

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

На правах рукописи

Ермаков Сергей Борисович



РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЯ ПЛАЗМЕННОГО
РАСПЫЛЕНИЯ ПОРОШКОВ ДЛЯ АДДИТИВНЫХ МАШИН

Специальность 2.6.17. Материаловедение

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук, профессор
Гюлиханданов Евгений Львович

Санкт-Петербург - 2024

ОГЛАВЛЕНИЕ

| | |
|---|-----------|
| ВВЕДЕНИЕ | 4 |
| ГЛАВА 1 ОБОРУДОВАНИЕ И ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ ДЛЯ АДДИТИВНЫХ МАШИН | 11 |
| 1.1 Особенности развития рынка металлических порошков | 11 |
| 1.2 Оборудование плазменной атомизации порошков..... | 13 |
| 1.3 Энергосиловые характеристики и работоспособность плазмотронов плазменных атомайзеров..... | 17 |
| 1.4 Процесс формирования и сфероидизации и кристаллизации капли расплавленного металла | 23 |
| 1.5 Выводы по Главе 1 | 39 |
| ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ | 44 |
| 2.1 Система плазменной атомизации металлических порошков | 44 |
| 2.2 Материалы и газы для получения металлических порошков..... | 45 |
| 2.3 Методы постановки и планирования исследований..... | 46 |
| 2.4 Исследование микроструктуры, механических и технологических свойств порошков, их химического и фазового состава | 47 |
| 2.5 Выводы по главе 2..... | 49 |
| ГЛАВА 3 РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ РАСПЫЛЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ В ПЛАЗМЕННОМ АТОМАЙЗЕРЕ | 50 |
| 3.1 Моделирование процесса плазменного распыления металлических порошков . | 51 |
| 3.2 Расчет колонны распыления | 54 |
| 3.3 Анализ технологических параметров распыления, определяющих геометрические размеры и форму частиц металлических порошков Cr-Ni сталей | 60 |
| 3.4 Влияние силы тока и скоростей подачи плазмообразующего газа и проволоки .. | 64 |
| 3.5 Влияние газовой атмосферы на качество распыляемых порошков..... | 69 |
| 3.6 Влияние диаметра и скорости подачи проволоки на качество | 74 |
| распыляемого порошка..... | 74 |
| 3.7 Влияние объема газа из системы кипящего слоя на качество порошка..... | 78 |
| 3.8 Выводы по Главе 3 | 81 |

| | |
|--|------------|
| ГЛАВА 4 РАЗРАБОТКА МАТЕМАТИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ ПРОЦЕССА РАСПЫЛЕНИЯ ПОРОШКОВ В КАМЕРЕ АТОМАЙЗЕРА ПРИ ПРОМЫШЛЕННОМ ИСПОЛЬЗОВАНИИ УСТАНОВКИ..... | 84 |
| 4.1. Влияние фактора времени на процесс распыления порошков..... | 84 |
| 4.2 Влияние температуры стенок камеры распыления на выход годного и гранулометрический состав массы распыленного порошка | 86 |
| 4.3 Разработка цифровой модели плазменного атомайзера | 92 |
| 4.4 Исследование условий кристаллизации, состава и структуры..... | 102 |
| распыленных порошков Cr-Ni сталей..... | 102 |
| 4.5 Технологические характеристики распыленных порошков Cr-Ni сталей | 110 |
| 4.6 Исследование механических свойств образцов Cr-Ni сталей, изготовленных из распыленных порошков..... | 112 |
| 4.7 Выводы по Главе 4..... | 115 |
| ГЛАВА 5 РАСПЫЛЕНИЕ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ В ПЛАЗМЕННОМ АТОМАЙЗЕРЕ..... | 119 |
| 5.1 Особенности распыления титана и его сплавов..... | 120 |
| 5.2 Особенности распыления сплавов никеля..... | 128 |
| 5.3 Распыление сплавов системы кобальт-хром | 132 |
| 5.4 Особенности распыления сплавов меди | 135 |
| 5.5 Промышленное освоение технологии плазменного распыления | 137 |
| 5.6 Выводы по Главе 5 | 139 |
| ЗАКЛЮЧЕНИЕ | 141 |
| СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ | 143 |
| ПРИЛОЖЕНИЕ А Патент на изобретение | 162 |
| ПРИЛОЖЕНИЕ Б Акт внедрения результатов диссертационной работы... .. | 163 |

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования

Одной из наиболее затратных по «производству отходов» является металлообрабатывающая промышленность, где коэффициент использования металла при производстве продукции не превышает 50–60 %, а при изготовлении сложных изделий даже 5–10 %. Прибегнув к политике разумного потребления и повысив тем самым коэффициент использования металла, можно добиться постепенного смещения центра тяжести таких производств от вычитающих операций (точения, фрезерования, сверления и т. д.) в сторону аддитивных технологий 3D-печати, где производство изделий осуществляется методом послойного выращивания деталей из мелкодисперсных порошков металлов и сплавов. Этот путь развития требует изменения целого ряда технологических процессов производства отдельных деталей и узлов, машин и механизмов. Наиболее активно замещение вычитающих процессов на 3D-технологии отмечается в таких отраслях, как авиационная промышленность, судостроение, энергетическое машиностроение, а также стоматология и восстановительная хирургия. Одним из сдерживающих факторов развития аддитивных технологий является недостаточное качество исходного сырья – порошков металлов и сплавов. Значения характеристик качества ряда порошков не являются стабильными и изменяются от партии к партии и на различных этапах жизненного цикла, что осложняет внедрение технологических процессов аддитивного производства. Таким образом, внедрение аддитивных процессов производства как отдельных узлов и деталей, так и изделий может быть осуществлено только при обеспечении надлежащего качества исходного порошкового сырья.

Одним из перспективных путей создания качественных металлических порошков является плазменное распыление твердых металлических заготовок (фидстоков) в струе плазмы. Получение качественных распыленных порошков возможно только путем комплексного моделирования процесса плазменного распыления и создания математической модели поведения расплавленных микрокапель металла в герметически обособленной от внешней среды колонне распыления

плазменного атомайзера. Вышеизложенное подтверждает актуальность диссертационной работы, посвященной разработке перспективных путей создания качественных металлических порошков для аддитивных машин различных типов путем плазменного распыления твердых металлических заготовок в разработанном и изготовленном для этих целей плазменном атомайзере.

Степень разработанности темы исследования

Основными ограничениями развития аддитивных производств в России является недостаточная материальная база для производства качественных металлических порошков. В стране практически не изготавливается оборудование для производства металлических порошков и их распыление осуществляется или на импортных, крайне дорогостоящих установках, или на самостоятельно изготовленных атомайзерах. В значительной степени отсутствует научно-технологическая и нормативно-техническая базы, опираясь на которые можно было бы в кратчайшие сроки создать отечественную индустрию производства высококачественных порошков различного назначения.

Объект исследования – процесс создания технологии и оборудования плазменного распыления порошков для аддитивных машин.

Предмет исследования – оценка влияния способа и режима получения аддитивных порошков металлов и сплавов на их состав и свойства.

Цель работы заключается в разработке технологии получения порошков черных и цветных металлов и их сплавов требуемого химического состава и показателей свойств.

Идея работы состоит в научном обосновании, разработке и изготовлении оборудования, подборе технологических режимов распыления фидстоков для получения металлических порошков черных и цветных металлов и их сплавов с заранее заданными показателями свойств и химического состава для аддитивного производства.

Поставленная в диссертационной работе цель достигается посредством решения нижеуказанных задач:

1. Провести анализ влияния энергосиловых параметров распыления, составов распыляемых проволок и качества плазмообразующего газа на качество распыляемых порошков.

2. Выполнить проектирование и изготовить полноразмерный макет атомайзера для плазменной атомизации и определить основные технологические параметры распыления порошков нержавеющей стали.

3. Исследовать физические свойства, структуру и свойства распыленных порошков Cr-Ni сталей, проверить применимость полученных порошков в установках 3D-печати.

4. Провести компьютерное моделирование термодинамических процессов, происходящих в колонне распыления и системе сбора порошков плазменного атомайзера.

5. На основании результатов исследований и компьютерного моделирования разработать проект промышленного атомайзера, обеспечивающего получение порошковой продукции с заданным уровнем сферичности, гранулометрического, химического составов и дефектности частиц.

6. Определить технологические параметры получения металлических порошков сплавов цветных металлов и сплавов, пригодных для использования в условиях промышленного производства порошковой продукции и обеспечивающих свойства частиц и порошка в целом, соответствующие требованиям нормативно-технической документации.

Научная новизна работы определяется следующими результатами проведенных исследований:

1. Теоретически обоснованы и экспериментально доказаны новые принципы распыления проволок из хромоникелевых сталей, реализованные на макетной установке для плазменной атомизации.

2. Выполнено компьютерное моделирование и разработана цифровая модель процесса распыления металлических проволок и термодинамических процессов, происходящих в колонне распыления плазменного атомайзера при одновременной работе одного и трех генераторов плазмы.

3. На основании компьютерного моделирования и расчетно-теоретического анализа процессов образования капли расплавленного металла, условий ее диспергизации, кристаллизации и охлаждения определены конструктивные и технологические параметры промышленной установки плазменной атомизации металлических порошков, обеспечивающие требуемый уровень качества порошковой продукции.

4. Исследованы и экспериментально подтверждены оптимальные параметры распыления металлических порошков в зависимости от химического состава, диаметров и скоростей подачи распыляемых проволок.

5. Показана взаимосвязь между геометрической формой, гранулометрическим, химическим составами распыляемых порошков, технологическими режимами распыления металлической проволоки и механическими свойствами изделий, полученных из распыленных порошков.

Содержание диссертации соответствует паспорту научной специальности 2.6.17. Материаловедение по пунктам: 8. Разработка и компьютерная реализация математических моделей физикохимических, гидродинамических, тепловых, хемореологических, фазовых и деформационных превращений при производстве, обработке, переработке и эксплуатации различных металлических, неметаллических и композиционных материалов. Создание цифровых двойников технологических процессов, а также разработка специализированного оборудования; 14. Развитие научных основ комплексного использования сырья, местных сырьевых ресурсов и техногенных отходов для получения металлических, неметаллических и композиционных материалов для деталей, изделий, машин и конструкций.

Теоретическая и практическая значимость работы:

1. Показано, что результаты математического моделирования процесса распыления могут быть использованы при отработке процессов распыления металлов и сплавов в промышленных условиях при проектировании и изготовлении промышленно выпускаемых плазменных атомайзеров.

2. Разработаны технологические режимы плазменного распыления порошков нержавеющей стали, сплавов титана, никеля, меди, получены опытные партии порошков, исследованы их физические и технологические свойства, доказана возможность их использования в аддитивном производстве. Установлено, что механические свойства образцов, полученных из распыленных порошков, соответствуют требованиям нормативно-технической документации на данные марки.

3. Изготовлен полноразмерный макет плазменного атомайзера, позволяющий исследовать процесс плазменного распыления, разрабатывать технологии производства и получать порошки сталей и сплавов цветных металлов заданного гранулометрического состава. Получен патент РФ на полезную модель №204335 «Устройство для получения металлических порошков» (Приложение А).

4. Разработана и промышленно опробована технология распыления металлических порошков нержавеющей стали, сплавов титана, никеля, меди, предложены режимы распыления порошков в условиях промышленного производства. Полученные результаты внедрены в промышленность, а именно в ПАО «Северсталь» («ССМ-Тяжмаш») (получен акт о внедрении результатов диссертации от 26 декабря 2023, Приложение Б) и АО «ОЗ «Микрон».

Методология и методы исследования. Проведены исследования процесса распыления порошков Cr-Ni сталей и сплавов цветных металлов, химического и гранулометрического составов, геометрической формы, физических свойств полученных порошков, методами 3D-печати изготовлены образцы и проведены механические испытания полученных материалов. Выполнен расчет газодинамических процессов в колонне распыления атомайзера. Механические свойства испытаны на разрывных машинах INSTRON 8801. Анализ частиц порошка выполнен на оптическом микроскопе Reichert-Jung MeAF-3A с программным обеспечением ThixometPro, растровом электронном микроскопе Zeiss Supra 55VP.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Определены базовые параметры и технологические режимы распыления металлических порошков для аддитивного производства в плазменных атомайзерах, использующих схему с одним и тремя независимо действующими генераторами плазмы для получения металлических порошков Cr-Ni сталей.
2. Доказана возможность использования плазменного атомайзера для получения порошков цветных металлов и их сплавов. Разработаны требования к условиям распыления порошков цветных металлов и их сплавов.

Степень достоверности результатов исследования обеспечиваются воспроизводимостью и согласованностью полученных результатов, подтверждается большим объемом экспериментальных исследований, проведенных для подтверждения основных теоретических положений, применением современного сертифицированного исследовательского оборудования и лицензионных программных средств для обработки информации, корректностью постановки задач исследования и комплексным подходом.

Апробация результатов. Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях и семинарах: Всероссийская конференция с международным участием «Хладостойкость. Новые технологии для техники и конструкций Севера и Арктики» Якутск, 2016 г; «International Scientific Conference on Energy, Environmental and Construction Engineering, EECSE 2018» 2018; IX Международная научно-техническая конференция "Низкотемпературные и пищевые технологии в XXI веке" (Санкт-Петербург, 13 - 15 ноября 2019 г.); Международный семинар «Нанофизика и наноматериалы» СПб, 2020 г.; «Нанофизика и наноматериалы» Международный симпозиум СПб, 2022, 2023.

Личный вклад автора заключается в постановке цели и задач исследования, выдвижении основных идей и их научном обосновании, выборе методов исследований и проведении экспериментов, интерпретации экспериментальных данных, участии в проектировании макетного и промышленного атомайзеров, изготовле-

нии, монтаже и пусконаладке макетной установки. Все экспериментальные результаты и анализ полученных результатов, включенные в диссертацию, получены либо самим автором, либо при его непосредственном участии.

Публикации. Результаты диссертационного исследования в достаточной степени освещены в 13 печатных работах (пункты списка литературы № 52-57, 153-159), в том числе в 2 статьях - в изданиях из перечня рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, ученой степени доктора наук (далее – Перечень ВАК), в 7 статьях - в изданиях, входящих в международную базу данных и систему цитирования Scopus. Получен 1 патент (Приложение А).

Структура работы. Диссертационная работа состоит из оглавления, введения, 5 глав с выводами по каждой из них, заключения, библиографического списка, включающего 181 наименование и приложений. Работа изложена на 163 страницах, содержит 32 таблицы и 55 рисунков.

ГЛАВА 1 ОБОРУДОВАНИЕ И ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ ДЛЯ АДДИТИВНЫХ МАШИН

1.1 Особенности развития рынка металлических порошков

Рынок аддитивных технологий в мире активно развивается. Средний мировой ежегодный прирост достигает и даже превышает 20 %. Традиционно основной рынка являются 3D-принтеры, работающие с полимерными композициями. Однако последнее десятилетие наметилась тенденция постепенного смещения интересов потребителей в сторону оборудования, предназначенного для печати изделий металлическими порошками. По данным Wohler Associates и GlobalData мировой рынок аддитивных технологий с 2014 по 2020 годы рос со среднегодовыми темпами в 19,3 %, достигнув к 2020 году объема в 12 млрд долл. В настоящее время на долю рынка 3D-печати приходится менее 0,1 % от общего мирового производственного рынка, который оценивается в 12,7 трлн долл. Согласно прогнозам, к 2025 году глобальный рынок 3D-печати достигнет 32 млрд долл., а к 2030 году — 60 млрд долл. Следует отметить, что оценки GlobalData довольно сдержанные по сравнению с прогнозами других компаний. Так, Statista публикует оценку в 16 млрд долл. в 2020 году и 40,8 млрд долл. к 2024 году. Fortune Business Insights ожидает, что с 2020 года рынок будет расти со среднегодовыми темпами 25,8 % и достигнет 51,8 млрд долл. к 2026 году. Еще более высоких темпов в 29,5 % ежегодно до 2025 года и достижение объемов в 63,5 млрд долл. ожидает Mordor Intelligence [79, 175].

Интенсивный рост производства продукции методами аддитивной печати в мире особенно заметен на фоне постепенного замедления темпов развития аддитивных технологий в РФ. Это связано как с отсутствием промышленно выпускаемых отечественных принтеров, так и крайне малым объемом производимых в стране порошков для аддитивных машин и санкциями ряда западных стран, резко затруднивших покупку таких порошков за пределами страны. Общими требованиями, предъявляемыми к порошкам для 3D-принтеров, является обязательная сферичность частиц, высокая химическая, отсутствие пор и посторонних включений в

теле частиц. В аддитивных машинах различных фирм используются порошки различного гранулометрического состава от 10 до 160 мкм. [63, 125].

Увеличение объема выпуска продукции, полученной методами аддитивных технологий, привело к расширению номенклатуры производимых порошков, хотя, до сих пор, суммарное число марок порошков, производимых в мире, включая, порошки сталей, жаропрочных сплавов, сплавов цветных металлов и т. п. едва приблизилось к сотне, что несопоставимо с числом материалов, производимых стандартными методами. Основной объем металлических порошков в РФ – это импортируемая продукция, которая до 2022 г. поставлялась, в основном, из Германии, Великобритании и Канады. В настоящее время основным поставщиком порошков является КНР.

Основными отечественными поставщиками порошков для аддитивных машин являются такие компании как АО «Полема», ФГУП ВИАМ, ОАО «Композит», ООО «Нормин», ОАО ВИЛС, АО "ОЗ "МИКРОН"; основными отечественными потребителями порошков – компании, входящие в Объединенную двигателестроительную корпорацию, Объединенную судостроительную корпорацию, предприятия, специализирующиеся на выпуске оборонной продукции и медицинской техники, причем список компаний и предприятий, использующих аддитивные технологии постоянно расширяется. Отчетливо видно, что на данном этапе формируется устойчивый рост отечественной аддитивной промышленности, развитие которой сдерживается недостаточным обеспечением заинтересованных предприятий металлическими порошками, срок поставки которых от момента заказа может достигать до нескольких месяцев, а минимальные объемы – десятки и сотни килограмм, что в условиях, например, опытного производства, оказывается попросту нерентабельным. Основным направлением развития отечественных предприятий, специализирующихся на производстве аддитивной продукции, должно быть постепенное освобождение их от зависимости от поставщиков, особенно в условиях малых партий, требуемых для опытного производства по схеме «здесь и сейчас». Необходимо обеспечить расширение номенклатуры выпускаемых порош-

ков, снижение их стоимости, создание на предприятиях возможности самостоятельно производить необходимые им по химическому и гранулометрическому составам порошки в требуемых объемах и в кратчайшие сроки. Одним из путей решения этой задачи является создание на предприятиях участков производства малых коммерческих партий порошков, производимых методами плазменной атомизации.

1.2 Оборудование плазменной атомизации порошков

Самым распространенным методом получения порошков для аддитивных технологий, является распыление расплава газом - газовая атомизация [2, 69, 92, 110, 111, 161 и др.]. Реже используют порошки, полученные методом распыления проволоки плазмой (Plasma Atomization) [47, 60, 178].

При газовой атомизации металл расплавляют в плавильной камере (в вакууме или инертной среде) и сливают в управляемом режиме через распылитель, в котором происходит разрушение потока жидкого металла струей инертного газа под высоким давлением. Для получения мелких порошков (до 40 мкм), применяемых в SLM технологиях, используют так называемые ВИМ-атомайзеры (Vacuum Induction Melting), в которых плавильную камеру для минимизации контакта расплава с воздухом дополнительно вакуумируют. Для плавки металлов и сплавов обычно используют керамические или графитовые тигли, температура плавления в которых может достигать 1900°С [2, 47, 63, 69, 92, 111, 161 и др.]. Процесс распыления металла в газовых атомизаторах наиболее применим для получения крупных коммерческих партий порошков и имеет три фазы распыления – начальную, рабочую и заключительную. В начальной фазе система выходит на рабочий режим: открывается клапан для слива металла (необходимо некоторое время для стабилизации потока), включается подача распылительного газа, в точно определенном соотношении между объемом металла и газа. Далее - рабочая фаза, в которой процесс стабилизируется и достигается требуемое соотношение расхода металла и газа в распылителе. В конце рабочего процесса (заключительная фаза) скорость выхода металла

из тигля снижается, параметры потока изменяются, и нарушается баланс между соотношением массы металла и газа. В первой и заключительной фазах порошок получается некондиционным. К недостаткам газовой атомизации следует также отнести значительное число частиц, отличающихся по форме от сферических, а также большое число сателлитов – мелких капель порошка, кристаллизующихся на поверхности более крупных частиц. [63, 92, 123 и др.].

Плазменная атомизация - Plasma Atomization – является одной из разновидностей газовой атомизации, в которой расплавление металла идет посредством теплового воздействия высокоэнергетического потока ионизированного газа – плазмы. Плазменные атомизаторы более компактны и дешевы, чем газовые атомизаторы и атомизаторы других типов, перенастройки этих установок на производство различных типов порошков занимают значительно меньшее время, чем у более крупных газовых установок. К недостаткам плазменной атомизации можно отнести только необходимость обеспечения исходного сырья для распыления в виде проволок диаметром от 1 до (обычно) 2,5–3 мм. К основным достоинствам, отличающим плазменное распыление относятся высокий уровень сферичности порошка, минимальное число сателлитов, достаточное количество и широкий диапазон регулирования параметров процесса распыления, что позволяет получать порошки тугоплавких материалов и материалов с особыми свойствами; стабильность процесса и легкость перенастройки процесса распыления, получение порошков заданного размера и формы, компактность оборудования и возможность его полной автоматизации и создание в установке распыления контролируемых атмосфер, относительно низкие первоначальные затраты на создание производства [37, 62, 63, 123, 163, 172, 174, 178].

Основным рабочим элементом плазменных атомайзеров являются плазмотроны. Плазмотрон (генератор плазмы) представляет собой техническое устройство, генерирующее газоразрядную плазму, которая используется для обработки материалов, их резки и напыления. Интерес к плазменной дуге и, собственно, к плазмотронам, возник в середине прошлого века в связи с проблемой нагрева газов в

аэродинамических трубах для моделирования полетов самолетов со сверхзвуковыми скоростями и условий входа космических аппаратов в атмосферу Земли и других планет. Температура газа в этих случаях достигает 10 000 К при давлении 100 атм. и более. С тех пор аппараты, предназначенные для производства низкотемпературной плазмы, т. е. газа, нагретого до температуры $(3-50)10^3$ градусов, называют «плазмотронами». В качестве генераторов плазмы используются электродуговые, высокочастотные и сверхвысокочастотные плазмотроны мощностью от нескольких киловатт до десятков и даже сотен мегаватт. В настоящее время основным способом получения низкотемпературной плазмы является нагрев газа в термической электрической дуге. Наиболее часто применяют плазмотроны постоянного тока, они стабильны в работе, имеют низкий расход электрода и низкое энергопотребление. Различают три группы плазматронов постоянного тока прямого действия, косвенного действия и комбинированные [5, 16, 59, 61, 63, 80, 92, 105].

Электродуговые плазмотроны постоянного тока обладают рядом преимуществ. Они позволяют нагревать газ при минимальных давлениях среды до десятков тысяч градусов, с высоким (до 90 %) уровнем преобразования электрической энергии источника питания в тепловую энергию газа, причем параметры нагретого газа легко регулируются изменением режима работы плазматрона, что позволяет полностью автоматизировать их работу. Ресурс таких плазматронов определяется жизнестойкостью электродов и достигает тысяч часов, что позволило применить их в химической, металлургической, металлообрабатывающей и ряде других отраслей производства, в аэрокосмических исследованиях, медицинской технике, астрофизике, других отраслях промышленности и науки. Конструкция плазматрона постоянного тока состоит из следующих основных элементов: устройства подачи плазмообразующего вещества, электрода и разрядной камеры – рисунок 1.1. [80].

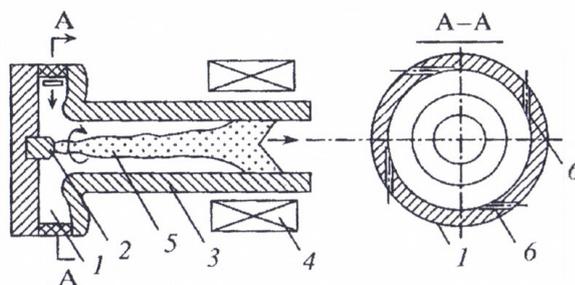


Рисунок 1.1 - Однокамерный плазмотрон: 1 - вихревая камера; 2 - внутренний электрод; 3 - выходной электрод; 4 -соленоид; 5 - столб дуги; 6 - каналы [80]

Низкотемпературная плазма явилась мощным интенсифицирующим фактором, резко ускоряющим протекание многих металлургических и физико-химических процессов. В последние годы она становится основным элементом в новых методах прямого восстановления металлов из руд, получения порошков металлов и сплавов, карбидов, получения ряда материалов с заранее заданными свойствами. В настоящее время плазменные технологии применяются не только в многотоннажных производствах промышленной продукции, но и при производстве ограниченных – малых опытных и опытно-промышленных партий, например, при производстве порошков для аддитивных машин [5, 80].

Одним из главных достоинств применения плазмотронов является то, что большинство плазмохимических процессов, представляющих практический интерес с технологической точки зрения, одностадийные, поэтому они легко моделируются, оптимизируются и управляются газодинамическими или электродинамическими методами (т. е. режимами работы плазмотронов), что позволяет снизить требования к конструкционным материалам генераторов низкотемпературной плазмы [5, 63,123]. Малые размеры и относительная простота конструкций плазмотронов, тепловая безинерционность дуги, исключительно высокие скорости движения газовых сред (десятки и сотни метров в секунду) [5, 48, 68, 81, 123, 139, 141] позволяют создавать небольшие, но чрезвычайно высокопроизводительные установки для производства металлических порошков – плазменные атомайзеры. Такие установки обычно состоят из нескольких, связанных между собой единой технологической задачей – распыления металлических заготовок, блоков. К основным узлам

атомайзеров принято относить – генераторы плазмы (плазмотроны), колонны распыления – сосуды, на которых крепятся плазмотроны и в которых протекает процесс распыления, системы сбора порошка, обеспечивающие возможность сбора, упаковки и хранения порошка без доступа к нему агрессивных компонентов внешней среды, систем управления процессом распыления, систем подачи материала, плазмообразующего и защитного газа в зону распыления, силового блока и блока охлаждения оборудования – рисунок 1.2 [141].

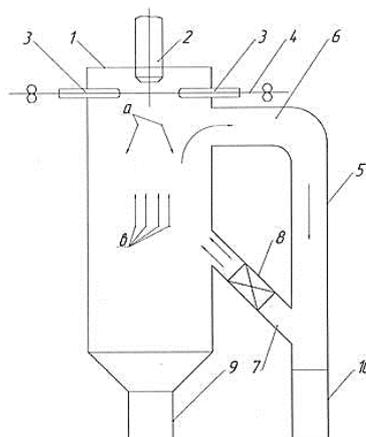


Рисунок 1.2 - Принципиальная схема атомайзера. 1 – рабочая камера (колонна), 2 – плазмотрон, 3 – устройство подачи материала, 4 – материал, 5 – параллельная ветвь рабочей камеры, 6 – выходной патрубок, 7 – нижний патрубок параллельной ветви, 8 – вентилятор, 9 – сборник порошка, 10 – сборник порошка мелких фракций [141]

1.3 Энергосиловые характеристики и работоспособность плазмотронов плазменных атомайзеров

Работоспособность и надежность плазменного атомайзера в первую очередь обеспечивается надежностью, работоспособностью и долговечностью генератора плазмы. До сих пор остается неясным целый ряд явлений и процессов, связанных с горением дуги в плазмотроне. Трудность анализа рабочих параметров плазмотронов обусловлена многофакторностью и сложностью процессов, протекающих в электрической дуге. В электродуговых плазмотронах ионизованная часть газа об-

разуется в приосевой части разрядного канала (столб дуги), а относительно холодная часть газа создает газовую завесу между стенкой канала и дуговым столбом. Между этими областями происходит сложный тепло- и массообмен. Прохождение электрического тока в области столба дуги обуславливается джоулевым тепловыделением, а перенос тепла - теплопроводностью, излучением и конвекцией. Также, в плазме дуги присутствуют частицы с самыми различными свойствами и законами взаимодействия - молекулы, радикалы, атомы, ионы, электроны. В дуге происходят разнообразные процессы переноса, а дуга в плазмотроне взаимодействует со стенками канала, в котором она находится. Дополнительные сложности привносят внешние магнитные поля, которые усложняют анализ взаимодействия различных процессов в электрической дуге [47,48, 81].

В целом ряде публикаций приводятся результаты математических расчетов генераторов плазмы. Так, в работах [6, 38, 45,48, 134, 162] даны основы математического моделирования плазмотронов, выполнены расчеты температуры плазмы в зависимости от внешних условий, даны основополагающие уравнения баланса энергии в плазмотронах, приводятся методики расчета скорости плазмы в плазмотроне. Однако полученные в результате расчетов данные различных авторов могут значительно отличаться, так в различных работах [6, 45, 46, 60, 112, 131, 139, 165 и др.] температура плазмы колеблется в пределах от 30 до 8–10 тысяч градусов. Типичные результаты расчетов распределения температур внутри плазменной дуги представлено на рисунке 1.3.

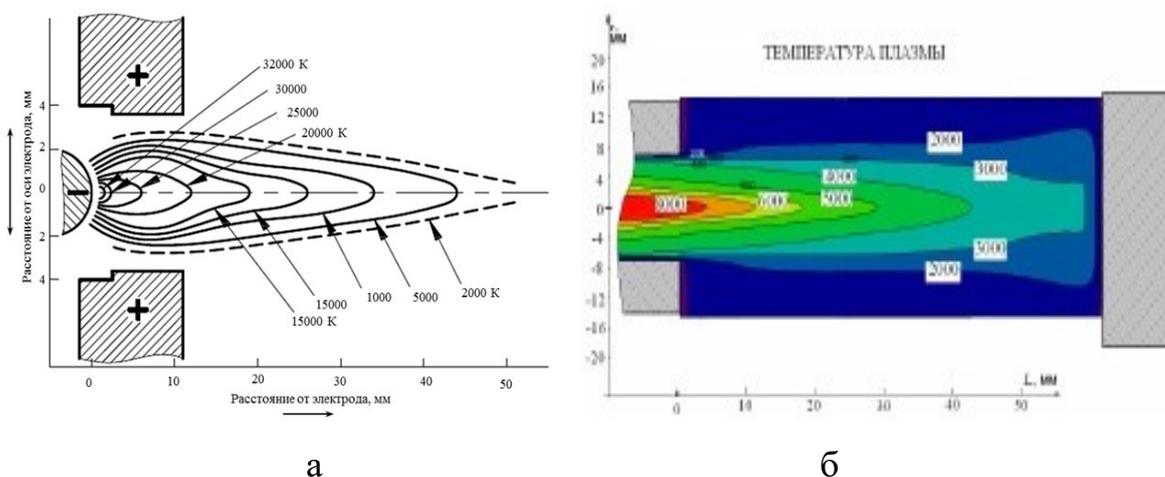


Рисунок 1.3 - Распределение температуры в плазменной струе а - [140], б - [6]

В работе [34] приводятся данные расчетов зависимости мощности дуги плазмотрона от расхода плазмообразующего газа – аргона (рисунок 1.4). Из анализа приведенных данных следует, что в теории работы дуговых плазмотронов остается значительное число не решенных проблем, препятствующих дальнейшему повышению эффективности эксплуатации подобных устройств.

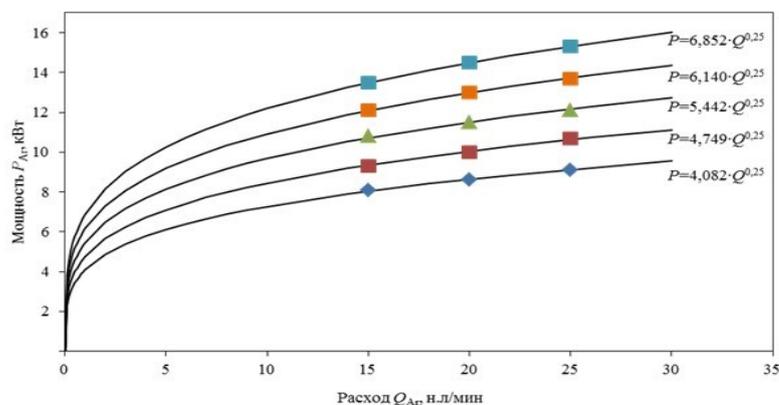


Рисунок 1.4 - Зависимость мощности дуги от расхода аргона при токе дуги (кривые снизу вверх) – 300, 350, 400, 450 и 500 А [6]

Следует отметить, что все вышеприведённые работы посвящены анализу процессов и оборудования для плазменного напыления, а информация о системах плазменного распыления, их условиях работы, технологических и физических характеристиках практически отсутствует, что требует проведения дополнительных экспериментов, позволяющих оценить работоспособность и оптимальные условия работы плазмотронов в составе систем плазменной атомизации твердых тел. Известно, что среди основных технологических проблем лимитирующих работоспособность плазменных атомайзеров одной из важнейших является проблема обеспечения долговечности катода плазмотрона, который разрушается в зоне привязки дуги. Плотность тока у поверхности металлического катода может достигать величин 10^5 А/см², при этом удельные тепловые потоки в пятнах дуги оказываются настолько велики, что материал электродов без принятия дополнительных мер интенсивно плавится, испаряется и уносится потоком газа. Эрозия катода определяется удельными тепловыми нагрузками в зоне действия пятна дуги, а тепловые потоки непосредственно связаны с физическими процессами, происходящими в приэлектродных областях дугового разряда (в пределах нескольких длин свободного

пробега заряженных частиц), на поверхности и внутри кристаллической решетки металла. Процесс разрушения электродов – многогранный тепло- и электрофизический процесс, сущность которого до сих пор еще полностью не раскрыта. В плазмотронах с «горячими» катодами необходимо удерживать пятно дуги в неподвижном состоянии. Это вытекает из принципа действия «горячего» катода, согласно которому температура его рабочей поверхности должна поддерживаться на уровне, обеспечивающем потребную плотность термоэмиссионного тока. С другой стороны, желательно, чтобы при выбранном режиме эрозия материала не была чрезмерно высокой [5, 80]. В этой постановке отчетливо просматривается противоречивость и сложность выполнения требований, предъявляемых к катоду. Наилучшим образом этим требованиям удовлетворяют катоды, изготовленные из тугоплавких металлов. Наиболее распространенными для изготовления термокатодов материалами являются молибден, чистый или торированный вольфрам ($W + ThO_2$), лантанированный вольфрам ($W+LaO$). Вольфрамовый катод, используемый в качестве термокатада при работе в аргоне, имеет малую удельную эрозию и обеспечивает большой (до тысячи часов) ресурс работы. Сложность использования таких термокатодов состоит в определении температурного режима, при котором существовало бы устойчивое равновесие между скоростью испарения активирующих добавок и их диффузией из глубинных слоев. При этом необходимо учитывать, что активаторы диффундируют на поверхность только между кристаллами тугоплавкого металла. При температуре стержневого электрода вольфрам-торий в 2700–3000 К в его тонком поверхностном слое уже через несколько минут работы не обнаруживаются следов тория [5, 46, 47, 48, 123]. По данным [47, 123] перспективным является применение катода, состоящего из медной водоохлаждаемой обоймы, в которую впаян вольфрамовый стержень – рисунок 1.5. На рисунке 1.6 приведены результаты экспериментальных исследований теплового потока в катод с вольфрамовым стержнем и водоохлаждаемой обоймой, работающий в среде азота, аргона и других газов, в зависимости от силы тока.



Рисунок 1.5 - Вольфрамовый катод с водоохлаждаемой обоймой плазмотрона ПМК-5

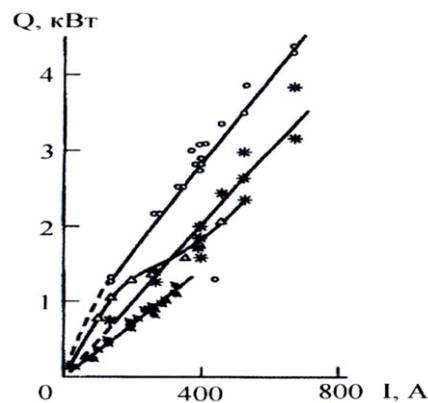


Рисунок 1.6 - Тепловой поток через катодное пятно в зависимости от тока для разных рабочих сред и материалов катода: o – азот - вольфрам; * - аргон - вольфрам; Δ гелий-вольфрам; • - воздух-гафний, цирконий

В ходе экспериментов было экспериментально установлено отсутствие влияния диаметра вольфрамового стержня и способа его заделки на величину теплового потока [48], а плотность тока на катоде в исследованном [47] диапазоне рабочих токов атомайзера (50-500 А) не зависит от тока дуги и составляет $7.55 \cdot 10^7 \text{ А} \cdot \text{м}^{-2}$. Скорость эрозии электродов существенно зависит от их теплового режима, оптимизация которого является одной из главных задач при исследовании работоспособности плазмотрона, эксплуатируемого в составе плазменного атомайзера. В работе [46] приведены опытные данные по удельной эрозии катода, изготовленного из вольфрама и заделанного в медную обойму заподлицо или выступающего на несколько мм из охлаждаемой обоймы (рисунок 1.7).

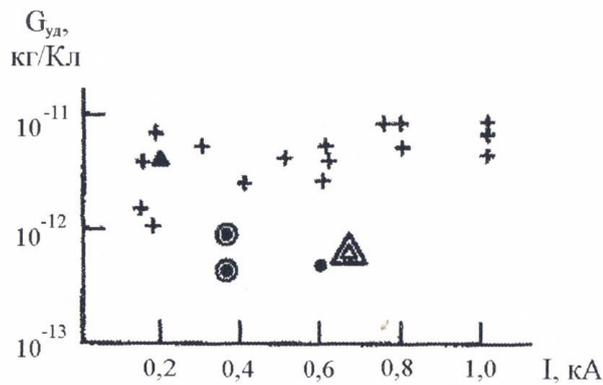


Рисунок 1.7 - Зависимость эрозии вольфрамового катода от тока дуги

Если решения, связанные с надежностью и долговечностью плазмотронов для напыления, достаточно широко обсуждаются в научной литературе и могут быть (при проведении ограниченного числа экспериментов) перенесены на плазмотроны плазменных атомайзеров, то данных по форме, геометрии и размерам камеры распыления в научной литературе практически отсутствует, что в первую очередь связано с тем, что процесс плазменной атомизации только недавно вышел из лабораторий исследовательских институтов и еще не наработан достаточный объем данных, который бы позволил провести достоверное моделирование процесса распыления металла в замкнутом объеме – колонне атомайзера. К сложностям такого моделирования следует отнести то, что в каждом из ныне работающих атомайзеров используются плазмотроны различных конструкций, по-разному решена схема их размещения на колонне распыления, схема подачи материала в зону распыления и т. п.

Таким образом, при создании установки плазменного распыления, в первую очередь, необходимо решить вопрос моделирования процессов, происходящих в колонне атомайзера при распылении в ней металлических материалов. Для проведения такого моделирования требуется анализ, существующей информации о распылении металла в конструктивно подобном оборудовании, например, при распылении металла под действием струи плазмообразующего газа.

1.4 Процесс формирования и сфероидизации и кристаллизации капли расплавленного металла

Хотя основным узлом плазменного атомайзера является генератор плазмы, от стабильности работы которого зависит количество и качество получаемого порошка, процесс распыления осуществляется в камере распыления (верхней части колонны атомайзера), обеспечивающей максимальную защиту распыляемого металла от агрессивного воздействия внешней среды, стабилизирующей тепловые и газодинамические процессы распыления. При проектировании колонны и разработке технологии распыления фидстоков необходимо решить ряд сопутствующих вопросов, в том числе вопрос об образовании и формировании капли расплавленного материала, ее сфероидизации и кристаллизации в процессе движения от верхней точки – зоны распыления, до нижней – зоны сбора готовой продукции.

1.4.1. Расплавление поверхности распыляемого материала. Формирование капли расплава

Жидкое состояние, являясь промежуточным между твердым и газообразным состояниями, обладает отдельными свойствами, как твердых тел, так и газов. Жидкости изотропны и текучи как газы, но их плотность, сжимаемость и теплоемкость близки к аналогичным свойствам твердых тел. Как и твердые тела, жидкости занимают в пространстве определенный объем. Детальное обоснование близости жидкостей и твердых тел вблизи температуры затвердевания было впервые приведено Я.И. Френкелем. Структура жидкости рассматривается как сильно искаженная и неупорядоченная структура твердого тела с разрывами между атомами. Такие разрывы мгновенно возникают и мгновенно залечиваются, но они всегда, в любой момент времени, существуют в объеме жидкости. Сумма всех разрывов создает дополнительный объем жидкости по отношению к объему твердого тела [132].

Наиболее важными свойствами металлических расплавов, во многом определяющими процесс их распыления, являются вязкость и поверхностное натяжение. Вязкость жидкости обусловлена наличием дополнительного объема жидкости по

отношению к объему твердого тела. Вязкость жидких металлов зависит от температуры, с ростом которой вязкость уменьшается. Поверхностное натяжение жидкости – это работа образования физической поверхности раздела фаз, отнесенная к единице поверхности. Для дисперсных систем, образующихся при распылении, поверхностная энергия составляет значительную часть молекулярно-кинетической энергии вещества. Процесс диспергирования жидкости приводит к образованию множества новых поверхностей раздела, при этом часть объема жидкости переходит в ее поверхностные слои с более высокой энергией [8, 50].

При плавлении и распылении в плазменной дуге и последующем охлаждении капля расплава взаимодействует с газами и жидкостями. Взаимодействия с газами включают в себя физическую адсорбцию газа на поверхности расплава, хемосорбцию газа в расплаве с образованием на поверхности тонких пленок оксидов, нитридов и др. и диффузию атомов газа вглубь расплава с образованием химических соединений. Наиболее важными являются процессы взаимодействия расплава с кислородом азотом и водородом. При взаимодействии с кислородом на поверхности расплава мгновенно образуются оксидные пленки с кристаллической или аморфной структурой. Интенсивность взаимодействия зависит от химического состава газовой среды и расплава, размера жидких капель и их реакционной поверхности. При распылении расплавов, легированных титаном, алюминием, хромом, ванадием и другими химически активными элементами, которые создают трудно восстанавливаемые оксиды, целесообразно применять в качестве энергоносителей инертные газы, не содержащие кислорода. Азот образует в расплавах нитриды, поэтому порошки металлов, в которых азот хорошо растворяется (железо, хром, ванадий, молибден, титан и др.) отличаются повышенной твердостью и более низкой пластичностью. Водород образует гидриды с молибденом, титаном, цирконием, танталом, рением и некоторыми другими металлами. При снижении температуры растворенный водород обычно выделяется из металла, что может приводить к образованию пористости распыленных порошков и изделий [19, 110].

Любая струя жидкости, самопроизвольно вытекающая из сосуда, даже без видимого воздействия на нее внешней среды, испытывает действие малых возмущений, которые порождают пульсацию жидкости в струе. Множество малых возмущений порождают в струе волновой характер перемещения жидкости с растущей амплитудой колебания волны, скорость роста которой имеет максимум. Эта волна и образует будущую каплю, размер которой определяется длиной волны. При относительно малой скорости истечения струи (< 25 м/с), характер и степень деформации струи определяются только осесимметричными колебаниями, амплитуда которых возрастает по мере удаления от точки распада. Распад струи сопровождается образованием однородных по размеру крупных капель. При увеличении скорости истечения до 25–100 м/с возникают несимметричные колебания, искривляющие струю, из-за повышенного влияния газовой атмосферы. Дальнейшее повышение скорости истечения (> 100 м/с) приводит к возникновению режима объемного распыления, причем зона разрушения сдвигается непосредственно к точке распыления, образуя факел из распыленных капель жидкости неоднородных по размеру. Распад струи жидкости газовым потоком представляет собой сложный физический процесс, в котором определяющую роль играют аэродинамические силы, величина которых зависит не только от скорости движения распыляющего газа, но и от его плотности. Этим силам противостоят силы поверхностного натяжения и вязкость расплава. Распад струи расплава под воздействием газового потока описывают критериальным уравнением (1.1):

$$d/D = \varphi (WE, LP, M, N), \quad (1.1)$$

где d – средний диаметр капель расплава; D – диаметр струи расплава; WE – критерий Вебера, определяющий соотношение сил инерции и сил поверхностного натяжения; L – критерий Лапласа, характеризующий соотношение сил вязкости и поверхностного натяжения расплава; M и N – критерии, характеризующие соответственно соотношение плотности газа (энергоносителя) и расплава; вязкости газа и расплава [1, 43, 78, 93, 104].

