовам, суміш вважали однорідною. В іншому випадку операцію змішування слід було продовжувати. Загальний процес показано на блок-схемі (рис. 4).

Формули для індексного та статистичного аналізу було наведено у [10]:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i ; \quad (1)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} ; \quad (2)$$

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \cdot 100\% , \quad (3)$$

де  $x_i$  – вміст, виміряний відповідним методом ідентифікації;  $\bar{x}$  – середній вміст у всіх зразках;  $n$  – кількість зразків;  $s$  – стандартне відхилення зразка;

*RSD* – відносне стандартне відхилення. У галузі змішування порошків *RSD* також відоме як коефіцієнт варіації [11], чим менше *RSD*, тим вища однорідність змішування порошків.

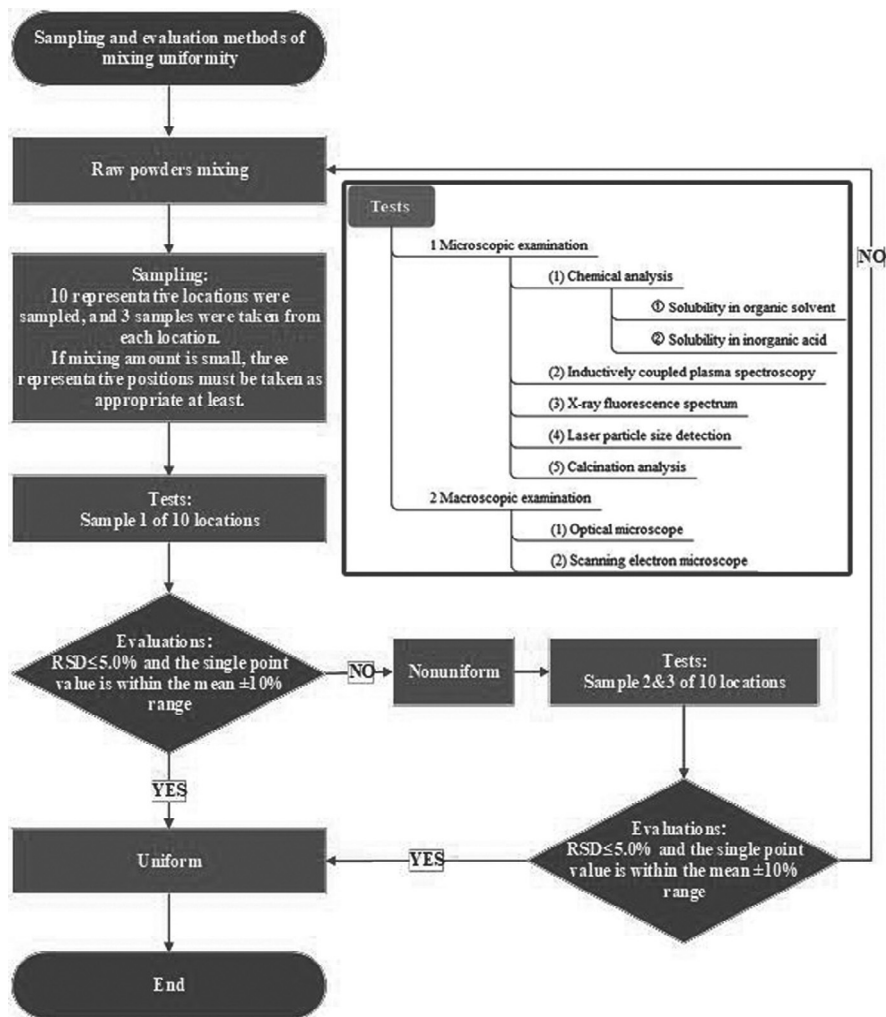


Рис. 4. Блок-схема відбору проб та оцінки рівномірності змішування.

**Засоби тестування однорідності змішування**

Ідеалізоване рівномірне змішування [12] вимагає, щоби кожен вид порошків, які беруть участь у змішуванні, був рівномірно розподілений в системі, і всі порошки були рівновіддалені від оточуючих порошків, як показано на рис. 5, в. Однак за сучасних технічних умов повністю ідеального рівномірного розподілу важко досягти, і більш практичним є випадковий рівномірний розподіл (рис. 5, б).

Випадкове перемішування можна визначити як суто статистичний процес, в якому частинки заміщуються одна одною за допомогою таких процесів, як дифузія або конвекція, і ступінь неупорядкованості зростає до тих пір, поки не досягне стійкого максимуму. На цьому стабільному максимумі ймовірність знаходження компонента в певному місці дорівнювала частці цієї частинки в суміші [13]. Кожного разу перевіряти рівномірність змішування всіх

компонентів у змішаному порошку було б складно і трудомістко. Тому в якості матеріалів-мішеней було обрано один або декілька типових компонентів. Однорідність матеріалів-мішеней використовували для представлення однорідності всього зразка [14]. У деяких галузях промисловості окремі матеріали зі специфічними магнітними, інфрачервоними та хроматографічними властивостями додавали як мітки для визначення однорідності змішаного порошку [15]. В якості мітки використовували вихідний компонент сировини, жодних інших компонентів не додавали.

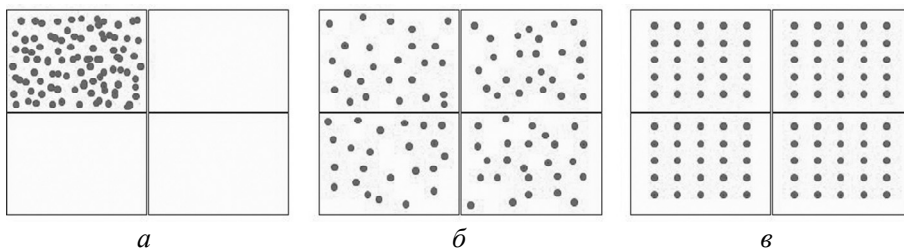


Рис. 5. Схематичне зображення рівномірності змішування: *а* – повністю відокремлені, *б* – макро-рівномірний/мікро-рівномірний, *в* – повністю змішаний стан.