Диспергирование струи в плазменном атомайзере начинается при некоторой критической (для данной струи) скорости газового потока. Исследованиями ряда

авторов, в частности [40], позволило выявить три структурные зоны в очаге распыления. Первая зона представляет собой сплошную, не распавшуюся часть струи. Длина этой зоны колеблется от 1 до 10 мм и зависит от удаления фокуса распыления от выходного среза сопла анода. Вторая зона соответствует началу разрушения струи, которая расслаивается на отдельные нити, пряди и крупные капли преимущественно цилиндрической формы. Протяженность второй зоны, которая по существу является первичной зоной дробления струи, составляет 10–20 мм. Вследствие большой разницы в относительных скоростях перемещения газа и металла струи газ начинает проникать в массу металла, создавая в ней объемы с высокими напряжениями сжатия. При выходе частично диспергированных объемов из зоны максимальных напряжений сжатия они взрываются, образуя поток дисперсных капель различного размера и формы. Процесс вторичного дробления прядей, нитей и крупных капель на частицы конечных размеров завершается в третьей зоне. Условием дробления является превышение скоростного напора потока газа над силами поверхностного натяжения в капле. Средний размер частиц, образующихся в результате распыления струи расплава газовым потоком, в работе [40] оценивается эмпирически позволил установить, что основными факторами, определяющими дисперсность порошка при распылении, являются энергия газового потока плазмообразующего газа, вязкость и поверхностное натяжение расплава.

По структуре зона распыления (факел распыления) представляет собой трехфазную непрерывно пульсирующую смесь газа и металла, находящегося в жидком и затвердевшем состояниях. Скорость перемещения капель расплава сначала резко возрастает, а затем, по мере удаления от фокуса распыления, падает. Ускорение капель в газовом потоке зависит от их размера и уменьшается с его увеличением. Одним из важнейших факторов, определяющих качество полученного порошка, является скорость его охлаждения. В общем случае теплообмен расплава с окружающей средой осуществляется теплопроводностью, конвекцией и излучением [19]. Теплопроводность и конвекция обычно объединяются в понятие теплообмена соприкосновением. Такой вид теплообмена описывается уравнением Ньютона (1.2):

$$q = \alpha(T_{\text{п}} - T_{\text{с}}), \quad (1.2)$$

где q – удельный тепловой поток с поверхности расплава; α – коэффициент теплоотдачи; $T_{\text{п}}$ и $T_{\text{с}}$ – абсолютные температуры поверхности расплава и окружающей среды.

Теплообмен излучением описывается уравнением Стефана-Больцмана, которое для капли расплава, движущейся в вакуумной камере, принимает вид (1.3):

$$q = \varepsilon C_0 [(T_{\text{п}}/100)^4 - (T_{\text{с}}/100)^4], \quad (1.3)$$

где C_0 – коэффициент лучеиспускания абсолютно черного тела ($C_0 = 5,7 \text{ Вт/м}^2 \text{ К}^4$); ε – степень черноты реального тела; $T_{\text{с}}$ – абсолютная температура стенки вакуумной камеры.

В общем виде уравнение теплового баланса для охлаждающейся капли расплава можно представить в виде (1.4) [49]:

$$dq = F \{ \alpha(T_{\text{п}} - T_{\text{с}}) + \varepsilon C_0 [(T_{\text{п}}/100)^4 - (T_{\text{с}}/100)^4] \} dt = mc_p dT, \quad (1.4)$$

где F – поверхность капли; m – масса капли, c_p – удельная теплоемкость расплава, dt – время охлаждения капли на величину dT .

Для сферической капли диаметром d скорость охлаждения составит с учетом (1.5) [49]:

$$dT/dt = (6/d\gamma_p c_p) \{ \alpha(T_{\text{п}} - T_{\text{с}}) + \varepsilon C_0 [(T_{\text{п}}/100)^4 - (T_{\text{с}}/100)^4] \}. \quad (1.5)$$

В фигурных скобках уравнения первое слагаемое характеризует долю теплового потока, отводимого от расплава теплопроводностью и конвекцией, а второе слагаемое – долю излучаемого тепла. При распылении и затвердевании капель в газовой среде вкладом лучистого теплообмена обычно пренебрегают из-за крайне малой доли его участия в процессе.

Среднюю скорость охлаждения капель металлического расплава для распыления в условиях камера распыления атомайзера в газовой среде можно представить в виде (1.6):

$$V_{\text{охл}} = k \alpha/d, \quad (1.6)$$

где k – константа для данного расплава.

Очевидно, что скорость охлаждения расплава будет тем выше, чем меньше капля расплава и больше коэффициент теплоотдачи с ее поверхности. Величина коэффициента α обычно находится по формулам общей теории теплообмена с использованием критериев подобия. В условиях вынужденного движения газа (вынужденная конвекция) интенсивность теплообмена характеризуется критерием Нуссельта (1.7) [136]:

$$Nu = d\alpha / \lambda_p, \quad (1.7)$$

где d – характерный размер тела, в данном случае размер капли расплава; λ_p – удельная теплоемкость расплава.

В свою очередь критерий Нуссельта является функцией критериев Рейнольдса и Прандтля (1.8):

$$Nu = 0,023 Re^{0,8} Pr^{0,4}. \quad (1.8)$$

Критерий Прандтля является теплофизической характеристикой. Критерий Рейнольдса определяет гидромеханическое подобие течения среды. Известно, что именно величиной критерия Рейнольдса определяются условия течения газа, обтекающего цилиндрическое тело (распыляемый объект, расположенный перпендикулярно направлению потока плазмы). Распределение плотности теплового потока на поверхности проволоки неравномерно – поперечное обтекание проволоки плазменным потоком происходит обычно в условиях ламинарного течения, а в кормовой зоне, при числе Рейнольдса более 5 происходит отрыв и турбулизация плазмы – рисунок 1.8 [58, 136]. Плавное – безотрывное обтекание проволоки (рисунок 1.8.а) соответствует числу Рейнольдса (1.9):

$$Re = \rho V d / \mu \leq 5, \quad (1.9)$$

где ρ – плотность плазмы, V – скорость набегающего потока, d – внешний диаметр, μ – динамическая вязкость плазмы.

При $Re > 5$ пограничный слой в кормовой части отрывается от поверхности и позади от проволоки образуются два симметричных вихря, которые с увеличением числа Рейнольдса вытягиваются по течению, периодически отрываются от поверхности и уносятся потоком, образуя за проволокой вихревую дорожку (рисунок 1.8. б, в).

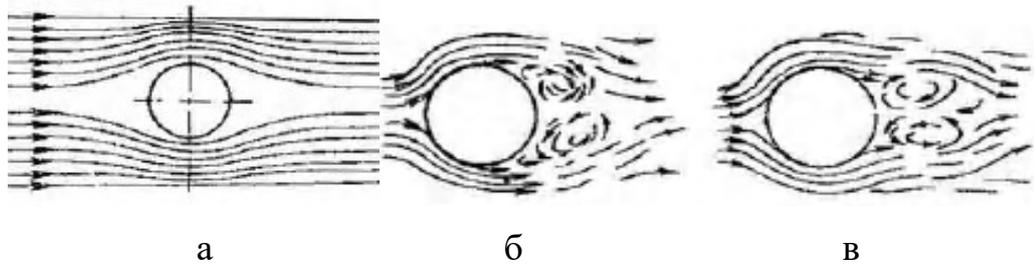


Рисунок 1.8 – Обтекание проволоки при поперечном потоке: а – безотрывное обтекание; с отрывом ламинарного (б) и турбулентного (в) пограничных слоев [57]

Частота отрыва вихрей растет пропорционально увеличению числа Рейнольдса до значений $Re \geq 10^3$, при больших значениях Re частота отрыва становится практически постоянной. Турбулентное течение в части пограничного слоя наступает при достаточно больших значениях числа Re . В публикациях различных авторов эта величина – $Re_{крит}$ – находится в пределах $Re \geq 10^5$ [58, 122, 137, 146 и др.]. На эту величину влияет как степень турбулентности набегающего потока (чем выше степень турбулентности – тем ниже значение Re), так и другие внешние факторы. Характер обтекания проволоки отражается на ее теплоотдаче – рисунок 1.9.

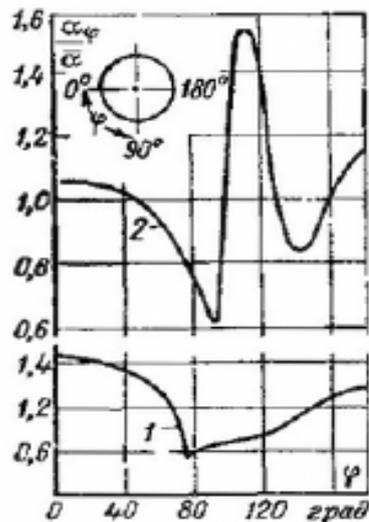


Рисунок 1.9 – Изменение локального относительного коэффициента теплоотдачи по окружности проволоки, обтекаемой поперечным потоком газа. 1 – $Re = 70800$; 2 – $Re = 219\,000$. A_{φ} – коэффициент теплоотдачи в точке, соответствующей углу φ ; α – средний по окружности коэффициент теплоотдачи [136]

Кривая 1 на рисунке 1.9) соответствует теплоотдаче при отрыве ламинарного пограничного слоя; кривая 2 – при $Re > Re_{крит}$. При малых Re теплоотдача кормовой

части половины проволоки невелика; с возрастанием Re она увеличивается и может сравниться с теплоотдачей лобовой части поверхности. Минимум на кривой 2 соответствует переходу ламинарного течения в слое в турбулентное. На кривой 1 – минимум теплоотдачи соответствует отрыву слоя, когда плазма в кормовой части проволоки имеет сложный вихревой характер движения.

Явление отрыва течения обусловлено как разницей в теплоотдаче лобовой и кормовой части проволоки, так и изменением формы при плавлении торца проволоки, в результате которого расплавленная поверхность представляет собой площадку, наклоненную под острым углом к оси проволоки. Изменение угла наклона происходит в пределах от 30 до 45 градусов – рисунок 1.10.



Рисунок 1.10 – Внешний вид оплавленного торца проволоки после распыления поперечной струей плазмы [58]

Анализом работ [58, 121, 136, 143, 145, 146] показано, что при распылении проволоки струей плазмы, направленной перпендикулярно к продольной оси проволоки основная часть конвективного теплового потока сосредоточена на лобовой части проволоки – в зоне расплавленного металла. Используя данные о характеристиках плазмы и условиях распыления проволоки, приведенные в [48, 58, 84, 146] представляется возможным выполнить ориентировочный расчет конвективного потока тепла на лобовой поверхности проволоки при ее распылении в атомайзере. Для проведения расчета плотности теплового потока на лобовой стороне проволоки были использованы данные работ [48, 40, 58, 84, 146] и дополнительно приняты следующие условия: диаметр распыляемой проволоки из нержавеющей стали аустенитного класса – 1,4 мм; расстояние от оси распыляемой проволоки до анода плазмотрона – 2,5 мм. Температура плазмы в зоне распыления была принята равной 7000 К (см. рисунок 3.6). Число Прандля для данной температуры плазмы $Pr = 0,67-$

0,75 в зависимости от свойств плазмообразующего газа [143]; плотность плазмы – ориентировочно – $\rho_{\text{п}} = 8,3 \cdot 10^{-2} \text{ кг/м}^3$, скорость плазмы $V = 1500 \text{ м/с}$, что соответствует критическому перепаду давления в дозвуковом сопле, динамическая вязкость плазмы $\mu = 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ кг/м с}$. Критерий Рейнольдса при обтекании проволоки диаметром 1,4 мм составляет 1162, что соответствует ламинарному течению плазменной струи на лобовой поверхности. При теплообмене в аргоне формула расчета критерия Нуссельта может быть упрощена, так как для двухатомных газов $Pr = 0,72$ и критерий Нуссельта будет зависеть только от изменения критерия Рейнольдса [58, 136, 143, 146]. При малых значениях критерия Рейнольдса ($Re < 150$) критерий Нуссельта определяют по (1.10):

$$Nu = 2 + 0,16 Re^{1/2}. \quad (1.10)$$

При значениях $Re > 150$ используют другую формулу - (1.11):

$$Nu = 0,62 Re^{1/2}. \quad (1.11)$$

Критерий Нуссельта для рассматриваемого случая составит $Nu = 30,3$. Коэффициент теплоотдачи при коэффициенте теплопроводности аргона, равной $\lambda = 0,5 \text{ Вт/м.К}$, равен $\alpha = \lambda Nu/d = 1,08 \cdot 10^4 \text{ Вт/м}^2\text{К}$, где d - диаметр проволоки, мм. Величины $T_{\text{п}}$ и $T_{\text{с}}$ на основании данных [58] приняты равными $1,4 \cdot 10^4 \text{ К}$ и 2000 К соответственно. На основании расчета плотность конвективного теплового потока на лобовой части проволоки в атомайзере составит примерно $1,3 \cdot 10^8 \text{ Вт/м}^2$; на кормовой части проволоки плотность потока до четырех раз меньше.

На основании выполненных расчетов и данных [48, 58, 68, 76, 84, 86, 121, 136, 140, 143, 145, 146, 169, 170, 175, 180] представляется возможным сделать заключение о тепловых процессах, сопровождающих распыление проволоки в плазменной струе атомайзера. Так, определено, что при обтекании проволоки конвективный тепловой поток должен быть сосредоточен на лобовой части проволоки в зоне расплавленного металла. Расплавление проволоки осуществляется только со стороны лобовой поверхности проволоки, при этом форма торца проволоки после распыления должна принимать вид площадки, наклоненной к оси проволоки на угол от 30 до 45° . На второй стадии процесса распыления от расплавленной поверх-

ности проволоки начинают отделяться струи расплава, уносимые факелом плазмообразующего газа из зоны с максимальной температурой [49]. Глубина расплавления поверхности в соответствии с данными [68] может составлять 1–3 мкм, а зона активного термического воздействия $\sim 15\text{--}20$ мкм.

В работе [76] было проведено исследование влияния плазменного облучения проволок различных материалов – меди, алюминия, стали, вольфрама и ниобия на процессы образования на их поверхности расплава и первичных капель. Показано, что при облучении плазмой присутствуют два процесса – перемещение расплава по поверхности проволоки и ее эрозия, обусловленная выбросом капель и испарением. Выброс капель с поверхности начинается при плазменной нагрузке выше порога плавления, но ниже порога кипения. Капли имеют компоненту скорости перпендикулярную к облучаемой поверхности, сопоставимую с модулем скорости капель $\sim 1\text{--}20$ м/с. Было показано, что формирование капель обусловлено развитием гидродинамических неустойчивостей в жидкометаллическом слое. Такие же выводы приводятся в работах [168, 176]. При анализе проволок тугоплавких металлов основным механизмом эрозии является движение расплавленного слоя, причем образование такого слоя наблюдается даже при тепловых нагрузках ниже порога плавления основной поверхности образца и связано с плавлением его кромок. Измеренный профиль поверхности фрагментов образца (рисунок 1.11.а), формирующийся при движении расплавленного слоя, позволил оценить скорость расплава величиной около 0,5 м/с [76, 170]. Скорость движения расплавленного слоя также была рассчитана путем совместного решения уравнений теплопроводности и гидродинамики в приближении теории «мелкой воды» [86]. Хорошее соответствие экспериментальных и расчетных данных (рисунок 1.11.б) достигается при учете градиента давления, поверхностного натяжения, вязкости, а также силы трения, действующей на расплав со стороны потока плазмы вдоль его поверхности [170].

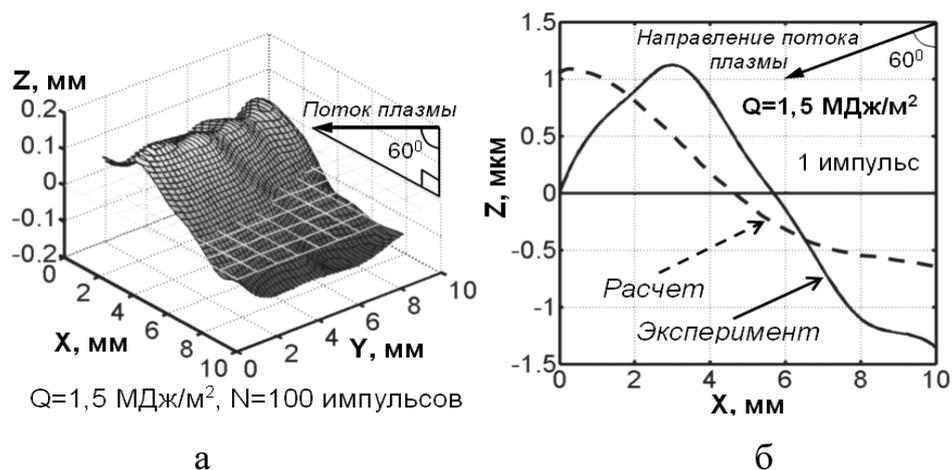


Рисунок 1.11 - Рельеф поверхности вольфрама (а) и профиль поверхности (б) [63]

Проведенные в [76] исследования позволили распределить все исследованные металлы на два типа по характеру выброса капель и рельефу образующейся поверхности. Металлы первого типа, имеющие высокую теплопроводность и невысокую температуру плавления (например, алюминий и медь), при достижении температуры плавления «закипали» — на поверхности формировался слой в виде пены, состоящий из пузырьков до миллиметра в диаметре. Размеры зоны кипения и диаметры пузырьков возрастали с увеличением тепловой нагрузки. Интенсивность выброса капель имела максимум в наиболее горячей центральной зоне образца. В случае металлов второго типа, имеющих относительно низкую теплопроводность (вольфрам, ниобий, сталь), наблюдалось течение расплавленного слоя в радиальном направлении, при этом на поверхности происходило развитие волн, неустойчивостей, формирование струй. Максимальная интенсивность выброса капель наблюдалась на некотором расстоянии от центра образца, а на его поверхности формировался кратер, размеры которого зависели от тепловой нагрузки.

В работе [76] были определены условия, при которых происходит выброс вольфрамовых капель, и измерены характеристики капель в зависимости от тепловой нагрузки при нормальном и наклонном падении потока плазмы. Показано, что независимо от угла падения потока на поверхность вольфрама выброс капель начинается при тепловой нагрузке незначительно выше порога плавления вольфрама. С ростом тепловой нагрузки потери массы вольфрама растут быстрее, чем полное ко-

личество выбрасываемых капель. С увеличением тепловой нагрузки наиболее вероятная скорость капель падает с 5 до 3 м/с, несмотря на рост давления потока плазмы, что указывает на увеличение размеров капель с ростом тепловой нагрузки, и связано с увеличением толщины расплавленного слоя. Также было установлено, что при перпендикулярном падении потока плазмы на поверхность проволоки выброс частиц носит симметричный, относительно оси потока, характер, при этом более 89 % частиц вылетает под небольшим углом α к поверхности образца ($\alpha < 45^\circ$). В случае наклонного падения плазмы (угол падения $\beta = 60^\circ$) основная масса частиц (>80 %) движется вниз по потоку плазмы под углом $\alpha < 50^\circ$. В обоих случаях капли имеют компоненту скорости перпендикулярную к облучаемой поверхности в интервале 0,2 – 10 м/с, сопоставимую с модулем скорости капель. Полученные результаты свидетельствуют о том, что образование капель обусловлено развитием гидродинамических неустойчивостей в жидкометаллическом слое.

Из анализа работ [3, 76, 86, 168, 169, 176] следует, что имеют место три основных механизма выброса капель с поверхности. Первый - реализуется в случае нарушения критерия Тейлора [76, 171] устойчивого движения тонкого слоя жидкости по выпуклой поверхности. При этом центробежная сила оказывается больше силы поверхностного натяжения, что приводит к отделению жидкого металла от твердой фазы с последующей фрагментацией жидкометаллической пелены на струи и капли. Второй - разбрызгивание при движении расплавленного слоя из-за развития неустойчивости Рэлея-Тейлора [17], возникающее при наличии силы, направленной от более плотной жидкости (жидкометаллический слой) к менее плотной (плазма). Такой силой является либо центробежная сила при движении расплава по выпуклой поверхности, либо сила инерции, соответствующая силе трения на стадии торможения расплава. При отсутствии острых кромок на поверхности распыляемой проволоки основную роль в выбросе капель играет третий механизм — развитие неустойчивости Кельвина-Гельмгольца [49, 150], возникающей в случае относительного движения двух сред с резко различающимися плотностями (плазма и расплавленный слой).

1.4.2. Процессы диспергирования, сфероидизации и кристаллизации порошковой частицы

В отделенных от струи расплава в жидких каплях сохраняются пульсирующие волновые колебания. Период колебаний капли и время их затухания зависят от вязкости расплава и поверхностного натяжения [19]. В случае усиления пульсации за счет аэродинамических сил взаимодействия с окружающей средой процесс деления капель продолжается. При затухании пульсации силы поверхностного натяжения стремятся придать капле сферическую форму. Моделирование процесса распыления расплава в газовой струе описано в работе [89]. Хотя в данной работе были проведены исследования в условиях, когда температура распыляющего газа значительно ниже температуры расплава, тем не менее, ряд полученных результатов позволяет лучше понять процесс диспергирования первичной капли, которая была выброшена с поверхности образца потоком плазмы.

Как показано [18, 19, 82, 85, 89, 107, 118? 181] при дроблении струи расплава происходит образование первичных капель различных форм и размеров. Под действием потока плазмообразующего газа, первичные капли распадаются на отдельные мелкие капли, движущиеся в потоке и испытывающие на себе его ударное воздействие, а также воздействие сил поверхностного натяжения, вязкости и т.п. Размер первичных капель, образующихся при распаде струй относительно велик, а время их жизни – мало, поэтому кристаллизации расплава металла на данной стадии не происходит. На рисунок 1.12 приведены данные [89] о зависимости критической скорости газовой струи на диаметр капель, возникающих при распаде первичных фрагментов. Установлено, что повышение скорости потока приводит к снижению диаметра капли.

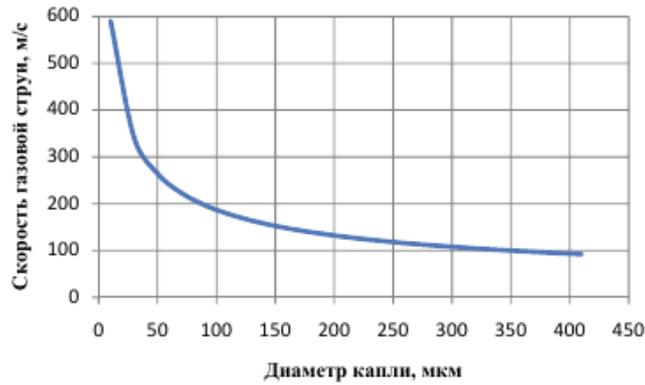


Рисунок 1.12 - Зависимость критической скорости газа на диаметр капли [89]

Следующим этапом жизни капли является ее сфероидизация. Время, необходимое для сфероидизации ($\tau_{\text{сф}}$) жидкой капли размером d должно быть меньше времени ее затвердевания: $\tau_{\text{сф}} < (\tau_1 + \tau_2)$, где τ_1 – время охлаждения капли до температуры затвердевания T_3 ; τ_2 – время затвердевания с выделением скрытой теплоты затвердевания. Значения τ_1 , τ_2 и $\tau_{\text{сф}}$ могут быть рассчитаны по формулам (1.12) – (1.14):

$$\tau_1 = d c_p \gamma_{\text{ж}} \cdot \ln [(T_{\text{п}} - T_{\text{с}}) / (T_3 - T_{\text{с}})] / 6\alpha; \quad (1.12)$$

$$\tau_2 = mL/qF, \quad (1.13)$$

$$\tau_{\text{сф}} = 0,82dn|\sigma|. \quad (1.14)$$

Предложенные формулы позволяют выполнить ориентировочный расчет времени сфероидизации $\tau_{\text{сф}}$ жидкой капли и время ее кристаллизации - τ_1 , который был выполнен в работе и для примера приведен ниже для условий распыления и кристаллизации капли нержавеющей стали размером d , при следующих исходных данных: температура затвердевания расплава стали - $T_3 = 1800$ К; коэффициент динамической вязкости - $\eta = 0,0054$ Па·с; поверхностное натяжение расплава - $\sigma = 1,83$ Н/м; скрытая теплота затвердевания - $L = 2,6 \cdot 10^5$ Дж/кг; площадь поверхности капли - $F = 3,14 \cdot 10^{-8} \text{ м}^2$; масса капли - $m = 3,66 \cdot 10^{-9}$ кг; величина теплового потока в камере распыления, рассчитанная ранее, составляет $5,1 \cdot 10^3$ Вт/м². В соответствии с расчетами выполненными по данным и формулам [172] время сфероидизации

капли находится в пределах $-2,5 \cdot 10^{-7}$ сек.; время охлаждения до температуры кристаллизации и затвердевания с выделением скрытой теплоты кристаллизации – $5 \cdot 10^{-3}$ сек, что хорошо совпадает с данными [89], где показано, что время сфероидизации не более $4,0 \cdot 10^{-7}$ сек, время охлаждения до температуры кристаллизации и затвердевания с выделением скрытой теплоты кристаллизации - $1,3-1,4 \cdot 10^{-3}$ сек.

Получено, что $\tau_{сф} \ll (\tau_1 + \tau_2)$, следовательно, капля успеет сфероидизироваться до полного затвердевания. При этом время сфероидизации капля возрастает с увеличением вязкости расплава и уменьшением сил поверхностного натяжения. Важную роль в сфероидизации порошковых частиц играет возможный уровень переохлаждения расплава в малых каплях и химический состав расплава - легируя расплав железа элементами, изменяющими его свойства, можно регулировать форму частиц [19]. Сфероидизированная капля продолжает движение в струе плазмы. Это движение сопровождается процессами теплообмена частиц металла в плазменной струе (рисунок 1.13).

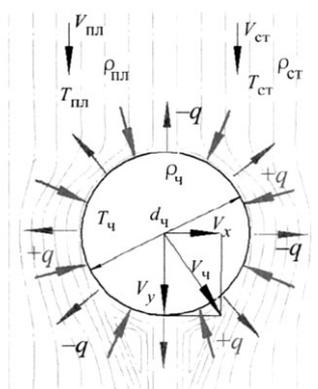


Рисунок 1.13 - Движение частицы в плазменной струе: $T_ч, T_{пл}, T_{ст}$ - температура частицы, плазмы и газовой среды; $\rho_{пл}, \rho_{ст}$ - плотность плазмы и газовой среды; $V_{ст}$ - скорость газа; $+q, -q$ - подводимое и отводимое тепло [119]

Характеристики движения и теплообмена капли зависят от инерционности движения, разреженности, сжимаемости, турбулентности, неизотермичности потока среды и нагреваемого материала, градиента давлений в потоке, градиента скорости среды, градиента температуры потока, ускорения движения частиц, шерохо-

ватости частицы, деформации жидкой частицы, нестационарности обтекания частицы, испарения частицы, двухфазности потока [4, 7, 13, 72, 83, 87, 102, 119, 123, 164, 168, 179, 180].

На рисунке 1.14 приведены результаты моделирования скорости и температуры для различных размеров частиц проволоки 10X18H9T диаметром 1,2 мм.

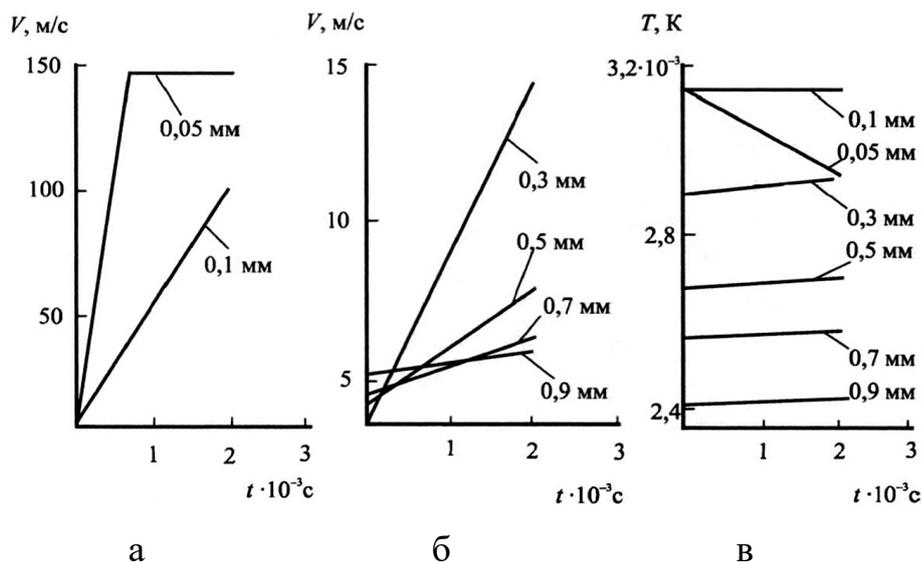


Рисунок 1.14 - Зависимости изменения скорости (а, б) и температуры (в) частиц разных диаметров от времени пребывания в плазменном потоке [119]

Следующим этапом формирования порошковой частицы является выход сфероидизированной капли из плазменного потока и ее движение в газообразной среде с температурой, на порядок ниже, чем температура частицы. Именно в этой фазе полета капли происходит её кристаллизация и охлаждение, формирование поверхности. Важнейшим условием качества получаемого порошка, является отсутствие в зоне распыления агрессивной газовой среды, например кислорода или газов, с высокой скоростью растворения в расплаве, например, азота [4,72, 83, 100]. Взаимодействие капель расплава с кислородом приводит к образованию поверхностных оксидных пленок, а пленка из тугоплавких оксидов сдерживает процесс сфероидизации и форма порошковых частиц может отличаться от сферической.

Таким образом, необходимым условием получения качественного порошка является создание условий, при которых процесс распыления – от нагрева проволоки до момента охлаждения порошка, должен осуществляться в условиях защит-

ной атмосферы. В качестве защитной атмосферы обычно рекомендуются инертные газы - гелий, аргон, или азот []. Учитывая высокую стоимость гелия в работе в качестве защитных газов, был использован аргон, так как в ряде работ указывается на возможность насыщения капель и частиц азотом, что недопустимо для порошков, предназначенных для использования в аддитивных машинах [4, 7, 13, 94, 105].

1.5 Выводы по Главе 1

Анализ вышеприведенных литературных источников посвященных процессу распыления твердых металлических материалов, показывает, что плазменное распыление представляет собой сложный многофакторный процесс. Для получения качественных порошков для аддитивных машин – порошков с заданными гранулометрическими размерами, высоким уровнем сферичности, высокой чистотой химического состава в объеме частицы, и химической чистоты ее поверхности; требуется не только обеспечить целый ряд физико-химических и газодинамических параметров процесса распыления, но и выполнить ряд технологических требований к используемому оборудованию.

Полностью описать процесс плазменного распыления металлических порошков в плазменных атомайзерах на данном этапе не представляется возможным. Для разработки модели поведения частицы металла в камере распыления (верхней части колонны распыления) при воздействии на нее газоплазменного факела, газовой среды камеры, тепловых процессов и т.п. требуется проведение значительного числа экспериментов с металлами и сплавами различных составов, с применением различных плазмообразующих и защитных газов, различных диаметров проволок и скоростей их подачи к зоне распыления. Однако, имеющаяся информация, позволяет сделать несколько основных выводов, на основании которых может быть разработана последующая схема экспериментов.

1. Все металлы могут быть разделены на два типа по характеру выброса капель и рельефу образующейся при распылении поверхности. Металлы первого типа, имеющие относительно высокую теплопроводность и невысокую темпера-

туру плавления (алюминий, медь), при достижении температуры плавления «закипают» — на поверхности проволоки формируется слой расплава в виде пены, состоящий из пузырьков величиной до миллиметра. Размеры зоны кипения и диаметры пузырьков возрастают с увеличением тепловой нагрузки. Интенсивность выброса капель имеет максимум в наиболее горячей центральной зоне. В случае металлов второго типа (вольфрам, ниобий, сталь), наблюдается течение расплавленного слоя в радиальном направлении, на поверхности происходит развитие волн, неустойчивостей, формирование струй. Максимальная интенсивность выброса капель наблюдается на некотором расстоянии от центра горячей зоны, при этом на поверхности формируется кратер, размеры которого зависят от тепловой нагрузки.

2. Распыление металлических порошков в плазменном атомайзере можно представить себе в виде трехстадийного процесса. На первой стадии происходит обтекание проволоки конвективным тепловым потоком, максимальный уровень которого сосредоточен на лобовой части проволоки в зоне расплавленного металла. Расплавление проволоки осуществляется только со стороны лобовой поверхности, при этом форма торца проволоки после распыления принимает вид площадки, наклоненной к ее оси. От расплавленной поверхности проволоки начинают отделяться струи расплава, уносимые из зоны с максимальной температурой факелом плазмы. Второй стадией процесса является диспергирование первичных струй и капель — третий - сфероидизация и последующая кристаллизация частиц.

3. Показано, что при облучении плазмой присутствуют два эффекта — перемещения расплава по поверхности проволоки и ее эрозия, обусловленная выбросом капель и испарением. Выброс струй и первичных капель с поверхности начинается при плазменной нагрузке выше порога плавления, но ниже порога кипения.

4. Существует определенный порог значений конвективного теплового потока, обтекающего поверхность проволоки, при превышении которого скорость полета капель и струй замедляются, а величина капель возрастает, что связано с увеличением толщины расплавленного слоя.

5. Известны три механизма выброса струй и капель. Первый - реализуется в случае нарушения критерия Тейлора - устойчивого движения тонкого слоя жидкости по выпуклой поверхности; второй - при развитии неустойчивости Рэлея-Тейлора, связанной с наличием силы направленной от более плотной жидкости (жидкометаллический слой) к менее плотной (плазма); третий — развитие неустойчивости Кельвина-Гельмгольца, возникающей в случае относительного движения двух сред с резко различающимися плотностями (плазма и расплавленный слой).

6. Под действием потока плазмообразующего газа, струи и первичные капли распадаются на отдельные мелкие капли, движущиеся в потоке и испытывающие на себе ударное воздействие газового потока, сил поверхностного натяжения и т.п. Размер первичных капель относительно велик, а время их жизни – мало, поэтому кристаллизации расплава металла на данной стадии не происходит.

7. Время сфероидизации капли находится в пределах – $2,5 \cdot 10^{-7}$ сек.; время охлаждения до температуры кристаллизации и затвердевания с выделением скрытой теплоты кристаллизации – $5 \cdot 10^{-3}$ сек. Время сфероидизации оказывается значительно меньше суммарного времени охлаждения и кристаллизации расплава, следовательно, капля успеет сфероидизироваться до ее полного затвердевания. На время сфероидизации капель также влияют вязкость расплава величина сил поверхностного натяжения, химический состав проволоки, возможный уровень переохлаждения расплава в малых каплях, скорость потока плазмообразующего газа.

8. Условием, регламентирующим качество получаемого порошка, является наличие защитной газовой среды. В качестве защитной атмосферы рекомендуют инертные газы - гелий, аргон, или азот.

9. Из анализа литературных и патентных источников было установлено, что к основным узлам, плазменного атомайзера, кроме генераторов плазмы следует отнести колонну распыления. Именно колонны чаще всего являются «ноу-хау» производителей оборудования и их технические характеристики, за редким исключением [10, 107, 141, 173], обычно не приводятся как в научных публикациях, так и в патентной документации. Некоторые сведения о форме общем виде и размерах колонн были обнаружены в работах [64, 77, 95, 98, 107, 117, 160]. В работе

[120] приведена общая схема колонны распыления с активным противотоком защитного газа, однако, основное внимание авторов было сосредоточено на получении порошков относительно больших размеров (до 900 мкм), поэтому газодинамические процессы в данной установке и колонне атомайзера для производства порошков должны существенно отличаться, а, следовательно, автоматический перенос геометрических размеров и формы колонны при проектировании атомайзера – не возможен.

На основании вышеизложенного целью настоящего исследования является разработка оборудования для плазменной атомизации металлических сплавов и практических рекомендаций по совершенствованию технологии промышленного производства металлических порошков на основе математического моделирования процессов, происходящих в камере распыления плазменного атомайзера.

В работе были решены следующие задачи:

1. Провести анализ влияния энергосиловых параметров распыления, составов распыляемых фидстоков и качества плазмообразующего газа на качество распыляемых порошков.

2. Выполнить проектирование и изготовить полноразмерный макет атомайзера для плазменной атомизации и определить основные технологические параметры распыления порошков нержавеющей стали.

3. Выполнить исследование физических свойств, структуры и свойств распыленных порошков Cr-Ni сталей, проверить применимость полученных порошков в установках 3D-печати.

4. Провести компьютерное моделирование термодинамических процессов, происходящих в колонне распыления и системе сбора порошков плазменного атомайзера.

5. На основании результатов компьютерного моделирования разработать проект промышленного атомайзера, обеспечивающего получение порошковой продукции заданных уровней качества по показателям сферичности, гранулометрического, химического состава и дефектности частиц;

6. Определить технологические параметры получения металлических порошков сплавов цветных металлов, пригодных для использования в условиях промышленного производства и обеспечивающих необходимый уровень качества, соответствующий требованиям нормативно-технической документации на порошковую продукцию.

При разработке колонны распыления плазменного атомайзера было необходимо учесть ряд технологических требований, которые оказывают существенное влияние на работоспособность устройства. К ним относятся: возможность использования колонны при распылении проволок материалов одним, или одновременно несколькими плазмотронами, возможность распыления проволок разных химических составов для получения сырья для последующих процессов получения изделий [12, 63, 101, 111]. Также, при конструировании колонны, необходимо предусмотреть возможность широкого регулирования скорости подачи проволоки [73], предотвращение образования дефектов в поверхности и объеме порошковой частицы при изменении скорости подачи проволоки и плазмообразующего газа [99, 120, 174], регулирования давления защитного газа [14, 103, 130], необходимо предусмотреть использование систем дополнительного торможения и охлаждения частиц в камере распыления для предотвращения их слипания в системе сбора порошков колонны [66, 97] и широкий диапазон регулирования настроек самих плазмотронов [9, 42, 46, 62, 80, 124 и др.].

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Система плазменной атомизации металлических порошков

Плазменный атомайзер представляет из себя сложное техническое устройство, состоящее из следующих основных узлов: генераторов плазмы с системой питания, управления и безопасности, системами подачи твердых фидстоков – проволок распыляемых материалов, газа и охлаждающей жидкости; колонны распыления – двухслойной водоохлаждаемой замкнутой емкости, на верхнюю крышку которой устанавливаются генераторы плазмы, системы контроля давления и температуры; систем вентиляции; газо- и водоснабжения.

В качестве генераторов плазмы в работе были использованы плазмотроны ПМК-5 (рисунок 2.1.а), разработанные совместно ООО «ПФК «Кристалл» и СПбПУ и изготовленные в этой организации [99]. Рабочие параметры плазмотрона ПМК-5 – сила тока до 450 А, напряжение – 140 В, мощность 75 кВт. Сжатие и стабилизация дуги в плазмотроне производится потоком газа, проходящим через канал плазмообразующего сопла. Объем плазмообразующего газа – аргона – регулируется в пределах 20–60 л/мин. Для питания дуги используется инверторный источник с крутопадающими внешними характеристиками. На рисунке 2.1.б показан блок управления и безопасности атомайзера, предназначенный для питания плазменной дуги, формирования цикла поджига дуги, регулировки тока и расхода рабочего газа, защиты генератора плазмы. Блок способен осуществлять управление процессом распыления при одно- и трехплазмотронной схеме распыления. Система подачи проволок осуществляет подачу сплошных и порошковых проволок диаметром от 1,0 до 3,5 мм, скорость подачи регулируется в диапазоне от 0,1 до 10 метров в минуту.

Колонна атомайзера представляет собой герметично закрывающийся сосуд, на верхней крышке которого крепятся основные узлы атомайзера – плазмотроны и механизмы подачи проволок.

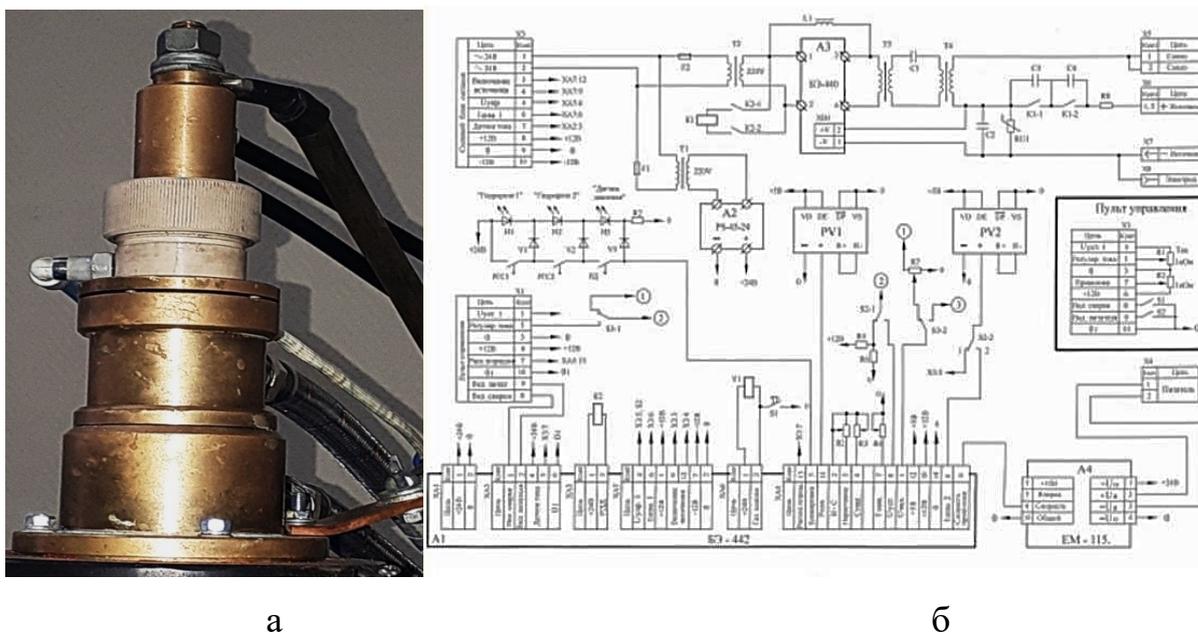


Рисунок 2.1 - Плазмотрон ПМК-5 (а) и блок управления процессом (б)

В качестве материала для изготовления колонны была использована нержавеющая сталь марки 08X18H10T по ГОСТ 5632–2014. Заготовки листы размерами 1500x1000 были сформованы на листогибочной машине согласно предварительно разработанной схеме кроя и сварены в соответствии с ГОСТ 14771–76. Для сварки была использована проволока ESAB марки ОК Autrod 308LSi, диаметром 1,0 мм. Силовой каркас атомайзера изготовлен из листов и фасонного проката ВСт3. Общий вид колонны представлен в Приложении 1.

2.2 Материалы и газы для получения металлических порошков

При разработке технологии распыления порошковых материалов и для проведения исследований полученных металлических порошков были использованы проволоки нержавеющей стали 07X16H6, 08X18H9, 12X18H10T (ГОСТ 5632-2014), сплавов титана ВТ1-0 и ВТ6 (ГОСТ 19807 – 91), Инконель 718 (ГОСТ 5632-2014), бронзы БрАЖ9-4 (ГОСТ 18175-78), Co-Cr-Mo сплав для медицинского протезирования (ГОСТ Р ИСО 5832-7-2009); химические составы проволок приведены в соответствующих разделах работы. Диаметры проволок от 1,0 до 4,0 мм.

В качестве плазмообразующего и защитного газа использовался аргон высокой чистоты марки 5.5 - ТУ 2114-006-45905715-2010 или аргон высокой чистоты марка 5.6 - ТУ 2114-005-53373468-2006. Также, для проведения исследований по

влиянию состава газовой атмосферы на процесс распыления был использован аргон технической чистоты по ГОСТ 10157–62 марка В.

2.3 Методы постановки и планирования исследований

Учитывая сложность поставленных задач и требуемый для их решения объем экспериментов, в работе широко использовано математическое моделирование режимов и теплофизических процессов распыления. Моделирование выполнено на суперкомпьютере СПбПУ с помощью специально разработанной задачи в рамках программного продукта ANSYS 2019 R1. Для снижения числа экспериментов при оптимизации технологических параметров распыления порошков был использован метод математического планирования эксперимента. При построении математической модели в виде полинома второй степени для трех переменных был использован квази-D-оптимальный план [15]. Такой план, минимизируя обобщенную дисперсию или объем эллипсоида рассеяния оценок коэффициентов регрессии, позволяет уменьшить число опытов, сохраняя высокую достоверность полученных результатов и позволяет на базе ограниченного количества опытов построить математическую модель процесса, найти наилучшее решение по подбору режима распыления. В качестве параметра оптимизации был выбран «выход годного» - процент выхода товарных фракций порошка в общей распыленной массе. В ходе проведения исследований в качестве факторов варьирования [15] были приняты – сила тока – X_1 , скорость (расход) плазмообразующего газа – X_2 , скорость подачи проволоки – X_3 . Для повышения точности расчетов исследования были проведены в узком (по возможности) интервале варьирования факторов. Задача выбора режима распыления была решена в два этапа. На первом был осуществлен поиск области оптимума с помощью линейной модели поверхности отклика. На втором - для описания оптимальной (стационарной) области был использован степенной ряд содержащий члены высших порядков. Значимость коэффициентов полиномов была оценена по критерию Стьюдента. Гипотеза об однородности дисперсий была проверена с помощью критерия Корхена (G-критерия). Адекватность полученной модели была проверена по критерию Фишера. Гипотезу об адекватности уравнения

принимали в том случае, если рассчитанные значения критерия Фишера не превышали табличные для выбранного уровня значимости $\alpha = 0,1$ [44]. Дальнейший путь оптимизации режимов был осуществлен путем математического моделирования на суперкомпьютере СПбПУ Петра Великого при ограниченном числе прямых экспериментов [55-57]. Одним из наиболее эффективных методов оптимизации, использующих функцию отклика математического планирования, является метод крутого восхождения Бокса — Уилсона [144]. Практически алгоритм процесса оптимизации методом крутого восхождения сводится к следующей последовательности операций: планирование и постановка факторного эксперимента в окрестностях точки начального состояния и расчет коэффициентов линейной математической модели объекта для определения направления градиента. Перевод координат в кодированную форму и подстановка их в уравнение функции отклика объекта показывают действительное возрастание параметра функции отклика. Из уравнений функций отклика были найдены положения локальных экстремумов. В окрестностях каждого из локальных экстремумов методом математического моделирования была поставлена новая серия опытов для уточнения направления градиента и произведен переход к движению по новому направлению градиента вплоть до выхода в окрестности искомого глобального оптимума состояния объекта.

2.4 Исследование микроструктуры, механических и технологических свойств порошков, их химического и фазового состава

Исследование структуры материалов порошков проводили с использованием методов оптической и электронной микроскопии. Запрессовка частиц порошков производилась на автоматической установке Buehler Simplimet в термопластичную смолу. Шлифование и полирование образцов производилось на оборудовании Buehler с использованием абразивных бумаг и суспензий различной зернистости. Для выявления структуры образцы подвергали травлению погружением в травитель Каллинга №2, 4 % растворе азотной кислоты в спирте; для сплавов титана

были подготовлены травители [128]. Исследование микроструктуры производилось с помощью оптического микроскопа Reihert-Jung MeF3A при увеличениях $\times 50$ - $\times 500$, оснащенный количественным анализатором изображений Thixomet.

Элементный состав металла, состав и морфологию избыточных фаз определяли методом растровой электронной микроскопии в сочетании с микрорентгено-спектральным анализом при помощи микроскопа TESCAN-VEGA и SUPRA 55VP WDS, оснащенных энергодисперсионным рентгеновским спектрометром. Определение фактического химического состава проводилось с помощью оптико-эмиссионного спектрального метода на спектрокопе типа Spectromax-F. Анализ распределения химических элементов в микрообъемах частиц был изучен методом Оже-спектроскопии на сканирующем оже-микроанализаторе JAMP-7810 фирмы JEOL. Основой комплекса является сканирующий электронный микроскоп, в котором электронный пучок диаметром в несколько нанометров передвигается в двух перпендикулярных направлениях, охватывая изучаемый участок поверхности. JAMP-7810 вычисляет концентрации элементов с помощью метода определения фактора относительной чувствительности. При анализе распределения элементов от поверхности – вглубь частицы использовался метод послойного ионного травления [109] - удаления вещества с поверхности твёрдого тела под действием ионной бомбардировки. Процесс зависит от интенсивности пучка, вида, энергии и угла падения ионов, а также от материала и состояния мишени. Изменение поверхностного рельефа при ионном травлении включает три стадии - возникновение дефектов (вакансий, межузельных атомов, дислокаций); появление неоднородностей размерами 10–100 нм (ямки травления, конические или пирамидальные выступы границ зёрен и образование неоднородностей порядка долей микрона).

Испытания на растяжения проводили при комнатной и повышенной температуре в соответствии с ГОСТ 9651–84 и 1497-84 на оборудовании Zwick/Roell-Z050 с максимальным усилием 5 тс. Исследование образцов на ударный изгиб производились при комнатной и пониженной температурах (-60°C) в соответствии с ГОСТ 9454–78 на маятниковом копре Zwick/Roell RKP-450 с энергией до 300 Дж. Измерение твердости проводилось согласно ГОСТ 9012-59 и 2999-75.

Определение гранулометрического состава порошков производилось на лазерном анализаторе гранулометрического состава фирмы «ВА Инсталт» - Микросайзер 201 А, оснащенный He-Ne лазером и лабораторном приборе ситового анализа RETSCH AS 200 BASIC с набором сит от 20 до 340 мкм. Текучесть и насыпная плотность порошков исследовалась на анализаторе ВТ-1000 «PowderPro» и тестере текучести порошка ВЕР2.

Дополнительно в тексте работы приводятся данные о разово использованном оборудовании методах исследования и стандартах, регламентирующих эти исследования.

2.5 Выводы по главе 2

Анализ литературных источников, проведенных в главе 1, позволил сформулировать общие задачи и цели исследования, разработать научно-обоснованную программу и методику выполнения работы. В качестве объекта исследования рассматривается процесс создания технологии и оборудования плазменного распыления порошков для аддитивных машин.

Обоснован выбор систем плазменной атомизации металлов и сплавов на их основе. Рассмотрены методики постановки и планирования эксперимента. Приведена информация о методах исследования микроструктуры, механических и технологических свойств, химического и фазового состава полученных порошковых материалов Cr-Ni сталей, титана и его сплавов, сплавов никеля, сплавов системы кобальт-хром, сплавов меди.

ГЛАВА 3 РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ РАСПЫЛЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ В ПЛАЗМЕННОМ АТОМАЙЗЕРЕ

Распыление металлов в струе плазмы достаточно известный метод атомизации металлических порошков, однако, до сих пор существует значительное количество нерешённых технологических проблем, сдерживающих распыление порошков в плазменных атомайзерах. В главе 1 был обоснован выбор плазмотрона постоянного тока, поэтому для проверки работоспособности модели распыления был использован плазмотрон ПМК-5 (рисунок 2.1) [52-54].

Оценка возможности распыления осуществлялась путем установки плазмотрона на опорной плите на открытом воздухе – рисунок 3.1. В качестве исходных материалов были использованы проволоки сталей 08X18H9 и стали 20, диаметром 2 мм. Сила тока, подаваемого на плазмотрон, варьировалась от 90 до 420 А, объем плазмообразующего газа от 25 до 60 л/мин.

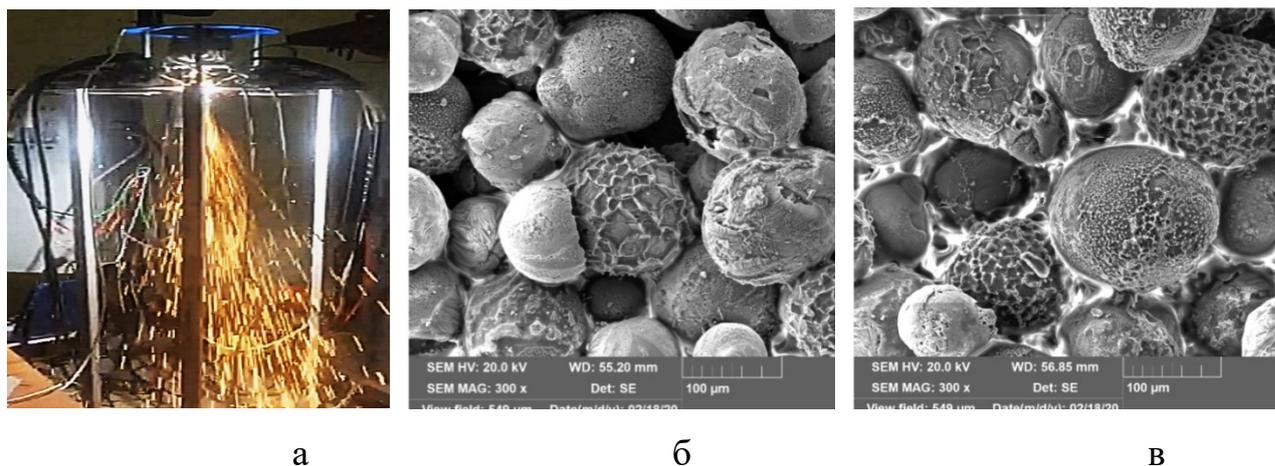


Рисунок 3.1 - Распыление металлических порошков в струе плазмы на открытом воздухе (а), оксиды на поверхности распыленных частиц при распылении на открытом воздухе (б – сталь 08X18H9, в – сталь 20)

Установлено, что для получения сферических порошков достаточным является ток 200–300 А, со скоростью плазмообразующего газа 40–50 л/мин. При распылении с указанными энергосиловыми параметрами были получены порошки, сферичность (ϕ), которых достигала 85–95 %, а средний размер распыленных частиц (d_{50}) составлял порядка 120–150 мкм. При этом размерный ряд порошка был

от в интервале от 20 до 340 мкм. Однако, металлографический и химико-спектральный анализ поверхности и объема частиц показал, наличие окислов, определяемых как оксиды (Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , а в порошках хромоникелевой стали дополнительно - Cr_2O_3).

Таким образом, была доказана принципиальная возможность получения сферических металлических порошков путем распыления проволок в струе плазмы, однако полученные порошки не пригодны для их использования в аддитивных машинах из-за значительных размеров частиц и окисного слоя на их поверхностях. – т. е. для получения качественных порошков требуется проведение операции в среде защитных газов (получение «чистой» поверхности) и уточнения основных энерго-силовых параметров процесса распыления для получения порошков требуемого гранулометрического состава.

3.1 Моделирование процесса плазменного распыления металлических порошков

В результате проведенных экспериментов было установлено, что методом плазменного распыления принципиально возможно получение сферических частиц, однако отсутствие защитной атмосферы приводит к интенсивному окислению поверхности частиц и не позволяет использовать эти порошки в 3D-принтерах. С целью защиты расплавленных микрочастиц металла была изготовлена макетная камера – рисунок 3.2 высотой рабочей части (зоны распыления) 1800 мм и диаметром 1300 мм. Плазмотрон на макете был установлен вертикально – по оси вращения камеры. В нижней части камеры была собрана конусная система для сбора порошков. Усеченный конус системы имел высоту 400 мм, диаметр верхнего основания – 1300 мм, нижнего 150 мм. К нижнему основанию конуса через переходной фланец крепился герметично закрывающийся сосуд, препятствующий попаданию воздуха к распыленной массе порошка. Внутри камеры создавалась защитная атмосфера путем прокачки в ее объеме аргоны высокой чистоты. Известно, что плазменный факел в среде аргона имеет принципиально отличные, от воздушной среды,

характеристики, поэтому на первом этапе работ был проведен выбор энергосиловых параметров распыления позволяющий получить сферические порошки необходимых размеров.



Рисунок 3.2 - Макетная камера для плазменного распыления

На рисунке 3.3 и в таблице 3.1 приведены данные о результатах исследований.

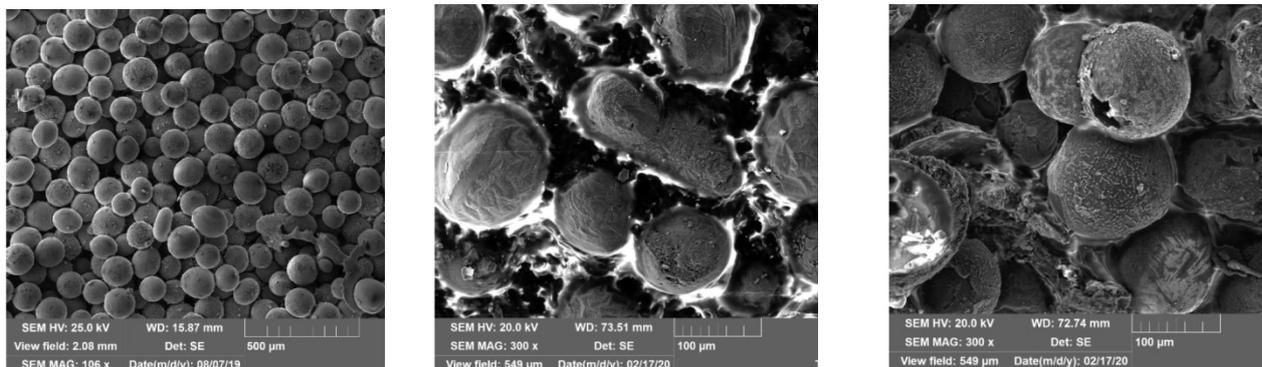


Рисунок 3.3 - Частицы порошка, распыленные в макетной камере. Сталь 08X18Н9: а) сферический порошок; б) потеря сферичности из-за соударения раскаленной частицы со стенкой конуса сбора порошка, в) поры в объеме частицы

Было установлено, что наличие защитной атмосферы практически полностью устраняет проблему окисления поверхности частиц – содержание кислорода в объеме частиц не превышает 0,009 %, а несколько повышенная концентрация кислорода на поверхности частицы (таблица 3.1 – 0.012-0.019 %) связана с окислением частиц порошков при их хранении в негерметичной таре, однако недостаточная

длина свободного движения капли не позволяет полностью затвердеть крупным частицам порошка, которые при соударении с поверхностью конуса разбиваются, образуя частицы неправильной формы – рисунок 3.3.б, причем, наиболее резко это проявляется при увеличении скорости плазмообразующего газа до 60 л/мин. Если скорость 50 л/мин (ток 250 А) обеспечивает сферичность на уровне 88-91 %, то увеличение скорости до 60 л/мин приводит к снижению показателя ϕ до 83-88 % - таблица 3.1. Также в объеме частиц были обнаружены поры – рисунок 3.3.в, наличие которых затрудняет использование таких порошков в 3D-принтерах.

Таблица 3.1 - Влияние энергосиловых параметров распыления на сферичность и средний диаметр частиц порошка. Содержание кислорода в поверхности частиц

| I, А | V _г , л/мин | 08X18H9 | | | Сталь 20 | | |
|------|------------------------|------------|-----------------------|-----------------------|------------|------|-----------------------|
| | | ϕ , % | O, % 10 ⁻³ | d ₅₀ , мкм | ϕ , % | O, % | d ₅₀ , мкм |
| 150 | 30 | 72 | 16 | 140 | 67 | 22 | 125 |
| | 40 | 77 | 19 | 120 | 74 | 19 | 110 |
| | 50 | 86 | 14 | 110 | 85 | 18 | 110 |
| | 60 | 81 | 17 | 110 | 81 | 19 | 100 |
| 200 | 30 | 74 | 15 | 120 | 73 | 23 | 115 |
| | 40 | 78 | 17 | 110 | 79 | 19 | 110 |
| | 50 | 88 | 12 | 100 | 87 | 15 | 105 |
| | 60 | 83 | 16 | 90 | 82 | 14 | 105 |
| 250 | 30 | 78 | 14 | 100 | 82 | 9 | 100 |
| | 40 | 83 | 12 | 90 | 84 | 12 | 95 |
| | 50 | 91 | 14 | 70 | 88 | 14 | 85 |
| | 60 | 88 | 15 | 70 | 83 | 14 | 80 |

Таким образом, предварительными исследованиями была подтверждена принципиальная возможность получения порошков для аддитивных машин методом плазменного распыления. Показано, что для процессов распыления могут быть

использованы дуговые плазмотроны постоянного тока, определено, что энергосиловые параметры распыления порошков на основе железа находятся в пределах – сила тока 100–300 А, напряжение 130-140 В, скорость плазмообразующего газа в пределах 30 – 60 л/мин.

Однако проведенные опыты также показали, что такая возможность может быть реализована только после построения специализированного оборудования – плазменного атомайзера, при проектировании которого должны быть решены проблемы получения качественного - то есть сферического порошка с заданным гранулометрическим составом, отсутствием пор в объеме частицы и окисных пленок на поверхности частиц. Необходимо определить оптимальные условия подачи проволок - их диаметры и скорости подачи в точку распыления, определить геометрические размеры, в первую очередь длину и другие геометрические размеры колонны, обеспечивающие сохранение сферической формы распыленной частицы при ее соударении с поверхностью системы сбора порошка. При расчете колонны был принят во внимание, что атомайзер предназначен для распыления проволок металлов и сплавов различных химических составов с различными температурами плавления и теплофизическими свойствами.

3.2 Расчет колонны распыления

Колонна распыления плазменного атомайзера предназначена для распыления металлических проволок в струе плазмы без доступа внешней кислородсодержащей среды и представляет собой герметически закрытый сосуд, заполненный защитным газом. Свободный переток избытков плазмообразующего и защитного газа из объема колонны должен быть обеспечен ее конструкцией. При проектировании была заложена возможность распыления проволок как одним, так и одновременно тремя генераторами плазмы, что должно позволить регулировать производительность оборудования в зависимости от нужд его владельца. Одним из основных условий успешной работы атомайзера является расчет необходимых соотношений размерных параметров колонны распыления. Основными размерами колонны, на основе которых ведется процесс проектирования, являются ее длина и

диаметр. При расчете должен быть учтен принцип необходимой достаточности размеров, превышение которых приводит к перерасходу защитного газа.

Длина цилиндрической части колонны – зоны (камеры) распыления порошка в которой происходит образование и формирование порошковой частицы, является основополагающим параметром - именно правильный выбор этого размера является главным условием качественного распыления. Все остальные размеры колонны распыления являются вторичными и выбираются из условий соответствия длины цилиндрической камеры. Длина трека формирования частицы зависит от ряда факторов, главнейший из которых: диаметр капли - чем меньше диаметр, тем выше скорость ее движения и больше длина трека формирования частицы [3, 87, 89, 109, 173]. Рассчитанная на основании данных, приведенных в разделе 1.4 минимальная длина трека частицы [119], состоящая из участков пути, в ходе которых оторвавшаяся от проволоки лента расплавленного металла «взрывается» с образованием отдельных мелких капель, сфероидизируется, кристаллизуется с выделением скрытой теплоты кристаллизации, составляет для нержавеющей стали 1,43 м; для сплавов вольфрама - 2,2 м; никеля – 1,45-1,72 м; тугоплавких металлов 1,85 – 2,05 м. При распылении сплавов алюминия длина трека увеличивается до 2,7 м.

Поэтому, минимально допустимая длина зоны распыления колонны была определена равной 3,0 м, а учитывая возможные флуктуации процесса распыления, расчетная длина увеличена на 10 % - и принята равной 3 300 мм.

Правильность расчета длины зоны распыления, как и других размеров колонны, была экспериментально подтверждена при распылении различных порошков в макетном устройстве, которое имитировало колонну распыления атомайзера. Макетное устройство отличалось от колонны тем, что было изготовлено с большим количеством смотровых окон-глядялок, которые позволяли, с достаточной точностью, замерить необходимые параметры факела распыления – рисунок 3.4.

Диаметр колонны распыления был выбран эмпирически, исходя из следующих условий достаточности:

- недостаточное расстояние между факелами распыления или факелом распыления и стенкой камеры может привести к образованию сателлитов – частиц «слипшихся» между собой при соприкосновении двух факелов; (гарантированно безопасные расстояния между двумя соседними факелами и факелом и стенкой камеры были определены экспериментально и составили – 100 мм).

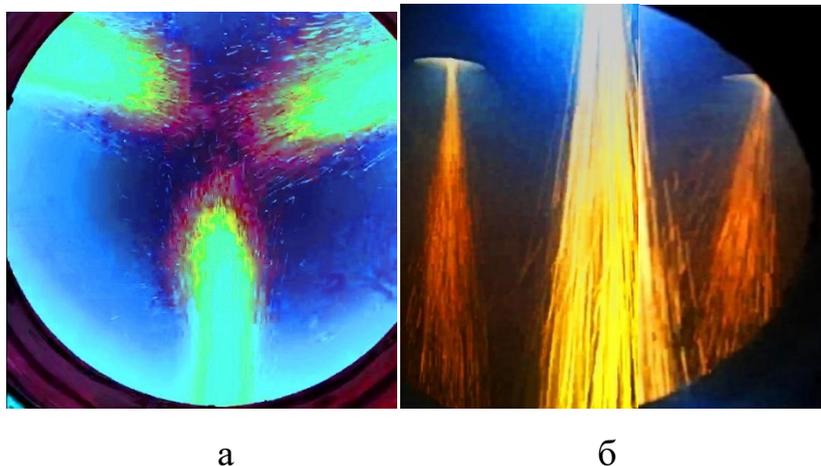


Рисунок 3.4 - Вид факелов распыления через верхнее – (а) и боковое - (б) окна-гладелки макетного устройства при трехплазмотронной компоновке

- оседание расплавленных частиц на стенки камеры с образованием металлической корки может изменить условия теплообмена в камере, увеличить суммарное время формирования частицы;

- необоснованное увеличение диаметра камеры приводит к перерасходу защитного газа и отрицательно скажется на себестоимости продукта.

Диаметр камеры распыления был определен для одно- и трехплазмотронной схемы атомайзера. С этой целью были измерены диаметры факелов распыления плазмотрона при различных скоростях плазмообразующего газа и силы тока. Установлено, что при всех режимах распыления - диаметр факела распыления не превышал 500 мм на расстоянии 3300 мм от оси распыляемой проволоки. Таким образом, для одноплазмотронного атомайзера достаточный диаметр цилиндрической части камеры составляет $(500 + 100 + 100) = 700$ мм. При расчете допустимого диаметра камеры трехплазмотронного атомайзера - три факела распыления максимального диаметра (500 мм) были вписаны в окружность, представляющую собой

внутренний диаметр камеры таким образом, чтобы между факелами распыления и стенкой камеры, и поверхностью соседних факелов было не менее 100 мм. Требуемый диаметр составил 1390 мм. Правильность выбора размеров камеры распыления были подтверждены экспериментально – при распылении различных порошков в макетном устройстве

Для дополнительного охлаждения газа, заполняющего внутренний объем колонны и торможения частиц перед системой сбора порошка, была запроектирована система противотока или «кипящего слоя» - расположенные по окружности колонны штуцера для продувки защитного газа. Система монтируется на отдельной обечайке корпуса колонны. Внутренний диаметр обечайки равен внутреннему диаметру колонны, высота обечайки составляет 200 мм.

Система сбора порошков (нижняя часть колонны) представляет собой конус, больший внутренний диаметр которого равен внутреннему диаметру системы кипящего слоя, к которой он пристыковывается, а меньший – 108 мм (труба 114x3 мм). Нижний патрубок обеспечивает свободный отвод газа из колонны и сбор порошка. Использование патрубков меньшего диаметра затрудняют доступ к нижней части колонны при необходимости ее чистки (при переходе на другой тип порошка), больший – увеличивает материалоемкость, не изменяя условия эксплуатации оборудования. Основной характеристикой конуса системы сбора порошка является телесный угол при вершине конуса. Система «кипящего слоя» частично тормозит и дополнительно охлаждает распыленные частицы, повышая их механическую прочность, одновременно сжимая периферийную часть факела – отталкивая частицы от стенок конуса. Однако это не может полностью предотвратить соударение частиц и стенки системы сбора порошка. Чем меньше телесный угол при вершине конуса – тем более благоприятно раскладывается сила удара на нормальную и касательную части, тем меньше вероятность искажения формы частицы при соударении. Анализ патентов на конструкции газовых атомайзеров, установок центробежного распыления и других систем, предназначенных для получения металлических порошков [10, 174 и др.] показал, что величина угла должна быть менее 45° . Опытным путем на макетном устройстве атомайзера было подтверждено, что

при угле в 45° число частиц различных материалов, изменивших форму при соударении со стенкой конуса, не превышает 1-3 %, а оптимальным является угол равный 41° , когда в распыленных порошках практически не были обнаружены деформированные при соударении частицы. Уменьшение угла конуса не рационально, так как приводит к повышению металлоемкости и длины колонны.

Размеры верхней крышки определяются габаритными размерами цилиндрической части колонны. Диаметр крышки равен диаметру цилиндрической части, места приварки фланцев крепления плазмотронов при трехплазмотронной компоновке атомайзера располагаются так, чтобы угловое расстояние между осями факелов распыления находилось на расстоянии 120° друг от друга. Вертикальные оси факелов распыления (т. е. продольные оси трех плазмотронов) должны располагаться на окружности радиусом 402 мм, при одноплазмотронной схеме – на вертикальной оси колонны. На рисунке 3.5. приведена принципиальная схема колонны распыления в трехплазмотронном исполнении.

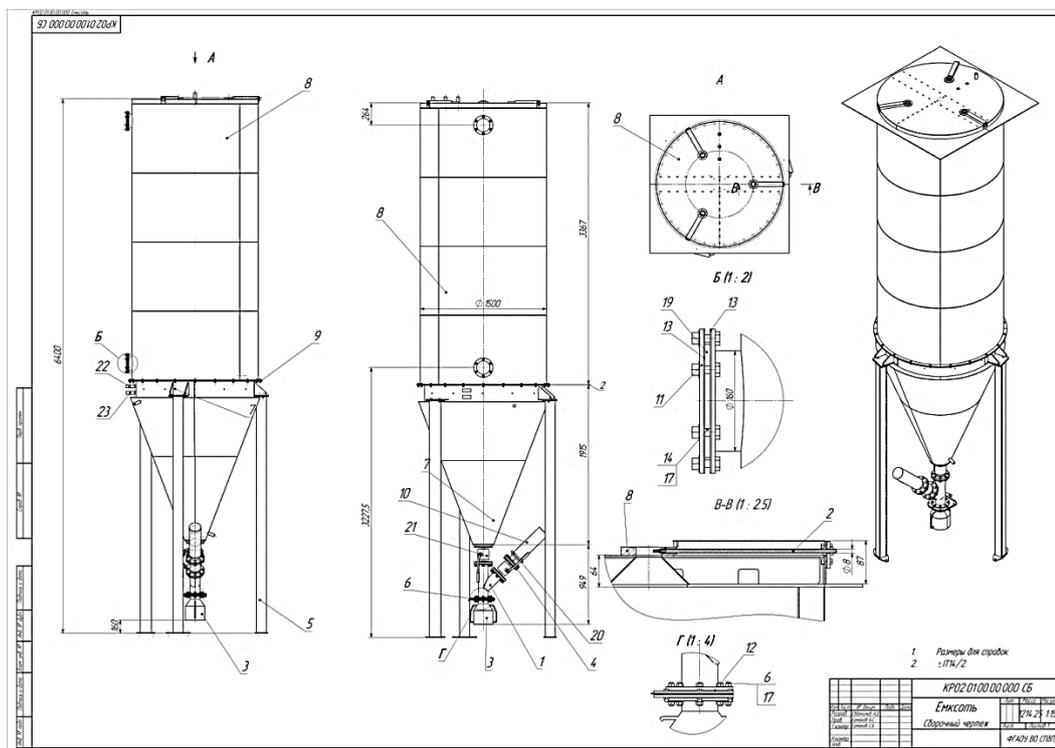


Рисунок 3.5 - Колонна распыления. Общий вид компоновки колонны атомайзера

При необходимости – для распыления в одноплазмотронном режиме - в центре крышки может быть изготовлено дополнительное место крепления плазмот-

рона. При работе в трехплазмотронном режиме это отверстие закрывается специальной заглушкой. Такое дополнение позволяет владельцу установки использовать ее более гибко – ориентируясь на свою потребность объема порошка.

Колонна распыления, состоит из следующих основных узлов (рисунок 3.5). Крышка колонны (1) с фланцами крепления плазмотронов, системы подачи проволок и перепускной клапан для заполнения объема колонны защитным газом. Зона (камера) распыления (2) – цилиндрическая обечайка, в объеме которой происходят процессы распыления, формирования и кристаллизации порошковых частиц. Камера сверху ограничена крышкой, а снизу системой «кипящего слоя» (3) - цилиндрической обечайкой, с установленными в ней 12 форсунками продувки защитного газа. Шесть форсунок развернуто перпендикулярно факелу распыления – для дополнительного охлаждения и торможения частиц порошка, шесть – повернута таким образом, чтобы омывать холодным газом поверхность конической части – системы сбора порошка. Этот поток препятствует образованию «пригара» - прилипания горячих частиц к поверхности колонны. Коническая часть колонны и прикрепленная внизу трубная часть (4) – образуют систему сбора порошка и отвода газа. Общий вид колонны распыления параметрического комплекса распыления – макета атомайзера - представлен на рисунке 3.6.



Рисунок 3.6 - Камера распыления параметрического комплекса

3.3 Анализ технологических параметров распыления, определяющих геометрические размеры и форму частиц металлических порошков Cr-Ni сталей

Распыление проволок в камере плазменного атомайзера, представляет собой сложный многофакторный процесс, достоверно описать который математическими методами без проведения значительного числа экспериментов, не представляется возможным. Для получения качественного порошка необходимо провести исследование влияния энергосиловых параметров распыления, качества и количества плазмообразующего газа, диаметра, скорости подачи и химического состава распыляемых проволок, объема подачи защитного газа.

3.3.1 Определение технологически обоснованных параметров распыления

Определение параметров распыления было проведено в макете колонны, построенной и эксплуатируемой в составе параметрического комплекса (макета атомайзера) плазменного распыления СПбПУ (рисунок 3.6) [153]. Исследование процесса распыления проволок с целью определения требуемых параметров распыления было изучено при распылении ряда металлических сплавов: нержавеющей стали хромоникелевого класса типа (07-12)X(16-18)H(6-12)T, условно обозначенных стали Cr-Ni класса [154]; сплава инконель (Inonel Alloy 718), сплавов ВТ1-0 и ВТ6; бронзы БрАЖ9-4. В качестве плазмообразующего и защитного газа был использован аргон газообразный высокой чистоты марка 5.5 – ТУ 2114-006-45905715-2010.

Основным критерием положительного результата работы атомайзера принят показатель «выход годного» - то есть процентное содержание порошка заданных гранулометрических фракций в общей массе продукта. Для обоснования выбора был проведен общий анализ существующего рынка аддитивных машин и определен тот сегмент рынка, на который будет ориентировано разрабатываемое изделие. Было определено, что до настоящего времени не существует единого подхода и единого стандарта, регламентирующего размеры и гранулометрический состав распыляемых порошков для 3D-принтеров. В целом, под порошками понимают сыпу-

чие материалы с характерным размером частиц до 1,0 мм. Порошки классифицируют по размерам частиц (по условному диаметру d), подразделяя их на нанодисперсные с $d < 0,001$ мкм, ультрадисперсные $d = 0,01-0,1$ мкм, высокодисперсные $d = 0,1-10$ мкм, мелкие $d = 10-40$ мкм, средние $d = 40-250$ мкм и крупные $d = 250-1000$ мкм. В настоящее время не существует общих требований к металлопорошковым композициям, применяемым в аддитивных технологиях. Разные компании – производители аддитивных машин предписывают работу с определенным перечнем материалов, обычно поставляемых самой компанией. В разных машинах используются порошки различного фракционного состава. Одним из параметров, характеризующих порошок, является величина d_{50} – «средний диаметр частиц», который, обычно, определяет фирма производитель аддитивных машин. Общим требованием к порошкам для 3D-принтеров является сферическая форма частиц. Требование обосновывается тем, что такие частицы более компактно укладываются в определенный объем и обеспечивают наилучшую «текучесть» порошковой композиции в системах подачи 3D-принтеров [63, 125, 154].

С одной стороны, чем меньше величина d_{50} , тем меньше шаг построения может быть задан, тем более точно могут быть проработаны мелкие элементы детали и тем менее шероховатую поверхность можно получить у построенной детали. С другой - в процессе построения в зону пятна лазера моментально вводится большое количество энергии: процесс плавления идет очень бурно – металл вскипает, происходит разбрызгивание расплава и часть металла «вылетает» из зоны построения. Если порошок имеет слишком малый размер частиц, то в процессе построения легкие частицы будут «вылетать» из зоны расплава, что приведет к обратному результату – повышенной шероховатости детали, микропористости. В силу этих проблем при работе с мелкодисперсными порошками используют маломощные, а, следовательно, малопроизводительные 3D-принтеры. Такие порошки (с соответствующими настройками машины) применяют в основном для изготовления микродеталей, которые иным способом получить не представляется возможным [63].

Определенные трудности при работе с мелкодисперсными порошками возникают в связи с их повышенным комкованием, что накладывает особые требования к условиям хранения материалов и эксплуатации аддитивных машин. Эти недостатки ограничивают использование, а соответственно, и спрос на порошки малых фракций. В то же время производительность процесса прямого лазерного сплавления, используя порошки средних фракций и обладая производительностью более чем в 50 превосходящей классический SLM-процесс, находит все новые области применения и, безусловно, является наиболее перспективной технологией аддитивного выращивания средне- и крупногабаритных изделий [62, 74].

Таким образом, можно обоснованно предположить, что в ближайшие годы на рынке аддитивных технологий возникнет и будет постоянно увеличиваться спрос на сферические порошки средних и крупных размеров – то есть фракций от 40 до 100–200 мкм. Это полностью соответствует технологии плазменного распыления, которая, в основном, предназначена для получения фракций порошков средних размеров. Поэтому, в работе выбор размеров порошков попадающих в критерий «выход годного» был сделан в пользу размерной фракции 40-140 мкм с формой частиц, максимально приближенной к сферической, минимальным количеством внутренних пор и поверхностных дефектов. Технологическая направленность процесса плазменной атомизации на получение порошков среднего размера и растущая востребованность этих порошков промышленностью подтвердили, что выбор показателя «выход годного» т. е. порошка сферической формы диаметром 40–140 мкм с минимальным количеством дефектов поверхности и объема является экономически и технологически обоснованным.

В ходе предварительных исследований было установлено, что гранулометрический состав массы распыленного порошка и его форма зависят от условий распыления. Форма частиц может изменяться от неправильной, например, осколько-тарельчатой или вытянутой – игольчатой; до правильной сферической. Изменение формы зависит, в первую очередь, от правильного сочетания всех регулируемых параметров – силы тока, объема плазмообразующего газа, скорости подачи

проволоки и объема подачи газа в систему противотока – «кипящего слоя». Причиной формирования различных видов частиц являются соотношения между временем сфероидизации и временем затвердевания металла частицы [19, 39, 41, 171].

Исходно, литой материал формирует кристалл дендритной формы и, в результате, если время кристаллизации оказывается несколько больше или сопоставимо со временем сфероидизации можно ожидать появления частиц игольчатой (вытянутой) формы рисунок 3.7.а. Если же время трека частицы от зоны распыления до поверхности системы сбора порошков оказывается сопоставимым или близким ко времени кристаллизации – вероятно образованием частиц чешуйчатой формы – капель, разбившихся о поверхность системы сбора порошков (рисунок 3.7.б). Также, появление частиц чешуйчатой формы, возможно при недостаточной скорости откачки плазмообразующего газа из объема колонны – повышенное давление обеспечивает высокий уровень сопротивления среды при продвижении капли и формирует частицы эллипсоидной и чешуйчатой формы (рисунок 3.7.в). Появление частиц оскольчатой формы указывает на низкую силу тока и малую скорость подачи плазмообразующего газа, когда мощности плазменной дуги недостаточно для полного расплавления проволоки, и, происходит его размельчение на микрообъемы неправильной формы (рисунок 3.7.г)

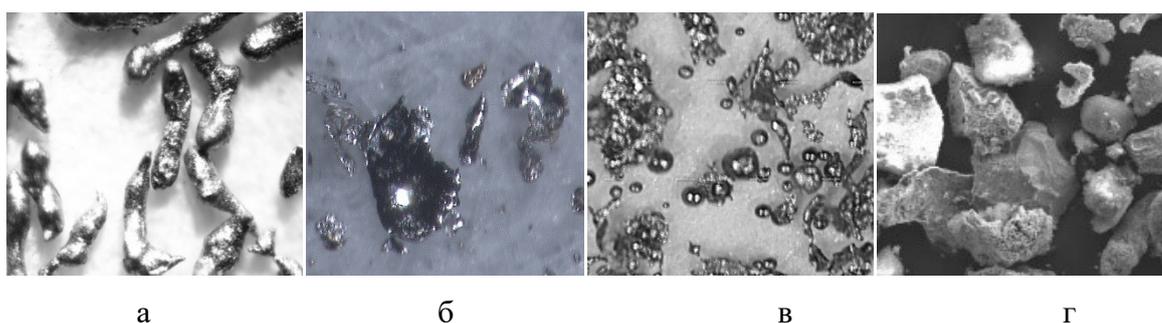


Рисунок 3.7 - Формы частиц порошка: а) дендритная, б, в) чешуйчатая и тарельчатая; г) оскольчатая

Еще одним видом брака, снижающего качество получаемого порошка, являются сателлиты. Эти частицы, образуются за счет «приварки» мелких к поверхности более крупных частиц, или слиянием двух близких по размерам частиц с образованием единого конгломерата. Основной причиной образования сателлитов при

плазменном распылении является возникновении турбулентности газового потока плазмообразующего газа при распылении или механический перекося (отклонение от вертикальной оси) плазмотрона при его креплении на крышке колонны.

Таким образом, главным условием получения качественных порошков, отвечающих требованиям «выход годного», является разработка режимов распыления и определение точных параметров процесса плазменной атомизации.

3.4 Влияние силы тока и скоростей подачи плазмообразующего газа и проволок

Учитывая многофакторность процесса распыления использовать традиционные способы подбора режима с последовательным перебором параметров каждого фактора – не представлялось возможным, поэтому в работе был использован метод математического планирования эксперимента. Для проведения исследования влияния каждого параметра были выбраны условный нулевой (исходный) уровень - X_{i0} и диапазон варьирования переменных – ΔX_i – (X_1 – сила тока, X_2 – расход плазмообразующего газа, X_3 – скорость подачи проволоки) и проведено их кодирование (таблица 3.2).

Таблица 3.2 - Интервалы варьирования факторов

| Уровень варьирования | | X_1 | X_2 | X_3 |
|----------------------|----|-------|-----------------|-----------------|
| | | I, А | $V_{г}$, л/мин | $V_{ф}$, м/мин |
| Верхний уровень | +1 | 250 | 50 | 5 |
| Нижний уровень | -1 | 200 | 30 | 1 |
| Средний уровень | 0 | 225 | 40 | 3 |

Интервалы варьирования – сила тока, скорость плазмообразующего газа и скорость подачи фидстока заданы в величинах подаваемых на один плазмотрон.

Выбор режимов распыления методом математического планирования эксперимента был использован при разработке технологических процессов распыления всех исследованных материалов, вне зависимости от их состава и физических

свойств. Это позволило минимизировать расходы на проведение экспериментов, значительно уменьшить время на разработку технологии распыления. В работе представлены результаты исследований влияния основных технологических факторов на характеристики полученных порошков на примере анализа процессов распыления стали 08X18Н9. Диаметр проволоки стали – 1,2 мм. Химический состав проволоки соответствовал требованиям ГОСТ 5632–2014 [31]. Эксперимент был проведен дважды – без использования системы «кипящего слоя» - (Y_1), создающего противоток защитного газа, предназначенного для частичного торможения и охлаждения распыленных частиц и с включенной системой кипящего слоя (Y_2). - расход защитного газа - 1,0 литр в минуту на каждую форсунку. Функции отклика были построены по показателю «выход годного» - то есть процент частиц, диаметрами от 40 до 160 мкм, в общей массе распыленного порошка в соответствии с (3.1):

$$Y_1 [\text{выход годного, \%}] = 23,63 + 6,29X_1 + 5,54X_2 - 3,21X_3 - 2,33X_1X_2 + 0,16X_1X_3 + 0,21X_2X_3 - 0,01 X_1X_2 X_3; \quad (3.1)$$

$$Y_2[\text{выход годного, \%}] = 24,18 + 6,71X_1 + 3,86X_2 - 2,17X_3 - 1,55X_1X_2 + 0,14X_2X_3; \quad (3.2)$$

Значимость коэффициентов полиномов была оценена по критерию Стьюдента. Гипотеза об однородности дисперсий была проверена с помощью критерия Корхена (G-критерия). Адекватность полученной модели была проверена по критерию Фишера. Адекватность уравнений подтверждается рассчитанными значениями критерия Фишера, которые не превышали табличные для выбранного уровня значимости $\alpha = 0,1$ [44].

Дальнейшая оптимизация осуществлена путем математического моделирования на суперкомпьютере СПбПУ Петра Великого при ограниченном числе прямых экспериментов методом крутого восхождения Бокса — Уилсона [144]. По мере приближения к общему (глобальному) экстремуму, степень кривизны поверхности отклика возрастает, и линейные модели становятся неадекватными – рисунок 3.8.

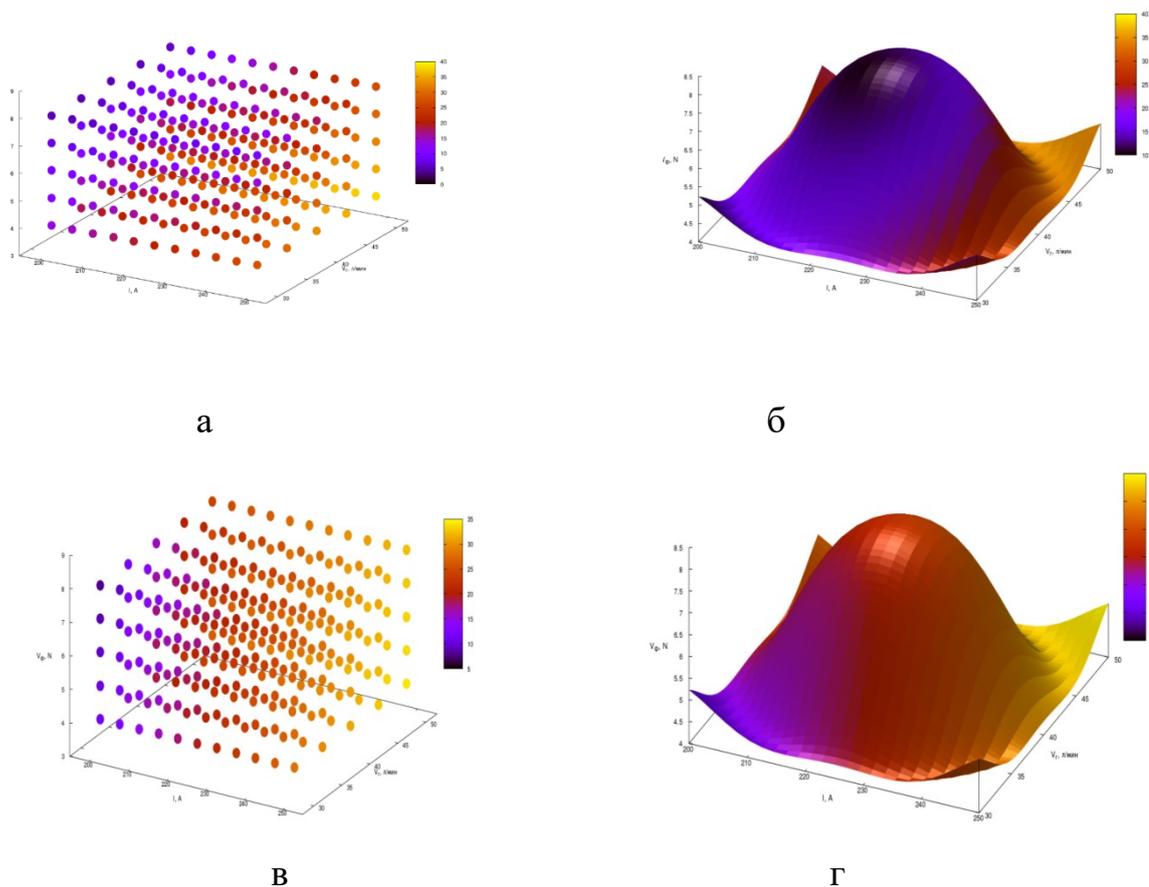


Рисунок 3.8 - Поверхность функции отклика до (а, в) и после этапа крутого восхождения (б, г): а, б) условие U_1 ; в) условие U_2

В результате были получены необходимые параметры распыления порошков нержавеющей стали 08X18Н9 (из расчета на один плазмотрон) – сила тока – 225 А, скорость подачи плазмообразующего газа – 45 л/мин; скорость подачи проволоки диаметром 1,2 мм – 1,7 м/мин, объем подачи защитного газа через систему кипящего слоя – 1,0 л/мин. на каждую форсунку. Было установлено, что частицы порошка имеют правильную сферическую форму – рисунок 3.9.а – в; внутренняя пористость в порошковых частицах – не обнаружена – рисунок 3.9.г. Сферичность порошка $\psi = 0,972575$, что соответствует верхнему уровню требований к порошкам для 3D-принтеров: число сателлитов (слипшихся частиц порошка – рисунок 3.9.д) – менее 0,1 %.