Гомогенність суміші оцінювали з макроскопічного та мікроскопічного аспектів. Макроскопічний розподіл порошоків смол визначали методом органічного розчинення. Макроскопічний розподіл кислоторозчинних речовин визначали методом розчинення в неорганічних кислотах. Для визначення макроскопічного розподілу порошку міді використовували індуктивно-зв'язаний плазмовий емісійний спектрометр (ІЗП-ЕС), Agilent OES-725, а для визначення макроскопічного розподілу порошоків наповнювачів – рентгенофлуоресцентний аналіз (РФА), Shimadzu XRF-1800. Гранулометричний склад усіх нерозчинних у воді порошоків визначали за допомогою лазерного гранулометричного аналізатора (Malvern Mastersizer-2000). Для визначення макроскопічного розподілу речовин, що легко окислюються та розкладаються, використовували калькуляційний експеримент (SIOMM XL-1400C). Мікроскопічний розподіл матеріалів, добре видимих неозброєним оком, таких як мідний порошок, визначали за допомогою оптичної мікроскопії (KEYENCE VHX-2000). Для визначення мікроскопічного розподілу різних порошоків використовували режим зворотного розсіювання скануючої електронної мікроскопії (FEI Inspect-S50).

## РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ

### Макроскопічний метод виявлення

*Хімічний аналіз.* Хімічний аналіз полягав у використанні відповідних хімічних реагентів для обробки зразка. Титрування, зважування та інші способи використовували для кількісного визначення вмісту речовини після хімічної реакції, щоб розрахувати рівномірність змішування порошку [16]. Для загальних розрахунків часто використовували формулу

$$w = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \cdot 100\%, \quad (4)$$

де  $w$  – масова частка матеріалу, що аналізували;  $m_0$  – початкова маса вихідного матеріалу;  $m_1$  – залишкова маса після реакції.

Переваги хімічного аналізу полягали у тому, що необхідні прилади були відносно простими, вартість вимірювання була низькою, кількісна точність була достатньою, а дані – надійними. Однак хімічний аналіз був відносно трудомістким, що вимагало тривалого часу і не дозволяло здійснювати он-лайн-моніторинг в режимі реального часу.

Метод органічного розчинення. N,N-диметилформамід (ДМФ) був широко використовуваним органічним розчинником, який міг розчинити фенольну смолу в зразку. Після того, як вихідний матеріал розчиняли в органічному розчиннику, фільтрували, промивали кілька разів і висушували, вимірювали масу втрати, яка є вмістом фенольної смоли. Органічні розчинники можуть бути замінені іншими органічними розчинниками, які можуть розчиняти смоли, але не вступають в реакцію з абразивами та наповнювачами. На рис. 6 представлено результати методу органічного розчинення. Результати вимірювань методом органічного розчинення показали, що вміст фенольної смоли в десяти позиціях незначно коливався (у середньому в діапазоні  $\pm 10\%$ ) і був близьким до теоретичного значення. Відносне стандартне відхилення *RSD* для десяти позицій становило 1,59 %, що було менше 5 %, встановлених вище. Метод органічного розчинення простий в експлуатації і має широкий спектр застосування. Він може бути використаний для визначення рівномірності змішування порошків смоли в шліфувальних кругах на основі смоляної зв'язки.

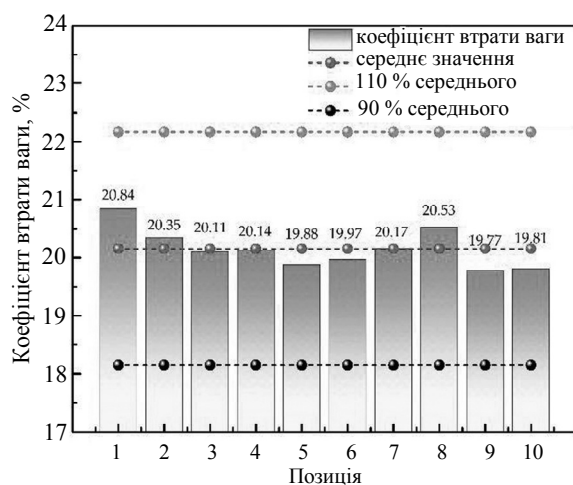


Рис. 6. Результати методу органічного розчинення.

Метод розчинення неорганічною кислотою. Неорганічну кислоту (наприклад, азотну) використовували для розчинення зразків, оброблених вищеписаним методом органічного розчинення. Азотна кислота в основному розчиняла мідний порошок у зразках. Водночас, у вихідному матеріалі могла бути розчинена невелика кількість легкорозчинних домішок. Алмаз, карбід кремнію та оксид хрому не розчинялися в азотній кислоті. Після замочування і травлення в азотній кислоті зразок порошку промивали і фільтрували кілька разів. Після висушування зважували наважку, яка являла собою вміст речовини, розчинної в кислоті. На рис. 7 представлено результати методу розчинення неорганічної кислоти. Результати показали, що вміст розчинної в кислоті речовини в десяти позиціях сильно коливався поза середнього діапазону  $\pm 10\%$ . Відносне стандартне відхилення *RSD* для десяти позицій становило 8,24 %, що означає, що метод розчинення в неорганічній кислоті не підходить

для оцінки однорідності змішування порошків. Оскільки азотна кислота є сильною окислювальною кислотою і сильно реагує з порошком фенольної смоли, тут використовували зразки порошку, оброблені методом органічного розчинення, що означало, що помилки тесту будуть накопичуватися. По-друге, неорганічні кислоти, такі як азотна кислота, можуть реагувати з різними поширеними вихідними матеріалами, що мають багато факторів впливу і погану керованість. Нарешті, азотна кислота була вибухонебезпечною, безпека експлуатації була низькою.

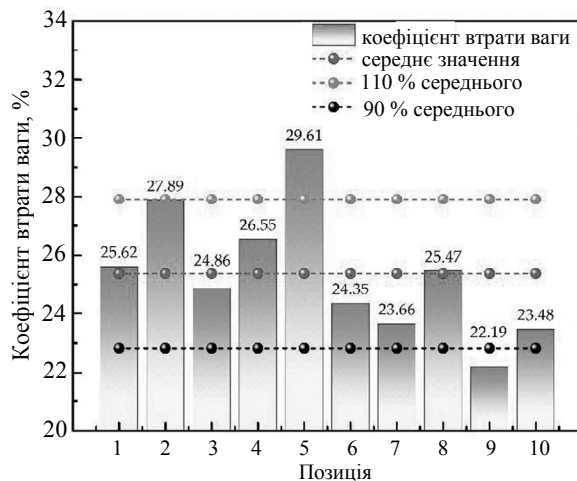


Рис. 7. Результати методу розчинення неорганічною кислотою.

*Аналіз ІЗП-ЕС.* ІЗП-ЕС – це метод, у якому використовували характеристичний спектр атомної або іонної емісії кожного елемента для визначення складу речовини під час теплового або електричного збудження. За допомогою ІЗП-ЕС можна було проводити якісний і кількісний аналіз елемента, що могло бути використано для аналізу рівномірності змішування вихідних порошків [16, 17]. Мідний порошок був поширеною металевою добавкою в шліфувальних кругах на смоляній зв'язці. Авторами було використано метод ІЗП-ЕС для вимірювання вмісту міді в зразках порошку після складних операцій, таких як мікрохвильове кислотне травлення. На рис. 8 представлено результати ІЗП-ЕС-аналізу, які показали, що вміст міді в 10 позиціях незначно коливався в межах середнього діапазону  $\pm 10\%$ . Відносне стандартне відхилення *RSD* для десяти позицій становило 2,77 %, що було більше порівняно з методом органічного розчинення. За допомогою ІЗП-ЕС-аналізу тестували лише вміст елемента міді, що дозволило уникнути втручання інших речовин. Результати тесту були більш точними, ніж з використанням методу розчинення неорганічної кислоти. З іншого боку, ІЗП-ЕС-аналіз в основному використовували для аналізу низьких і середніх концентрацій (особливо слідів). Для вимірювання компонентів з високою концентрацією була потрібна велика частка розведення розчину, що призводило до більшої похибки, а це не сприяло тесту на рівномірність змішування.

*Рентгеноструктурний аналіз (PCA).* Рентгеноструктурна спектроскопія дозволяє виявити характерну довжину хвилі рентгенівського випромінювання та інтенсивність кожного компонента. Порівнюючи зі стандартним спектром, можна визначити тип і вміст елементів, і, нарешті, розрахувати рівномірність змішування [19]. Для проведення за допомогою PCA кількісного ана-

лізу зразка, була потрібна калібрувальна крива стандартного зразка. Вихідні порошки абразивних інструментів були складними сумішами. Виготовити стандартні зразки було складно, тому можна було проводити лише напівкількісне визначення. Швидкість сканування рентгенофлуоресцентного спектрометра становила 20°/хв. Змішані порошки обробляли борною кислотою у таблетках (Ø 30 мм), і тестували рентгенофлуоресцентні спектри зразків в трьох позиціях (позиції 1\7\10). Результати, наведені в табл. 2, показали, що тільки чотири основні елементи (Si, Cu, Ce, Cr) були розпізнані і нормалізовані. Отже, абсолютний вміст елементів можна було використовувати лише для горизонтального порівняння. Було виявлено, що вміст чотирьох елементів коливався в межах середнього значення  $\pm 10$  %. Відносне стандартне відхилення *RSD* для Cu в десяти позиціях становило 0,53 %, що було менше, ніж в ІЗП-ЕС-аналізі. Хоча PCA є напівкількісним аналізом, він може перевірити вміст декількох елементів протягом десяти хвилин. Оскільки досліджувана область була великою (апертура коліматора регулювалася), статистичні показники були хорошими. Для визначення рівномірності змішування порошоків у шліфувальних кругах зі смоляною зв'язкою можна використовувати рентгеноструктурний аналіз.

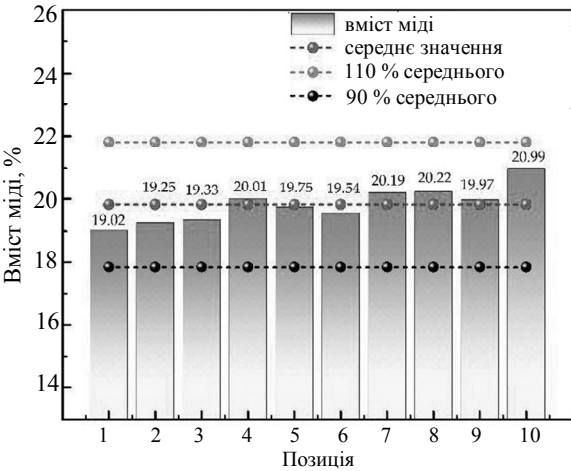


Рис. 8. Результати ІЗП-ЕС-аналізу.

Таблиця 2. Результати рентгеноструктурного аналізу (у %)

| Елементи | Позиції |       |       | Середнє значення | Стандартне відхилення | <i>RSD</i> | 110 % середнього значення | 90 % середнього значення |
|----------|---------|-------|-------|------------------|-----------------------|------------|---------------------------|--------------------------|
|          | 1       | 7     | 10    |                  |                       |            |                           |                          |
| Si       | 39,33   | 39,18 | 38,91 | 39,14            | 0,17                  | 0,44       | 43,05                     | 35,23                    |
| Cu       | 37,40   | 37,32 | 36,95 | 37,22            | 0,20                  | 0,53       | 40,95                     | 33,50                    |
| Ce       | 11,66   | 12,27 | 12,06 | 12,00            | 0,25                  | 2,11       | 13,20                     | 10,80                    |
| Cr       | 11,61   | 11,23 | 12,08 | 11,64            | 0,35                  | 2,99       | 12,80                     | 10,48                    |