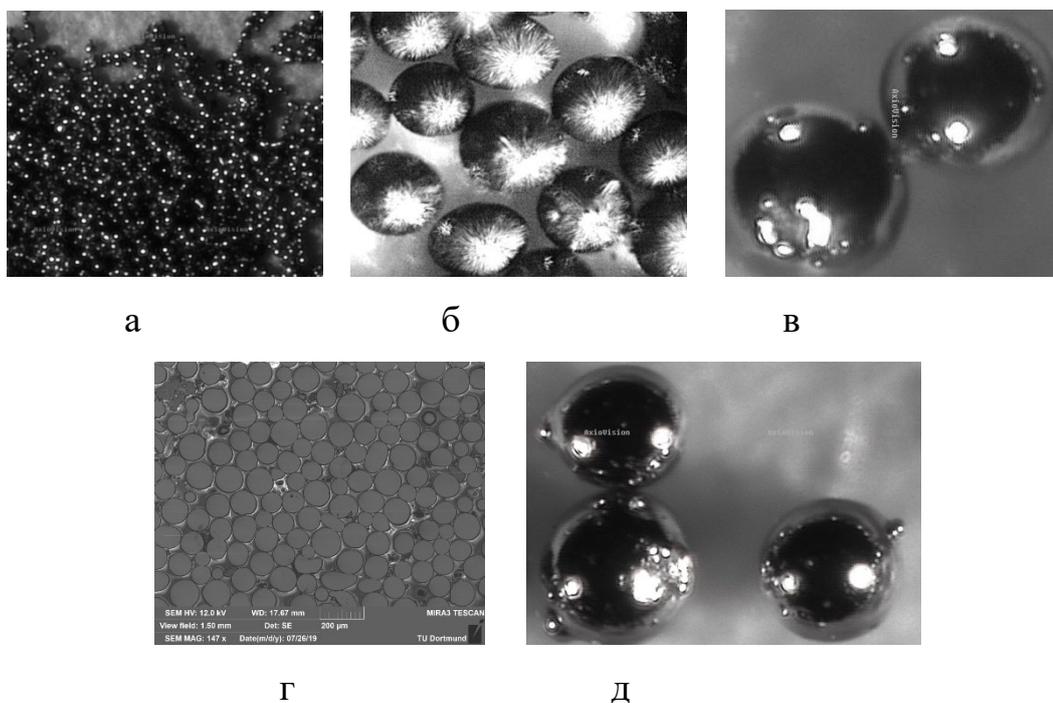


Рисунок 3.9 - Частицы порошка (а-в) и микрошлиф порошковых частиц (г) стали 08X18Н9. Сателлиты на порошковых частицах – д
 Распределение порошка по гранулометрическим показателям – рисунок 3.10.

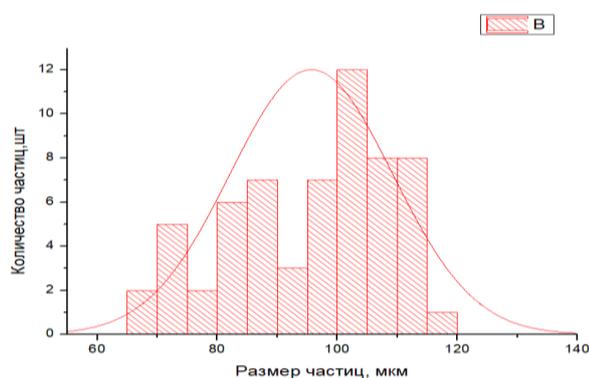


Рисунок 3.10 - Распределение частиц порошка по гранулометрическим параметрам
 На металлографических шлифах, изготовленных из порошка, полученного по рассчитанному режиму, было проверено содержание в металле неметаллических включений – таблица 3.3. Исследование неметаллических включений было проведено в соответствии с методом Ш4 (ГОСТ 1778–70 (ИСО 4967–79) [26].

Одновременно с исследованием порошка, распыленного по рассчитанному режиму, был проведен анализ формы и качества частиц при распылении в условиях избытка или недостатка плазмообразующего газа, большей скорости подачи проволоки, превышения или уменьшения силы тока.

Таблица 3.3 - Неметаллические включения в частицах порошка стали 08X18H9

| Партия | Неметаллические включения (по методу Ш4 ГОСТ 1778–70) | | | | | | | | |
|--------|---|----|----|----|----|---|----|----|----|
| | ОТ* | ОС | СХ | СП | СН | С | НС | НТ | НА |
| 1 | 1 | 0 | 0 | 0 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 3 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

*Примечание: ОТ – оксиды точечные, ОС - оксиды строчечные, СХ – силикаты хрупкие, СП – силикаты пластичные, СН – силикаты недеформирующиеся, С – сульфиды, НС – нитриды строчечные, НТ –нитриды и карбонитриды точечные, НА – нитриды алюминия.

Было установлено, что в зависимости от режима распыления порошка форма частиц может изменяться от неправильной, например, оскольчатой до правильной сферической – рисунок 3.11. То есть регулированием подачи проволоки при постоянных уровнях тока и объема плазмообразующего газа возможно изменять форму частиц порошка, так превышение оптимальных скоростей подачи проволоки до 3–5 м/мин приводит к образованию порошков оскольчатой формы – рисунок 3.11.а, а при скорости более 5 м/мин процесс распыления превращается в процесс иссечения проволоки на мерные отрезки длиной до 10–25 мм. При уменьшении объема плазмообразующего газа сферическая форма частиц постепенно смещается в сторону овальных или бесформенных частиц, вытянутых вдоль одной из осей частицы – рисунок 3.11.б.

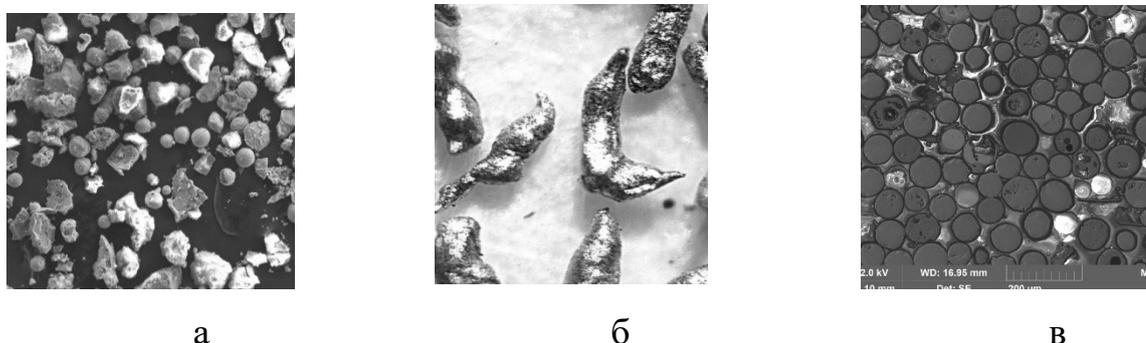


Рисунок 3.11 - Частицы порошка стали 08X18H9 распыленные с отклонениями от рассчитанного режима

Снижение силы тока ниже оптимального уровня ведет к уменьшению показателя «выход годного», а его превышение к получению большего объема частиц фракций менее 10 мкм; появлению частиц порошка с внутренней пористостью – рисунок 3.11.в. Работа атомайзера с отключенной подачей защитного газа увеличивает долю частиц несферической формы, вероятно, за счет увеличения числа их соударений с конусными стенками системы сбора порошков.

3.5 Влияние газовой атмосферы на качество распыляемых порошков

Одним из важнейших факторов, определяющих качество получаемого порошка, является состав газовой атмосферы камеры распыления. С целью оценки влияния состава газовой атмосферы в камере распыления было проведено распыление проволоки диаметром 1,2 мм стали 07X16H6 ГОСТ, химический состав которой соответствовал ГОСТ 5632–2014. При распылении проволоки в среде аргона высокой чистоты марки 5.5, содержание кислорода в порошке стали 07X16H6 составляло 0,009–0,015 %, азота – 0,006–0,010 %. Для проведения исследований по влиянию состава газовой смеси на качество получаемого порошка были проведены следующие исследования по следующим режимам:

1. Камера распыления открыта для доступа наружного воздуха, распыление и продувка через систему кипящего слоя осуществляется аргоном технической чистоты – ГОСТ 10157-62 марка В. Содержание аргона в газовой смеси аргона марки В – не менее 99,90 %, кислорода – 0,005 %, азота – 0,10 %, содержание паров воды – 0,03 %.

2. Камера распыления предварительно заполнена аргоном технической чистоты марки В, распыление и продувка осуществляется аргоном технической чистоты марки В.

3. Камера распыления предварительно заполнена аргоном технической чистоты марки В, распыление и продувка осуществляется аргоном высокой чистоты марка 5.5.

4. Камера распыления предварительно заполнена аргоном высокой чистоты марка 5.5, распыление и продувка осуществляется аргоном газообразный высокой чистоты марка 5.5.

Оценка влияния состава газовой смеси осуществлялась визуальным методом с фотофиксацией внутренней поверхности камеры распыления и атмосферы в камере после процесса распыления в течение 30 минут (рисунки 3.12 и 3.13) и анализом химического состава распыленных частиц (рисунок 3.14).

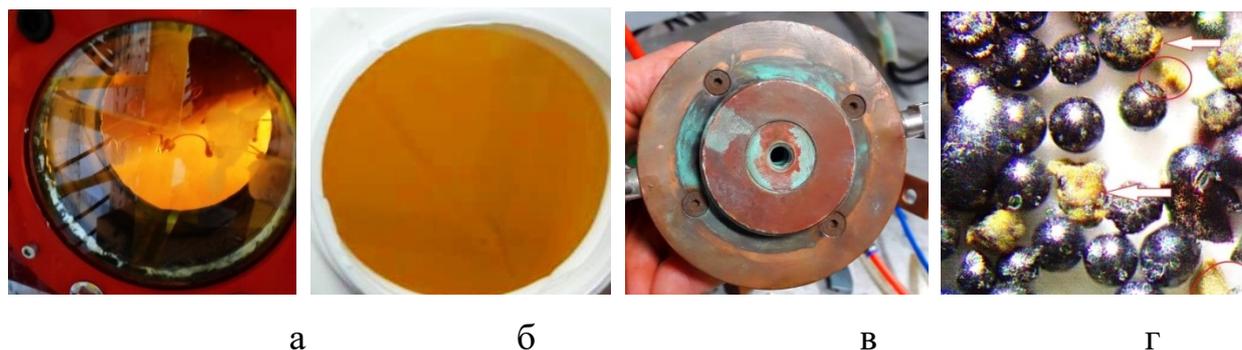


Рисунок 3.12 - Образование соединений азота в камере распыления по режиму 1

По результатам исследований состава газовой среды до и после испытаний было установлено, что в процессе распыления по режиму 1 из системы отвода плазмообразующего газа кроме аргона выделяется газ бурового цвета с резким запахом, который был идентифицирован как смесь соединений азота. На рисунке 3.12.а приведена фотография, сделанная через окно-гляделку в процессе распыления (через 15 минут после начала процесса); и отобранная в специализированный газосборник проба, взятая через систему отвода плазмообразующего газа (рисунок 3.12.б). Известно, что в плазме воздуха, нагретого до 3000–3500 К, содержится 5 % (по объему) оксида азота (II). При охлаждении плазмы до комнатной температуры возникают нитрозные газы, которые соединяясь с парами воды, образуют различные соединения, в том числе азотную кислоту. Всего азот и с кислородом образует 8 оксидов (оксид NO, диоксид NO₂, пероксид NO₃, гемиоксид N₂O, азотистый ангидрид N₂O₃, тетраоксид диазота N₂O₄, азотный ангидрид N₂O₅ и гексаоксид диазота N₂O₆), из которых наиболее опасны (в виде выбросов в атмосферу) NO и NO₂, и в меньшей степени –N₂O [124]. Оценить вероятность образования тех или иных оксидов азота

представляется возможным путем проведения расчетов, приведенных в работах [125,126].

Оксиды азота относятся ко 2-му классу опасности для человека и определяют токсичность продуктов сгорания газов в атмосфере камеры, что делает недопустимым использование воздушной атмосферы при распылении металлических порошков (режим 1). Кроме выбросов токсичных продуктов в атмосферу при использовании воздушной среды в камере, на аноде плазмотрона (рисунок 3.12.в) и на частицах порошка (рисунок 3.12.г) были отмечены отложения нитридов зеленого и желто-коричневого цветов.

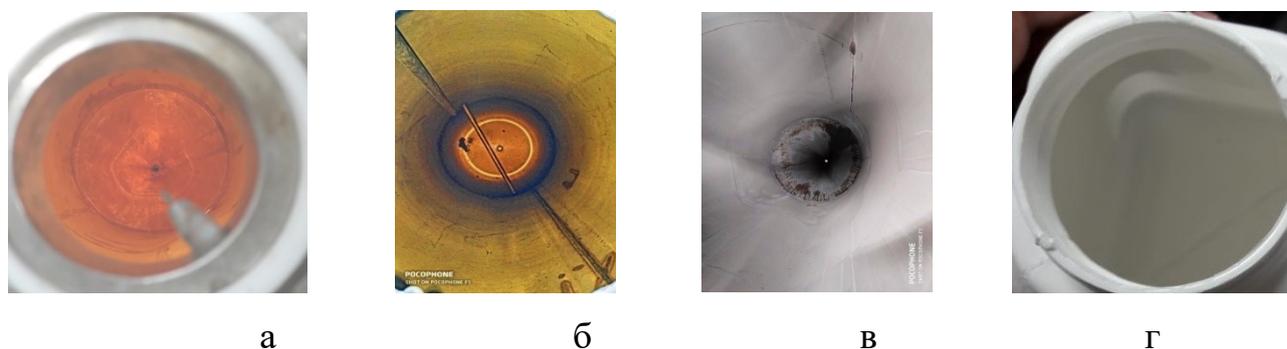


Рисунок 3.13 - Газовая атмосфера и отложения в камере распыления

При использовании в качестве плазмообразующего газа технического аргона и заполнения этим газом рабочего объема камеры распыления (режим 2) удастся частично решить проблему интенсивного образования азотистых соединений, что объясняется снижением содержания азота, водяных паров и кислорода в техническом аргоне по сравнению с воздушной средой. Однако, даже незначительная доля этих веществ оказывается достаточной, чтобы после 30 минут работы атомайзера на стенках колонны распыления были видны отложения, а цвет атмосферы в колонне сохранял светло-желтый оттенок – рисунок 3.13.а. Замена плазмообразующего газа с технического аргона на аргон высокой чистоты (режим 3), позволяет практически полностью решить проблему отложений на стенках колонны, однако рабочая газообразная среда после 30 минут работы плазмотрона сохраняет светло-желтый цвет, указывающий на незначительное количество диоксида азота в атмосфере (рисунок 3.13.б), и только полная замена как плазмообразующего так и защитного газа на аргон высокой чистоты (режим 4) позволяет

полностью устранить проблему образования соединений азота при распылении порошков хромоникелевых сталей (рисунок 3.13.в,г).

Исследования поверхностей и внутренних объемов металла частиц были проведены на шлифах и частицах распыленного по режимам 1–4 порошка (рисунок 3.14, и таблицы 3.4; 3.5) [154, 155].

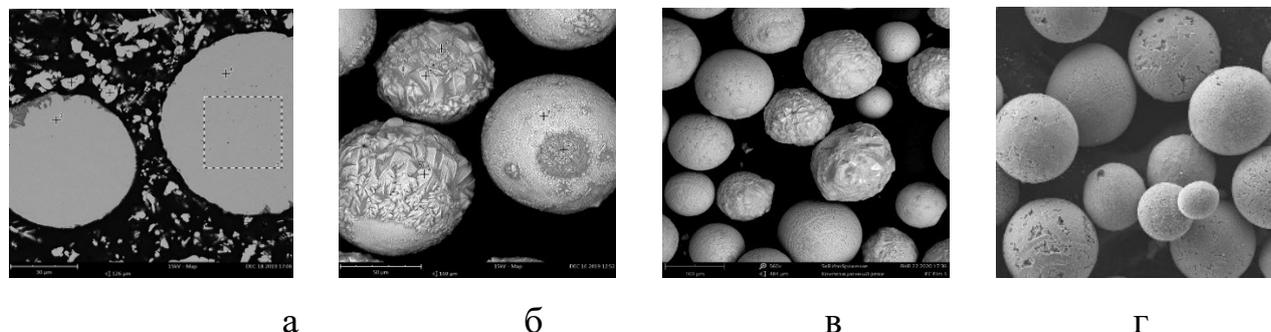


Рисунок 3.14 - Область определения химического состава на срезе частицы порошка (а) и отложения на поверхности частиц: б - режим 2 и в - режим 3

Таблица 3.4 - Химический состав частиц порошка

| Ре- жим | Химический состав частиц, масс. %* | | | | | | |
|------------|------------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------------|-----------------|
| | C | Si | Mn | Cr | Ni | O | N |
| 1 | 0,05/0,01 | 0,38/0,38 | 0,65/0,59 | 16,9/24,3 | 7,01/6,89 | 0,092/ 1,044 | 0,018/ 0,435 |
| 2 | 0,05/0,04 | 0,39/0,43 | 0,64/0,63 | 16,7/17,3 | 6,98/6,71 | 0,031/ 0,165 | 0,014/ 0,217 |
| 3 | 0,05/0,05 | 0,40/0,41 | 0,61/0,62 | 16,9/17,0 | 6,98/6,96 | 0,011/ 0,019 | 0,009/ 0,018 |
| 4 | 0,05/0,05 | 0,38/0,40 | 0,65/0,63 | 16,9/16,9 | 6,99/6,89 | 0,009/ 0,009 | 0,009/ 0,010 |
| 5** | 0,05 | 0,41 | 0,67 | 16,93 | 6,97 | 0,009 | 0,008 |

*Примечание: в числителе – состав внутреннего объема частицы, в знаменателе – поверхности

** Химический состав проволоки до распыления

Анализ результатов исследований химического состава поверхности и внутреннего объема металла частиц порошка 07X16Н6 после различных режимов распыления, показал, что угара основных легирующих элементов не происходит ни

при одном из режимов распыления – таблица 3.5, однако на поверхностях частиц полученных по режимам 1–3, были обнаружены повышенные концентрации азота и кислорода. При фрактографическом исследовании поверхностей порошков было установлено, что при распылении в воздушной среде и среде технического аргона на поверхности частиц появляются отложения, по форме напоминающие кристаллические образования (рисунок 3.14.б,в). Анализ состава этих отложений позволил определить их состав как сочетание различных оксидов и нитридов хрома. При анализе порошка по режиму 4 такие отложения обнаружены не были (рисунок 3.14.г). Относительное изменение концентрации кислорода и азота на поверхности и в теле частиц приведено в таблице 3.5.

Таблица 3.5 - Изменение содержания азота и кислорода в объеме порошковой частице, в зависимости от режима распыления (к среднему содержанию, раз)

| Содержание газа | Режим | | | |
|--------------------|-------|-------|------|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Кислород | 11.34 | 5.32 | 1,72 | 1,00 |
| Азот | 24.17 | 15.50 | 2.00 | 1,10 |

Исследования порошков сталей 08X18N9 и 12X18N10T, распыленных по режимам 1–4, показали результаты аналогичные приведенным для стали 07X16N6.

Также, методом Оже-спектроскопии было изучено распределение азота по телу частицы – таблица 3.6 – от поверхности (слой порядка 1 нм) вглубь металла до 200 нм. Анализ данных Оже-спектроскопии позволяет сделать два вывода. Первый – распределение азота по телу частицу (на всю глубину исследованных слоев) практически неизменно, что позволяет предположить, что насыщение азотом металла происходит, в основном, в жидком состоянии – в момент формирования микрокапли: второе – отмечена тенденция изменения концентрации хрома, которая постепенно нарастает от поверхности частицы в сторону ее внутренних слоев. В то же время максимальное содержание кислорода зафиксировано на поверхности частиц со значительным уменьшением его концентрации в глубинных слоях. Так для режима 2 – концентрация кислорода на поверхности составила 0.183 % масс, в

слое 100 нм – 0.102, а в слое 200 нм – 0,044 % масс, что позволяет предположить, что окисление поверхности частиц наблюдается и после их кристаллизации.

Таблица 3.6 - Распределение азота и хрома в частице порошка стали 07X16H6 от поверхности – вглубь металла

| Режим | Слой, нм/ содержание элемента в слое, масс. % | | | | | |
|-------|---|------------|------------|------------|------------|------------|
| | 1 | 20 | 50 | 100 | 150 | 200 |
| 1 | 0.57/16,1* | 0.51/16,4 | 0,37/16.2 | 0.41/16.7 | 0.35/16.8 | 0.33/17.2 |
| 2 | 0.19/16.0 | 0.16/16.7 | 0.15/16.6 | 0.16/16.5 | 0.15/16.8 | 0.12/16.9 |
| 3 | 0.035/16.4 | 0.034/16.3 | 0.029/16.6 | 0.022/16.7 | 0.020/16.4 | 0.019/16.8 |
| 4 | 0.015/16.7 | 0.011/16.6 | 0.012/16.6 | 0.009/16.9 | 0.011/16.8 | 0.009/17.0 |

Примечание – в числителе концентрация азота, в знаменателе – хрома

Исходя из анализа приведенных в таблиц 3.4-3.6 данных для стали 07X16H6, и результатов, полученных для порошков других Cr-Ni сталей, было установлено, что для получения качественных металлических порошков необходимы среды, максимально очищенные от примесных газов – азота, кислорода, паров воды и т. п., так как способность к растворению газов в жидком металле достаточно велика. Допустимым уровнем качества может служить среда (режим 3), оптимальным, следует считать состав газовой смеси, использованный в режиме 4. В этом случае химический состав полученных после распыления частиц и исходных материалов практически не изменяется.

3.6 Влияние диаметра и скорости подачи проволоки на качество распыляемого порошка

На предыдущих разделах работы описывались результаты процесса распыления проволоки диаметром только 1,2 мм. Однако в реальных условиях производства такое требование вряд ли выполнимо и следует уточнить как изменится режим распыления при изменении диаметра распыляемых проволок и скорости их подачи. Результаты исследований показаны на примере использования одноплазмотронной компоновки атомайзера и проволоки стали 07X16H6, диаметрами от 1,0 до 3,0 мм.

Был выполнен анализ влияния скорости подачи проволоки на «выход годного» при изменении скорости подачи проволоки в интервале 1,0 – 3,5 м/мин (сила тока 225 А, скорость подачи плазмообразующего газа – 45 л/мин, объем подачи газа в систему «кипящего слоя» – 1 л/мин на каждую из 12 форсунок системы). Распределение частиц по гранулометрическому составу в зависимости от скорости подачи проволоки приведено в таблице 3.7.

Таблица 3.7 - Влияние скорости подачи проволоки диаметром 1.2 мм на долю и гранулометрическое соотношение размеров частиц в объеме выхода годного

| Ско- рость подачи м/мин | Распределение частиц по фракциям, % | | | | | | Выход годного % |
|----------------------------------|-------------------------------------|-------|-------|--------|---------|-------|-----------------------|
| | Гранулометрический состав | | | | | | |
| | <20 | 20-40 | 40-60 | 60-100 | 100-140 | > 140 | |
| | МКМ | | | | | | |
| 1,0 | 2,9* | 15,5 | 16,6 | 32,2 | 14,1 | ост | 58,9 |
| 1,5 | 2,5 | 9,8 | 15,5 | 21,8 | 21,4 | ост | 58,7 |
| 1,7 | 2,4 | 8,5 | 17,3 | 19,5 | 19,9 | ост | 56,7 |
| 2,0 | 2,2 | 7,0 | 13,7 | 15,4 | 22,0 | ост | 51,1 |
| 2,5 | 1,4 | 1,6 | 7,8 | 14,5 | 21,9 | ост | 44,2 |
| 3,0 | 1,2 | 1,7 | 7,2 | 14,5 | 19,2 | ост | 40,9 |
| 3,5 | 0,9 | 1,4 | 5,6 | 10,1 | 19,3 | ост | 35,0 |

*Примечание: определяется только та часть порошка менее 20 мкм, которая была собрана в системе сбора порошков, часть сверхтонких фракций удаляется из зоны распыления через систему отвода газа и задерживается в фильтре. Данная фракция, диаметром обычно менее 5 мкм в расчетах не учитывалась.

По результатам исследования было установлено, что скорость подачи проволоки приводит к постепенному смещению гранулометрических размеров частиц в сторону больших диаметров и уменьшению доли выхода годного. Учитывая, что производительность установки напрямую зависит от объема распыленного металла, а, следовательно, от скорости подачи проволоки, оптимальным уровнем подач может считаться диапазон от 1,5 до 2,0 метров в минуту. Влияние диаметра распыляемой проволоки на выход годного порошка стали 07X16H6 – таблица 3.8.

Таблица 3.8 - Влияние диаметра проволоки и силы тока на выход годного

| Диаметр проволоки, мм | Режим распыления | | | Выход годного, масса металла (г) / фракции 40–140 мкм, % |
|-----------------------------|------------------|---------------------------|-------------------------------|--|
| | I, А | V _г , л/мин | V _{пров.} , м/мин | |
| 1,2 | 225 | 45 | 1,7 | 1026/56,7 |
| | 250 | | | 1017/55,4 |
| 1,5 | 225 | | | 1598/55,1 |
| | 250 | | | 1612/55,2 |
| 2,0 | 225 | | | 2448/48,0 |
| | 250 | | | 2600/50,4 |
| 2,4 | 225 | | | 2545/49,2 |
| | 250 | | | 3511/43,2 |
| 3,0 | 225 | | | 2858/34,7 |
| | 250 | | | 3513/29,1 |

При повышении диаметра проволоки более 2 мм резко снижается процент выхода годного, а при увеличении силы тока более 275 А у проволок диаметром более 2,0 мм вообще не удастся получить частицы сферической формы, то есть оптимальный режим для тонких проволок (до 2,0 мм) не пригоден и требует коррекции для успешного распыления проволок диаметром 2,4 и 3,0 мм. Результаты тапкой коррекции приведены в таблице 3.9.

Как следует из данных таблиц 3.8, 3.9, значительное увеличение силы тока, приводящее к повышению себестоимости готового продукта, весьма незначительно сказывается на уровне выхода годного. Это особенно заметно при распылении проволоки диаметром 3,0 мм, где выход годного даже после режима 345 А – 55 литров плазмообразующего газа в минуту не превышает 37,5 %, а для проволоки диаметром 2,0 мм увеличение силы тока с 225 до 345 А привело к повышению выхода годного примерно на 3,5 %. Таким образом, было показано, что диаметр проволоки напрямую влияет на энергосиловые параметры распыления. Так, для проволок диаметром 1,2 -1,5 мм -225 А; 2,0 мм – 250 А; диаметром 2,4-3,0 мм – 315 А,

скорость плазмобразующего газа для проволок диаметром 1,2 и 1,5 мм – 45 литров в минуту; диаметром 2,0-3,0 мм – 55 литров в минуту.

Таблица 3.9 - Влияние силы тока и скорости плазмобразующего газа на выход годного проволок больших диаметров

| Диаметр, мм | V _г , л/мин | Выход годного, фракции 40–140 мкм, % | | | |
|----------------|---------------------------|--------------------------------------|------|------|------|
| | | Сила тока (I), А | | | |
| | | 300 | 315 | 330 | 345 |
| 2,0 | 45 | 56,3 | 56,8 | 56,9 | 32,0 |
| | 55 | 56,7 | 57,2 | 57,3 | 32,4 |
| 2,4 | 45 | 53,2 | 56,6 | 56,7 | 31,8 |
| | 55 | 53,7 | 56,8 | 56,8 | 32,0 |
| 3,0 | 45 | 43,1 | 44,9 | 44,9 | 45,0 |
| | 55 | 43,4 | 45,4 | 45,5 | 45,5 |

Для уточнения влияния скорости подачи на качество порошка, распыляемого из проволок различных диаметров, было проведено исследование, в котором скорость подачи изменялась от 0,5 до 3,5 м/мин. Время распыления – 60 минут. Анализ скорости подачи проволоки приведен в таблице 3.10, где показаны результаты работы по одноплазмотронной схеме. По результатам исследований было установлено, что при сохранении энергосиловых параметров на постоянном уровне выход годного является функцией корреляции двух параметров – диаметра и скорости подачи – чем больше диаметр проволоки, тем ниже должна быть скорость ее подачи. Так, для проволоки 1,0 мм, оптимальная скорость подачи, обеспечивающая максимальный объем выхода годного, лежит в диапазоне 2,25–3,0 м/мин, а для проволоки 1,5 мм – 1,75–2,0 м/мин., для проволоки диаметром 2,4 мм – 0,75–1,25 м/мин. Максимальное процентное содержание выхода годного к общей массе порошка было получено при меньших скоростях подачи проволоки, так у проволоки 1,2 мм максимальная масса порошка годных фракций обеспечивается при скорости – подачи проволоки 2 м/мин, а максимальная доля выхода годного была получена в порошке распыляемом при скоростях 1,0-1,75 м/мин.

Таблица 3.10 - Влияние скорости подачи фидстока на выход годного проволоки стали 07X16H6 при работе в одноплазмотронном режиме

| Диаметр мм | Скорость подачи м/мин | | | | | | |
|---------------|-----------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|----------------|
| | 1,50 | 1,75 | 2,00 | 2,25 | 2,50 | 3,00 | 3,50 |
| 1,0 | *58.7/ 328,6 | 58.6/ 379,4 | 58.4/ 434,1 | 53,0/ 439,1 | 48,5/ 448,6 | 39,1/ 436,4 | 32,2/ 423,6 |
| 1,2 | 58.2/ 364,6 | 58,1/ 546,3 | 53,1/ 559,0 | 46,3/ 548,9 | 41,2/ 544,1 | 33,9/ 535,8 | 25,5/ 473,7 |
| 1,5 | 47.6/ 591,8 | 44,1/ 667,7 | 41,0/ 693,7 | 33,7/ 625,7 | 25,5/ 527,1 | 19,2/ 473,2 | 12,7/ 379,2 |
| | Скорость подачи м/мин | | | | | | |
| | 0,50 | 0,75 | 1,00 | 1,25 | 1,50 | 1,75 | 2,00 |
| 2,0 | 53,5/ 394,3 | 51,0/ 560,1 | 47,8/ 698,7 | 43,9/ 805,9 | 41,0/ 901,2 | 32,1/ 833,4 | 27,0/ 790,1 |
| 2,4 | 51,2/ 539,3 | 50,7/ 801,1 | 41,6/ 885,9 | 30,2/ 817,2 | 24,5/ 780,0 | 17,4/ 654,9 | 12,3/ 528,8 |

*Примечание: выход годного – в числителе в процентах к общей массе порошка, в знаменателе масса в граммах

Для проволоки диаметром 2,4 мм эти соотношения оказались 1,0 м/мин и 0,5 м/мин соответственно. Данные соотношения необходимо учитывать при разработке рекомендаций по выбору режиму распыления, когда наряду с технологическими параметрами ведется расчет себестоимости продукции.

3.7 Влияние объема газа из системы кипящего слоя на качество порошка

Система кипящего слоя оказывает положительное влияние на процент выхода годного порошка, предохраняя летящие частицы от соударений со стенками конуса сбора порошка, дополнительно охлаждая и тормозя частицы в факеле распыления.

Однако, все опыты были поставлены при условии подачи 1 л/мин аргона на каждую из 12 форсунок системы кипящего слоя. Технически система подачи газа

может обеспечить подачу аргона от 0,5 до 5,0 л/мин на каждую форсунку, поэтому в работе было проведено исследование влияния объема подачи защитного газа на качество получаемой продукции. В качестве материала для исследования была использована проволока Cr-Ni стали марки 07X16H6. Изменения скорости потока защитного газа изменялось в диапазоне от 0 до 5 литров в минуту на каждую из 12 форсунок. При этом остальные параметры распыления, определенные по результатам исследований, приведенных в таблицах 3.6-3.11 для каждого диаметра проволок, оставались неизменными и составляли: для проволок 1,2 и 1,5 мм: ток 225 А на один плазмотрон, скорость подачи плазмообразующего газа – 45 л/мин, скорость подачи проволоки – 1,7 м/мин; для проволоки 2 мм - 250 А, 55 л/мин и 1,5 м/мин. Данные по влиянию объема подачи защитного газа в систему кипящего слоя представлены в таблице 3.12. Установлено, что результат выхода годного интенсивно возрастает до 1.0 л/мин на каждую форсунку. Дальнейшее увеличение подачи увеличивая затраты на аргон не дает достаточного прироста выхода годного.

Анализ результатов испытаний (таблицы 3.7–3.11) позволяет утверждать, что проволока Cr-Ni сталей диаметром 3,0 мм не обеспечивает достаточно высокого показателя выхода годного и не может быть рекомендована для распыления.

Таблица 3.11 - Влияние объема газа, подаваемого в систему «кипящего слоя» на выход годного (% /масса, г) проволоки 07X16H6

| Диаметр, мм | Объем газа в системе «кипящего слоя» на одну форсунку, л/мин | | | | | |
|----------------|---|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| | 0 | 0,50 | 1,0 | 2,0 | 3,5 | 5,0 |
| 1,2 | 28,8/266 | 30,2/280 | 34,7/321 | 34,7/321 | 34,8/323 | 34,7/321 |
| | 26,2/728 | 27,3/758 | 34,6/961 | 34,7/965 | 34,7/963 | 34,7/964 |
| 1,5 | 23,4/339 | 25,5/369 | 26,1/379 | 26,3/381 | 26,8/388 | 26,9/391 |
| | 20,2/871 | 21,3/926 | 26,0/1130 | 26,4/1148 | 26,7/1161 | 26,8/1165 |
| 2,0 | 19,7/343 | 21,4/370 | 25,9/448 | 26,0/450 | 26,1/452 | 26,1/451 |
| | 17,3/896 | 19,2/994 | 26,0/1348 | 26,0/1350 | 26,0/1348 | 26,0/1349 |

Применение проволок меньших диаметров должен определяться не только фактором «выход годного», но и экономическими показателями. Так, увеличение силы тока до 315 А (проволока диаметром 2,4 мм), резко повышает стоимость расходуемой электроэнергии, увеличивает затраты на поддержание работоспособности электрических цепей оборудования и затраты на профилактические и ремонтные работы на атомайзере. При этом значительно увеличивается нагрузка на системы охлаждения установки, что также приводит к увеличению затрат на производство порошка из проволоки диаметром 2,4 мм.

На основании проведенных исследований можно утверждать, что основными факторами рентабельности процесса распыления определяются совокупностью выхода годного и такие показатели как затраты на энерго-, газообеспечение и обслуживание. Причем затраты на обслуживание резко возрастают по мере повышения энергосиловых характеристик распыления, что делает нерентабельным применение проволок диаметрами 2,4 и 3,0 мм. Расчет себестоимости процесса распыления проволок диаметрами 1,2–2,0 мм включительно складывается из стоимости распыляемой проволоки (70–72 % себестоимости порошка), расходов на электроэнергию и газ – 10–12 %; оплату труда – 7,5–10 %; обслуживание установки и вспомогательного оборудования – 3,5–4,5 %.

Технологически и экономически рентабельным процесс распыления проволок Cr-Ni сталей при использовании плазменного атомайзера, оснащенного плазмотронами марки ПМК-5 оказывается при соблюдении следующих условий. Для плазмообразующего и защитного газа обязательно применять аргон газообразный высокой чистоты марки 5.5 и выше, проволоку Cr-Ni сталей диаметров от 1,2 до 2,0 мм, состав проволоки должен соответствовать ГОСТ 5632–2014. Энергосиловые параметры распыления: (в расчете на один плазмотрон) для проволок 1,2 и 1,5 мм: сила тока – 225 А, скорость плазмообразующего газа – 45 л; для проволок 2,0 мм – 250 А, 55 л/мин; скорость подачи проволок диаметром 1,2 и 1,5 мм – 1,7 – 2,0 м/мин; диаметром 2,0 мм – не более 1,5 м/мин; объем защитного газа на одну форсунку – 1 л/мин [156-159].

3.8 Выводы по Главе 3

Целью проведенных исследований являлось подтверждение возможности использования плазменной атомизации для изготовления порошков для аддитивных машин. Для этого были выполнены предварительные исследования, позволившие сформулировать основные требования к конструкции атомайзера и его энергосиловым характеристикам. Произведено проектирование и изготовление полноразмерного макета – параметрического стенда атомайзера для разработки технологических режимов распыления проволок Cr-Ni сталей аустенитно-мартенситного (07X16H6) и метастабильного аустенитного классов – 08X18H9 и 12X18H10T, определены энергосиловые режимы распыления, необходимые газовые среды, допустимые диаметры и скорости подачи проволок.

По результатам исследований были сделаны следующие выводы:

1. Выполнены расчеты и определены требования к энергосиловым и технологическим параметрам процесса, к основным узлам атомайзера - колонне распыления, системам управления и безопасности, электро- и газоснабжения, охлаждения.

2. Изготовлен макет плазменного атомайзера, включающей себя – колонну распыления, состоящую из камеры распыления, системы противотока – «кипящего слоя» - системы охлаждения и обдувки внутренней поверхности колонны, системы сбора порошков; генераторы плазмы, систему подачи исходного сырья, блоки управления и безопасности процесса, системы охлаждения и газоснабжения. На основании анализа работоспособности макета и выполнено проектирование опытно-промышленной установки плазменной атомизации.

3. Методом математического планирования эксперимента были определены основные технологические параметры распыления проволоки диаметром 1,2 мм Cr-Ni сталей. В качестве оптимизируемого фактора был использован параметр «выход годного» - процентное содержание порошка фракций 40-140 мкм в общей массе распыленного порошка. Показано, что при использовании расчетных параметров процесса распыления (силы тока, подаваемого на плазмотрон, скорости подач плазмообразующего газа и проволоки) удастся получить процент выхода годного на

уровне 55–60 %, что соответствует мировому и отечественному уровням качества продукции. Уровень сферичности порошков - не ниже 95 %.

4. Определены требования к составу используемых при распылении плазмообразующего и защитного газов в процессе распыления. Показано, что неоптимальный состав газовой атмосферы (воздушная, воздушно-аргонная среды или среда технического аргона) приводит к насыщению частиц порошка кислородом и азотом; образованию на их поверхности конгломератов неметаллических включений.

5. Определено, что диаметр применяемой проволоки является одним из главенствующих факторов, определяющих технологическую и экономическую рентабельность процесса распыления. Оптимальными диаметрами проволок признаны размеры от 1,2 до 2,0 мм, при которых достигается максимально возможный выход годной продукции. Использование меньших диаметров проволок не увеличивает долю годной фракции в общей массе продукта, но сокращает объем получаемого порошка, использование проволок диаметром более 2,0 мм приводит к снижению процента выхода годного в общей массе и увеличению расходов на эксплуатацию и обслуживание атомайзера.

6. Применение системы кипящего слоя, распыляющей холодный защитный газ – между камерой распыления и системой сбора порошка колонны позволяет повысить качество и выход годной фракции порошка на 3-6 %. При этом шесть форсунок (из двенадцати) должны быть направлены перпендикулярно факелу распыления (распыляемый газ дополнительно тормозит и охлаждает частицы порошка), а другие шесть обдувают стенки системы сбора порошка препятствуют образованию на стенке колонны отложений частиц порошка и соударению летящих частиц со стенками системы сбора порошка. Эффект использования системы кипящего слоя нарастает с увеличением расхода газа до 1 л/мин на каждую форсунку. Дальнейшее увеличение объема защитного газа не приводит к адекватному росту выхода годного.

7. Установлено, что рассчитанный режим распыления может быть распространен на всю группу проволок Cr-Ni сталей, диаметрами от 1,2 до 2,0 мм. Пред-

лагаемый режим распыления проволок Cr-Ni сталей в плазменном атомайзере, работающем как в одно-, так и трехплазмотронном режиме заключается в следующем (в расчете на один плазмотрон):

- Плазмообразующий и защитный - аргон газообразный высокой чистоты марка не ниже 5.5;

- Рекомендуемые диаметры проволок от 1,2 до 2,0 мм;

- Энергосиловые параметры распыления: (в расчете на один плазмотрон) для проволок диаметрами 1,2 - 1,5 мм: сила тока – 225 А,

- Скорость плазмообразующего газа – 45 л; для проволок диаметрам до 2,0 мм включительно – 250 А, 55 л/мин;

- Скорость подачи проволок диаметром 1,2 и 1,5 мм не должна превышать 1,7–2,0 м/мин; диаметром 2,0 мм – не более 1,5 м/мин;

- Объем защитного газа на одну форсунку - 1 л/мин.

ГЛАВА 4 РАЗРАБОТКА МАТЕМАТИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ ПРОЦЕССА РАСПЫЛЕНИЯ ПОРОШКОВ В КАМЕРЕ АТОМАЙЗЕРА ПРИ ПРОМЫШЛЕННОМ ИСПОЛЬЗОВАНИИ УСТАНОВКИ

В ходе исследований, выполненных на макете атомайзера (см.гл.3) установлено, что при увеличении времени распыления происходит снижение производительности оборудования. Анализ результатов показал, что причиной такого снижения являются процессы, протекающие в колонне распыления и, приводящие, к локальным изменениям газовой среды в объеме камеры. Математическое моделирование, проведенное на суперкомпьютере СПбПУ, позволило рассчитать температуры, скорости и направления газовых потоков, определить температуру и скорость газов в объеме колонны, выявить параметр, который позволит контролировать эти процессы. Показано, что при разработке технологического процесса распыления в производственных условиях длительностью от смены и более - следует учитывать не только энергосиловые параметры процесса, но также жестко ограничивать и регулировать температуру газа внутри колонны распыления, что было реализовано при изготовлении опытно-промышленного атомайзера.

4.1.Влияние фактора времени на процесс распыления порошков

В описании работы плазмотронов постоянного тока остается значительное число не решенных проблем, препятствующих дальнейшему повышению эффективности эксплуатации устройств, подобных плазменным атомайзерам, так, до сих пор не решен вопрос о температуре плазменной струи (рисунок 1.3), отсутствие точной информации о которой значительно затрудняет анализ и математическое моделирование термодинамических процессов, протекающих в колонне атомайзера во время процесса распыления. Так этот вопрос окончательно не решен, в работе была принята одна из существующих температурных гипотез. В основу расчетов для математического моделирования были взяты результаты исследований, проведенных в СПбПУ Петра Великого [140], так как предварительные эксперименты и косвенные наблюдения за плазмотроном ПМК-5 позволили оценить дан-

ные [140], как наиболее близкие к характеру поведения плазменной струи атомайзера. Для получения исходных энергосиловых параметров процесса распыления, необходимых при создании математической модели термодинамических процессов распыления и определения влияния времени распыления на «выход годного» (% к общей массе порошка фракций 40–140 мкм) и дисперсности получаемых порошков предварительно было проведено несколько экспериментов, позволивших рассчитать функции отклика системы и выделить роль каждого из основных факторов, влияющих на процесс распыления – силы тока, подаваемого на плазмотрон, скоростей плазмообразующего газа и подачи проволоки, времени процесса распыления [52-57]. В качестве исходных данных при проведении экспериментов были установлены: сила тока, подаваемого на плазмотрон, изменялась от 150 до 300 А; плазмообразующий газ – аргон газообразный высокой чистоты марка 5.5 - ТУ 2114-006-45905715-2010, распыляемый материал: сталь 08Х18Н9, проволока диаметром 1,2 мм. и 2,4 мм; скорость подачи проволоки 1,2 мм – 2-3 м/мин; 2,0 мм – 1-2 м/мин; скорость подачи плазмообразующего газа от 30 до 55 л/мин на каждый плазмотрон; время проведения опыта – 10 и 180 минут. Задача выбора режима длительного распыления была решена методом математического планирования эксперимента в два этапа [15, 44] – на первом был осуществлен поиск области оптимума с помощью линейной модели поверхности отклика, когда для описания оптимальной (стационарной) области был использован степенной ряд, содержащий члены высших порядков, на втором - оптимизация режима осуществлена моделированием на суперкомпьютере СПбПУ Петра Великого при ограниченном числе прямых экспериментов методом крутого восхождения Бокса — Уилсона [144]. При проведении экспериментов для построения математической модели в виде полинома второй степени для четырех переменных был использован математический план [44]. Такой план, минимизирующий обобщенную дисперсию или объем эллипсоида рассеяния оценок коэффициентов регрессии, позволяет минимизировать число опытов, сохраняя высокую достоверность полученных результатов. Процесс верификации математической модели был выполнен в несколько последовательных этапов, в ходе выпол-

нения которых были последовательно проведены распыления проволок двух диаметров. Расчет уравнений регрессии и построение математических моделей процесса длительного распыления порошка привел к результатам по (4.1) и (4.2):

$$Y_1 = 18,03 + 4,27X_1 - 0,15 X_2 - 1,98 X_3 + 1,41 X_4 - 0,12 X_1 X_3 - 0,11 X_2 X_3 + 0,01 X_1 X_4; \quad (4.1)$$

$$Y_2 = 19,83 + 4,62X_1 - 0,11 X_3 + 1,77 X_4 + 0,02X_1 X_3 + 0,31X_1 X_4 - 0,33X_3 X_4. \quad (4.2)$$

Анализ функций отклика каждой из групп экспериментов показал, что полученные уравнения, в целом, описывают процесс распыления аналогично функциям отклика, приведенным в гл.3. С повышением скорости плазмообразующего газа и силы тока выход годного, в общей массе полученного порошка, растет, скорость подачи проволоки даже в оптимизированном диапазоне скоростей, выбранных по итогам результатов исследований, проведенных в гл.3, его незначительно снижает. Главное отличие функций отклика, полученных в ходе проведенных экспериментов от рассмотренных ранее – однозначно отрицательное влияние такого параметра как время распыления. Установлено, что с увеличением времени распыления, выход годного постепенно снижается при всех параметрах процесса. Таким образом был обнаружен еще один не учитываемый ранее фактор, который может оказывать влияние на качество процесса и количественный результат распыления во время промышленного производства порошков - непрерывная длительность процесса [53]. Однако, логично предположить, что время, в данном случае, является одним из косвенных показателей, указывающих на изменения, происходящие в колонне распыления. Такие изменения могут быть связаны с изменениями теплового и газодинамического состояния среды в колонне распыления.

4.2 Влияние температуры стенок камеры распыления на выход годного и гранулометрический состав массы распыленного порошка

Реализация математического плана экспериментов в п.4.1 была выполнена на макетной установке с однослойной неохлаждаемой колонной. При проведении ис-

следований было отмечено, что в ходе процесса температура стенки колонны повышается в ходе первых 60 минут, а затем – при дальнейшем распылении – постепенно стабилизируется. То есть одной из возможных причин снижения качества распыляемого порошка и снижения процента выхода годных фракций может являться постепенное повышение и выход на некоторый «критический» уровень температуры стенки колонны распыления. Для проверки данного предположения был поставлен эксперимент по влиянию времени распыления на выход годного (фракций 40–140 мкм) и гранулометрический состав порошка. Режим распыления проволок стали 08Х18Н9 диаметром 1,2 и 2,0 мм был выбран на основании анализа данных полученных в ходе реализации плана математического эксперимента п.4.1. - сила тока 260 и 300 А, скорость подачи -2,0 м/мин и 1,0 м/мин, скорость подачи плазмообразующего газа 50 л/мин. Время распыления в ходе эксперимента изменялось от 5 до 300 минут с периодическим замером температуры верхней крышки и стенки колонны. Замер температур осуществлялся при работе одного и трех плазмотронов. Схем точек замера температур представлена на рисунок 4.1.

Выбор в качестве контрольной величины температуры стенки колонны вместо температуры газа внутри колонны связан с высокой сложностью размещения датчиков температуры в рабочем объеме колонны. После каждого из экспериментов колонна охлаждалась до температуры помещения, в котором находился макет атомайзера ≈ 21 °С. Эта температура была принята за начальную точку отсчета. Результаты исследований изменения температуры стенок камеры при распылении проволок приведены в таблице 4.1. Разность данных по замерам температур крышки и стенок камеры при распылении проволоки диаметром 1.2 и 2,4 мм практически (в рамках 5-7 %) не отличалась.

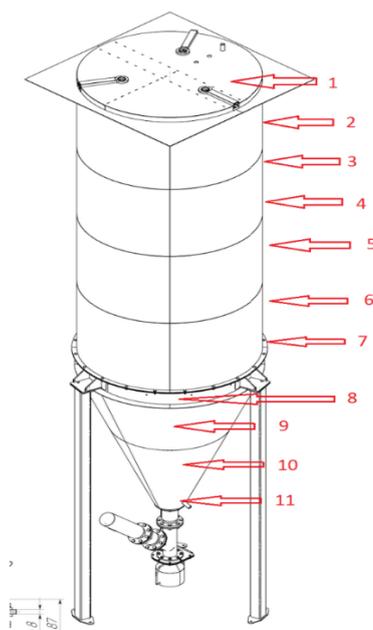


Рисунок 4.1 - Расположение точек контроля температуры по высоте колонны

Таблица 4.1 - Температуры верхней крышки и стенки колонны распыления в зависимости от продолжительности процесса – числитель – при работе одного плазмоторона; знаменатель – трех плазмоторонов

| № точки | Температура, °С замеренная после распыления в течение | | | | | | |
|---------|---|--------|--------|---------|---------|---------|---------|
| | 5 мин | 10 мин | 30 мин | 60 мин | 120 мин | 180 мин | 300 мин |
| 1 | 39/47 | 47/56 | 95/128 | 154/176 | 181/197 | 206/218 | 207/222 |
| 2 | 41/51 | 51/59 | 98/125 | 161/178 | 180/202 | 211/231 | 210/233 |
| 3 | 42/54 | 51/59 | 99/125 | 165/191 | 182/207 | 210/233 | 209/235 |
| 4 | 41/56 | 52/61 | 98/123 | 164/189 | 177/197 | 204/228 | 203/231 |
| 5 | 39/54 | 50/58 | 97/122 | 165/188 | 175/197 | 190/229 | 189/230 |
| 6 | 39/48 | 48/57 | 94/119 | 157/164 | 172/193 | 183/219 | 187/220 |
| 7 | 36/48 | 48/54 | 91/115 | 148/160 | 156/185 | 167/202 | 170/204 |
| 8 | 34/44 | 47/52 | 87/112 | 142/159 | 154/171 | 164/183 | 167/184 |
| 9 | 33/42 | 45/48 | 86/99 | 123/138 | 142/156 | 159/177 | 163/178 |
| 10 | 29/35 | 42/45 | 80/91 | 121/126 | 132/153 | 145/168 | 145/168 |
| 11 | 29/35 | 40/41 | 81/89 | 117/119 | 127/148 | 129/154 | 129/155 |

Таким образом, было установлено, что с увеличением времени работы атомайзера температура стенки и крышки камеры распыления постепенно разогревается – интенсивно в первые 30-60 минут, затем – в диапазоне времени 60 – 180 мин - скорость нагрева стенок постепенно уменьшается и стабилизируется, после 180 минут непрерывной работы.

Сравнение выхода годного с температурой стенки и крышки камеры приведены в таблице 4.2. Для этого из системы сбора порошка изымалась только та часть порошка, которая была получена в течении последних 10 минут до контрольной точки, то есть в случае контроля порошка при опыте с временем распыления 30 минут анализировался порошок, полученный с 21 по 30 минуту, при времени распыления 300 минут с 291 по 300 минуту. Округление результатов по выходу годного осуществлялось до целых процентов. Для опытов с распылением в течение 5 и 10 минут для контроля использовался весь полученный объем порошка.

Таблица 4.2 - Процент выхода годного в зависимости от времени продолжительности процесса распыления

| Число плазмотро- нов | Выход годного (%) после распыления в течение | | | | | | |
|----------------------------|--|--------|--------|-----------|---------|------------|---------|
| | 5 мин | 10 мин | 30 мин | 60 мин | 120 мин | 180 мин | 300 мин |
| 1 | 61 | 60 | 57 | 55 | 54 | 53 | 53 |
| 3 | 59 | 59 | 56 | 53 | 52 | 50 | 49 |

Анализ результатов контроля соотношения температур и выхода годного порошка позволяет утверждать, что повышение температуры стенки колонны распыления приводит к снижению качества продукта (рисунок 4.2) и требует для обеспечения стабильной работы атомайзера разработки принудительно охлаждаемой камеры. В ходе разделения по фракциям распыленной массы порошка было отмечено, что снижение выхода годного при увеличении времени распыления связано с изменением гранулометрического состава порошка. При проведении ситового анализа распыленной массы установлено, что с увеличением времени распыления,

средний размер частиц порошка увеличивается, причем процесс интенсивного прироста частиц крупных (более 100 мкм) фракций наиболее интенсивен в первые 30–120 минут. При большем времени распыления отмечается постепенная стабилизация размеров частиц, хотя общая доля частиц крупных фракций постепенно (с меньшей интенсивностью) по-прежнему прирастает.

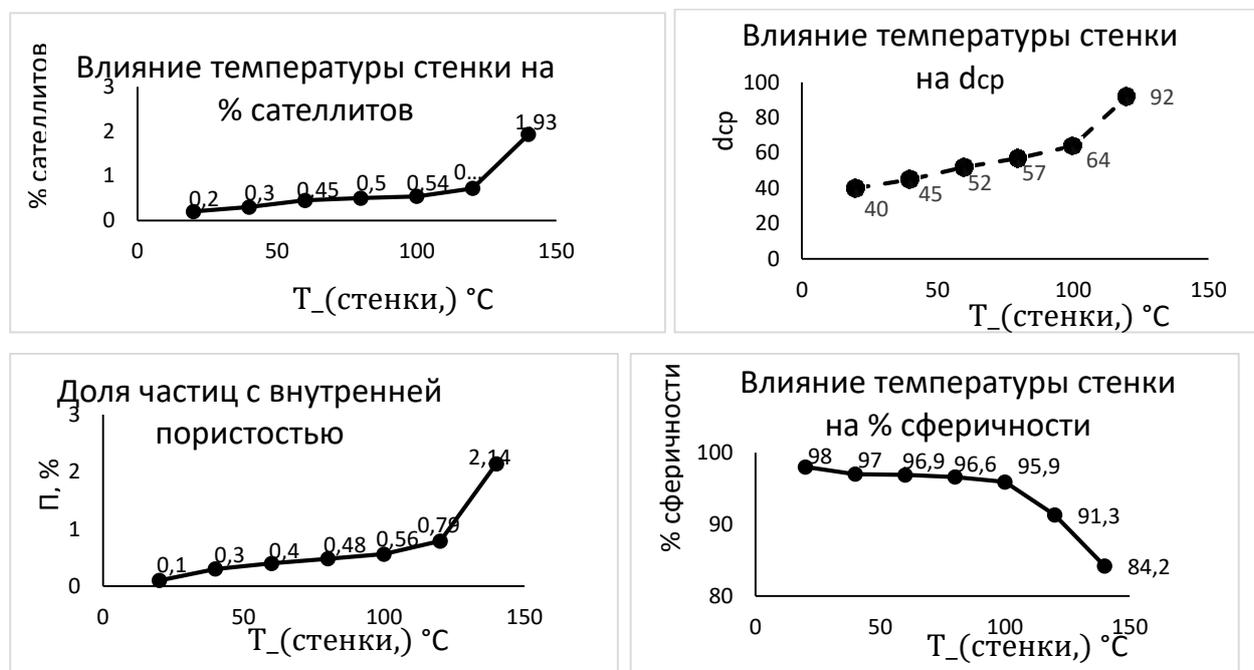


Рисунок 4.2 - Влияние температуры стенки колонны распыления на качество порошка

Визуальный осмотр внутренней поверхности колонны показал, что с увеличением времени распыления на поверхности колонны скапливаются отложения порошковых масс, причем, если после 10–60 минут распыления, это порошки фракций менее 20 мкм, то с повышением времени распыления, в порошковых отложениях появляются частицы более крупных – товарных фракций 40-140 мкм – рисунок 4.3. Так как при вскрытии колонны и доступа в ее полость атмосферного воздуха возможно окисление порошковых частиц, то отложения на стенках колонны не могут быть использованы в готовом продукте. Таким образом, снижение производительности атомайзера и увеличение d_{50} порошкового продукта оказывается связанным с появлением на стенках камеры отложений распыленной массы. По

мере увеличения времени процесса распыления толщина рыхлых отложений порошкового продукта увеличивается, что приводит к повышению температуры стенки.

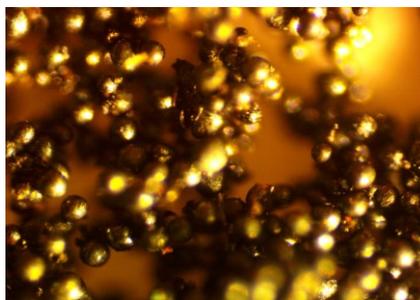


Рисунок 4.3 - Отложения из окисленных частиц порошка на боковой поверхности камеры после 300 мин процесса

Попытки определить области, где отложения скапливаются наиболее интенсивно, опытным путем, не привели к получению однозначного ответа, поэтому, было принято решение, провести анализ методом математического моделирования процесса. Образование отложений связано с переносом распыленных частиц потоками газа внутри колонны распыления, поэтому, на суперкомпьютере СПбПУ в программном продукте ANSYS 2019 R1 было проведено моделирование движения газовых потоков в камере распыления в зависимости от времени распыления и температуры газовой среды в колонне то есть - от температуры ее стенки.

Результаты моделирования приведены на рисунке 4.4. Анализ данных показал, что при повышении температуры стенки колонны – внутри нее возникают закольцованные вихревые газовые потоки, приводящие к оттеснению мелких фракций порошка в периферийную зону и образованию отложений на стенках камеры. Причем, чем выше температура стенки – тем интенсивные вихревые потоки, а, следовательно, тем большая часть порошка оседает на стенках.

Как следует из приведенных выше данных – время процесса оказывается одним из наиболее значимых факторов процесса распыления порошка в промышленных условиях – при увеличении времени непрерывной работы атомайзера от 1 часа до одной 8-10 часовой смены растет средний размер частиц порошка и снижается выход годного, а на стенках колонны распыления атомайзера, увеличивается объем отложений, причем, в основном, за счет товарных фракций. Анализ полученных

данных (таблицы 4.1, 4.2, рисунок 4.2) позволяет утверждать, что оптимальные параметры работы атомайзера (по параметрам выход годного и гранулометрический состав порошка) были достигнуты при температуре стенки колонны не выше 100-105 °С.

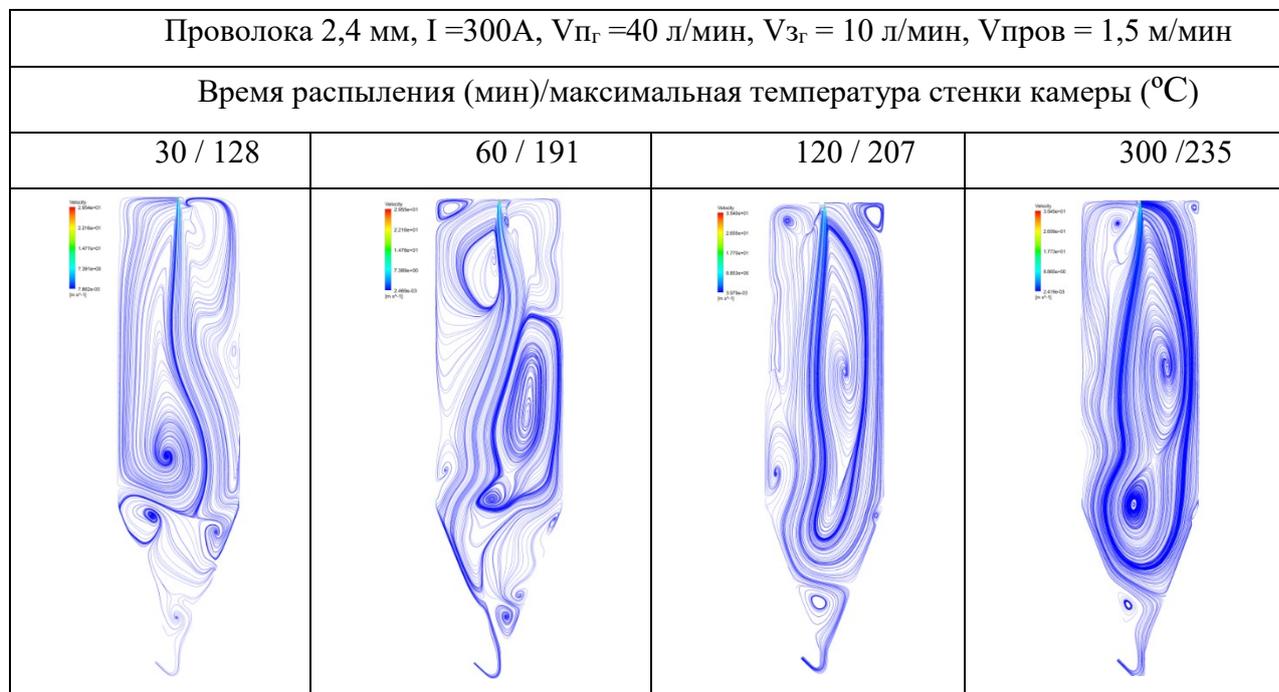


Рисунок 4.4 - Влияние температуры стенки колонны на направления и скорость газовых потоков

Поддерживать такой уровень температуры возможно только используя систему принудительного охлаждения стенок колонны, то есть в промышленном атомайзере необходима двухслойная водоохлаждаемая камера.

4.3 Разработка цифровой модели плазменного атомайзера

Режим работы промышленного атомайзера подразумевает длительную работу установки, ограниченную, в первую очередь, необходимостью замены бобин с распыляемой проволокой, профилактическими осмотрами оборудования, длительностью рабочей смены при односменной работе или при сдаче-приемке установки при двух- или трехсменной работе предприятия. Промышленная установка должна обеспечить максимальный выход продукта, поэтому, предполагается, что основным режимом работы оборудования будет трехплазмотронный режим. Обеспечение стабильности процесса при длительной работе установки возможно только

при поддержании постоянной температуры стенки колонны - то есть, при условии использования двухслойной водоохлаждаемой камеры. Соответственно, при разработке технологии промышленного получения порошков необходимо уточнить все технологические особенности процесса распыления в колонне с принудительным охлаждением стенок. Эти уточнения невозможны без решения вопроса о термодинамических процессах, происходящих в процессе распыления. Проведение прямых испытаний влияния температуры стенки охлаждаемой колонны на выход годного крайне сложен и дорогостоящ, для снижения затрат было принято решение провести математическое моделирование процесса с помощью суперкомпьютера СПбПУ. В рамках программного продукта ANSYS 2019 R1 была разработана задача для расчета термодинамических процессов, происходящих в колонне распыления, и проведено их математическое моделирование. С этой целью основными энерго-силовыми параметрами распыления при моделировании были выбраны те, которые стадии предварительных исследований (см.п.4.2) обеспечили наилучшие показатели выхода годного. В качестве постоянных параметров моделирования были приняты: температура внутренней поверхности стенки камеры распыления не должна превышать 105 °С в течение всего времени распыления (не менее 720 мин); для обеспечения технологичности и экономичности оборудования в задачу охлаждения стенок колонны были добавлены следующие условия – общая масса воды в межстенном пространстве колонны не должна превышать 500 кг, общая система оборотной воды должна обеспечивать ее 6-кратный обмен в межстенном пространстве. – то есть суммарный объем охлаждающей жидкости – ≤ 3000 л. В качестве переменных – скорости подачи плазмообразующего и защитного газа, которые варьировались от 30 до 60 л/мин; от 1 до 2 л/мин на каждую форсунку соответственно. В качестве моделируемых параметров выбраны: температура поверхности колонны распыления, направления и скорости газовых потоков в колонне; средняя скорость движения газовых потоков от плазмотронов к патрубку системы сбора порошков; температура газа в колонне; температура поверхности стенки колонны. Математическая модель атомайзера была рассчитана для всех возможных режимов эксплуатации, однако, данном разделе приводятся только те расчеты, на примере

которых можно описать процессы, происходящие в колонне и обосновать сделанные выводы. Результаты моделирования стали основой проектирования опытно-промышленной установки и разработке промышленных режимов распыления.

4.3.1. Расчет температуры внутренней поверхности камеры распыления

При анализе результатов ранее проведенных исследований была отмечена связь между температурой стенки камеры и качеством получаемой продукции. Компьютерное моделирование позволило уточнить распределения температур по внутренней поверхности колонны и условия, необходимые и достаточные для поддержания температуры стенки на уровне не выше 105 °С в ходе всего процесса. В расчетах были заданы технологически выполнимые граничные требования к объему и температуре охлаждающей жидкости необходимой для поддержания максимальной температуры на внутренней поверхности колонны - не выше 105 °С. Это условие – ежечасный замещаемый объем жидкости не должен превышать – 6 крат (при объеме межстенного пространства в 500 л – обменный объем составляет, 3000 л), а температура воды на входе в колонну 20 °С. Так как, в процессе эксплуатации атомайзера возможно распыление не только стальных проволок, расчет был проведен для всего диапазона технологических возможностей установки.

Учитывая, что атомайзер может использоваться на предприятиях, расположенных в различных климатических зонах, в различных температурных условиях в цехах самого предприятия, различной степени оснащенности предприятия оборудованием КИП; существует вероятность, что прямой замер температуры внутренней стенки двухслойной колонны в ходе процесса распыления окажется затруднен. Поэтому в результате ряда экспериментов удалось получить корреляцию между температурой внутренней стенки колонны и температурой охлаждающей жидкости на выходе из колонны. Такой параметр контроля удобен тем, что, с одной стороны, не требует сложных измерительных процедур, а с другой - позволяет обеспечить необходимый температурный режим распыления. Расчётами было показано, что поддержание температуры внутренней поверхности стенки колонны на уровне не

более 105 °С, во всем энергосиловом диапазоне работы атомайзера, обеспечивается в том случае, когда температура охлаждающей жидкости на выходе из колонны атомайзера не превышает 55 °С.

На рисунке 4.5. показаны минимальные и максимальные температуры внутренней поверхности колонны, полученные при моделировании температурного режима внутренней поверхности стенки колонны распыления, изготовленной из листов, стали 08Х18Н10Т толщиной стенки 3 мм, в том случае, когда максимальная температура жидкости на выходе из колонны не превышает 55 °С.

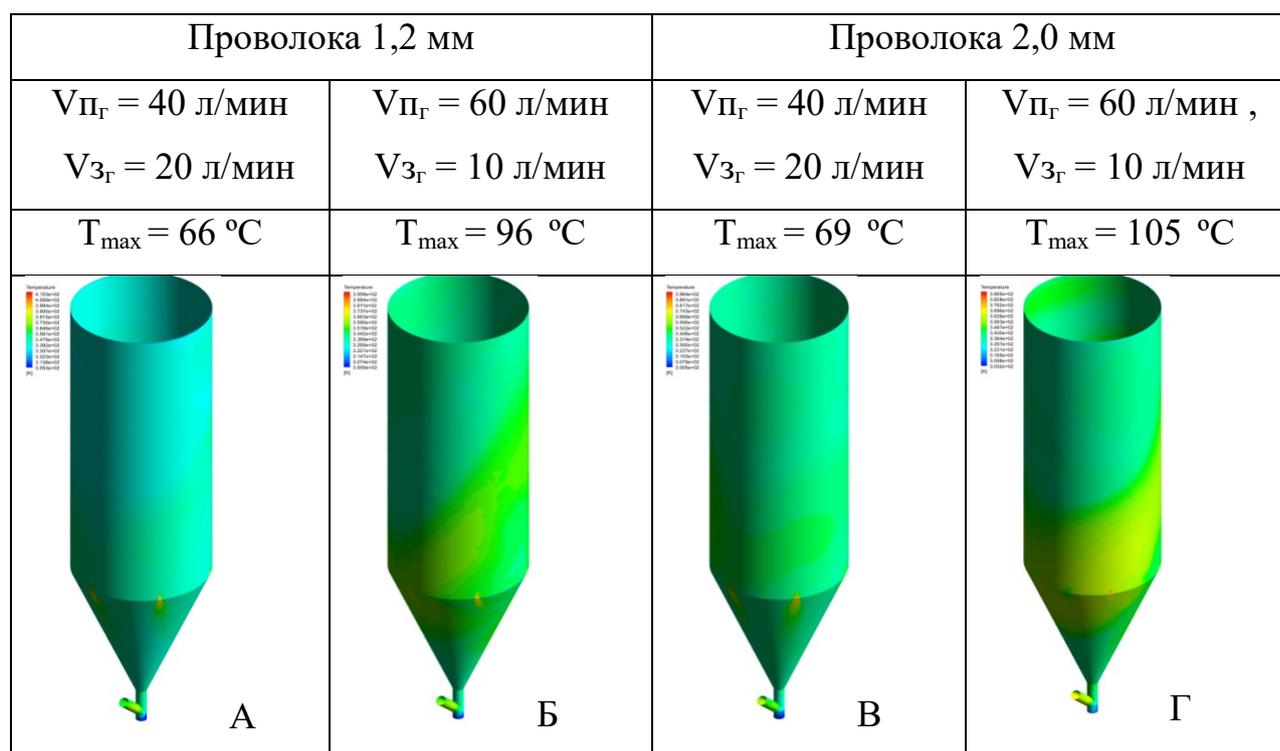


Рисунок 4.5 - Термограммы колонны распыления в зависимости от режима распыления (минимальные и максимальные температуры) при распылении проволок стали 08Х18Н9, диаметром 1,2 и 2,0 мм

Максимальная локальная температура внутренней поверхности колонны, при условии, что температура охлаждающей жидкости на выходе не превышала 55 °С составила 378 К (105 °С) – режим $I = 300$ А, $V_{ПГ} = 60$ л/мин, $V_{ЗГ} = 10$ л/мин. Во всех остальных случаях температура внутренней поверхности колонны не превышала 100 °С (рисунке 4.4.). В ходе расчетов была подтверждена положительная роль системы противотока – «кипящего слоя», которая обеспечивает дополнитель-

ное охлаждение стенок камеры при равных по силе тока и скорости плазмообразующего газа режимах, стабилизирует и снижает температуру внутренней поверхности колонны и может использоваться не только для улучшения качества получаемого продукта, но и для стабилизации температуры внутренней поверхности.

Было показано, что для обеспечения необходимых условий распыления, приводящих к получению качественного продукта достаточно 10–12 л/мин защитного газа, подаваемого через форсунки системы противотока (рисунок 4.6.а).

При необходимости, например, в случае резкого повышения наружного воздуха и невозможности обеспечить температуру на входе в колонну равную 20 °С увеличивая подачу защитного газа до 15–20 л/мин можно добиться снижения температуры внутренней поверхности на 10-15 °С (рисунок 4.6.б) без ущерба качеству получаемого продукта.

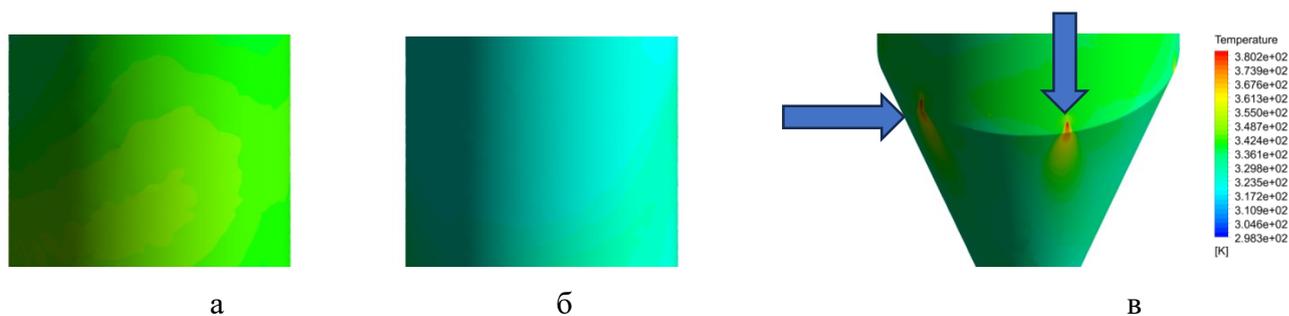


Рисунок 4.6 - Температура внутренней поверхности колонны. Режим распыления:

$I = 300 \text{ A}$, $V_{\text{пг}} = 60 \text{ л/мин}$, скорость подачи проволоки диаметром 2,0 мм – 2 м/мин. Скорость подачи защитного газа: а - 10 л/мин; б - 25 л/мин; Максимальная температура на внутренней поверхности стенки камеры распыления – 430К (157 °С) в тени форсунки (показано стрелками); скорость защитного газа 10 л/мин

Также, при проведении моделирования полей температур было установлено, что максимальные локальные температуры внутренней поверхности колонны возникали в микрообластях, расположенных непосредственно в «тени» форсунок системы противотока – рисунок 4.6.в, причем температура в этой зоне была тем выше, чем меньше скорость подаваемого защитного газа. Абсолютное повышение температуры металла стенки в «тени» форсунки относительно невелико и составляет не более 160 ° (рисунок 4.6.в).

Такие микролокальные зоны повышенных температур не влияют на процесс распыления, а незначительное превышение температуры может не учитываться при проведении прочностных расчетов колонны распыления атомайзера.

Результаты моделирования показали, что, температура 55 °С на выходе из контура охлаждения может быть принята в качестве контролируемого параметра при определении допустимой температуры внутренней стенки колонны. Более высокие температуры охлаждающей жидкости могут привести к излишнему перегреву стенки и снижению качества порошка, меньшие – увеличат себестоимость продукта из-за необходимости увеличения мощности охлаждающих установок.

4.3.2. Расчет температуры газа внутри колонны распыления

Образование отложений частиц порошка на стенках колонны, приводящих к повышению температуры металла стенки, зависит от распределения и направления потоков и температур газа внутри колонны. Это требует определения абсолютной величины и закономерностей распределения температур газа в различных частях колонны. Граничным решением этой задачи являлось условие, что температура стенки колонны не превысит 105 °С. Основным источником теплопередачи от плазменных струй и факелов расплавленных частиц на стенки является газ, заполняющий колонну. Объем газа складывается из высоко- (плазмообразующий газ) и низкотемпературной (защитный газ) составляющих. Температура газа внутри колонны определяет скорость кристаллизации частиц, их прочность, позволяющую сохранить сферическую форму при соударениях падением на стенку системы сбора порошков. Расчет температуры газа был выполнен для всех технологически допустимых режимов эксплуатации атомайзера. Как видно (рисунок 4.7) температура газа в камере атомайзера растет с увеличением скорости (объема) плазмообразующего газа, однако абсолютные значения температур невелики и за пределами плазменной струи составляют 330-380 °С.

Максимальная температура газа оказывается в нижней трети камеры распыления на высоте 2000–2800 мм от верхней крышки атомайзера.

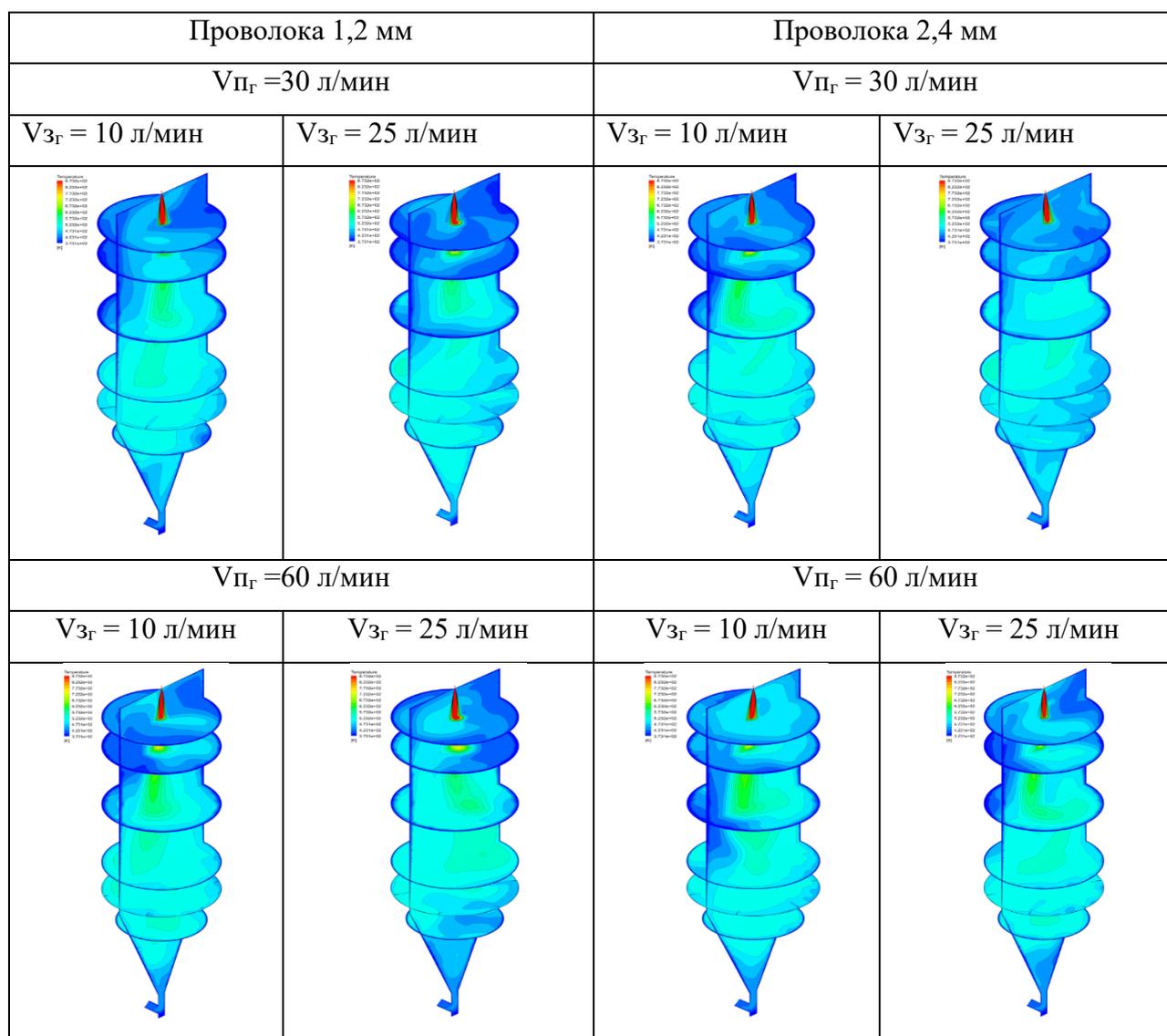


Рисунок.4.7 - Распределение температур газа в камере распыления

Произведенные расчеты дополнительно позволили объяснить положительную роль системы подачи защитного газа – установлено, что, она не только тормозит движение частиц в нижней части камеры распыления, но также понижает температуру газа в нижней части колонны (см. рисунок 4.8), улучшая теплоотдачу от раскаленных частиц, снижая их температуру и повышая механическую прочность.

4.3.3. Скорости и направления газовых потоков внутри колонны распыления

Одной из проблем, с которой приходится сталкиваться в процессе распыления порошков, является образование «пылевых» слоев на различных частях поверхности камеры распыления [113]. При правильно выбранном режиме распыления такие слои обычно образуют порошки мелких и особо мелких фракций, (≤ 5

мкм), возникающие путем испарения и образования паров металла распыляемой проволоки в плазменной струе и последующей его конденсации из газовой фазы.

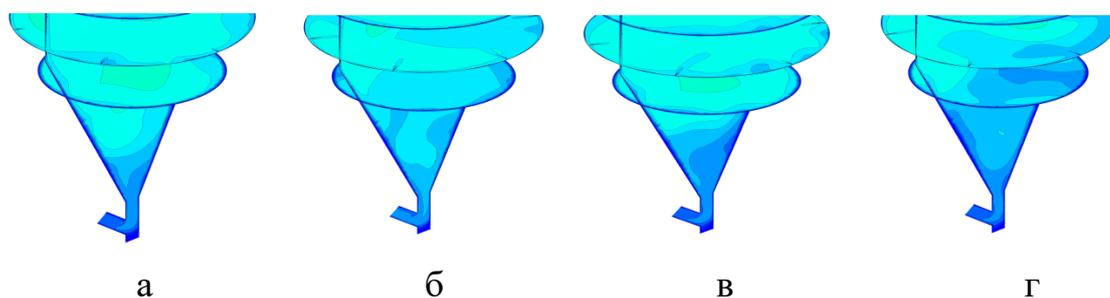


Рисунок 4.8 - Влияние скорости подачи защитного газа на температуру газа в зоне системы сбора порошка колонны распыления: а) $V_{Пг} = 50$ л/мин; $V_{зг} = 10$ л/мин; б) $V_{зг} = 15$ л/мин ; в) $V_{зг} = 20$ л/мин; г) $V_{зг} = 25$ л/мин

При вскрытии колонны для чистки и попадания воздуха в ее внутренний объем, происходит окисление с образованием отложений желто-коричневого цвета (рисунок 4.3). Образование отложений приводит к локальным повышениям температуры стенки и крышки колонны, снижению качества распыляемого порошка, а, учитывая высокую пирофорность порошков мелких фракций, к опасности самовозгорания. Расчет скоростей и направления газовых потоков объясняет причины образования отложений и определить места локализации порошковых налетов, рекомендовать те скорости подачи газов, которые позволят минимизировать образование отложений. Как следует из расчетов скорости газовых потоков внутри колонны минимальны при всех режимах распыления – только в зоне контакта струи плазмы и распыляемой проволоки скорость истечения газа находится в пределах 18 -10 м/сек, в основном объеме колонны не превышает 3 м/сек (рисунок 4.9). То есть движение капель и частиц порошка осуществляется, в основном, за счет первичного импульса, создаваемого высокоскоростной плазменной струей, ускоряющий эффект которой проявляется в только верхней части колонны, затем перемещение капель происходит только под действием сил гравитации с замедляющим эффектом, создаваемым газовой атмосферой.

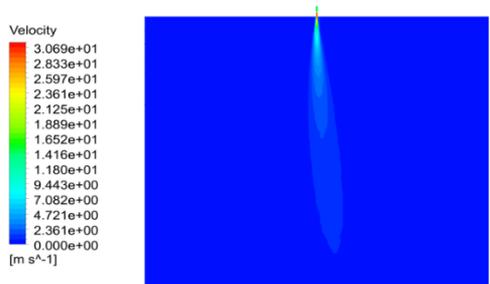


Рисунок 4.9 - Вертикальная проекция распределения скоростей потока плазмообразующего газа - верхняя точка - поверхность распыляемой проволоки

Распределения скоростей (рисунок 4.10) и направлений движения (рисунок 4.11) газовых потоков приведены в виде проекций на плоскость x-y, таким образом, чтобы в разрез попал газовый факел одного из плазмотронов.

| Проволока 1,2 мм | | Проволока 2,4 мм | |
|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| $V_{ПГ} = 30$ л/мин | | $V_{ПГ} = 30$ л/мин | |
| $V_{ЗГ} = 10$ л/мин | $V_{ЗГ} = 25$ л/мин | $V_{ЗГ} = 10$ л/мин | $V_{ЗГ} = 25$ л/мин |
| | | | |
| $V_{ПГ} = 60$ л/мин | | $V_{ПГ} = 60$ л/мин | |
| $V_{ЗГ} = 10$ л/мин | $V_{ЗГ} = 25$ л/мин | $V_{ЗГ} = 10$ л/мин | $V_{ЗГ} = 25$ л/мин |
| | | | |

Рисунок 4.10 - Распределение скоростей газовых потоков внутри колонны при минимальных и максимальных скоростях плазмообразующего и защитного газов

Как показали расчеты, в газовых потоках, при расчётной температуре стенки и заложенных в технологический процесс распыления скоростях плазмообразующего и защитного газов, не формируют сложные области торможения и не препятствуют свободному движению частиц, обеспечивая, тем не менее, достаточно интенсивный теплоотвод, а система «кипящего слоя» создает дополнительный обдув стенок, препятствуя образованию отложений частиц на ее поверхности. Однако в ходе ряда экспериментов было обнаружено появление локальных отложений частиц мелких – нетоварных фракций, на стенках колонны, располагающихся, в зависимости от режимов распыления, в различных зонах ее поверхности. Для минимизации образования отложений было необходимо определить оптимальные соотношения направлений и объемов газовых потоков, создаваемых разнонаправленными вводами газов в объем колонны.

Это – вертикальный поток горячего газа, образованный плазменной струей (плазмообразующий газ), холодные потоки горизонтального кипящего слоя и потоки, направленные на обдув стенок колонны, вводимые в колонну под углом около 45° (защитный газ).

На рисунке 4.11 приведены проекции газовых потоков при различных скоростях плазмообразующего и защитного газов. Безусловно, такие расчеты не позволяют сформировать обобщенную картину возникновения отложений мелких частиц на стенках колонны, так как в зависимости от плотности материала порошка, температуры его плавления, испарения и других физических характеристик, эти зоны могут располагаться на различных участках поверхности. Главной задачей являлось определить такое соотношение газовых потоков, которое не приведет к образованию замкнутых локальных вихрей обнаруженных при перегреве стенок колонны (рисунок 4.4) и создающих толстые слои отложений частиц товарных фракций.

Полученная модель формирования скоростей и направлений газовых потоков была верифицирована путем проведения распыления проволок по оптимизированным режимам и режимам отличающимся от расчетных.

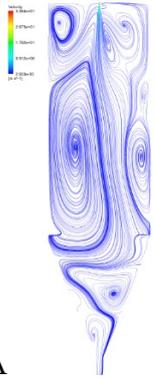
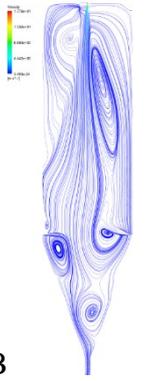
| Проволока 1,2 мм | | Проволока 2,4 мм | |
|---|---|--|---|
| $V_{ПГ} = 30$ л/мин | $V_{ПГ} = 40$ л/мин | $V_{ПГ} = 60$ л/мин | $V_{ПГ} = 50$ л/мин |
| $V_{ЗГ} = 10$ л/мин | $V_{ЗГ} = 10$ л/мин | $V_{ЗГ} = 15$ л/мин | $V_{ЗГ} = 10$ л/мин |
|  |  |  |  |
| А | Б | В | Г |

Рисунок 4.11 - Распределение направлений газовых потоков внутри колонны распыления при различных режимах распыления. А и В – равномерные отложения мелких – нетоварных частиц в верхней части конуса системы сбора порошков; Б, Г – отложения практически отсутствуют

Образование зон отложений мелких фракций было обнаружено только в местах, прогнозируемых при расчете (в условиях отклонения от оптимального соотношения направлений и объемов введения газов), в случаях использования оптимизированных решений существенных слоев отложений нетоварных фракций обнаружено не было. Это позволяет считать проведенные расчеты достоверными и использовать полученные результаты при разработке новых технологических режимов распыления проволок различных химических составов.