*Розподіл частинок за розміром.* Лазерний гранулометричний аналіз також широко використовували під час дослідження вихідних порошоків та процесів кульового подрібнення [20]. Коли довжина хвилі оптичного джерела лазерного гранулометричного аналізу була фіксованою, просторовий розподіл диф-

ракції та розсіяної світлової енергії був пов'язаний лише з розміром частинок. Для того, щоб зменшити подрібнюючий ефект ультразвуку під час лазерного аналізу розміру частинок, перемішування приладу було включено, а ультразвукова функція вимкнена. Результати лазерного визначення розміру частинок зразків у трьох позиціях (позиції 1\7\10) показані в табл. 3, а відповідні карти показано на рис. 9, де видно, що існують деякі відмінності в розподілі лазерних частинок за розмірами для трьох зразків, але всі вони мають чотирипиковий розподіл. Це було пов'язано з наявністю дрібнодисперсних наповнювачів розміром  $\sim 2$ , алмазних і мідних порошків розміром  $\sim 8$  мкм, порошків смол розміром  $\sim 20$  мкм. Невеликий пік, що перевищує 100 мкм, має бути пов'язаний з агломерацією вихідних порошків. З таблиці видно, що дані D10, D50 і D90 трьох зразків значно відрізнялися, а відносне стандартне відхилення  $RSD$  перевищувало 7 %. Коли ультразвук було вимкнено, порошки не могли бути повністю диспергованими перемішуванням під час проведення лазерного гранулометричного аналізу, в результаті чого розміри частинок сильно відрізнялися. З іншого боку, включення ультразвуку може призвести до вторинного дроблення порошків. Лазерний метод визначення розміру частинок не підходив для оцінки рівномірності змішування порошків у шліфувальних кругах на смоляній зв'язці.

**Таблиця 3. Результати розподілу частинок за розмірами**

| Розмір частинок, мкм | Позиції |        |        | Середнє значення | Стандартне відхилення | RSD, % | 110 % середнього значення | 90 % середнього значення |
|----------------------|---------|--------|--------|------------------|-----------------------|--------|---------------------------|--------------------------|
|                      | 1       | 7      | 10     |                  |                       |        |                           |                          |
| D10                  | 4,700   | 5,062  | 4,257  | 4,673            | 0,329                 | 7,04   | 5,140                     | 4,206                    |
| D50                  | 18,149  | 23,557 | 16,134 | 19,280           | 3,134                 | 16,26  | 21,208                    | 17,352                   |
| D90                  | 58,636  | 73,209 | 68,555 | 66,800           | 6,077                 | 9,10   | 73,480                    | 60,120                   |

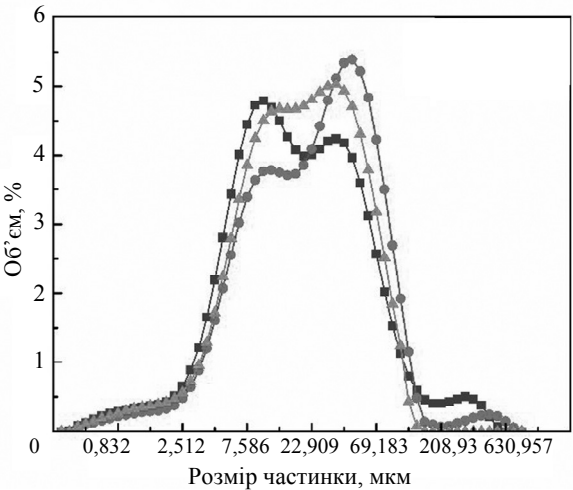


Рис. 9. Карта розподілу частинок за розмірами за допомогою лазерного випромінювання: позиції 1 (■), 7 (●), 10 (▲).

*Чисельний аналіз.* Експеримент з прожарювання в атмосферних умовах можна використовувати для вимірювання вмісту речовин, які легко окислюються, горять і розкладаються в змішаному порошку. В атмосферному середовищі за температури 450 °С порошки смоли прожарювали протягом 4 год.

Фіксували вагу до і після прожарювання, отримували втрату ваги для того, щоб визначити однорідність за формулою (4). Результати експерименту з прожарювання зразків у трьох позиціях (1, 7, 10) показано на рис. 10, де видно, що швидкість втрати ваги трьох груп порошків змінюється неоднаково, але всі зміни відбуваються в межах середнього значення  $\pm 10\%$ . Відносне стандартне відхилення  $RSD$  для трьох позицій становило  $0,92\%$ , що менше, ніж під час ІЗП-ЕС-аналізу. В експерименті з прожарюванням більшість порошків смоли втратили вагу під час окислення та розщеплення, деякі порошки міді набрали вагу під час окислення, а вага наповнювачів та абразивів майже не змінилася, тому експеримент з прожарюванням може відображати розподіл порошків смоли та міді.

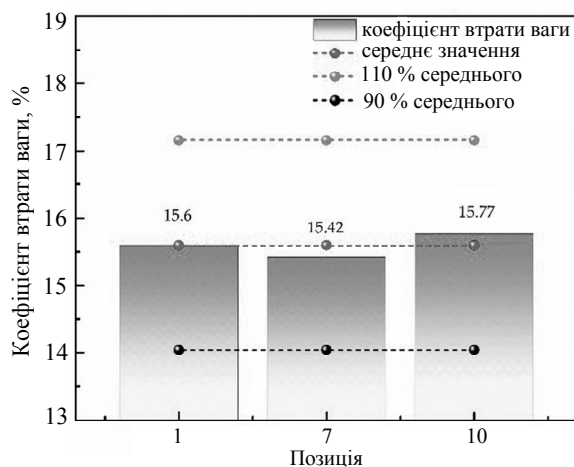


Рис. 10. Результати чисельного аналізу.

### Мікроскопічний метод виявлення

*Спостереження за допомогою оптичного мікроскопа.* Порівняно з візуальним методом, оптична мікроскопія дозволяє спостерігати більш дрібні деталі порошку і її широко використовують в галузі змішування порошків [3, 21]. Метод оптичного мікроскопічного спостереження був відносно простим і сприятливим для оцінки на місці. Але результати оцінки мали значний вплив людського фактору і не могли бути точно визначені кількісно. В якості маркерів було визначено легко ідентифіковані матеріали, такі як мідні порошки, за допомогою оптичного мікроскопа зі збільшенням  $5\times-500\times$  для оцінки однорідності змішування порошків (рис. 11). Як видно, загальний колір змішаного порошку рівномірний, без явної агломерації, без кольорових смуг. Ефект змішування був відносно хорошим. Всі порошки в цій роботі були мікронного розміру, а найбільші частинки смоли були лише  $\sim 20$  мкм. За 10-кратного збільшення дрібні порошки були майже невидимі і нерозрізнені. За 50-кратного збільшення порошки міді були рожево-червоного кольору, ледь помітні. Неможливо підтвердити, чи були розділені мікронні порошки за малих збільшень.

*Спостереження за допомогою растрового електронного мікроскопа (РЕМ).* Збільшення растрового електронного мікроскопа можна було безперервно регулювати від 10 до 300 000 разів. Глибина різкості, поле зору і стереоефект зображення були хорошими. РЕМ був доповненням до оптичного мікроскопа, який більше підходив для дрібнодисперсних порошків, і його

часто використовували для спостереження за рівномірністю змішування порошків [22]. Спостереження за допомогою РЕМ потрібно було проводити у вакуумі, однак в такому разі ефективність була би нижчою. На рис. 12, *а* показано морфологію зворотного розсіювання (МЗР) порошків після рівномірного змішування, більші білі блоки – це порошки міді, менші білі порошки – це оксид церію та оксид хрому, а більші сірі блоки – це порошки смоли. Судячи з розподілу різних порошків, змішані порошки були відносно однорідними, а порошки міді мали незначну сегрегацію.

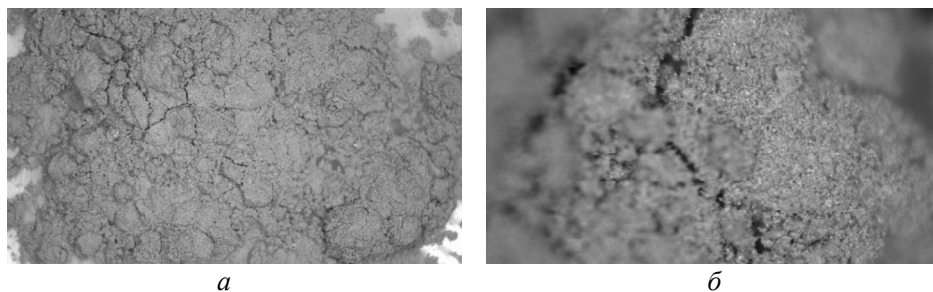


Рис. 11. Спостереження під оптичним мікроскопом зі збільшенням 10× (*а*) та 50× (*б*).

Для кількісної оцінки зображень можна застосувати аналіз Вороного. Діаграма Вороного – це метод розбиття площини на основі відстані в обчислювальній геометрії, який є аналогом діаграми Делоне [23, 24]. Алгоритм комп'ютерної графіки, заснований на діаграмах Делоне і Вороного, може бути застосований для моделювання тріщин, біоніки, бетонного скелета та інших сценаріїв [25, 26]. Зображення зворотного розсіювання растрового електронного мікроскопа було бінаризовано для виділення точок високої яскравості, що відповідають порошкам міді (див. рис. 12, *б*). Порошки міді в картині МЗР були високояскравими білими частинками, розмір яких перевищував 8 мкм. Хоча наповнювачі, такі як оксид церію, також були точками високої яскравості, розміри частинок були меншими за 4 мкм. За допомогою скринінгу за розміром пікселів можна було виключити дрібнодисперсні наповнювачі. З використанням точок високої яскравості як об'єктів аналізу, було здійснено перетворення Делоне і Вороного для отримання карти розподілу Вороного (див. рис. 12, *е*). На основі геометричного розбиття (див. рис. 12, *е*) було здійснено статистичну обробку площ 24 областей (див. рис. 12, *є*) та перехоплень вісім ізометричних відрізків ліній (див. рис. 12, *жс*) відповідно, результати якої представлено в табл. 4 та 5.

Якщо площі, оточені сіткою Вороного, були практично рівними, розподіл мідних порошків у полі зору можна було вважати рівномірним. Якщо ж кількість перехоплень сітки Вороного та лінійних сегментів була однаковою, мідні порошки в полі зору були рівномірними. Метод статистики площ міг би охопити всі мідні порошки в полі зору, але сітка Вороного в граничному положенні була б неповною, що вплинуло б на точність статистики. Згідно зі “Стандартними методами випробувань ASTM E112–2013 для визначення середнього розміру зерна”, метод статистики перехоплення мав вищу статистичну точність. Як видно з табл. 4 і 5, *RSD* методу статистики площі та методу статистики перехоплення в цій області становило 65,6 і 17,5 % відповідно. Внаслідок великого збільшення кількість частинок мідного порошку в зоні видимості була невеликою, а *RSD* методу статистичної обробки площі було великою. Для оцінки рівномірності змішування було рекомендовано викори-

стовувати метод статистики перехоплення. *RSD* методу статистики перехоплення в цій області перевищувало 5 %, що означало, що все ще є місце для поліпшення мікроскопічної однорідності мідних порошоків за 1600-кратного збільшення. Коли це сприяло обробці зображень, кількість статистичних зразків можна було збільшити шляхом відповідного зменшення збільшення. Рекомендоване збільшення показано в табл. 6.