4.4 Исследование условий кристаллизации, состава и структуры распыленных порошков Cr-Ністалей

Наряду с требованиями к геометрическим и гранулометрическим характеристикам распыленных порошков, определяющими физико-механические свойства изделий, полученных методами 3D-печати, не меньшее значение имеет стабильность микроструктуры и химического состава распыленных частиц. Формирование порошковой частицы в колонне атомайзера является одним из наиболее сложных

и малоизученных процессов плазменной атомизации. К числу показателей качества порошковой продукции также относится сохранение химического состава исходного материала в распылённом порошке. Идентичность составов порошков Cr-Ni сталей с их исходными составами распыляемых проволок показано на примере спектров исходной проволоки и распыленного порошка стали 07X16H6 – рисунок 4.12, и результатами исследований, приведенными в таблице 4.3, которые были выполнены на других марках Cr-Ni сталей. Подробный анализ содержания примесей - серы, азота и кислорода, углерода был проведен по методикам [21, 22, 25] – таблица 4.4.

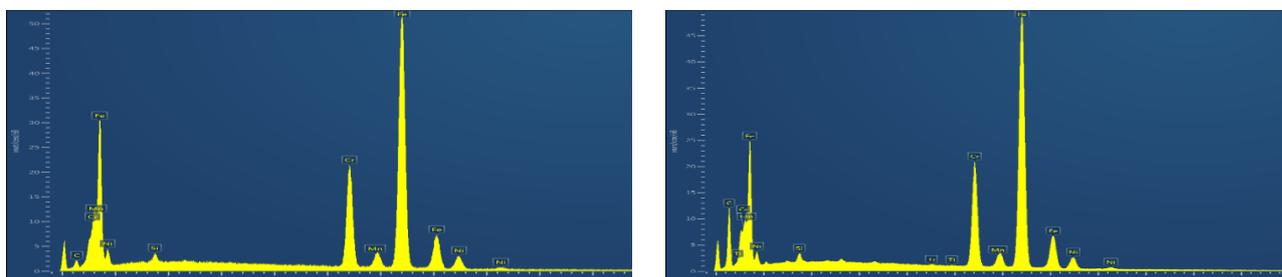


Рисунок 4.12 - Спектры стали 07X16H6 – слева проволока; справа – порошок

Как следует из приведенных данных, химический состав порошков практически не отличается от составов проволок – угар элементов отсутствует.

Таблица 4.3 - Химический состав исходной проволоки Cr-Ni сталей и средний (по трем партиям порошка) состав распыленного порошка

| Материал | Химический состав, масс. % | | | | | |
|------------------------|----------------------------|------|------|-------|-------|------|
| | C | Si | Mn | Cr | Ni | Ti |
| Проволока 08X18H9 | 0,07 | 0,49 | 1,14 | 18,20 | 9,49 | - |
| Средний состав порошка | 0,08 | 0,48 | 1,14 | 18,18 | 9,40 | - |
| Проволока 12X18H12T | 0,10 | 0,66 | 0,95 | 17,61 | 11,37 | 0,17 |
| Средний состав порошка | 0,10 | 0,64 | 0,94 | 17,57 | 11,29 | 0,17 |
| Проволока 07X16H6 | 0,05 | 0,41 | 0,67 | 16,93 | 6,97 | - |
| Средний состав порошка | 0,05 | 0,39 | 0,64 | 16,95 | 6,99 | - |

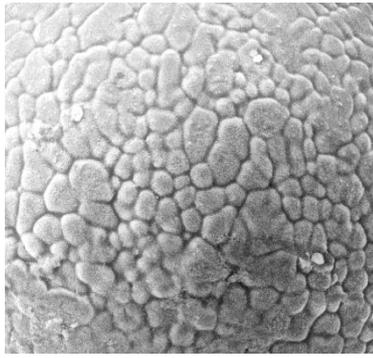
Исследование микроструктуры металлических порошков методами оптической и электронной металлографии показало, что основным типом кристаллизации распыленных частиц является ячеистая кристаллизация [56]. Образование ячеистой субструктуры связывается с нарушением устойчивости фронта кристаллизации вследствие конституционного переохлаждения, связанного с морфологической неустойчивостью фронта кристаллизации.

Как показано Б. Чалмерсом [137] при конституционном переохлаждении из-за неравномерности продольного градиента температур от фронта твердого кристалла в расплав происходит нарастание выпуклостей на отдельных участках фронта. Образовавшиеся «бугорки» приводят к стоку примесей и образованию поперечного концентрационного градиента примесей от оси «бугорка» к его границам (стенкам).

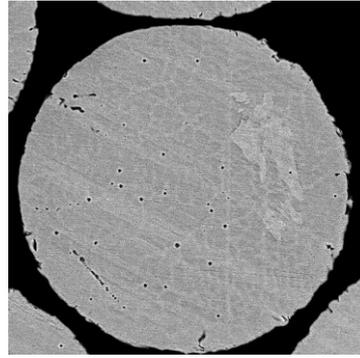
Таблица 4.4 - Среднее содержание серы, азота, кислорода и углерода в порошках Cr-Ni сталей, масс. %

| 08X18H9 | | | | 12X18H12T | | | | 07X16H6 | | | |
|---------|-------|-------|------|-----------|-------|-------|------|---------|-------|-------|------|
| C | N | O | S | C | N | O | S | C | N | O | S |
| 0,07 | 0,006 | 0,017 | 0,01 | 0,11 | 0,005 | 0,009 | 0,01 | 0,04 | 0,008 | 0,010 | 0,01 |

При кристаллизации этой зоны возникает ячеистая кристаллизационная субструктура, причем вероятность образования ячеек повышается при увеличении скорости кристаллизации, а при ее снижении появляется вероятность кристаллизации по ячеисто-дендритному или дендритному механизмам, причем ячеистые структуры могут образовываться вокруг свободных дендритов – рисунок 4.13. Кристаллическая неоднородность порошковых частиц может служить одной из причин снижения надежности и работоспособности изделий, полученных аддитивными методами. Поэтому при определении возможности использования порошка в 3D-системах необходимо иметь полную информацию не только о соответствии состава исходной проволоки и распыленного порошка, но и о внутричастичных ликвациях и сегрегациях элементов в частице.



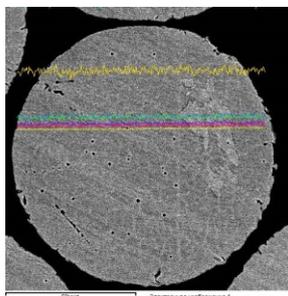
а



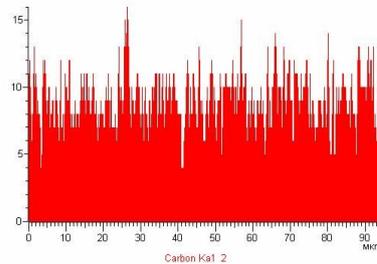
б

Рисунок 4.13 - Ячеистая (а) и ячеисто-дендритная (б) структура кристаллизации;
а – поверхность частицы x2500; б – микрошлиф x250

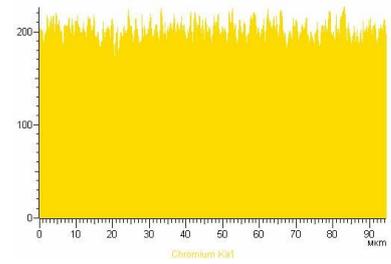
На рисунке 4.14 приведены данные о распределении элементов в объеме частицы порошка стали 12Х18Н12Т диаметром 94 мкм.



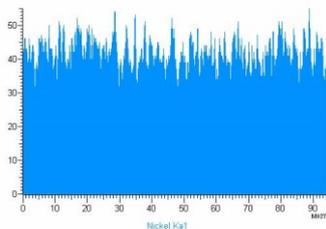
частица



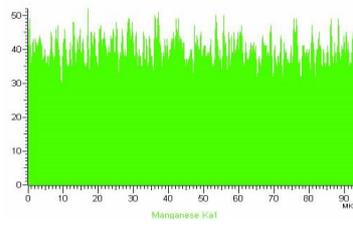
углерод



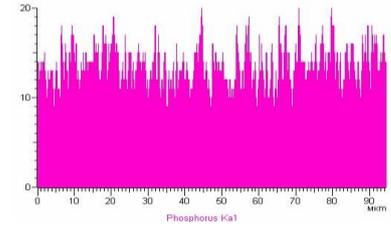
хром



никель



марганец



фосфор

Рисунок 4.14 - Распределение основных легирующих элементов
по объему частицы

Для исследований была выбрана частица со смешанной – ячеисто-дендритной кристаллической структурой. Такое разнообразие структур кристаллизации позволяет оценить влияние каждой из них на распределение в металле частицы основных легирующих и примесных элементов. Как следует из приведенных данных – распределение элементов в теле частицы практически равномерно и не отличается от классической картины распределения элементов в стали, полученной традиционными методами. Флуктуационный разброс химического состава мал, носит

неупорядоченный – статистический характер и не может оказать влияния на процесс формирования межчастичной зоны сплавления при лазерном процессе. Так как в частице возможно формирование трех типов кристаллического состояния – от ячеистой при высоком градиенте температуры, перпендикулярном направлению фронта кристаллизации, до дендритной – при полном угасании этого градиента, следует ожидать появления концентрационных ликваций и сегрегаций химических элементов в следующих зонах: между телом и границей ячейки, между дендритами и междендритным пространством. На рисунке 4.15 показаны зоны контроля локальных химических составов и перераспределения основных легирующих и примесных элементов в зонах ячеистой и дендритной кристаллизации, а в таблице 4.5 данные о химическом составе металла в центре ячейки - по оси фронта кристаллизации – спектр 1, в границе между двумя ячейками - спектр 2 и на стыке 4 ячеек – спектр 3 (точки контроля - рисунок 4.15.а).

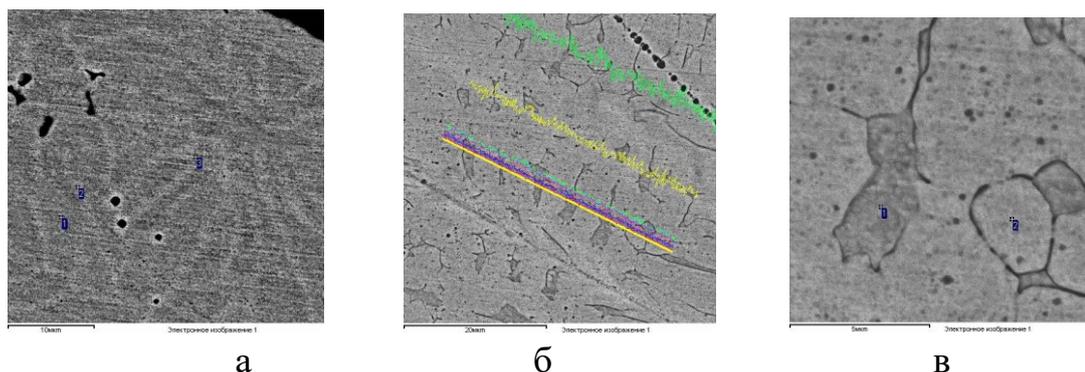


Рисунок 4.15 - Зоны исследования ячеистой (а) и дендритной (б, в) кристаллизации

Анализ представленных данных показывает, что малое время, отведенное на высокоскоростную кристаллизацию, протекающую по механизму ячеистой кристаллизации, не позволяет развиваться диффузионному перераспределению легирующих и примесных элементов, не позволяет создать значимые ликвации и сегрегации, и химический состав металла частицы остается практически неизменным как в теле, так и в границах ячеек. Однако, было установлено, что механизм ячеистой

кристаллизации наблюдается только при интенсивном и направленном теплоотводе от фронта кристаллизации и быстром затвердевании частицы порошка и реализуется при относительно низкой температуре газа в колонне распыления.

Таблица 4.5 - Химические составы металла тела и границ ячеек (масс. %)

| Спектр | Si | S | Cr | Mn | Fe | Ni | Cu | Итог |
|--------|------|------|-------|------|-------|------|------|--------|
| 1 | 0.81 | 0.12 | 19.17 | 1.32 | 70.34 | 7.60 | 0.66 | 100.00 |
| 2 | 0.66 | 0.11 | 18.87 | 1.28 | 69.62 | 8.57 | 0.89 | 100.00 |
| 3 | 0.74 | 0.14 | 19.17 | 1.32 | 70.44 | 7.56 | 0.64 | 100.00 |

Параметры обработки: Выполнен анализ всех элементов (Нормализован)

При повышении температуры газа отмечено постепенное смещение кристаллизации в сторону дендритного механизма - так, при повышении температуры со 105 до 125 °С °С доля частиц с дендритной и ячеисто-дендритной структурой увеличивается с 5–8 до 15–25 %, причем структурно свободные дендриты в частице порошка могут иметь как линейную, так и разветвленную формы с осями первого и второго порядка.

На рисунке 4.16 показано распределение элементов в боковых ветвях дендритного кристалла и междендритных пространствах (линии измерения приведены на рисунке 4.15.б).

Чем более разветвлён кристалл, чем больший процент видимой площади шлифа он занимает на исследуемом участке, тем более заметным становится перераспределение легирующих и примесных элементов. Замедление скорости кристаллизации приводит к появлению концентрационных различий в дендритном и междендритном пространстве металла – таблица 4.6 - спектр 1 междендритное пространство; спектр 2 – тело дендрита (точки контроля показаны на рисунке 4.15.в). В дендритных областях было отмечено повышенное содержание хрома, никеля, марганца, кремния, вероятно образующих сложный твердый раствор на основе железа, в междендритные области были отеснены примесные элементы, например сера и фосфор. Там же отмечена повышенная концентрация газов – азота и кислорода.

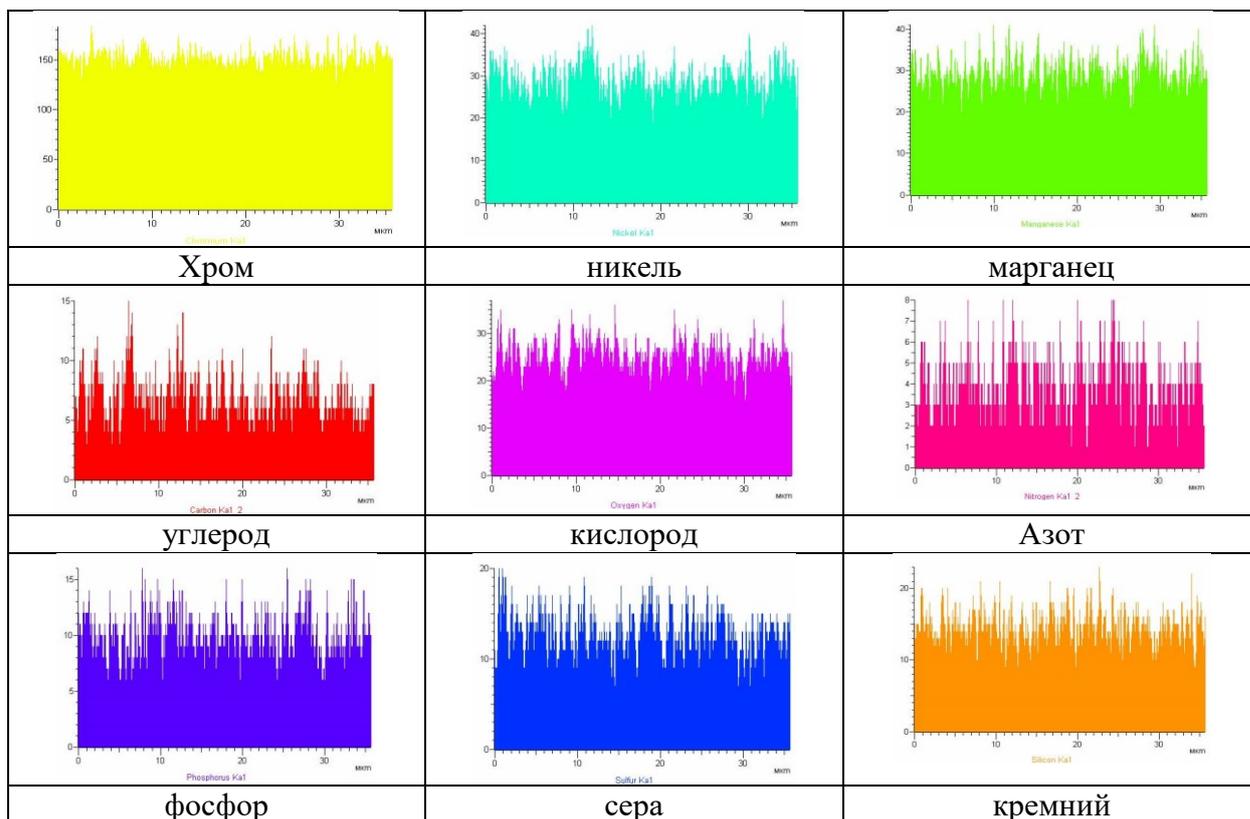


Рисунок 4.16 - Распределение химических элементов между телом дендрита и междендритным пространством

Результатами исследований было показано, что оптимальным механизмом кристаллизации частиц порошка должен быть признан ячеистый механизм, осуществляемый при относительно низких температурах газа в камере распыления (не более 105 °С) на стенке внутренней обечайки двухслойной водоохлаждаемой колонны распыления. В этом случае реализуется механизм ускоренного охлаждения расплава, и кристаллизация частиц осуществляется направленно – вдоль выраженной линии градиента температур. При такой кристаллизации химический состав металла практически постоянен по всему объему частицы.

Таблица 4.6 - Составы металла дендрита и междендритной области (масс. %)

| Спектр | C | Si | P | S | N | O | Cu |
|--------|------|------|-------|-------|------|-------|------|
| 1 | 0,08 | 0,55 | 0,090 | 0,110 | 0,14 | 0,09 | 0,51 |
| 2 | 0,09 | 0.75 | 0,015 | 0,009 | 0,01 | 0,008 | 0,23 |
| спектр | Mn | Ni | Cr | Fe | Итог | | |
| 1 | 1,25 | 7,13 | 17,32 | 72,72 | 100 | | |
| 2 | 1,53 | 8,59 | 19,16 | 69,61 | 100 | | |

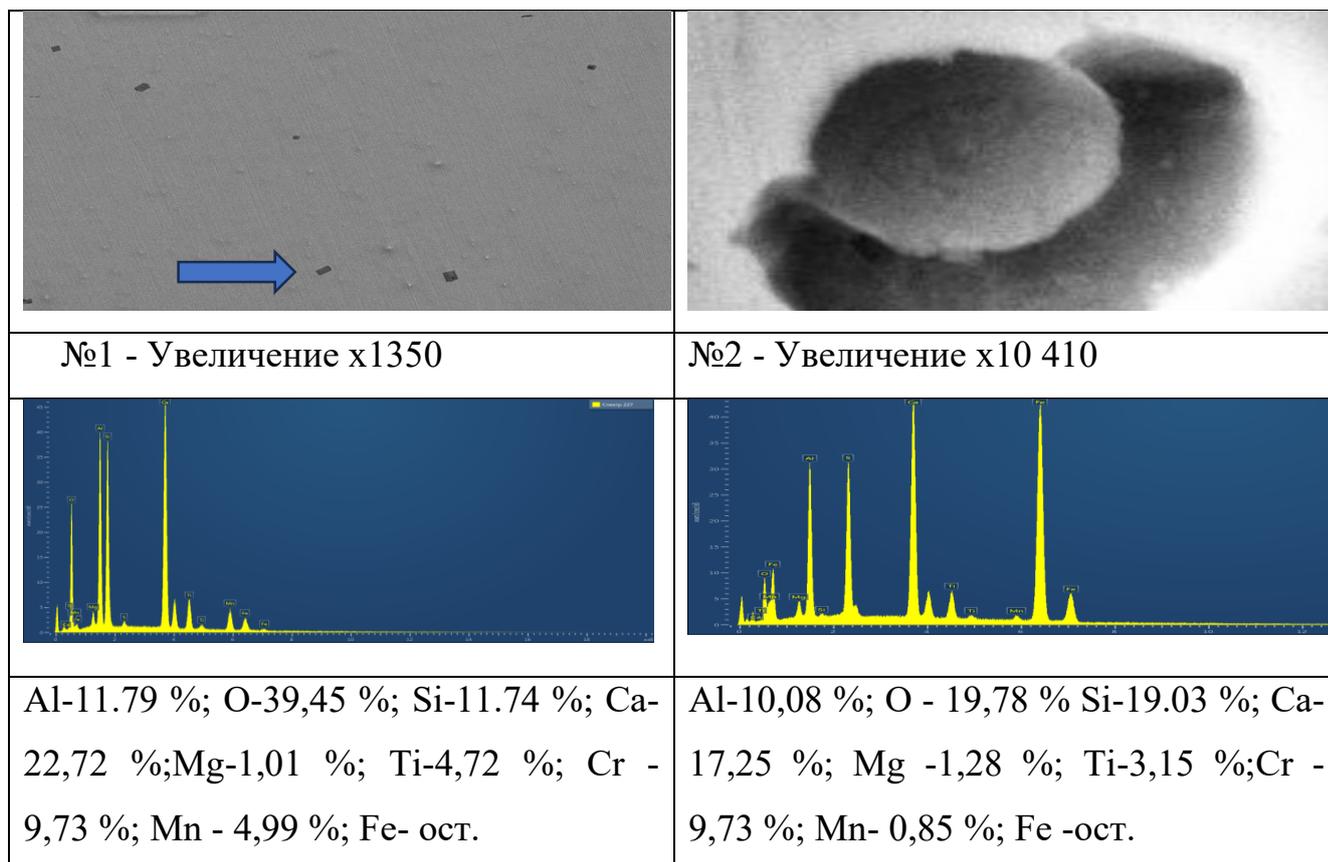


Рисунок 4.18 - Спектрограммы неметаллических включений обнаруженных в металле порошковых частиц (слева) и проволоки до распыления (справа) и их расшифровка

Проведенными исследованиями было установлено, что микроструктура металла порошков соответствует структурам литых сталей, а анализ неметаллических включений, обнаруженных в проволоках нержавеющей сталей и частицах распыленных порошков, показал, что присутствия неметаллических включений в металле порошковых частиц, появление которых можно было бы связать непосредственно с процессом распыления – не обнаружено.

4.5 Технологические характеристики распыленных порошков Cr-Ni сталей

Ранее геометрическая форма и гранулометрический состав распыленного порошка были приняты как основной показатель «выхода годного», поэтому в данном разделе изучены только два технологических параметра – текучесть и насыпная плотность порошков. Отбор проб порошков был выполнен в соответствии с требованиями ГОСТ 23148–98 [30]. Исследования были проведены на трех партиях порошков 08X18H9, 12X18H12T и 07X16H6 (по три опыта в каждой партии порошка)

[154, 155]. Текучесть порошков была изучена в соответствии с требованиями п. 6.1 ГОСТ 20899–98 [132], усредненные данные по всем измерениям – таблица 4.7.

Таблица 4.7 - Текучесть порошков товарных фракций (40-140 мкм) Cr-Ni сталей

| Сталь | Партия | Время истечения, с | Среднее, с | Текучесть |
|-----------|--------|--------------------|------------|-----------|
| 08X18H9 | 1 | 21.47 | 21.58 | 21.84 |
| | 2 | 22.02 | | |
| | 3 | 21.27 | | |
| 12X18H12T | 1 | 22.11 | 21.78 | 22.04 |
| | 2 | 21.51 | | |
| | 3 | 21.73 | | |
| 07X16H6 | 1 | 21.31 | 21.48 | 21.73 |
| | 2 | 21.45 | | |
| | 3 | 21.68 | | |

Определение насыпной плотности металлических порошков Cr-Ni сталей было выполнено в соответствии с частью 1 ГОСТ 19440–94 [28]. Порошок был испытан в воздушно-сухом состоянии, дополнительная сушка - не производилась. Было проведено по три испытания (в соответствии с разделом 7 ГОСТ 19440–94) трех партий порошков Cr-Ni сталей, насыпная плотность определена как среднее всех измерений. Результаты испытаний приведены в таблице 4.8.

Таблица 4.8 - Насыпная плотность порошков Cr-Ni сталей

| Партия | 08X18H9 | | | 12X18H12T | | | 07X16H6 | | |
|---------|---------|-------|-------|-----------|-------|-------|---------|-------|-------|
| | проба | | | | | | | | |
| | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 |
| 1 | 3,892 | 3,904 | 3,788 | 3,802 | 3,741 | 3,809 | 3,761 | 3,677 | 3,698 |
| 2 | 3,702 | 3,719 | 3,641 | 3,707 | 3,631 | 3,693 | 3,678 | 3,598 | 3,600 |
| 3 | 3,698 | 3,706 | 3,699 | 3,687 | 3,643 | 3,615 | 3,696 | 3,701 | 3,705 |
| средняя | 2,103 | | | 2,126 | | | 2,096 | | |

Насыпная плотность порошков нержавеющей хромоникелевых сталей соответствует требованиям ГОСТ 14086–68 (порошки группы А фракций 0,063–0,100). Ситовый состав порошков этих фракций находится в пределах $0,200+0,063$ мм) [134].

4.6 Исследование механических свойств образцов Cr-Ni сталей, изготовленных из распыленных порошков

3D-печать была осуществлена методом прямого лазерного выращивания, оборудование для которого было разработано в СПбПУ. Эта технология позволяет расширить границы возможностей современного производства, создавать принципиально новые детали сложной геометрии, одновременно снижая как временные, так и материальные затраты на их производство. Сплавление частиц обеспечивается воздействием лазерного луча, который фокусируется в пятно с размерами 0,5–3 мм, поглощается, разогревает и образует зону расплавленного металла. В сформированную зону расплава через специальное сопло подается металлический порошок, который частично или полностью расплавляется и при движении инструмента формирует наплавленный валик. При многократном проходе инструмента и последовательном наложении валиков друг на друга формируется выращенное изделие [127]. Геометрия изделия определяется траекторией движения инструмента относительно заготовки. Толщина и ширина наплавленного слоя [126] определяются параметрами процесса и геометрией формируемого изделия, используемым металлическим порошком и другими трудно контролируемыми факторами.

Методом прямого лазерного выращивания были изготовлены пластины, которые в дальнейшем разрезались на образцы для проведения испытаний. Для испытаний на одноосное статическое растяжение были использованы плоские образцы тип I - №22 (Приложение 3 ГОСТ 1497–84 [24]), для испытаний на ударный изгиб – тип 3 ГОСТ 9454–2018 [34]. Полученные образцы были испытаны в исходном (после выращивания) состоянии и после термической обработки, по режимам, принятым для Cr-Ni сталей - ГОСТ 5949–2018 [139]. Для сталей 08X18H9 и 12X18H10T – аустенитизация 1050 °С, охлаждение в воде, для стали - 07X16H6 –

закалка 1050 °С, охлаждение в воде. Испытания проведены в соответствии с требованиями ГОСТ 1497-84 и ГОСТ 9454-78. Средние значения статических механических свойств в исходном состоянии составили: для стали 07X16H6 σ_B - 945 МПа; $\sigma_{0,2}$ – 590 МПа; δ_5 – 14 %; КСУ – 315 кДж/м²; для стали 08X18H9 - σ_B - 620 МПа; $\sigma_{0,2}$ – 370 МПа; δ_5 – 31 %; КСУ – 175 кДж/м²; для стали 12X18H10T - σ_B - 575 МПа; $\sigma_{0,2}$ – 365 МПа; δ_5 – 33 % КСУ – 190 кДж/м²; . Рентгеноструктурный анализ металла образцов всех сталей показал, что в структурах всех сталей присутствуют аустенитная и мартенситная составляющие, в сталях 08X18H9 и 12X18H10T дополнительно были обнаружены карбиды хрома [155, 156]. Результаты испытаний на одноосное статическое растяжение образцов после термической обработки представлены в таблице 4.9; на ударный изгиб – в таблице 4.10.

Таблица 4.9 - Механические свойства термически обработанных образцов:

А1-А5 – сталь 07X16H6, Б1-Б5 – сталь 08X18H9, В1-В5 – сталь 12X18H10T

| № | свойства | | | № | свойства | | | № | свойства | | |
|----|------------|----------------|------------|----|------------|----------------|------------|----|------------|----------------|------------|
| | σ_B | $\sigma_{0,2}$ | δ_5 | | σ_B | $\sigma_{0,2}$ | δ_5 | | σ_B | $\sigma_{0,2}$ | δ_5 |
| | МПа | | % | | МПа | | % | | МПа | | % |
| А1 | 1093 | 890 | 14 | Б1 | 510 | 210 | 53 | В1 | 523 | 222 | 57 |
| А2 | 1085 | 882 | 15 | Б2 | 505 | 220 | 49 | В2 | 534 | 230 | 48 |
| А3 | 1098 | 898 | 14 | Б3 | 505 | 215 | 48 | В3 | 528 | 219 | 51 |
| А4 | 1086 | 891 | 17 | Б4 | 510 | 200 | 49 | В4 | 535 | 223 | 47 |
| А5 | 1091 | 885 | 15 | Б5 | 500 | 215 | 51 | В5 | 531 | 227 | 52 |
| | 1091 | 889 | 15 | | 506 | 212 | 50 | | 530 | 224 | 51 |

Для стали 12X18H10T дополнительно были проведены испытания на одноосное статическое растяжение при повышенных температурах – таблица 4.12, которые показали полное соответствие свойств изготовленных образцов, свойствам образцов из листов и прутков стали [108].

Таблица 4.10 - Ударная вязкость (КСУ) термически обработанных образцов:
 А6-А10 – сталь 07Х16Н6, Б6-Б10 – сталь 08Х18Н9, В6-В10 – сталь 12Х18Н10Т

| № | КСУ | КСУ _{сред} | № | КСУ | КСУ _{сред} | № | КСУ | КСУ _{сред} |
|-----|--------------------|---------------------|-----|--------------------|---------------------|-----|--------------------|---------------------|
| | кДж/м ² | | | кДж/м ² | | | кДж/м ² | |
| А6 | 715 | 711 | Б6 | 335 | 342 | В6 | 298 | 299 |
| А7 | 721 | | Б7 | 342 | | В7 | 308 | |
| А8 | 702 | | Б8 | 330 | | В8 | 302 | |
| А9 | 705 | | Б9 | 354 | | В9 | 290 | |
| А10 | 711 | | Б10 | 348 | | В10 | 297 | |

Таблица 4.11. Механические свойства термически обработанных образцов стали 12Х18Н10Т при температурах В11-В13 -500 °С, В14-В16-550 °С, В17-В19 - 600 °С

| вид об- разца | свойства | | | вид об- разца | свойства | | | вид об- разца | свойства | | |
|------------------|----------------|------------------|----------------|------------------|----------------|------------------|----------------|------------------|----------------|------------------|----------------|
| | Б _В | Б _{0,2} | δ ₅ | | Б _В | Б _{0,2} | δ ₅ | | Б _В | Б _{0,2} | δ ₅ |
| | МПа | | % | | МПа | | % | | МПа | | % |
| В11 | 398 | 185 | 37 | В14 | 385 | 155 | 39 | В17 | 355 | 137 | 31 |
| В12 | 418 | 192 | 38 | В15 | 420 | 170 | 38 | В18 | 364 | 145 | 31 |
| В13 | 432 | 174 | 34 | В16 | 403 | 176 | 33 | В19 | 359 | 158 | 29 |
| среднее | 416 | 184 | 36 | | 403 | 167 | 37 | | 359 | 147 | 30 |

Как показали результаты исследований, образцы всех сталей в исходном состоянии обладают достаточно высоким уровнем прочностных свойств и хорошей пластичностью, однако, ударная вязкость сталей относительно не высока. Поэтому для деталей, эксплуатация которых планируется в условиях динамического нагружения необходима термическая обработка образцов, по режимам, рекомендованым для этих марок сталей (ГОСТ 5949–2018).

Данные, приведенные в таблицах 4.10-4.11 для термически обработанных образцов, полностью соответствуют требованиям, предъявляемым к этим маркам сталей ГОСТ 5949–2018 и другой нормативно-технической документацией [157, 158].

4.7 Выводы по Главе 4

Как показал анализ работы макета плазменного атомайзера автоматический перенос технологических параметров распыления, полученных в лаборатории, на производственные условия промышленного производства порошковых материалов невозможен. Увеличение длительности распыления приводит к снижению качества получаемого продукта - снижается выход годного, повышается d_{50} получаемых порошков. Так как в условиях модельной установки крайне сложно обеспечить имитацию работы промышленной эксплуатации оборудования, в работе был применен метод математического моделирования процесса. С помощью программного продукта ANSYS 2019 R1 на суперкомпьютере СПбПУ были воспроизведены производственные условия порошкового производства и определены дополнительные технологические параметры, позволяющие обеспечить производственный процесс получения порошков в условиях действующего производства. Разработанными методами математического моделирования процесс позволил перейти к следующему этапу работ – проектированию и изготовлению опытно-промышленной установки получения порошков. По результатам расчетов был выполнен проект атомайзера, изготовлена водоохлаждаемая колонна с полным объемом необходимого оборудования обеспечения энергосилового комплекса, систем газо- и водоснабжения (опытно-промышленный атомайзер), позволившая обеспечить стабильный процесс распыления в течение длительного периода (в данных исследованиях непрерывный процесс распыления был искусственно ограничен 300 мин) без потери качества производимых порошков. На разработанное устройство получен патент РФ № 204335 U1, 20.05.2021. Заявка №2020140625 от 19.12.2020 [99].

На основании проведенных исследований были сделаны следующие выводы.

1. Показано, что автоматический перенос результатов лабораторных разработок на промышленное производство порошков невозможен, так как при увеличении времени распыления за пределы 30–60 минут наблюдается постепенное снижение выхода годного - фракций (40–140 мкм) и увеличение среднего размера частиц (d_{50}) в товарном продукте. При повышении времени распыления до 300 минут выход годного снижается на 3–5 %, а d_{50} увеличивается на 20–40 мкм.

2. Причиной снижения объема выхода товарных фракций является резкий рост температуры газа в колонне распыления, сопровождающийся ростом температуры ее стенки. Установлено, что при распылении в интервале от 0 до 120 минут в неохлаждаемой камере макетной установки, наблюдается резкий рост температуры стенки (≥ 180 °C) при распылении проволок диаметром 1,2 мм и ≥ 200 °C при распылении проволок 2,0 мм. В дальнейшем происходит постепенная стабилизация температур на уровне ~ 210 и 235 °C соответственно.

3. Причиной повышения температуры в колонне атомайзера является образование на стенке и крышке колонны рыхлых отложений порошка, которые создают дополнительный теплоизолирующий эффект, ухудшая условия теплоотвода в окружающий воздух, повышают температуру стенки колонны. При температурах стенки до 130-150 °C в основном образуются отложения мелких (до 20 мкм) фракций порошка, при температурах выше 150 °C в отложениях появляются частицы товарных фракций.

4. Математическим моделированием газовых потоков в колонне распыления было установлено, что причиной образования отложений порошка на стенках колонны являются газовые вихри, которые возникают при превышении температуры стенки колонны величины в 105-110 °C. Эти вихри создают кольцевые потоки, растянутые на всю длину колонны и проходящие вдоль ее стенок. При этом потоки газа захватывают часть распыленного материала и отбрасывают его на стенки, образуя отложения. Максимально допустимая температура, при которой не происходит образование отложений и обеспечивается стабильность выхода товарных фракций в ходе длительного процесса распыления, составляет 105 °C. Таким образом, для обеспечения стабильности процесса распыления в ходе длительного производственного цикла к необходимо использовать принудительное охлаждение колонны. Принято решение о проектировании и изготовлении двухслойных водоохлаждаемых колонн. Изготовлен опытно-промышленный атомайзер.

6. Учитывая аппаратную сложность замера температуры на внутренней стенке двухслойной колонны в производственных условиях, предложен параметр

контроля, позволяющий косвенно определять температуру внутренней стенки. Доказано, что таким параметром может служить температура охлаждающей жидкости на выходе из колонны распыления. Определено, что для обеспечения стабильной работы атомайзера эта температура не должна превышать 55 °С.

7. Математическим моделированием термодинамических процессов в колонне распыления при обеспечении температуры ее стенки ≤ 105 °С было установлено:

- температура газа в объеме колонны распыления во всем энергосиловом диапазоне эксплуатации атомайзера относительно невелика и не превышает 330–380 °С;

- средняя скорость газовых потоков в объеме колонны находится в пределах 3 м/сек, что недостаточно для образования замкнутых газовых вихрей. Отложения на стенках колонны либо вообще не образуются, либо представляют собой тонкие пылевые слои из частиц мелких нетоварных фракций;

- подтверждена положительная роль системы «кипящего слоя», которая не только обеспечивает торможение частиц порошка и повышение его качества, но, также уменьшает толщину отложений, и снижает температуру газа в колонне. Верификация математического моделирования выполнена путем проведения экспериментов, подтвердивших достоверность полученных результатов моделирования.

8. Исследования химического состава металла полученных порошков подтвердили идентичность составов исходных проволок и порошковых частиц, угар легирующих элементов не обнаружен. Анализ включений в частицах порошка не выявил неметаллических включений, образование которых могло бы быть связано с процессом распыления.

9. Показано, что в зависимости от температуры газа в колонне распыления атомайзера в ходе кристаллизации частиц порошка Cr-Ni сталей возможно образование кристаллизационных структур нескольких типов – ячеистой, ячеисто-дендритной и дендритной. Образование дендритных структур кристаллизации, возникающих при повышенных температурах газовой атмосферы неблагоприятно, и

приводит к образованию внутричастичных ликваций и сегрегаций примесных элементов. Образование внутричастичных сегрегаций в порошках может снижать вязкие и пластические свойства получаемых изделий и требовать выполнения дополнительной термической обработки изделий, полученных методами 3D-печати.

10. Исследованиями механических свойств образцов, изготовленных из распыленных порошков Cr-Ni сталей, установлено, что их механические свойства полностью соответствуют требованиям нормативно-технической документации на данные марки сталей. Это подтверждает возможность использования распыленных методом плазменной атомизации порошков в качестве материалов 3D-печати при изготовлении деталей и изделий ответственного назначения.

ГЛАВА 5 РАСПЫЛЕНИЕ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ В ПЛАЗМЕННОМ АТОМАЙЗЕРЕ

Одной из главных причин, сдерживающих развитие аддитивных технологий, как в РФ, так и в зарубежных странах является малое количество химических составов распыленных порошков. Это является одним из главных отличий классической и аддитивной технологий - при выборе поковки, отливки или проката конструктор может выбрать материал со свойствами, максимально подходящими для того или иного изделия. В случае аддитивных технологий – выбор крайне ограничен, и конструктор вынужден использовать тот материал, который присутствует на рынке в виде порошка для 3D-принтеров, пусть даже его свойства не полностью соответствуют требованиям разрабатываемого устройства. В то же время согласно, например, ГОСТ 5632–2014 в настоящее время в промышленности используется более 160 марок только нержавеющей сталей и сплавов [31,114]. Еще одной причиной недостаточно быстрого роста объема изделий, производимых аддитивными методами, является необходимость коренного изменения технологии производства. Для разработки аддитивной технологии необходимы внесения изменений в конструкторскую и технологическую документации, уточнение возможности применения для изготовления детали того же материала, что и при классической схеме производства, или выбора новых сталей или сплавов. Таким образом, в опытном производстве, при отработке технологии встает задача подтверждения возможности применения используемого материала, но уже в виде порошков, или выбора нового – со свойствами не уступающими или даже превосходящими используемый. Такая работа требует перебора целого ряда марок сталей и сплавов. Поэтому, дальнейший путь развития аддитивных технологий невозможен без глобального расширения числа марок сталей и сплавов с различными физико-механическими свойствами.

Однако, предприятие, даже крупное и, в достаточной степени финансово обеспеченное, не может позволить себе иметь склад порошков в надежде, что они когда-то будут востребованными опытным производством. На сегодняшний день

срок от момента начала поиска порошка необходимого химического состава и заказа на его поставку, до его поставки может достигать до полугода, а с учетом опытной разработки изготовления детали решение о ее производстве аддитивными методами может затянуться на срок до года и более. Такие сроки не вписываются в реальные сроки проектирования конструкций, что делает практически невозможным внедрение в новые изделия, деталей, изготовленных аддитивными методами.

Решение проблемы может заключаться в появлении на предприятии собственного оборудования для производства порошков, которое должно быть достаточно дешевым, не требовать высококвалифицированного персонала для эксплуатации и обслуживания, легко перенастраиваться на производство различных порошковых композиций. Этому описанию полностью соответствуют плазменные атомизаторы. Несмотря на невысокую производительность (1–10 кг в час) они позволяют полностью закрыть потребность в порошках любого опытного производства. Если, при этом, технологические возможности атомайзера, обеспечивают его быструю перенастройку для выпуска порошков различных композиций, то, такое оборудование позволит в течение двух-трех дней получить необходимый для опытного производства объем порошка требуемого химического состава. В настоящей главе приводятся результаты исследований, определивших технологическую возможность и основные режимы получения порошков сплавов титана, никеля, меди и кобальта.

5.1 Особенности распыления титана и его сплавов

Особенностями титана и его сплавов, по отношению к нержавеющей стали, является низкая плотность, высокая температура плавления – 1943 К, и кипения – 3560 К; высокое сродство к кислороду и азоту, что требует полной изоляции зоны распыления и сбора горячего порошка от воздушной атмосферы, дополнительного контроля качества распыляемой проволоки на предмет обнаружения окислов и других отложений на ее поверхности. В качестве основных материалов, на которых отрабатывался режим распыления проволок, были выбраны титан технический ВТ1-0 и сплавы – ВТ6 и ВТ3-1. В работе были использованы по два состава сплавов

BT1-0 и BT6 с максимально различными (внутримарочными) по ГОСТ 19807–91, составами и один состав сплава BT3-1 – таблица 5.1.

Таблица 5.1 - Состав проволок сплава BT6 (№1,2), BT1-0 (№3,4), BT3-1 (№5)

| № | Химический состав, масс. % | | | | | | | | | | | |
|---|----------------------------|------|------|-----|------|------|-------|------|-----|-----|-------|-------|
| | Fe | C | Si | V | Mo | Cr | N | Ti | Al | Zr | O | H |
| 1 | 0,54 | 0,09 | 0,07 | 4,8 | - | - | 0,04 | 89,0 | 5,2 | 0,2 | 0,12 | 0,011 |
| 2 | 0,21 | 0,03 | 0,11 | 3,7 | - | - | 0,03 | 89,1 | 6,7 | 0,1 | 0,17 | 0,012 |
| 3 | 0,17 | 0,06 | 0,09 | - | - | - | 0,023 | 99,5 | - | - | 0,101 | 0,009 |
| 4 | 0,09 | 0,05 | 0,07 | - | - | - | 0,036 | 99,2 | - | - | 0,096 | 0,007 |
| 5 | 0,37 | 0,07 | 0,33 | - | 2,70 | 1,37 | 0,032 | 88,2 | 6,4 | 0,4 | 0,114 | 0,011 |

Целью такого выбора являлось подтверждение универсальности рассчитанного режима распыления, пригодного для распыления проволок сплавов титана с различным содержанием элементов. Исследования были проведены по той же схеме, что была описана выше, на примере нержавеющей стали. На первом этапе был реализован трехфакторный математический план, который позволил получить функции отклика по параметру «выход годного» для проволоки диаметром 1,2 мм сплава BT6. Под «выходом годного» определяли товарные фракции порошка с гранулометрическим составом 40–140 мкм. Учитывая высокую стоимость проволок титановых сплавов и с целью экономии затрат все предварительные исследования были выполнены в одноплазмотронном режиме распыления. В экспериментах сила тока, подаваемого на один плазмотрон изменялась от 150 до 300 А, скорость плазмообразующего газа от 30 до 50 л/мин., скорость подачи проволоки – 1,5 – 3,5 м/мин. Также были проведены две серии экспериментов – с отключенной (Y_1) и включенной (1 л/мин на одну форсунку) - (Y_2) системой кипящего слоя. При исследованиях была использована проволока BT6, поименованная № 1 в таблице 5.1.