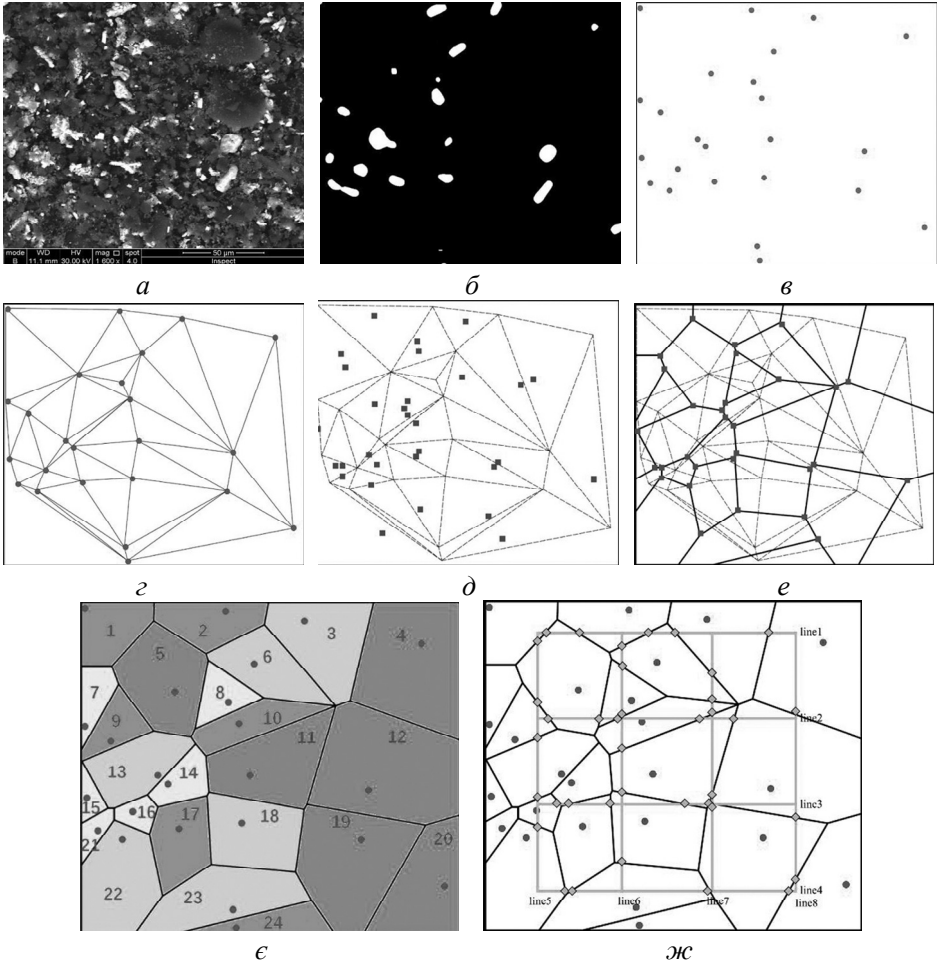


Рис. 12. Спостереження за допомогою скануючого електронного мікроскопа: *а* – МЗР-1600х; *б* – бінаризація; *в* – точкова відмітка; *г* – триангуляція Делоне; *д* – епіцентр трикутника; *е* – триангуляція Вороного; *є* – статистика площ; *ж* – статистика перехоплення.

**Таблиця 4. Рівномірність, визначена за статистичною обробкою площі**

| Область | 1     | 2      | 3      | 4      | 5      | 6      | 7      | 8     |
|---------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|
| Площа   | 791,5 | 862,0  | 1508,9 | 2521,7 | 1531,4 | 1049,8 | 397,7  | 461,6 |
| Область | 9     | 10     | 11     | 12     | 13     | 14     | 15     | 16    |
| Площа   | 522,8 | 766,0  | 1655,5 | 2981,0 | 1043,7 | 463,9  | 184,9  | 226,6 |
| Область | 17    | 18     | 19     | 20     | 21     | 22     | 23     | 24    |
| Площа   | 937,3 | 1319,5 | 2291,1 | 1538,0 | 198,7  | 1521,7 | 1522,9 | 533,9 |

Середнє значення – 1118,0; стандартне відхилення –733,0; *RSD* – 65,6 %.

**Таблиця 5. Однорідність, виміряна статистичним методом перехоплення**

| Лінія                                                                       | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
|-----------------------------------------------------------------------------|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Кількість перехоплень                                                       | 5 | 5 | 5 | 4 | 5 | 6 | 5 | 3 |
| Середнє значення – 4,75; Стандартне відхилення – 0,83; <i>RSD</i> – 17,5 %. |   |   |   |   |   |   |   |   |

**Таблиця 6. Збільшення, рекомендоване для РЕМ**

| Розмір зерна | W1,5 | W5   | W7   | W10  | W14 | W20 | W28 | W40 |
|--------------|------|------|------|------|-----|-----|-----|-----|
| Збільшення   | 7000 | 2000 | 1500 | 1000 | 800 | 700 | 600 | 500 |
| Розмір зерна | 240# | 150# | 120# | 90#  | 70# | 50# | 40# | 30# |
| Збільшення   | 400  | 300  | 250  | 200  | 150 | 120 | 100 | 50  |

Для підвищення статистичної точності можна було оцінити розподіл декількох полів зору. За допомогою методу статистики перехоплень було підраховано середнє число перехоплень і стандартні відхилення для восьми полів (табл. 7).

**Таблиця 7. Результат аналізу багатопольових зображень**

| Поле зору             | 1    | 2    | 3    | 4    | 5    | 6    | 7    | 8    |
|-----------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Кількість перехоплень | 4,75 | 4,61 | 4,66 | 4,57 | 4,58 | 4,62 | 4,60 | 4,59 |
| Кількість ліній       | 8    | 8    | 8    | 8    | 8    | 8    | 8    | 8    |
| Стандартне відхилення | 0,83 | 0,55 | 0,46 | 0,46 | 0,49 | 0,39 | 0,38 | 0,53 |

З використанням формули

$$S_T = \sqrt{\frac{\sum (n_i \times S_i^2) + \sum (n_i \times S_i^2)}{\sum n_i}}, \tag{5}$$

$$d_i = \frac{\sum \bar{x}_i}{n} - \bar{x}, \tag{6}$$

де  $S_T$  – загальне стандартне відхилення;  $S_i$  – стандартне відхилення кожного поля зору;  $n_i$  – номер дати в кожному полі (номер рядка);  $d_i$  – різниця між загальним середнім значенням і середнім числом перехоплень у кожному полі;  $n$  – кількість полів зору, було розраховано загальне стандартне відхилення між восьми полями. З формули видно, що загальна середня кількість перехоплень для восьми полів становила 4,62, загальне стандартне відхилення – 0,53, а загальне відносне стандартне відхилення *RSD* – 11,5 %. Це показало, що за поточного процесу змішування розподіл мідних порошків мав певні коливання на мікроскопічному рівні.

Коли кількість полів була меншою за 30, достовірність середньої кількості перехоплень на кожному полі можна було перевірити за допомогою Т-розподілу, як показано у формулах

$$95\%CI = t \cdot \frac{S_T}{\sqrt{n}}, \tag{7}$$

$$\%RA = \frac{95\%CI}{\bar{x}} \cdot 100\%. \tag{8}$$

Тут  $95\%CI$  – 95 %-ний довірчий інтервал для Т-розподілу, значення  $t$  наведено в табл. 8,  $S_T$  – загальне стандартне відхилення, а  $n$  – кількість полів зору.  $\%RA$  – відносна дисперсія статистичних даних, а  $\bar{x}$  – загальне середнє значення. Для більшості застосувань статистичні результати вважалися достовірними, якщо  $\%RA$  було менше 10 %.

**Таблиця 8. Коефіцієнт множення довірчої ймовірності 95 % для Т-розподілу**

| Поле зору | 5     | 6     | 7     | 8     | 9     | 10    | 11    | 12    |
|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $t$       | 2,776 | 2,571 | 2,447 | 2,365 | 2,306 | 2,262 | 2,228 | 2,201 |
| Поле зору | 13    | 14    | 15    | 16    | 17    | 18    | 19    | 20    |
| $t$       | 2,179 | 2,160 | 2,145 | 2,131 | 2,120 | 2,110 | 2,101 | 2,093 |

У даній роботі поле зору становило 8, а значення  $t$  – 2,365. Відповідний  $95\%CI$  становив 0,44, а  $\%RA$  – 9,6 % ( $\leq 10$  %), що означає достовірність наведених вище результатів.

Для оптичних мікроскопів з більшим збільшенням і роздільною здатністю ми також можемо звернутися до аналітичних ідей РЕМ-спостережень для проведення статистики оптичних зображень.

## ВИСНОВКИ

Досліджено рівномірність змішування порошків в абразивній промисловості з двох аспектів: макро- та мікрооднорідності.

Показано, що метод органічних розчинників підходить для макроскопічного аналізу смоляної зв'язки. Вимірне відносне стандартне відхилення ( $RSD$ ) склало 1,59 %.

Рентгенофлуоресцентна спекторметрія підходить для макроскопічного аналізу наповнювачів. Вимірне відносне стандартне відхилення  $RSD$  елемента Сг становило 2,99 %.

Чисельний метод підходить для макроскопічного аналізу речовин, які можуть окислюватися на повітрі. Вимірне відносне стандартне відхилення  $RSD$  становило 0,92 %.

Метод оптичної мікроскопії придатний для онлайн-контролю вихідних порошків в режимі реального часу.

Для аналізу мікронеоднорідності придатний растровий електронний мікроскоп. Розподіл типових компонентів можна було кількісно проаналізувати за допомогою карти Вороного. Метод статистики перехоплення мав вищу статистичну точність, ніж метод статистики площі.

Для оцінки однорідності змішаних порошків не рекомендовано використовувати розчинення в неорганічних кислотах, аналіз ІЗП-ЕС та розподіл частинок за розміром.

Сьогодні все більше з метою виготовлення шліфувальних кругів для тонкого шліфування та полірування на ринку як сировину використовують мікропорошки. Ефективна оцінка рівномірності змішування вихідних матеріалів може підвищити ефективність виробництва та якість продукції. Ідеї оцінки, викладені в роботі, можуть бути використані у таких галузях, як медицина та порошкова металургія, що сприятиме покращенню якості виготовленої продукції.

Yaofeng Guo<sup>1, 2, 3</sup>, Gaoliang Zhang<sup>1, 2, 3</sup>, Tengfei Ye<sup>1, 2, 3</sup>,  
Guanwen Qian<sup>1, 2, 3</sup>, Yizhen Li<sup>1, 2, 3</sup>, Hengwen Xia<sup>1, 2, 3</sup>,  
Donghua Zuo<sup>1, 2, 3</sup>, Wushan Wu<sup>1, 2, 3</sup>, Yanjun Zhao<sup>1, 2, 3</sup>

<sup>1</sup>State Key Laboratory for High Performance Tools,

Zhengzhou, P.R. China

<sup>2</sup>Zhengzhou Research Institute for Abrasives & Grinding Co., Ltd.,

Zhengzhou, P.R. China

<sup>3</sup>Zhengzhou Sanmo Super Hard Materials Co., Ltd.,

Zhengzhou, P.R. China

Evaluation of powder mixing uniformity in abrasives industry

*Now there is still no unified standard for the evaluation of mixing uniformity in the abrasives industry. Taking the powders commonly used in resin bonded grinding wheels as the research objects, a simple sampling specification and uniformity statistical method were designed in this paper. By means of various detection methods, the homogeneity of the mixture was evaluated from macroscopic and microscopic perspectives. The results showed that organic solvent method was suitable for macroscopic analysis of resin bond. X-ray fluorescence spectrometry (XRF) was suitable for macroscopic analysis of fillers. Calcination method was suitable for macroscopic analysis of substances which can be oxidized in the air. The optical microscopy method was suitable for on-line real-time control of the raw material powders. Scanning electron microscope (SEM) observation was suitable for micro-uniformity analysis.*