Уравнения регрессии имели вид (5.1) и (5.2):

$$Y_1 = 15,7 + 6,75X_1 + 1,75X_2 - 0,41X_3 - X_1 X_2 - 0,18 X_1 X_3 + 0,09 X_2 X_3; \quad (5.1)$$

$$Y_2 = 19,2 + 5,75X_1 + 3,20X_2 - 0,37 X_3 - 1,25X_1 X_2 - 0,04 X_1 X_3. \quad (5.2)$$

Затем был выполнен этап крутого восхождения по методу Бокса — Уилсона [122] и определены оптимальные параметры процесса - ток – 275 А и скорость подачи плазмообразующего газа 45 л/мин. При данном режиме распыления был достигнут результат выхода годного в диапазоне 56–59 %, который обеспечивался при скорости подачи проволоки 3 м/мин. Скорость защитного газа 1 л/мин на 1 форсунку. На рисунке 5.1 представлен вид полученных порошков, распыленных в условиях отклонения от оптимального режима (рисунок 5.1 а-в) и по рассчитанному режиму. – рисунок 5.1.г. Отклонения от рассчитанного режима приводят к резкому ухудшению качества распыленного порошка, если порошок, распыленный по рассчитанному режиму имеет сферичность на уровне 91-93 %, то при его отклонениях – до 45 % порошка имеют форму отличную от сферической.

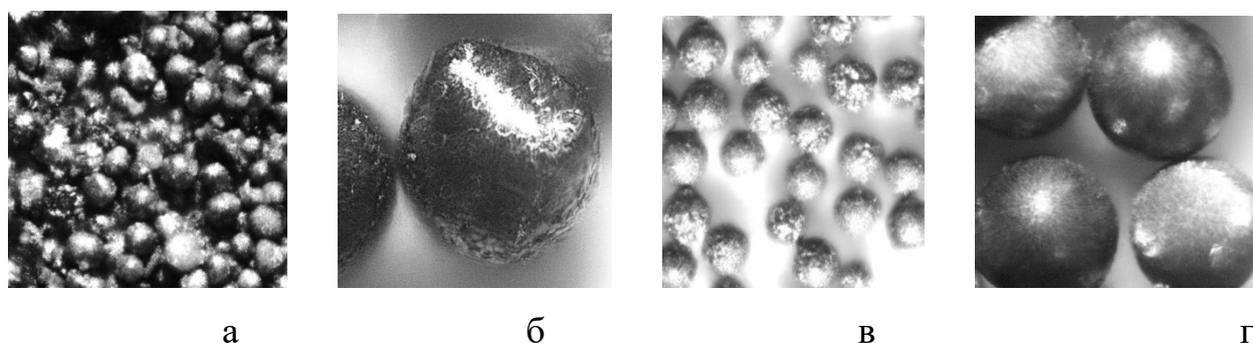


Рисунок 5.1 – Порошки сплава ВТ6 распыленные по режиму: $I = 150$ А; $V_r = 30$ л/мин (а,б); $I = 275$ А; $V_r = 30$ л/мин (в) и $I = 275$ А; $V_r = 45$ л/мин – (г)

Распределение частиц по гранулометрическому составу и влияние скорости подачи проволоки, распыленной по оптимальному режиму на выход годного приведено в таблице 5.2. Установлено, что скорость подачи проволоки приводит к постепенному смещению гранулометрических размеров частиц в сторону больших диаметров, как следствие, уменьшению выхода годного. За оптимальный уровень подачи проволоки был определен диапазон от 2,0 до 3,0 метра в минуту.

Анализ химических составов исходной проволоки и распыленного порошка (рисунок 5.2) подтвердил, что при распылении сплава не произошло ВТ6 никаких изменений химического состава материала.

Таблица 5.2 – Влияние скорости подачи проволоки на гранулометрический состав частиц в объеме выхода годного

| Ско- рость подачи м/мин | Распределение частиц по фракциям, % | | | | | | Общее годного % |
|----------------------------------|-------------------------------------|-------|-------------|-------------|-------------|-------|-----------------------|
| | Гранулометрический состав, мкм | | | | | | |
| | <20 | 20-40 | 40-60 | 60-100 | 100-140 | > 140 | |
| 1,0 | 4,0 | 16,0 | 19,2 | 20,6 | 22,4 | ост | 62,2 |
| 1,5 | 3,5 | 10,5 | 18,1 | 19,6 | 21,9 | ост | 59,6 |
| 2,0 | 3,5 | 8,7 | 16,2 | 16,9 | 19,5 | ост | 52,6 |
| 2,5 | 3,0 | 6,1 | 12,7 | 15,4 | 18,7 | ост | 46,8 |
| 3,0 | 3,0 | 5,3 | 11,6 | 14,6 | 17,4 | ост | 43,6 |
| 3,5 | 2,5 | 4,1 | 9,9 | 12,1 | 15,6 | ост | 37,6 |

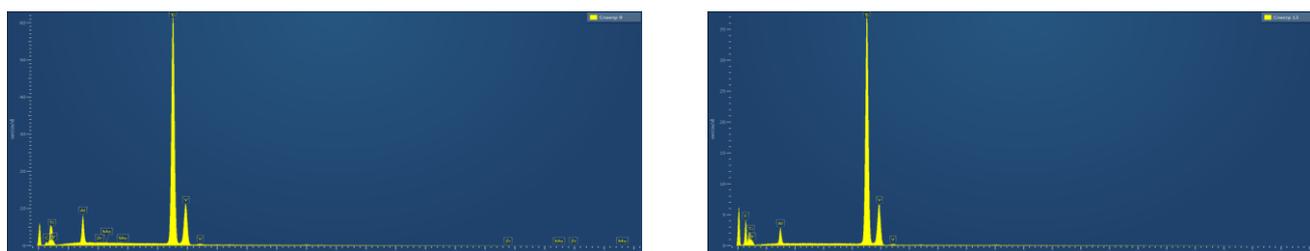


Рисунок 5.2 – Спектры сплава VT6 – слева проволока, справа – распыленный порошок

Влияние химического состава распыляемых проволок было изучено при последовательном распылении проволок №№1-5 (таблица 5.1) каждого из сплавов. Для каждой из проволок было проведено по три опыта распыления, что позволило сделать вывод как о стабильности процесса распыления – выход годного и среднее содержание фракций порошка в общей массе годного продукта близки – состав проволоки не оказывает сколь-нибудь значимого влияния на результат распыления. Форма частиц распыленных порошков (рисунок 5.3) сферическая, средний размер частиц порошка в фракции 40–140 мкм – $d_{50} = 60-80$ мкм.

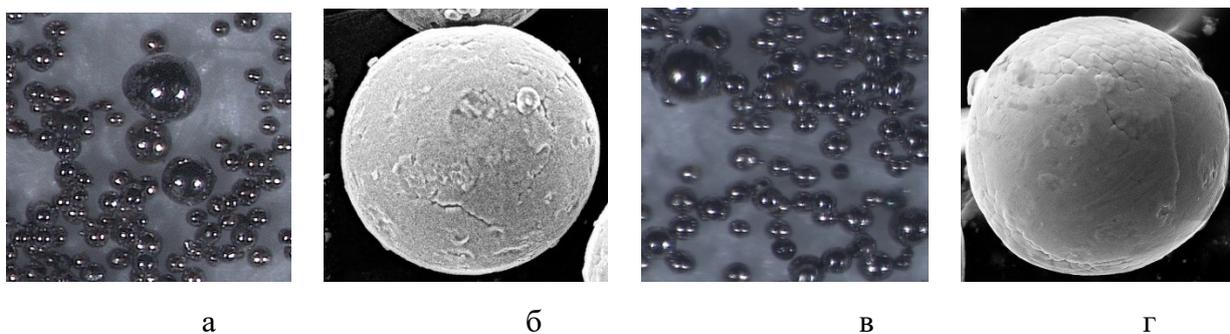


Рисунок 5.3 – Частицы порошка титана VT1-0 (а,б) и VT6 (в,г) после распыления проволоки диаметром 1 мм по режиму. I - 275 А, $V_{пр}$ – 45 л/мин, $V_{пров}$ – 3,0 м/мин. $V_{зг}$ 1 л/мин в минуту на 1 форсунку

На основании металлографических исследований было установлено (рисунок 5.4), что в порошке VT1-0 встречаются отдельные частицы с внутренними порами – количество частиц с порами не превышает 3 % от общего числа частиц.

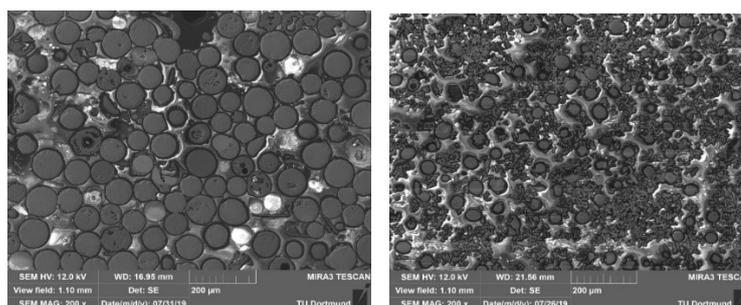


Рисунок 5.4. Микршлиф частиц порошка титана: слева - VT1-0; справа – VT6

Наличие пор достаточно часто встречающаяся проблема распыленных порошков. Считается [11, 51, 90, 91], что «порогом пористости» диаметр частиц ≥ 60 мкм, что типично для распыленных порошков жаропрочных сплавов сложных химических составов. Вероятной причиной появления пористости является недостаточно высокое качество подготовки проволоки, плазмообразующего и защитного газов. Так как в частицах порошка VT3-1 и VT6 пор обнаружено не было, можно предположить, что причина появления пор в частицах VT1-0. – поверхностное загрязнение или окисление проволок, вероятно не до конца устраненное при подготовке. По результатам анализа порошков было установлено, что химический состав

изученных сплавов титана ВТ6, ВТ1-0 и ВТ3-1) не оказывает влияния на качество и выход годного, распыляемого по оптимальному режиму, порошка.

Влияние диаметра распыляемой проволоки на качество порошков сплавов титана было проанализировано при использовании проволок сплава ВТ6 диаметрами от 1,0 до 2,5 мм и распылении в постоянном режиме $I = 275$ А, $V_r = 45$ л/мин, $V_{\text{пров}} - 1,0 - 5,0$ м/мин; объем защитного газа- 1 л/мин на 1 форсунку. Результаты приведены в таблице 5.3. В таблице 5.4. приведены результаты, полученные при изменении силы тока от 275 до 375 А.

Таблица 5.3 – Влияние диаметра и скорости подачи проволоки ВТ6 на выход годного (масса г./ %) зависимости. Время распыления 60 мин

| Диаметр, мм | Масса металла (г) / выход годного (%) | | | | |
|----------------|---------------------------------------|-----------|-----------|------------|-----------|
| | $V_{\text{пров}}$, м/мин | | | | |
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1,0 | 411/59.6 | 828/59.4 | 1242/59.3 | 1844/58,1 | 2385/50,7 |
| 1,2 | 559/58,8 | 1164/58,2 | 1719/57,1 | 2464/54,7 | 3647/49.1 |
| 1,5 | 938/55,2 | 1709/49,6 | 2930/52,1 | 4705/51,2 | 7754/44,7 |
| 1,8 | 1456/53.9 | 2929/46,0 | 4886/42,5 | 6001/33,2 | 9863/31,8 |
| 2,0 | 2160/50,7 | 3664/40,5 | 5460/29,1 | 7698/24,0 | 8698/14,2 |
| 2,2 | 2916/47,8 | 4939/35,7 | 5585/24,0 | 11965/15,7 | - |
| 2,5 | 1398/12,3 | 2796/9,2 | 4194/6,0 | 5592/0 | - |

Примечание *Серым цветом выделена зона с частичной потерей сферичности и образованием частиц игольчатой формы

Металлографический анализ показал, что зоне высоких скоростей подачи проволоки от 3 до 5 м/мин на проволоках диаметром от 1,8 мм и более происходит потеря сферической формы у части частиц, и они приобретают игольчатую форму. В порошке, полученном из проволоки диаметром 1,5 мм частицы игольчатой формы, были обнаружены при скорости подачи проволоки 5 м/мин, при распылении проволок меньших диаметров частиц игольчатой формы обнаружено не было.

Отсев игольчатых частиц крайне затруднён, что делает полученный порошок практически не применимым для использования его в аддитивных машинах.

Таблица 5.4 – Влияние силы тока на выход годного (масса г./ %) проволоки титана ВТ1-0, скорость подачи проволоки ($V_{\text{пров}}$) 3 м/мин. Время распыления 60 мин

| Диаметр, мм | Сила тока (I), А | | | | |
|----------------|------------------|-----------------|------------------|------------------|------------------|
| | 275 | 300 | 325 | 350 | 375 |
| 1,5 | 869/57,1 | 880/57,5 | 886/57,9 | 895/58,0 | 908/58,1 |
| 1,8 | * -/13,5 | 1014/47,8 | 1131/51,5 | 1132/51,7 | 1140/51,9 |
| 2,0 | -/14,1 | 1235/46,6 | 1272/48,0 | 1275/48,1 | 1287/48,2 |
| 2,2 | -/14,0 | -/14,3 | 1457/44,7 | 1534/46,2 | 1534/46,2 |
| 2,5 | -/6,0 | -/8,3 | -/10,1 | 965/37,4 | 1718/41,0 |

Примечание: *Серым цветом выделена зона с частичной потерей сферичности и образованием частиц игольчатой формы

Анализ результатов таблиц 5.3 и 5.4 показывает, что, с учетом фактора технологической рентабельности производства, минимальная стоимость полученного порошка (при заданных энергосиловых показателях процесса распыления $I = 275$ А, $V_r = 45$ л/мин) достигается при следующих требованиях к диаметрам и скоростям подачи фидстока: диаметр 1,0 мм – скорость 4 м/мин; 1,2 мм – 3-4 м/мин; 1,5 мм – 3 м/мин. Для повышения производительности атомайзера и качества получаемого порошка возможна компенсация увеличения диаметра проволоки повышением энергосиловых параметров распыления (таблица 5.4 – силы тока, таблица 5.5. скорости плазмообразующего газа).

Изменение силы тока приводит к повышению выхода годного для проволок диаметров до 2,2 мм (выход годного в 1534 г при силе тока $I = 250$ А), дальнейшее увеличение диаметра до 2,5 мм при тех же режимах распыления приводит к снижению массы товарных фракций до 965 г (таблица 5.5). По результатам экспериментов был отобран ряд режимов (в таблице 5.5 режимы отмечены жирным шрифтом), для которых было проверено влияние скорости плазмообразующего газа на процент выхода годного (таблица 5.5). Как видно из приведенных данных увеличение

скорости плазмообразующего газа выше 50л/мин не приводит к значимому увеличению выхода годного, а анализ рентабельности процесса не позволяет рекомендовать проволоки диаметром более 1,8 мм.

Таблица 5.5 – Влияние скорости плазмообразующего газа на выход годного (масса/%) проволоки титана ВТЗ-1. Время распыления 60 мин

| Диаметр, мм | Сила тока (I), А | скорость плазмообразующего газа ($V_{г}$), л/мин | | | |
|----------------|---------------------|--|-----------|-----------|-----------|
| | | 45 | 50 | 55 | 60 |
| 1,5 | 300 | 880/57,5 | 887/58,0 | 889/58,1 | 891/58,2 |
| 1,8 | 325 | 1131/51,5 | 1149/52.3 | 1153/52.5 | 1153/52.5 |
| 2,0 | 325 | 1272/48,0 | 1277/48.3 | 1289/48.7 | 1290/48.8 |
| 2,2 | 350 | 1514/46,2 | 1521/46.7 | 1529/46.9 | 1534/47,1 |
| 2,5 | 375 | 1718/41,0 | 1749/41.7 | 1764/42.0 | 1869/42.1 |

На основании проведенных исследований было установлено [157, 158], что распыление проволок сплавов титана в опытно-промышленном атомайзере может производиться по следующим технологически и экономически обоснованным параметрам:

плазмообразующий и защитный газы – аргон газообразный высокой чистоты марка не ниже 5.5; рекомендуемые диаметры проволок сплавов ВТ1-0 и ВТ6, ВТЗ-1 от 1,2 до 1,8 мм; нергосиловые режимы распыления (из расчета на один плазмотрон):

- проволока диаметром 1,2 мм – I – 275 А, $V_{г}$ -45 л/мин, $V_{пров}$ 3,0 м/мин.
- проволока диаметром 1,5 мм – I – 300 А, $V_{г}$ -50 л/мин, $V_{пров}$ 3,0 м/мин;
- проволока диаметром 1,8 мм – I – 325 А, $V_{г}$ -50 л/мин, $V_{пров}$ 3,0 м/мин;

Скорость защитного газа в системе «кипящего слоя» 1л/мин на одну форсунку.

Предлагаемый режим распыления проволок был также опробован при трехплазмотронной схеме распыления. Отклонений в объеме выхода годного и качестве распыленного порошка обнаружено не было.

5.2 Особенности распыления сплавов никеля

В настоящее время в целом ряде отраслей широкое применение находят никель и его сплавы, том числе сплавы системы Ni-Cr-Fe хорошо зарекомендовавшие себя в двигателестроении, оборудовании нефте- и газодобычи, атомной и химической промышленности. Одним из наиболее распространенных сплавов данной системы является сплав Inconel 718. Этот сплав, благодаря высокой стабильности его механических свойств при повышенных температурах широко используется в газовых турбинах, реактивных двигателях, ядерных реакторах, сосудах высокого давления, благодаря высокой стойкости в агрессивных средах Inconel 718 применяется в нефте- и газодобыче и их переработке [70, 88, 136, 147, 151]. Вместе с тем при применении этого сплава возникает проблема получения из него изделий сложной формы, что обусловлено его низкой обрабатываемостью давлением из-за чрезвычайно узкого температурно-скоростного диапазона пластической деформации [133], и сложностью механической обработки из-за высокой склонности к наклепу [70,133,167]. Наиболее эффективной технологией производства изделий из этого сплава является послойное или прямое лазерного сплавления порошков Ni-Cr-Fe сплавов в 3D-принтерах [67, 70]. Поэтому получение порошков сплава Inconel 718 и ему подобных (Инконель 625, 925, ЭП718 (ХН45МТЮБР), ХН43БМТЮ, ХН55МБЮ и др.) актуально и востребовано промышленностью. Для проведения исследований, определяющих возможность распыления проволок сплавов системы Ni-Fe-Cr, был выбран Инконель 718 ГОСТ 5632–2014. Плотность сплава 8,19 г/см³, интервал плавления 1260–1336 °С, теплопроводность 11,4 Вт/м °С, удельная теплоемкость 435 Дж/кг °С. Исследования выполнены в одноплазмотронном режиме.

Исследование было проведено в рамках трехфакторного эксперимента математического планирования [144]. В качестве переменных были использованы факторы: сила тока (I), подаваемого на плазмотрон - от 180 до 240 А; скорость плазмообразующего газа (V_r)- от 30 до 50 л/мин; скорость подачи проволоки ($V_{пр}$) – от 2,0 до 4,0 м/мин. Диаметр распыляемой проволоки был выбран равным 1,2 мм.

Распыление проводилось в условиях атмосферы аргона высокой чистоты. Эксперимент был проведен дважды – без использования системы кипящего слоя и

с включенной на расход защитного газа объёмом 1 л/мин на одну форсунку. Функции отклика были построены по показателю «выход годного» в общей массе распыленного порошка. Также проводился анализ качества частиц на предмет сохранения сферической формы, отсутствия сателлитов и пор в объеме частицы.

Коэффициенты функции отклика были рассчитаны методом шаговой регрессии, по стандартным программам. Затем построены полиномы функций отклика (5.3) и (5.4):

$$Y_1 = 19,54 + 6,51X_1 + 2,57X_2 - 1,75X_3 - 0,5X_1X_2 + 0,09 X_1X_3; \quad (5.3)$$

$$Y_2 = 24.25 + 6,75X_1 + 3,25X_2 - 1,31X_3 - 1,25X_1X_2 - 0,09X_1X_3 + 0,09 X_2X_3. \quad (5.4)$$

Оптимизация полученных уравнений была выполнена методом крутого восхождения Бокса — Уилсона [144]. На основании проведенных экспериментов, анализа геометрических размеров и формы получаемых частиц, данных по распределению частиц по геометрическим размерам, расчетов функций отклика по параметру «выход годного», оценке экономических параметров работы был предложен энергосиловой режим: сила тока 200 А, скорость подачи плазмообразующего газа – 50 литров, скорость подачи газа в систему «кипящего слоя» - 1 л/мин на каждую из 12 форсунок системы. При данном режиме распыления был достигнут результат выхода годного в диапазоне 62–58 %. Выбор режима был дополнительно проверен экспериментами по влиянию силы тока на выход годного в условиях фиксации остальных параметров – скорости подачи плазмообразующего газа и проволоки; скорости защитного газа – таблица 5.6.

Таблица 5.6 - Влияние силы тока на выход годного порошка Инконель 718 (%)

| Сила тока (I), А | | | | | | | |
|------------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| 240 | 230 | 220 | 210 | 200 | 190 | 180 | 170 |
| 61,1- 59,0 | 61,0- 59,0 | 60,4- 58,8 | 60,2- 58,8 | 60,1- 57,9 | 59,2- 56,9 | 57,3- 51,5 | 53,9- 50,4 |

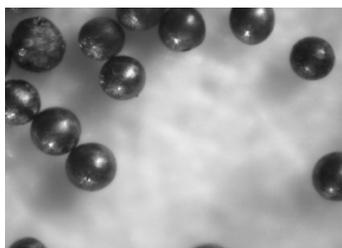
Распределение частиц по гранулометрического составу приведено в таблице 5.7. Там же приведены результаты исследования влияния скорости подачи проволоки, при распылении в энергосиловых условиях выбранного режима (200 А, 50 л/мин).

Установлено, что скорость подачи проволоки приводит к постепенному смещению гранулометрических размеров частиц в сторону больших диаметров, как следствие, уменьшению выхода годного, что ранее обсуждалось при анализе результатов распыления проволок сталей и титановых сплавов. Учитывая, что производительность установки напрямую зависит от объема распыленного металла, а, следовательно, от скорости подачи проволоки, оптимальным уровнем подач может считаться диапазон от 3,0 до 3,5 метров в минуту.

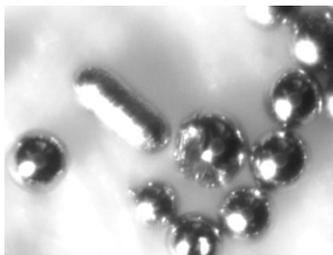
Таблица 5.7. Влияние скорости подачи проволоки диаметром 1.2 мм на долю и гранулометрическое соотношение размеров частиц в объеме выхода годного

| $V_{пр}, \text{ м/мин}$ | Распределение частиц по фракциям (мкм), % | | | | | | Выход годного, % |
|-------------------------|---|-------|-------|--------|---------|------------|------------------|
| | ≤ 20 | 20-40 | 40-60 | 60-100 | 100-140 | ≥ 140 | |
| 2,0 | 5,7 | 10,0 | 18,7 | 19,8 | 22,1 | ост | 60,6 |
| 2,5 | 6,6 | 9,9 | 18,6 | 19,8 | 22,1 | ост | 60,5 |
| 3,0 | 5,4 | 8,9 | 18,4 | 18,6 | 22,5 | ост | 59,5 |
| 3,5 | 4,3 | 7,8 | 18,0 | 19,1 | 22,3 | ост | 59,4 |
| 4,0 | 4,5 | 6,6 | 16,9 | 19,2 | 21,3 | ост | 57,4 |
| 4,5 | 4,4 | 4,9 | 16,2 | 17,7 | 20,3 | ост | 54,2 |
| 5,0 | 4,6 | 4,4 | 15,6 | 16,1 | 20,0 | ост | 51,7 |

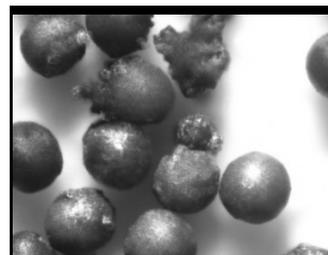
На основании проведенных исследований в качестве рабочего режима распыления проволоки диаметром 1,2 мм из сплава Инконель 718 был предложен режим: сила тока 200 А, скорость подачи плазмообразующего газа – 50 л/мин, объем подачи газа в систему кипящего слоя -1 л/мин на одну форсунку, скорость подачи проволоки 3,5 метра в минуту. При соблюдении указанного режима были получены порошки сплава сферической формы – рисунок 5.5, при отклонениях от указанного режима форма частиц порошка может изменяться на вытянутую и даже оскольчатую. Предложенный режим реализуется для проволоки диаметром 1,2 мм, поэтому далее было изучено влияние диаметра распыляемой проволоки на выход годного порошка сплава Инконель 718. Установлено, что при повышении диаметра проволоки более 2 мм резко снижается доля выхода годного, а при ряде режимов вообще не удается получить частицы правильно сферической формы. .



а



б



в

Рисунок 5.5 - Порошки, предлагаемый режим (а) и с отклонениями от него – (б): $I = 170$ А, $V_r = 50$ л/мин, $V_{пр} = 5$ м/мин; (в): $I = 220$ А, $V_r = 30$ л/мин, $V_{пр} = 5$ м/мин

Анализ влияния скорости подачи проволоки приведен в таблице 5.8.

Таблица 5.8 - Влияние скорости подачи проволок диаметром от 1,2 до 3,0 мм на выход годного. Время распыления 60 мин

| Диаметр, мм | Выход годного, фракции 40–140 мкм, (масса г./ %) | | | | | |
|-------------|--|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| | Скорость подачи проволоки ($V_{пров}$) м/мин | | | | | |
| | 4,0 | 3,5 | 3,0 | 2,5 | 2,0 | 1,5 |
| 1,2 | 1207/56,0 | 1145/60,0 | 1035/60,5 | 816/60,5 | - | - |
| 1,5 | 1894/54,4 | 1796/59,4 | 1566/59,7 | 1282/59,7 | - | - |
| 2,0 | 3196/52,5 | 3000/56,2 | 3016/56,5 | 2189/58,7 | 1782/59,7 | - |
| 2,4 | 3834/45,2 | 3835/48,7 | 3297/49,8 | 2738/50,1 | 2229/50,8 | 1705/51,5 |
| 3,0 | 4821/35,0 | 3914/32,4 | 3661/36,0 | 38,5/3179 | 2101/40,3 | 1740/44,4 |

Для распыления проволок были выбраны режимы в зависимости от диаметров проволок 1,2 -1,5 мм -200 А, 2,0 мм – 230 А; 2,4 и 3,0 мм -250 А., скорость плазмообразующего газа для проволок 1,2 - 2,0 мм – 50 литров в минуту; для проволок диаметрами 2,4 и 3,0 мм 60 литров в минуту. Из анализа данных рациональным было признано использование проволок диаметром до 2,0 мм, дальнейшее повышение диаметров не позволяет обеспечить благоприятного сочетания массы полученного порошка и экономической эффективности процесса.

Анализ влияния скорости защитного газа показал результат аналогичный полученным ранее для нержавеющей сталей и сплавов титана – при увеличении объема подачи до 1 л/мин на одну форсунку его положительная роль возрастает, при дальнейшем увеличении - практически не изменяется.

Как следует из приведенных данных, проволока диаметром 3,0 мм не дает достаточно высокого выхода годного и не может быть рекомендована для использования. Проволока диаметром 2,4 мм требует повышения силы тока до 250 А, выход годного при этом не более 3800–3500 г/час с выходом годного менее 50 %. Расчет себестоимости продукта показал, что использование проволок 2,4 мм можно рекомендовать в том случае, когда отсутствуют проволоки меньших диаметров. Экономически не целесообразно использование проволок 1,2 мм, хотя, с точки зрения технологии процесса, полученные результаты можно оценить как положительные – выход годного более 60 %, тем менее масса получаемого порошка невелика и составляет чуть менее 1200 г на один плазмотрон за час работы установки. Таким образом, при распылении проволок сплава Инконель 718 представляется возможным предложить следующие технологически и экономически обоснованные характеристики распыления: плазмообразующий и защитный газы - аргон газообразный высокой чистоты; рекомендуемые диаметры проволок от 1,5 до 2,0 мм; энергосиловые режимы распыления (из расчета на один плазмотрон) составляют: для проволок диаметром 1,5 мм: $I - 200 \text{ А}$, $V_{\text{Г}} - 50 \text{ л/мин}$, $V_{\text{пров}} 3,5 \text{ м/мин}$; для проволок диаметром 2,0 мм – $I - 230 \text{ А}$, $V_{\text{Г}} - 50 \text{ л/мин}$, $V_{\text{пров}} 3,0 \text{ м/мин}$. Скорость подачи защитного газа в систему «кипящего слоя» 1л/мин на одну форсунку.

5.3 Распыление сплавов системы кобальт-хром

Сплавы системы Со-Сг нашли и широкое применение в различных областях человеческой жизнедеятельности – от медицины, где успешно используются в зубопротезной технике, до производства высокотемпературного оборудования энергетических и специальных систем до бытовой техники, в частности, при изготовлении столовых приборов. К числу основных достоинств этой системы сплавов относится высокая, превышающая уровень сплавов железа и никеля, жаропрочность и коррозионная стойкость. Основу легированных Со-Сг сплавов, согласно ГОСТ Р ИСО 5832-7-2009 составляет кобальт на уровне 65-67 %, хром до 30 % и молибден до 5,5 %. Наряду с определенными достоинствами, эти сплавы до сих пор

не нашли широкого применения в специальной технике из-за крайне низкой технологичности, поэтому в последние годы все большее внимание уделяют процессам аддитивного формирования деталей и готовых изделий из Co-Cr сплавов. Известен ряд работ, указывающих на возможность использования послойного и прямого лазерного сплавления при изготовлении сложных технических систем из этой легированных Co-Cr сплавов, которые позволяют изготавливать детали любой геометрической сложности на основе 3D-модели. При этом, рядом исследований [20, 71, 109] было показано, что изделия, полученные путем лазерного сплавления из порошков жаропрочных Co-Cr сплавов, не уступают, а иногда и превосходят по механическим свойствам аналогичные, изготавливаемые по традиционным технологиям, что объясняется более равномерным распределением и меньшей дисперсностью частиц упрочняющих фаз в материалах, полученных 3D-печати [149, 164].

Наиболее широкое применение в 3D-печати получили импортные порошки – CobaltChrome MP1 или Remanium star CL; однако, в настоящее время, существуют определенные трудности с получением этих материалов. В последнее время рядом отечественных компаний начато производство Co-Cr-Mo сплавов, в основном это сплав KX28M6 (66 % кобальта, 28 % хрома и 6 % молибдена) [2]. Этот сплав применяется для изготовления ортопедических имплантатов, хирургического инструмента, коронок, съемных протезов.

Подбор режима распыления проволок Co-Cr-Mo сплава был осуществлен в одноплазмотронном режиме распыления [57]. Учитывая высокую температуру плавления основных элементов проволок и ранее проведенные исследования для распыления был выбран следующий диапазон энергосиловых параметров работы атомайзера: сила тока в диапазоне I - 180 – 270 А, скорость плазмообразующего газа $V_{г}$ - 35 – 60 л/мин, скорость подачи проволоки $V_{пров}$ - 1,5 – 4.0 м/мин. Анализ результатов исследований, учитывающий экономические и технологические условия получения годных фракций в массе распыленного порошка показал, что наилучшие результаты выхода годного обеспечивается при режимах, $I = 250-270$ А, $V_{г} = 55$ л/мин, $V_{пров}$ диаметром 1,6 мм составляет 2,5 м/мин. Было определено,

что основная часть распыленных, по указанным энергосиловым параметрам, частиц относится к группе «сферические» - рисунок 5.6. Большая часть (от 5 до 7 %) частиц не попавших в эту группу может быть классифицирована как «округлые» (L_{max}/L_{min} от 1,2 до 2,0) и «угловатые» - от 1 до 3 % (L_{max}/L_{min} от 2 до 5) – ГОСТ 25849–83. Исследования качества порошковых частиц на предмет выявления их дефектности было проведено в соответствии с классификацией ГОСТ 58418–2019. В ходе анализа было установлено, что суммарное число частиц с дефектами определяемыми ГОСТ 58418–2019 (кроме отклонений от сферической формы (п.3.2.1. околосферические частицы и п.3.2.5 – угловатые частицы) после распыления по ранее определенным режимам не превышает 1,0–1,5 %.

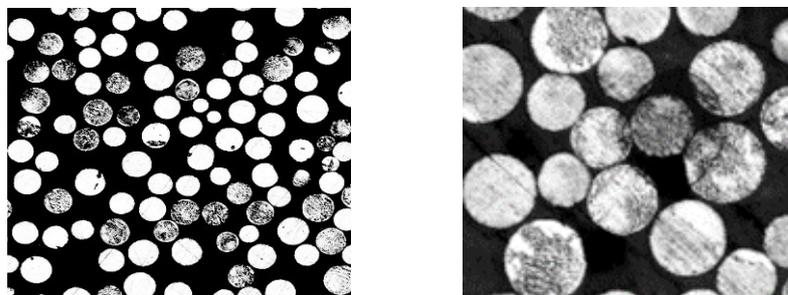


Рисунок 5.6 - Шлифы порошковых частиц сплавов Со-Сг, распылённые по режиму $I = 250$ А; $V_g = 55$ л/мин; $V_{пров} = 2,5$ м/мин; слева $\times 100$; справа $\times 500$

Однако, главным условием, подтверждающим возможность применения легированных сплавов системы Со-Сг для использования в стоматологических и протезах и другом медицинском оборудовании являются их механические свойства и коррозионная стойкость. С этой целью были проведены испытания, изготовленных методом селективного сплавления плоских образцов 1 типа по ГОСТ 1497–84. По результатам испытаний пяти образцов были получены следующие значения (не менее) – временное сопротивление 670 МПа, предел текучести – 440 МПа, относительное удлинение 9 %. Испытания на коррозионную стойкость ГОСТ 9.908–85 и ГОСТ 6032–2017 [32, 33], подтвердили, что коррозионная стойкость материала, полученного методом селективного сплавления, не отличается от соответствующих свойств материалов, полученных традиционными технологиями.

5.4 Особенности распыления сплавов меди

Оценка возможности распыления сплавов металлов 1 группы (см.гл.1) с относительно низкой температурой плавления интересен тем обстоятельством, что эти металлы обладают иным механизмом формирования расплавленного слоя на поверхности проволоки под действием потока плазмы [76, 86, 168, 169, 175]. Если у сплавов железа, никеля, кобальта или титана – металлов 2 группы - расплавленная капля формируется при температурах близких к температуре плавления и сдувается с поверхности проволоки струей плазмы, то у металлов 1 группы поверхность в струе плазмы «закипает» - на поверхности проволок формируется слой в виде пены, состоящий из пузырьков с размерами от долей миллиметра до миллиметра [6]. Причем размеры зоны кипения и диаметры пузырьков возрастают с увеличением энергосиловых параметров распыления. Учитывая этот факт, было необходимо определить необходимый и достаточный уровень энергии распыления, тем самым предотвратив испарение и возгонку паров медных сплавов, так как при этом начинается образование пирофорных и взрывоопасных наночастиц распыленного материала, оседающих на стенки колонны распыления. Также необходимо было учесть высокую жидкотекучесть расплава и более продолжительное время пребывания капли в жидком состоянии. То есть при распылении медных сплавов необходимо, с одной стороны, жестко ограничивать энергию плазменной дуги и скорость подачи плазмообразующего газа, с другой увеличивать интенсивность дополнительного охлаждения частиц системой противотока.

Исследования возможности использования плазменного атомайзера для получения порошков сплавов меди были проведены на проволоке диаметром 1,2 мм сплава БрАЖ9-4 ($\text{CuAl}_{19}\text{Fe}_3$) [148]. Температура плавления – 1040 °С, плотность 7,5 г/см³. В качестве критериев оценки результатов распыления были выбраны два показателя – коэффициент сферичности порошка и выход годного (таблицы 5.9 и 5.10). Исследования были проведены при одноплазмотронной схеме распыления. Скорость подачи проволоки во всех экспериментах была постоянна и равна 3,5 м/мин. Распыление проводилось в условиях атмосферы аргона высокой чистоты.

Таблица 5.9 - Коэффициент сферичности порошка сплава БрАЖ9-4 (%)

| V _г л/мин | Сила тока I, А | | | | | | | | |
|-------------------------|--|-----|-----|-----|-----------|-----------|-----|-----|-----|
| | 70 | | | 80 | | | 90 | | |
| | Объем подачи защитного газа, л/мин на 1 форсунку | | | | | | | | |
| | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 1,0 | 1,5 | 2,0 |
| 30 | 69 | 71 | 77 | 81 | 84 | 85 | 80 | 84 | 86 |
| 35 | 81 | 84 | 85 | 84 | 92 | 92 | 87 | 93 | 92 |
| 40 | 67 | 73 | 81 | 74 | 78 | 80 | 72 | 77 | 78 |
| 45 | 27 | 41 | 43 | 32 | 37 | 36 | 33 | 45 | 45 |

Анализ данных, приведенных в таблиц 5.10 и 5.11 подтвердил принципиальную возможность распыления в атомайзере медных сплавов при условии строгого ограничения энергосиловых параметров распыления. Оптимальным режимом в проведенной серии опытов: сила тока 80 А, скорость плазмообразующего газа = 35 л/мин, скорость защитного газа 1,5–2,0 л/мин на одну форсунку. При этом режиме коэффициент сферичности порошка достигает 92 % (рисунок 5.7.а), а процент выхода годного составил ~ 50 %.

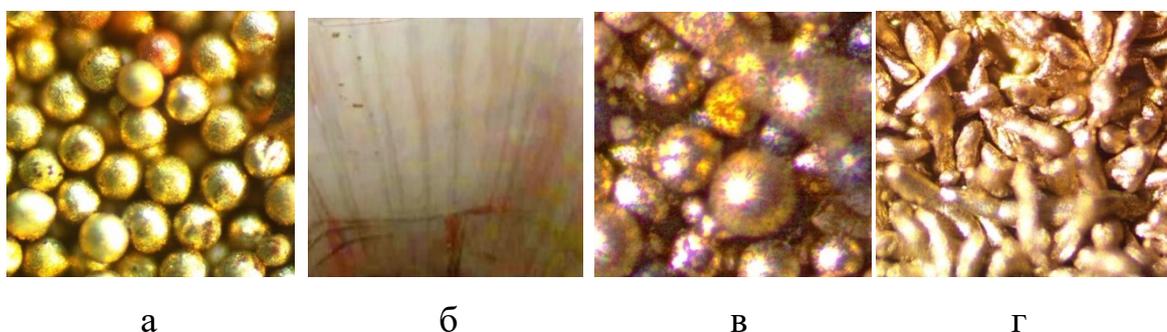


Рисунок 5.7 - Порошок бронзы БрАЖ9-4; (а) – выбранный режим: I = 80 А, V_г = 35 л/мин, (б) – оседание частиц фракций ≤20 мкм на стенках колонны (режим I = 90 А, V_г = 40 л/мин); постепенное изменение формы частиц от сферической (а) до вытянутой – (в) - режим I = 80 А, V_г = 40 л/мин; (г) - I = 80 А, V_г = 45 л/мин

Увеличения силы тока газа снижает процент выхода годного, что связано с интенсивным испарением проволоки и оседанием частиц фракций ≤20 мкм на стенках камеры (рисунок 5.7.б) и в системе отвода газа, а увеличение скорости подачи

плазмообразующего газа изменяет форму частиц от сферической к вытянутой тем значительнее, чем выше скорость – рисунок 5.7.г,д.

Таблица 5.10 - Выход годного бронзового порошка (%)

| V _г л/мин | Сила тока I, А | | | | | | | | |
|-------------------------|--|------|------|------|-------------|-------------|------|------|------|
| | 70 | | | 80 | | | 90 | | |
| | Объем подачи защитного газа, л/мин на 1 форсунку | | | | | | | | |
| | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 1,0 | 1,5 | 2,0 |
| 30 | 41,3 | 38,9 | 39,1 | 38,1 | 39,2 | 40,0 | 37,8 | 38,0 | 38,2 |
| 35 | 38,9 | 39,4 | 39,1 | 37,3 | 53,2 | 52,7 | 46,8 | 40,3 | 40,3 |
| 40 | 41,5 | 48,3 | 49,6 | 36,1 | 49,7 | 50,0 | 50,2 | 41,2 | 42,5 |
| 45 | 45,1 | 46,2 | 45,5 | 46,2 | 46,0 | 46,0 | 42,1 | 34,1 | 35,0 |

Возможность распространения разработанного режима на другие сплавы меди была проверена путем опытных распылений сплава БрОФ8-0.3 ГОСТ 5017–2006. В результате проведения трех серий опытов были получены следующие результаты: выход товарных фракций > 51–53 % от массы распыляемой проволоки, сферичность не менее 93 %.

5.5 Промышленное освоение технологии плазменного распыления

С 2020 г. разработанные технологии распыления и плазменный атомайзер успешно используются на АО «ОЗ «Микрон» г. Великие Луки Псковской области. На предприятии был смонтирован и эксплуатируется, выполненный по трехплазмотронной схеме, атомайзер (рисунок 5.8). Следует учесть, что промышленное производство порошков требует не только освоения оборудования распыления порошков, но и значительной подготовки производства, в целом. Необходимо обустроить систему подачи плазмообразующего газа, оборудовать выделенные помещения системами газо- и огнезащиты и т.п.



Рисунок 5.8 - Общий вид атомайзера (а, б) и компоновка плазмотронов и подающих устройств на верхней крышке колонны распыления (в)

Также требуется создать современную инфраструктуру, обеспечивающую возможность отсева, упаковки и хранения порошков без их контакта с окружающей средой. В настоящее время на предприятии промышленно выпускаются порошки нержавеющей стали марки (рисунок 5.9). В момент изготовления первых опытных партий порошки Cr-Ni сталей были исследованы в НИЦ «Курчатовский институт»-ЦНИИ КМ «Прометей», где было подтверждено, что он соответствует требованиям, предъявляемым к порошкам для аддитивных машин, обеспечивая необходимый гранулометрический состав, сферичность, текучесть и насыпную плотность. Согласно «Аналитической справке о выполнении работ по проведению анализа качества металлического порошка стали 12X18H12T изготовленного на АО «Опытный завод «Микрон», подписанной Заместителем генерального директора НИЦ «Курчатовский институт» -ЦНИИ КМ «Прометей» д.т.н, Ильиным А.В., переданной в адрес СПбПУ письмом АО «ОЗ «Микрон» №703/02/02 от 24.03.2020 г. за подписью Генерального директора АО «ОЗ «Микрон» Соколова Д.И. было подтверждено, что данный порошок может использоваться в аддитивных технологиях, после устранения повышенного содержания в нем азота и кислорода, что было связано с недостаточно качественной упаковкой продукции. Данный недостаток был своевременно устранён и, в настоящее время, порошковая продукция АО «ОЗ «Микрон» широко применяется на отечественных предприятиях (рисунок 5.9).



Рисунок 5.8 - Порошок нержавеющей стали, полученный на АО «ОЗ «Микрон»

5.6 Выводы по Главе 5

Результатами проведенных исследований была доказана принципиальная возможность получения порошков ряда, наиболее часто использующихся в аддитивном выращивании деталей изделий, цветных металлов, отличающихся друг от друга различными механизмами формирования капли расплава в зоне воздействия плазменной дуги, что подтверждает универсальность разработанной установки плазменной атомизации металлических порошков и указывает на возможность применения ее в качестве устройства для изготовления порошков различных металлов и сплавов в опытных производствах компаний, специализирующихся на создании новых технологий, механизмов и агрегатов различного назначения и в компаниях, специализирующихся на промышленном производстве порошковой продукции. На основании полученных данных были сделаны следующие выводы:

1. Показана принципиальная возможность использования плазменного атомайзера для получения металлических порошков различных химических составов материалов с различными механизмами формирования капли на поверхности распыляемого материала в потоке плазмы.