**Keywords:** powder, mixing uniformity, abrasives, macroscopic analysis, macro analysis.

1. Wilson K., Briens L. Investigation of passive acoustic emissions during powder mixing in a V-blender. *Powder Technol.* 2022. Vol. 408, art. 117754.
2. Ren A., Spahn J.E., Smyth H.D.C., Zhang F. Twin-screw continuous mixing: Effect of mixing elements and processing parameters on properties of aerosol powders. *Powder Technol.* 2023. Vol. 424, art. 118519.
3. Zhou Y., Li F., Sanders C., Samain S., Salman A. Online monitoring of dry powder mixing in a bin mixer. *Powder Technol.* 2023. Vol. 415, art. 118081.
4. Chen J., Xie S., Huang H. A novel method of utilizing static mixer to obtain mixing homogeneity of multi-species powders in laser metal deposition. *Chin. J. Aeronaut.* 2023. Vol. 36, no. 1. P. 423–433.
5. Zhang J., Tuohey J., Amini N., Morton D.A.V., Hapgood K.P. 3D printing of customised particles for powder rheology, mixing and segregation study. *Powder Technol.* 2023. Vol. 425, art. 118576.
6. Sankhla A. M., Patel K.M., Makhesana M.A., Giasin K., Pimenov D.Y., Wojciechowski S., Khanna N. Effect of mixing method and particle size on hardness and compressive strength of aluminium based metal matrix composite prepared through powder metallurgy route. *J. Mater. Res. Technol.* 2022. Vol. 18. P. 282–292.
7. Shi W., Hajedemos D., Sprockel O. An energetic approach of powder mixing by manipulating cohesive interaction in a magnetic field. *Powder Technol.* 2013. Vol. 235. P. 400–404.
8. Ho R., Shin Y., Zhang S., Zhu A., Kumar P., Goyal H. Advanced image analytics to study powder mixing in a novel laboratory scale agitated filter dryer. *Powder Technol.* 2023. Vol. 417, art. 118273.
9. Mori Y., Sakai M., Advanced DEM simulation on powder mixing for ellipsoidal particles in an industrial mixer. *Chem. Eng. J.* 2022. Vol. 429, art. 132415.
10. Asachi M., Nourafkan E., Hassanpour A. A review of current techniques for the evaluation of powder mixing. *Adv. Powder Technol.* 2018. Vol. 29, no. 7. P. 1525–1549.
11. Bu Y., X Ge. Study on powder blending homogeneity in IBC blender. *Trans. Modern Food.* 2022. Vol. 28, no. 7. P. 4–10.
12. Oka S., Muzzio F. J., Chapter 4 – Continuous powder mixing and lubrication. Muzzio F.J., Oka S. How to Design and Implement Powder-To-Tablet Continuous Manufacturing Systems. Academic Press, 2022. P. 59–92.
13. Spahn J.E., Zhang F., Smyth H.D.C. Mixing of dry powders for inhalation: A review. *Int. J. Pharm.* 2022. Vol. 619, art. 121736.

14. Svane R., Pedersen T., Hirschberg C., Rantanen J. Rapid prototyping of miniaturized powder mixing geometries. *J. Pharm. Sci.* 2021. Vol. 110, no. 7. P. 2625–2628.
15. Karde V., Khala M.J., Hare C., Heng J.Y.Y. Use of shear sensitive coloured guest component to track powder mixing in adhesive binary mixtures. *Powder Technol.* 2023. Vol. 414, art. 118068.
16. Kang H., Guo D., Ma L. The evolution of evaluation the powder mixture in mixing uniformity. *Trans. Guangzhou Chemical Industry.* 2015. Vol. 43, no. 8. P. 30–32.
17. Liu H., Wang C., Fang H. The Application of testing methods on testing the uniformity of poly crystalline diamond mixture. *Trans. Superhard Mater. Eng.* 2018. Vol. 30, no. 5. P. 35–37.
18. Zhao X., Wang J., Liu P., Wu W., Wang K., et al. Effect of electrode block's mixing uniformity on titanium alloy ingot's composition. *Trans. Titanium Industry Progress.* 2021. Vol. 38, no. 4. P. 1–4.
19. Liu H., Wei H., Hu G., Zhang W., Xie G., et al. Uniformity comparison of dry and wet mixing for permanent ferrite. *Trans. J. Magn. Mater. Dev.* 2021. Vol. 52, no. 1. P. 58–60.
20. Xiong S., Jiang Z., Fatah N. Influence of powder properties and mixing technique under different conditions, on the densification and thermal conductivity of AlN for solar thermal applications. *Ceram. Int.* 2023. Vol. 49, no. 22. P. 34529–34542.
21. Li H., Wang Z., Liu B., Sun P., Wang C., Xi Y. Influence of different wetting agents on the properties of vitrified CBN grinding wheel mixture. *Trans. Diam. Abras. Eng.* 2019. Vol. 39, no. 1. P. 27–30.
22. Yin C., Wang Z., Yuan J. Influence of powder mixing processes and WC contents on microstructure, shrinkage behavior, and mechanical properties of WC–Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composites. *Ceram. Int.* 2023. Vol. 49, no. 16. P. 26747–26758.
23. Kovács Á.É., Csernátóny Z., Csámer L., Méhes G., Szabó D., Veres M., Braun M., Harangi B., Serbán N., Zhang L., Falk G., Horváth H.S., Manó S. Comparative analysis of bone ingrowth in 3d-printed comparative analysis of bone ingrowth in 3D-printed titanium lattice structures with different patterns. *Materials.* 2023. Vol. 16, no. 10, art. 3861.
24. Roghani H., Nanni A., Bolander J.E. Early-age cracking behavior of concrete slabs with GFRP reinforcement. *Materials.* 2023. Vol. 16, no. 15, art. 5489.
25. Wang Y., Shi L., Li X., Liu T., Xu R., Wang D. Meso-structural evaluation of asphalt mixture skeleton contact based on Voronoi diagram. *Case Stud. Constr. Mater.* 2023. Vol. 19, art. e2494.
26. Tung C.C., Lai Y.Y., Chen Y.Z., Lin C.C., Chen Y.Z. Optimization of mechanical properties of bio-inspired Voronoi structures by genetic algorithm. *J. Mater. Res. Technol.* 2023. Vol. 26. P. 3813–3829.

Надійшла до редакції 23.11.23

Після доопрацювання 23.11.23

Прийнята до опублікування 24.11.23