2. Определены базовые энергосиловые параметры распыления проволок сплавов титана, никеля, кобальта и меди, обеспечивающие максимальную рентабельность получения товарных порошков сплавов, показано, что максимальные

диаметры проволок пригодные для распыления в плазменном атоизаторе, составляют для сплавов титана 1,8 мм, для сплавов типа Инконель – 2,0 мм. Определение оптимальных диаметров проволок сплавов кобальта и меди требует дополнительной проработки.

3. Установлено, что одним из факторов, определяющих качество получаемой порошковой продукции, является подготовка поверхности распыляемых проволок. Наличие на поверхности проволок окислов, масляных загрязнений и других дефектов приводит к снижению качества порошкового продукта, и может являться одной из причин образования частиц с внутренней пористостью.

4. Подтверждена возможность промышленного освоения метода плазменной атомизации на предприятиях РФ.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Диссертация представляет собой новые научные решения по разработке технологии и оборудования, определению технологических параметров процесса распыления в атомайзере для получения качественных металлических порошков на основе сплавов Fe, Ni, Ni, Co и Cu для 3D-печати с выходом годного на уровне до 60 %, что имеет существенное значение для развития различных отраслей промышленности страны.

На основании проведенных исследований установлено:

1. Разработана и научно обоснована принципиальная схема плазменного атомайзера, определены энергосиловые режимы распыления проволок металлов и сплавов; получены металлические порошки сплавов Fe, Ti, Ni, Co, Cu с заданными показателями сферичности, гранулометрического и химического составов частиц. Разработан и реализован проект промышленного атомайзера. На разработанное устройство получен патент РФ №204335.

2. Проведен анализ влияния энергосиловых параметров распыления, составов распыляемых проволок и качества плазмообразующего газа на форму, химический и гранулометрический состав порошков. Полученные данные позволили рассчитать основные элементы полноразмерного макета и промышленного атомайзера.

3. Выполнено проектирование и изготовлен макет полноразмерного плазменного атомайзера. Разработана технология и определены основные технологические и энергосиловые параметры распыления Cr-Ni сталей для получения выхода товарных фракций (40–140 мкм) на уровне 60 %, со сферичностью частиц >95% и минимальным количеством внешних и внутренних дефектов, обладают идентичным с исходными проволоками составом.

4. Показано, что механические свойства образцов, изготовленных из распыленных порошков Cr-Ni сталей методами аддитивного производства полностью соответствуют требованиям нормативно-технической документации к данным маркам сталей, что доказывает возможность использования распыленных порошков в качестве материалов 3D-печати при изготовлении деталей и изделий ответственного назначения.

5. Выявлено, что автоматический перенос результатов лабораторных разработок атомизации на промышленное производство невозможен, так как увеличение времени распыления более 60 минут приводит к снижению годного и увеличению среднего размера распыленных частиц (d_{50}). Причиной снижения объема выхода годного является образование внутри колонны распыления замкнутых газовых вихрей, приводящих к образованию отложений частиц порошков на стенках колонны.

6. Выполнено математическое моделирование процесса распыления фидстоков в производственных условиях. Построена цифровая модель процесса распыления в промышленном атомайзере. Определены технологические параметры процесса распыления, обеспечивающие стабильность выхода товарных фракций порошка Cr-Ni сталей в ходе длительного распыления.

7. Определены параметры эксплуатации промышленного атомайзера, необходимые для получения качественных порошков сплавов Fe, Ti, Ni, Co, Cu в струе плазмы. Установлены базовые энергосиловые параметры распыления проволок, обеспечивающие рентабельность получения товарных партий порошков для аддитивного производства.

Дальнейшее развитие темы диссертации предполагает проведение исследований для получения порошковых материалов на основе тугоплавких металлов.

Результаты диссертационного исследования рекомендуются к применению при получении порошковых материалов на основе с заданными показателями свойств для аддитивных машин различных типов, в производственной деятельности предприятий авиационной промышленности, судостроении, энергетическом машиностроении.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Адельберг, М. Средний размер капель, образующихся при распаде струи жидкости, впрыскиваемой в высокоскоростной газовый поток // Ракет. техника и космонавтика. 1968. Т. 6, № 6. С. 187–193.
2. Алишин, М.И., Князев, А.Е. Производство металлопорошковых композиций высокой чистоты титановых сплавов методом индукционной газовой атомизации для аддитивных технологий./Электронный научный журнал «Труды ВИАМ», 2017, №11.
3. Анкудинов, А.В., Воронин, А.В., Гусев, В.К., Герасименко, Я.А. Демина, Е.В., Прусакова, М.Д. Судьенков, Ю.В. Воздействие плазменной струи на разные виды вольфрама./ ЖТФ, 2014, т.84, вып.3. с.36 -43.
4. Анциферов, В.Н., Бобров, Г.В., Друживин, Л.К. Порошковая металлургия и напыленные покрытия/М.: Металлургия, 1987. - 792 с.
5. Аньшаков, А.С. Электротехнологические установки для плазменно-термической обработки материалов [Текст] : учебное пособие / А.С. Аньшаков, Г.Г. Волокитин, О.Г. Волокитин, Н.К. Скрипникова. – Томск : Изд-во Том. гос. архит.-строит. ун-та, 2014. 126 с.
6. Артеменко, Н.И. Исследование режимов работы серийного плазмотрона МЕТСО F₄ с использованием плазмообразующих газов аргона и азота. /Электронный научный журнал «Труды ВИАМ», 2018, №5.
7. Балашов, А.В., Иванов, Д.В., Максименко, Т.А., Дресвин, С.В. Расчет движения и нагрева частиц кремния в аргоно-водородной плазме / XXX Неделя науки СПбГТУ. 4.И: Материалы межвузовской научной конференции. СПб.: Изд-во СПбГТУ, 2002. - С. 52-54.
8. Баум, Б.А. Фундаментальные исследования физико-химии металлических расплавов. / Б.А. Баум, Г.В. Тягунов, Е.Е. Барышев, В.С. Цепелев; под ред.Б.А. Баума. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2002. – 469 с.
9. Башенко, В.В., Соснин Н.А. Электросварочное оборудование. Плазменная и электронно-лучевая обработка. Учебное пособие. Л.ЛПИ, 1989, 88 с.

10. Белинин Д. С., Кучев П. С., Шицын Ю. Д., Струков Н.Н. Устройство для получения металлического порошка: пат. 1 704 925 РФ, № 4770356, заявл. 19.12.1989, опубл. 15.01.1992.
11. Берсенева, А.Г., Логунов, А.В., Логачева, А.И. Проблемы повышения качества жаропрочных сплавов, получаемых методом металлургии гранул./ Вестник МАИ, 2008, т.15, №3, с.83-89.
12. Богатырева, Е.В. Развитие теории и практики эффективного применения механоактивации в технологии гидрометаллургического вскрытия кислородосодержащего редкоземельного сырья. Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук М.,МИСиС, 2015 354 с.
13. Борисов, Ю.С., Зацерковный, А.С., Кривцун, И.В. Конвективно-кондуктивный и радиационный теплообмен потока плазмы с частицами дисперсного материала в условиях плазменного напыления // Автоматическая сварка. 2005. - №6. - С. 7-11.
14. Боровской, А.М. Свойства электрических дуг, горящих в цилиндрических каналах плазмотронов. Успехи прикладной физики, 2013, том 1, №4, с. 450-454.
15. Бродский, В. З. , Бродский, Л. И., Голикова, Т. И. и др. Таблица планов эксперимента для факторных и полиномиальных моделей. – М.: Металлургия, 1982. – 752 с.
16. Воронов, А.Ю. Система автоматической стабилизации плазменной струи на малых токах. Дисс. На соиск.уч.ст. к.т.н. Комсомольск-на-Амуре, 2013, 124 с.
17. Гальцев, О.В. Неустойчивость Релея-Тейлора в задаче Маскета со свободной границей. /Научные ведомости. Математика. Физика. 2012., №5(124), вып.26, с.70-86.
18. Гашков, М. А., Зубарев, Н. М., Зубарева, О. В., Месяц, Г. А., Уйманов, И. В. Модель расплескивания жидкого металла в катодном пятне вакуумного дугового разряда./ЖЭТФ, 2016, том 149, вып. 4, стр. 896–908.

19. Гиршов, В.Л., Котов, С.А., Цеменко, В.Н. Современные технологии в порошковой металлургии: учебное пособие./СПбю, Изд-во Политехн. Ун-та, 2010, 385 с.
20. Горбовец, М. А., Голынец, С. А., Сухов, Д. И., Монин, С. А. Исследование характеристик прочности синтезированного сплава системы Co-Cr-Ni-W-Ta./ Научно-технический журнал "ТРУДЫ ВИАМ" 2022, №2, с. 111-121.
21. ГОСТ 12344-88. Стали легированные и высоколегированные. Методы определения углерода./ М. Тип. «Московский печатник», 1988,.8 с.
22. ГОСТ 12345-88. Стали легированные и высоколегированные. Методы определения серы./ М. Тип. «Московский печатник», 1988,.17 с.
23. ГОСТ 14086-68 Порошки распыленные из нержавеющей хромоникелевых сталей и никеля./М., Издательство стандартов.1973, 5 с.
24. ГОСТ 1497-84. Металлы. Методы испытаний на растяжение./М., Тип. «Московский печатник», 2008, 22 с.
25. ГОСТ 17745-90. Стали и сплавы. Методы определения газов./ М. Тип. «Московский печатник», 1990,.11 с.
26. ГОСТ 1778-70 (ИСО 4967-79) Сталь. Металлографические методы определения неметаллических включений (с Изменениями N 1, 2). /М. ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 2011, 25 с.
27. ГОСТ 18175-78 Бронзы безоловянные, обрабатываемые давлением. Марки (с Изменениями N 1, 2). ГКО СССР по управлению качеством продукции и стандартам. М., 1991, 12 с.
28. ГОСТ 19440-94 «Порошки металлические. Определение насыпной плотности». /Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 1996. – 12 с.
29. ГОСТ 20899-98. Порошки металлические. Метод определения текучести с помощью калиброванной воронки (Прибор Холла)./ М. Тип. «Московский печатник», 2001, 5 с.
30. ГОСТ 23148-98. Порошки, применяемые в порошковой металлургии. Отбор проб./

31. ГОСТ 5632-2014 Стали высоколегированные и сплавы коррозионно-стойкие, жаростойкие и жаропрочные. Марки (с Изменениями N 1, 2, 3, 4, 5) М., ИПК Издательство стандартов. 60 с.
32. ГОСТ 6032–2017 «Стали и сплавы коррозионно-стойкие. Методы испытаний на стойкость против межкристаллитной коррозии». М., Стандартиформ, 2017, 36 с.
33. ГОСТ 9.908–85 «Методы определения показателей коррозии и коррозионной стойкости». М.: ИПК Издательство стандартов, 1999, 34 с.
34. ГОСТ 9454-2018.Metalloпродукция из сталей нержавеющей и сплавов на железоникелевой основе коррозионностойких, жаростойких и жаропрочных. Технические условия./ М. ФГУП «СТАНДАРТИНФОПРМ», 2019, 31 с.
35. ГОСТ 9454-78. Металлы. Метод испытаний на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах./ М., Тип. «Московский печатник», 2002, 9 с.
36. ГОСТ Р ИСО 5832-4-2011 Имплантаты для хирургии. Металлические материалы. Часть 4. Сплав кобальт-хром-молибденовый литейный. М., Стандартиформ, 2012, 5 с.
37. Григорьев, А.В., Разумов, Н.Г., Попович, А.А., Самохин, А.В. Плазменная сфероидизация порошков на основе сплавов Nb-Si, полученных механическим легированием./ Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. Том 23, №1, 2017. С. 247-254.
38. Гришин, Ю.М., Мяо, Л. Численное моделирование плазмодинамических процессов в технологическом ВЧИ-плазмотроне с газовым охлаждением./ Наука и Образование. МГТУ им.Н.Э.Баумана. Электрон.журн.,2016№05, с.104-121.
39. Грязнов, М.Ю., Шотин, С.В., Чувильдеев, В.Н. Физико-механические свойства и структура сплава INCONEL 718, полученного по технологии послойного лазерного сплавления./ Физика твердого тела. Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского, 2014, №4(1) с.46-51.

40. Демьянцева, Е.А., Шваб, Е.А., Реховская, Е.О. Механизм образования и негативное влияние выбросов, содержащих оксиды азота./ Молодой ученый, 2017, №2(136). С.231-234.
41. Джуган, О.А., Овчинников, О.В., Ольшанецкий, В.Ю. Аддитивні технології і можливості їх застосування в сучасних умовах. /Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні.- 2014, №2, с.96-101.
42. Дзюба, В.Л., Даутов, Г.Ю., Абдуллин, И.Ш. Электродуговые и высокочастотные плазмотроны в химикометаллургических процессах. Киев, Вища школа, 1991, 170с.
43. Дитякин, Ю. Ф., Клячко, Л. А., Новиков, Б. В. и др. Распыливание жидкостей. М.: Машиностроение, 1977. 207 с.
44. Дрейнер, Н., Смит, Г. Прикладной регрессионный анализ. – М.: Статистика, 1973. – 384 с.
45. Дресвин, С.В, Нгуен, Куок Ши, Иванов, Д.В. Основы математического моделирования плазмотронов. Часть 3. Уравнения движения плазмы. Методика расчета скорости плазмы в плазмотроне. СПб: Изд-во Политехнического университета, 2006, 132 с.
46. Дресвин, С.В., Донской, А.В., Гольдфарб, В.М., Клубникин ВС. Физика и техника низкотемпературной плазмы. Под ред. М.: Атомиздат, 1972, 352 с.
47. Дресвин, С.В., Зверев, С.Г. Плазмотроны: конструкции, параметры, технологии. СПб: Издательство Политехнического университета, 2007, 208 с.
48. Дресвин, С.В., Иванов, Д.В. Основы математического моделирования плазмотронов. Часть 1. Уравнение баланса энергии. Метод контрольного объема. Расчет температуры плазмы. СПб: Изд-во Политехнического университета, 2004, 227 с.
49. Евстигнеев, Н.М., Магницкий, Н.А. О развитии неустойчивости Кельвина-Гельмгольца на начальной стадии ламинарно-турбулентного перехода в вязком газе./Труды ИСА РАН, 2014, т.64,№3, с.41-52.
50. Еланский, Г.Н., Кудрин, В.А. Свойства и строение расплавов на основе железа./ Вестник ЮУрГУ, серия «Металлургия», 2015, т.15, №3, с.11-19.

51. Ермаков, С.С., Ермаков, Б.С., Сулейменов, Э.А., Протопопов А.В., Абдалиев М.А. Порошковые материалы. / Алма-Ата, Гылым, 1991, 344 с.
52. **Ермаков, С. Б.**, Гюлиханданов, Е.Л. Получение порошков для аддитивных машин методом плазменного распыления. /Научно-технические технологии в машиностроении. №6 (120), 2021, с. 29-41.
53. **Ермаков, С. Б.** Регулирование формы и размеров частиц порошков при плазменном распылении. / Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2021;(1): с.7-15.
54. Ермаков, Б. С., **Ермаков, С. Б.**, Одноблюдов, М.А., Теплухин, В.Г. Разработка оборудования получения металлических материалов для аддитивного производства. В сборнике: Хладостойкость. Новые технологии для техники и конструкций Севера и Арктики. 2016, С. 22-29.
55. Ермаков, Б. С., **Ермаков, С. Б.**, Павленко, А., Вологжанина, С.А. Регулирование размеров порошковых частиц при плазменном распылении. IX Международная научно-техническая конференция «Низкотемпературные и пищевые технологии в XXI веке» (Санкт-Петербург, 13–15 ноября 2019 г.). Т. I: Материалы конференции. – СПб.: Университет ИТМО, 2019., С.108-112.
56. **Ермаков, С. Б.**, Вологжанина, С.А., Ермаков, Б. С., Слепцов, О. И. Структура и низкотемпературные свойства изделий криогенного назначения, полученных методами 3D-печати / Сборник научных трудов «Нанозифика и наноматериалы» СПб, РИЦ Санкт-Петербургского горного университета, 2021, С.82-87.
57. **Ермаков, С. Б.**, Вологжанина, С.А., Ермаков, Б. С., Хузнахметов, Р.М., Седова, А.М. К возможности получения порошков легированных сплавов системы Со-Сг в системы Со-Сг для 3D-принтеров методами плазменной атомизации / Сборник научных трудов «Нанозифика и наноматериалы» СПб, РИЦ Санкт-Петербургского горного университета императрицы Екатерины II, 2023, С.90-95.
58. Ершов, А.В., Зеленина, Е.А. Конвективный и лучистый теплообмен при плавлении проволоки в струе дуговой плазмы./ Электротехника та электроэнергетика. 2014,№1, с.38-43.

59. Жуков, М.Ф., Засыпкин, И.М., Тимошевский, А.Н. Электродуговые генераторы термической плазмы. Низкотемпературная плазма. Т.17. – Новосибирск, Наука, СП РАН, 1999 – 712 с
60. Жуков, М.Ф., Урюков, Б.А., Энгельшт, В.С., Теория термической электродуговой плазмы. Ч.1. Методы математического исследования плазмы./ Новосибирск, Наука, 1987, 285 с.
61. Заякина, С.А., Аношин, Г.П. Дуговой двухструйный плазмотрон в аналитической спектроскопии. Изд. LAP (Lambert Academic Publishing) 2013, 268 с.
62. Зверев, С.Г. Разработка и исследование высокочастотной плазменной установки для обработки тугоплавких дисперсных материалов: Дисс. На соиск.уч. ст. канд. тех. наук / СПбГПУ. СПб., 2002. 239 с.
63. Зленко, М.А., Попович, А.А., Мутылина, И.Н. Аддитивные технологии в машиностроении./СПб. Издательство политехнического университета, 2013, 221 с.
64. Ильин, А.П., Назаренко, О.Б., Тихонов, Д.В. Установка для получения порошков металлов, сплавов и химических соединений электрическим взрывом проволоки: пат. 2 149 735 , РФ, № 2003132511/02, заявл. 05.11.2003, опубл. 10.03.2005
65. Иссерлин, А.С. Основы сжигания газового топлива. Л.: Химия, 1987, 336 с.
66. Каблов, Е. Н., Трусов, С. Б., Тартанов, В. С., Мин, М. Г., Киселев, Г. С., Лосев, И. А. Способ получения мелкодисперсных металлических порошков из сплавов на основе тугоплавких металлов; пат. 2 680 322 РФ, №2018110150; заявл. 22.03.2018; опубл. 19.02.2019.
67. Каблов, Е.Н. Аддитивные технологии – доминанта национальной технологической инициативы./Интеллект и технологии. 2015, №2(11) с.52-55.
68. Каблов, Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

69. Каблов, Е.Н. Материалы и технологии ВИАМ в конструкциях перспективных двигателей разработки ОАО «Авиадвигатель» // ИБ «Пермские авиационные двигатели». 2014. №31. С. 43–47.
70. Каблов, Е.Н. Создание современных жаропрочных материалов и технологий их производства для авиационного двигателестроения / Е.Н. Каблов, Б.С. Ломберг, О.Г. Оспенникова // Крылья Родины. – 2012. – № 3-4. С. 34–38.
71. Казанцева, Н.В., Ежов, И.В., Давыдов, Д.И., Меркушев, А.Г. Анализ структуры и механических свойств сплава Co–Cr–Mo, полученного методом 3D-печати // Физика металлов и металловедение. 2019. Т. 120. № 12. С. 1271–1278.
72. Калганова, И.В., Клубникин, В.С. Исследование теплоотдачи при обтекании сферы потоком ионизированного аргона // Теплофизика высоких температур. 1976. - Т.14, №2. - С. 408-410.
73. Карп, И.Н., Рудой, А.П. Влияние скорости подачи стальной проволоки на диспергирование металла воздушной струей // Автоматическая сварка. 1991. - № 10. - С. 36-38.
74. Кашапов, Р.Н., Кашапов, Н.Ф., Кашапов, Л.Н. Анализ и разработка методов получения металлических порошков для селективного лазерного сплавления. //Изв. ВУЗов. Поволжский регион. Технические науки.,2017, №4 (44), с.102-111.
75. Клименко, Г. К., Ляпин, А. А. Конструкции электродуговых плазмотронов. М., Изд-во МГТУ им.Баумана, 2010, 56 с.
76. Климов, Н.С. Макроскопическая эрозия материалов при их облучении интенсивными потоками плазмы. Автореферат дисс. на соиск.уч.ст.к.т.н./ Троицк, ФГУП «Государственный научный центр Российской Федерации Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований», 2011, 23 с.
77. Ковалёв, Г. Д. Способ получения металлического порошка методом центробежного распыления, устройство для осуществления способа. пат 2 645 169 РФ, № 2016123688,заявл. 15.06..2016, опубл. 16.02.2018
78. Ковалев, О.Б., Оришич, А.М., Петров, А.П., Фомин, В.М., Юдин, П.В., Малов, А.Н., Ермолаев, Г.В. Моделирование фронта плавления и разрушения

пленки расплава при газолазерной резке металла./ Прикладная механика и техническая физика, 2004, т.45, №1, с.162-172.

79. Консалтинговая группа «Техарт». Отчет «3D-печать в нефтегазовой отрасли: стимулы и ограничения»
https://techart.ru/download/insights/0008/4058/add_files/additive-manufacturing-in-oil-gas-industry-report-techart-1600947997.pdf

80. Коротеев, А.С., Миронов, В.М., Свирчук, Ю.С. Плазмотроны. Конструкции, характеристики, расчет. Машиностроение. Москва. 1993, 296 с.

81. Корсунов, К.А. Расчет параметров электродуговой плазмы в канале плазмотрона /Успехи прикладной физики, 2013, т.1, № 6, с.724-732.

82. Крампит, Н.Ю. Способы управления плавлением и переносом электродного металла./Сварочное производство. 2009, №3, с.31-36.

83. Кривцун, И.В., Демченко, В.Ф., Крикент, И.В. Модель процессов тепло-, массо- и электропереноса в анодной области и столбе сварочной дуги с тугоплавким катодом // Автоматическая сварка. 2010. - №6. - С. 3-11.

84. Кулик, П.П. Упругие взаимодействия и явления переноса./Очерки физики и химии низкотемпературной плазмы. М., Наука, 1971, с.5-56.

85. Лагуткин, С.В. Разработка технологии и оборудования для производства металлических порошков центробежно-газодинамическим распылением расплава. Дисс. на соиск.уч.ст.к.т.н./Новоуральск, НГТИ, 2003 169 с.

86. Ландау, Л. Д., Лифшиц, Е. М. Теоретическая физика: Учеб. пособ.: Для вузов. В 10 т. Т. VI. Гидродинамика. М.: Физматлит. 2001. С. 567-569.

87. Ленивкин, В.А., Петров, П.И., Дюргеров, Н.Г. Определение скоростного напора плазмы сварочной дуги // Сварочное производство. 1984. — №7. - С. 3-4.

88. Логунов, А.В. Современные жаропрочные никелевые сплавы для дисков газовых турбин (материалы и технологии) / А.В. Логунов, Ю.Н. Шмотин - М.: Наука и технологии, 2013. - 264 с.

89. Лыков, П.А., Байтимеров, Р.М., Сафонов, Е.В., Шульц, А.О. Моделирование процесса распыления расплава в газовой струе./Вестник ЮУрГУ. Серия «Машиностроение». 2013, т.13.№2, с.148-153.
90. Лыков, П.А., Рошин, В.Е., Воробьев, Е.И. Влияние технологических параметров распыления металлических расплавов на гранулометрический состав порошка и форму частиц порошка./ Известия ВУЗов, Серия «Черная металлургия», 2012, №6, с.21-23.
91. Лыков, П.А., Сафонов, Е.В., Бромер, К.А., Шульц, А.О. Получение металлических микропорошков газодинамическим распылением./Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия «Машиностроение», 2012, выпуск 33, с.107-112.
92. Минькова, А.А., Олонцев, В.Ф. Методы получения порошков для аддитивных технологий./ Успехи современной науки. 2017, т.4,№2, 38-40.
93. Мордынский, В.Б., Гусев, В.М., Тюфтяев, А.С., Буклаков, А.Г., Саргсян М.А. Диспергирование капли при электродуговой металлизации./ Физика химия обработки материалоа., 2016, №6, с.74-81.
94. Муравьева, Е.Л. О закономерностях азотирования при диспергировании жидких сплавов / Е.Л. Муравьева, С.А. Ревун, Е.Е. Барышев, И.В. Звездкина // Металлы. 1993. - №4. - С. 85-89.
95. Нанба, Йошио; Маекава, Синдзи. Производство композиционного порошка металлокерамики: пат. 62270706 JP; Дата публикации 198711-25; Номер заявки: JP19860115864 19860519; Приоритет № JP19860115864 19860519.
96. Неруш, С.В., Евгенов, А.Г. Исследование мелкодисперсного металлического порошка жаропрочного сплава ЭП648-ВИ применительно к лазерной LMD-наплавке, а также оценка качества наплавки порошкового материала на никелевой основе на рабочие лопатки ТВД./ Электронный научный журнал «Труды ВИАМ», 2014, №3
97. Ничипоренко, О.С., Найда, Ю.И, Медведовский, А.Б. Распыленные металлические порошки. Киев, Наукова Думка, 1980, 240 с.

98. Новиков, А. Н. Способ получения ультрадисперсных порошков титана: пат 2 593 061 РФ, № 2015101685/02, заявл. 120.01.2015, опубл. 27.07.2016

99. Патент № 204335 Российская Федерация, МПК В22F9/14 (2006/01) Устройство для получения металлических порошков: №2020140625: заявл. 09.12.2020: опубл. 20.05.2020 Бюл. № 14 /Ермаков Б. С., **Ермаков С. Б.**, Одноблюдов М.А.; заявитель ФГБОУ ВО «СПбСПУ».

100. Петруничев, В.А., Королева, Е.Б., Пушили, Н.П. О пористости частиц при плазменно-дуговом распылении металлов // Физика и химия обработки материалов. 1985. - №2. - С. 65-68.

101. Поляков, С.П., Рязанцев, О.В., Твердохлебов, В.И. О нагреве и движении частиц порошка в плазменных струях // Физика и химия обработки материалов. 1975. - №3. - С. 43-47.

102. Попович, А.А. Механохимический синтез тугоплавких соединений. М-во образования Российской Федерации, Дальневосточный гос. технический ун-т (ДВПИ им. В. В. Куйбышева). - Владивосток : Изд-во ДВГТУ, 2003. – 199 с.

103. Пустовойтенко, А.И. О расчете нагрева мелкодисперсных частичек в высокотемпературной струе газа // Физика и химия обработки материалов. 1976.- №3.-С. 138-141.

104. Радько, С.И., Урбах, Э.К.. Устройство электродугового плазмотрона и моделирование его энергетических характеристик. Доклады ТУСУРа, № 1 (25), часть 1, июнь 2012. С.212-215

105. Решетников, А.В., Бусов, К.А., Мажейко, Н.А., Скоков, В.Н., Коверда, В.П. Переходные режимы вскипания струй перегретой воды./ Теплофизика и аэродинамика., 2012, т.19, №3, с.359-367.

106. Розов, А.Ф., Ерохин, А.А. Особенности поглощения цирконием азота из дуговой плазмы // Физика и химия обработки материалов. 1975. -№3. - С. 48-50.

107. Романов, А.И., Гарибов, Г.С., Кошелев, В.И., Кошелев, В.Я., Касаткин, В.В. Способ получения изделий из гранул жаропрочных никелевых сплавов: пат. 2308354 Р.Ф.; № 2006106397/02; заявл. 02.03.2006; опубл. 20.10.2007.

108. Роянов, В.А., Мосиенко, Г.А., Роянов В.В. Исследование влияния электродов большого диаметра (более 2мм) на свойства распыляющей струи при дуговой металлизации. / Вестник Приазовского технического университета. Серия: Технические науки, 1996. с.132-135.
109. Рыжов, С.Б., Зубченко, А.С., Каширский, Ю.В. Стали и сплавы энергетического оборудования. Справочник./ М., Машиностроение, 2008, 957 с.
110. Сапрыкина, Н. А. Сапрыкин, А.А.. Шаркеев, Ю.П, Ибрагимов, Е.А., Химич, М.А. Формирование сплава системы кобальт-хром-молибден методом селективного лазерного плавления. Системы Методы Технологии. 2021 № 2 (50) с. 31-37
111. Симонян, Л.М. Взаимодействие металлических расплавов с активной газовой фазой пограничной области разряда при плазменном нагреве. Автореферат дисс.на сиск.уч.ст.д.т.н./М., МИСиС, 1999, 54 с.
112. Сироткин, О.С. Современное состояние и перспективы развития аддитивных технологий./ Авиационная промышленность.2015, №2, с.22-25.
113. Слободенюк, В.С. Моделирование вихревых и турбулентных явлений в электродуговых устройствах. Диссер. На соиск.уч.ст.д.т.ф-м.н./, Бишкек, 1996,Нац.акд.наук Кыргыз.Респ. 20 с.
114. Смуров, И.Ю., Конов, С.Г., Котобан, Д.В. О внедрении аддитивных технологий и производства в отечественную промышленность. /Новости материаловедения. Наука и техника. 2015, №2 с. 11-22.
115. Солнцев, Ю.П. Металлы и сплавы. Справочник под ред. Ю.П. Солнцева /СПб, Мир и Семья, 2009, 1086 с.
116. Соловьева, А.Г., Кузнецова, В.Л., Перетягин, С.П., Диденко, Н.В., Дударь, А.И. Роль оксида азота в процессах свободнорадикального окисления./ Вестник Российской военно-медицинской академии. 2016, №1(53). С. 228-233.
117. Старовойтенко, Е. И. Устройство для получения порошка методом центробежного распыления.: пат. 2 467 835 РФ, № 2011142610/02 заявл. 21.10.2011,, опубл. 27.11.2012

118. Степанов, В.В., Нечаев, В.И. О давлении плазменной дуги // Сварочное производство. 1974. - №11. - С. 4-5.
119. Струков, Н.Н, Белинин, Д.С., Кучев, П.С., Щицын, Ю.Д., Регулирование размера частиц порошков при плазменном распылении пруткового материала. /Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, металловедение. с.117-121.
120. Струков, Н.Н. Разработка технологии плазменного распыления прутковых материалов в камере с противотоком. Автореферат дисс. на соиск.уч.ст.к.т.н./Пермь, ФБГОУ ВПО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет», 2012, 18 с.
121. Сурков, В.А. Исследование воздействия высокочастотной плазмы пониженного давления на механические свойства порошковых материалов // Заготовительные производства в машиностроении. 2010. -№11.-С. 39-41.
122. Сычев, В.В. К асимптотической теории отрывного обтекания тел./Изв.РАН, МЖГ.2010, №3, с.110-114.
123. Тропина, А.А. Образование оксидов азота при диффузионном горении метановоздушной смеси./ Двигатели внутреннего сгорания. 2005, 1, С.30-35.
124. Туманов, Ю.Н. Плазменные, высокочастотные, микроволновые и лазерные технологии в химико-металлургических процессах. М., ФИЗМАТЛИТ, 2010 – 968 с.
125. Туманов, Ю.Н. Электротехнологии нового поколения в производстве неорганических материалов: экология, энергосбережение, качество. М., ФИЗМАТЛИТ, 2010, 816 с.
126. Туричин, Г. А. Metallургия коротких времен. Теоретические основы металлургических процессов в лазерных и аддитивных технологиях [Электронный ресурс]: учебное пособие / Г. А. Туричин, Е. А. Валдайцева, О. Г. Климова-Корсмик; Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого. — Электрон. текстовые дан. (1 файл : 5,23 МБ). — Санкт-Петербург: Изд-во Политехн. ун-та, 2016 (Санкт-Петербург, 2017). — Загл. с титул. экрана. — Электронная копия печатной публикации 2016 г.

127. Туричин, Г. А., Валдайцева Е. А., Поздеева Е. Ю., Земляков Е. В., Гуменюк А. В. Моделирование динамического поведения сварочной ванны при лазерной и гибридной сварке с глубоким проплавлением. Автоматическая сварка. 2008. № 7. с. 15.

128. Туричин, Г. А., Земляков, Е. В., О. Г. Климова, К. Д. Бабкин, Ф. А. Шармай, Д. Ю. Колодяжный, прямое лазерное выращивание — перспективная аддитивная технология для авиадвигателестроения //Сварка и Диагностика.2015. № 3. с.54–57.

129. Удовиченко, С. Ю. Пучково-плазменные технологии для создания материалов и устройств микро- и наноэлектроники. Часть 2-я. /Тюмень:Издательство Тюменского государственного университета, 2014. 72 с.

130. Умнов, С.П., Мышкин, В.Ф. Кинетика нагрева и испарения частиц в разряженном высокотемпературном газе // Физика и химия обработки материалов. 1989. -№1. - С. 57-62.

131. Усова, В.В., Плотникова, Т.П., Кушакевич, С.А. Травление титана и его сплавов. Справочник / М.,Металлургия, 1984, 128 с.

132. Ушаков, А.В. Плазмохимический синтез нанодисперсных и нанокпозиционных материалов в плазме дугового разряда низкого давления. Автореферат диссер. на соиск.уч.ст.д.т.н./ Красноярск, 2016, ФГАОУ ВО «Сибирский федеральный университет», 35 с.

133. Френкель, Я.И. Кинетическая теория жидкостей [Текст]/ Я.И. Френкель.; отв.ред. Н.Н. Семенов, А.Е.Глауберман, Л., Наука, 1975, 592 с.

134. Фридляндер, И.Н., Сенаторова, О.Г., Осинцев, О.Е. и др. Машиностроение: Энциклопедия. М.: Машиностроение, 2001. Т. II-3: Цветные металлы и сплавы. Композиционные металлические материалы / Под общ. ред. И.Н. Фридляндера. 880 с.

135. Фролов, В.Я., Кархин, В.А., Иванов, Д.В., Чупкин, И.С. Моделирование факела плазмотрона для нагрева мелкодисперсных порошков./Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. №1, 2010. С. 255-264.

136. Хайдерсбах, Р. Защита от коррозии и металловедение оборудования для добычи нефти и газа / Р. Хайдерсбах, под ред. Ф.И. Хуторянского. – СПб: Профессия. 2015. – с.476
137. Харламов, М.Ю. Кривцун, И.В., Коржик, Н.В., Петров, С.В. Нагрев и плавление проволоки при плазменно-дуговом напылении./ Автоматическая сварка. 2011,35,с.5-11.
138. Чалмерс, Б. Теория затвердевания / Перевод с англ. В.А. Алексеева; Под ред. д-ра техн. наук М.В. Приданцева. - Москва : Металлургия, 1968. - 288 с.
139. Чернышов, Г.Г. Оборудование и основы технологии сварки металлов плавлением и давлением: Учебное пособие / Под ред. Чернышова Г.Г. и Д. М. Шашина Д.М. — СПб.: Издательство «Лань», 2013. — 464 с.
140. Чуркин, И.С. Повышение производительности процесс плазменно-дугового нанесения покрытий на тела вращения. материалов: Автореферат дисс. на соиск.уч. ст. канд. тех. наук / СПбГПУ. СПб., 2011. 16 с.
141. Чуркин, И.С., Шустов, Ф.И., Зверев, С.Г. Методика расчета плазменной струи загруженной мелкодисперсным порошком./ Сборник статей: XXXVII Неделя науки СПбГПУ, СПб, Изд-во СПбГПУ, 2009, с.65-66.
142. Щицын, Ю.Д., Струков, Н.Н., Белинин, Д.С., Кучев, П.С. Устройство для получения металлического порошка: пат. 2 532215 РФ, № 2013101299/02,заяв. 10.01.2013, опубл. 20.07.2014.
143. Энгельшт, В.С., Гурович, В.Ц., Десятков, Г.А. Теория столба электрической дуги. Низкотемпературная плазма. Т.1. Под ред. М.Ф. Жукова – Новосибирск: Наука СО, 1990, 376 с.
144. Юдаев, Б.Н. Техническая термодинамика. Теплопередача.М., Высшая школа, 1988, 479 с.
145. Юдин, Ю.В., М.В. Майсградзе, Ф.В. Водолазский. Организация и математическое планирование эксперимента. – Екатеринбург, узд. Урал. Ун-та, 2018. -124 с.
146. Юдович, В.И. О потере гладкости и неустойчивости, внутренне присутствующих течениях идеальной жидкости./Докл.РАН, 2000, т.370,3:, с.760-768.

147. Ямпольский, А.Е. Повышение тепловой эффективности и коррозионной стойкости котельных воздухонагревателей. Дисс. На соиск.уч.ст.к.т.н., Подольск, 1984, РГБ, 198 с.

148. ASM Metals HandBook V. 2. Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. ASM International. 2002. 3470 p.

149. ASTM F2792–12a. Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies. West Conshohocken: ASTM International. 2012. DOI:10.1520/F2792–12A.

150. Attar, H. Mechanical behavior of porous commercially pure Ti and Ti-TiB composite materials manufactured by selective laser melting / H. Attar, L. Löber, A. Funk, M. Calin, L. C. Zhang, K. G. Prashanth, S. Scudino, Y. S. Zhang, J. Eckert // Mater. Sci. Eng. A. – 2015. - Vol. 625. - Pp. 350–356.

151. Chen Lin and Tang Dengbin. Navier—Stokes Characteristic Boundary Conditions for Simulations of Some Typical Flows // Applied Mathematical Sciences. 2010. V. 4. № 18. P. 879–893.

152. Craig, B. Materials for oil and gas well construction / B. Craig // Advanced materials and processes. – 2008. – № 166(5). – P.33-35.

153. Ermakov, B.S., The use of sprayed powders to create coatings in the welds of oilfield pipelines / Alkhimenko, A.A., Shaposhnikov, **Ermakov S.B**, N.O., Shatsky, T.E., Igolkin, A.F. // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 826 012008, 2020.

154. Ermakov, B. S., **Ermakov, S. B.**, Vologzhanina, S. A., Khuznakhmetov, R. M. Relationship between operating conditions and the emergence of nano- and ultradispersed grain boundary defects in weld joints // Tsvetnye metally. - 2023. -V 8. - PP. 80-85.

155. Ermakov, B. S., **Ermakov, S. B.**, Pavlenko, A. A., Vologzhanina, S. A. Regulation of powder particle sizes during plasma spraying. // Saint-Petersburg: ITMO University, V 826, 2020. pp. 12007 - 12007.

156. **Ermakov, S. B.**, Ermakov, B. S., Vologzhanina, S. A., Sleptsov, O. I. Investigation of Material Properties for Cryogenic Products, Produced by Additive Manufacturing Techniques // Metallurgist. 2023. №67. pp. 644-651.

157. **Ermakov, S. B.**, Vologzhanina, S. A., Ermakov, B. S. Features of Obtaining Ni-Cr-Fe Alloy Powders by Plasma Atomization / Materials Science Forum. Advanced Materials in Industrial and Environmental Engineering II. - 2021. – Volume 1040. – pp. 1-7.

158. **Ermakov Sergey**, Shvecov Oleg. Features of obtaining powders for additive machines by plasma spraying // Materials Physics and Mechanics. 2021, V. 47. N. 6. P. 843- 855.

159. **Ermakov, S.**, Gyulikhandanov, E., Petukhov, E. Influence of temperature and time factor on process of spraying of metallic powders in a plasma atomizer. E3S WEB OF CONFERENCES. Ser. "Energy Systems Environmental Impacts, ESEI 2020". Том 221. 2020, 0200

160. Ducos, M., Manfredi, P. A Plasma spray gun Patent specification № 1350168 France; Application № 36141/72 Filed 2 Aug. 1972.

161. Gasser, A, Baskes, G, Kelbassa, I., Weisstit, A., Wissenbach K. Laser Additive Manufacturing. Laser Metal Deposition (LMD) and Laser Melting (LSM) in Turbo-Engine Application/ Laser Technik Journal.2010. Vol.7, p.58-63.

162. Holik, E.F. Simulation results of an inductively-coupled RF plasma torch in two and three dimensions for producing a metal matrix composite for nuclear fuel cladding. Thesis. Master of science. Texas, 2008, 90 p.

163. Kumar, S., Selvarajan, V. Plasma spheroidization of iron powders in a non-transferred DC thermal plasma jet // Materials Characterization. 2008.- Vol. 59, No 6.- P. 781–785.

164. Lee, Y.C., Chyou, Y.P., Pfender, E. Particle dynamics and particle heat and mass transfer in thermal plasmas. Part II. Particle heat and mass transfer in thermal plasmas // Plasma Chem. Plasma Process. 1985. - Vol. 5. -P. 391-414.

165. Li, H. Powder bed fusion to aging heat treatment / H. Li, M. Wang, D. Lou, W. Xia // Journal of Materials Science & Technology. – 2020. – Vol. 45. - Pp. 146–156.

166. A chemical non-equilibrium model of an air supersonic ICP // *Appl. Phys.* 2007. vol. 40. pp. 387-394. DOI: 10.1088/0022-3727/40/2/015
167. Nieh, T.G., Wadsworth, J., Sherby, O.D. Superplasticity in metals and ceramics. Cambridge Univ. Press, 1997. 251 p.
168. Pfender, E., Lee, Y.C. Particle dynamics and particle heat and mass transfer in thermal plasmas. Part I. The motion of a single particle without thermal effects // *Plasma Chem. Plasma Process.* 1985. - Vol. 5. - P. 211-237.
169. Safronov, V., Arkhipov, N., Bakhtin, V., Barsuk, V., Kurkin, S., Mironova, E., Piazza, G., Würz, H., Zhitlukhin, A. Macroscopic erosion of divertor materials under plasma heat load typical for ITER hard disruption // *Problems of Atomic Science and Technology.* 2002. № 5. Series: Plasma Physics. P. 27-29
170. Safronov, V.M., Arkhipov, N.I., Landman, I.S., Pestchanyi, S.E., Toporkov, D.A., Zhitlukhin, A.M. Evaporation and vapor shielding of CFC targets exposed to plasma heat fluxes relevant to ITER ELMs // *Journal of Nuclear Materials.* 2009. V. 386-388. P. 744-746
171. Sandera, J., Hufenbach, J., Giebelera, L., Bleckmann, M, Eckerted, J., Kuhna, U. Microstructure, mechanical behavior, and wear properties of FeCrMoVC steel prepared by selective laser melting and casting. / *Scripta Materialia.* – 2017, №126, p.41-44.
172. Taylor, G. I., The dynamic of thin sheets of fluid. II. Waves on fluid sheets // *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences.* 1959. V. 253, Issue 1274. P. 296-312.
173. Tong, J.B., Lu, R.X., Liu, C.C., Wang, L.N., Que X.H. Fabrication of micro-fine spherical high Nb containing TiAl alloy powder based on reaction synthesis and RF plasma spheroidization // *Powder Technology.* 2015.- Vol. 283. P.-9–15.
174. Tsantrizos, P.G.; Allaire, F.; Entezarian, M. Method of production of metal and ceramic powders by plasma atomization: пат. 5707419 США; Дата публикации 1998-01-13; Номер заявки: III 19950515425 19950815.
175. Uriondo, A., Esperon-Miguez, M., Perinpanayagam, S. The present and future of additive manufacturing in the aerospace sector: A review of important aspects //

Proceedings of the-Institution of Mechanical Engineers. Part G:-Journal of Aerospace Engineering. 2015.-Vol. 229, No 11. P.-2132–2147.

176. Wittlich, K., Hirai, T., Compan, J., Linke, J., Pintsuk, G., Singheiser, L., Klimov, N., Podkovyrov, V. Material degradation *and* particle formation under transient thermal loads // Journal of Nuclear Materials. 2001. V. 290-293. P. 1102-1106.

177. Wohlers, T. Report 2023. Analysis. Trends. Forecasts. 3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry. <https://wohlersassociates.com/product/wr2023/>

178. Wohlers, T. Wohlers Report 2014: Additive Manufacturing and 3D Printing State of the-Industry // Annual Worldwide Progress Report. Wohlers Associates-Inc. 2014.275 p.

179. Xi Chen. Particle heating in a thermal plasma // Appl. Chem. 1988. -Vol. 60,№5.-P. 651-662.

180. Yang, S., Gwak, J.-N., Lim, T.-S., Kim, Y.-J., Yun, J.-Y. Preparation of spherical titanium powders from polygonal titanium hydride powders by radio frequency plasma treatment // Materials Transactions. 2013.-Vol. 54, No 12. P.2313–2316.

181. Young, R.M., Pfender, E. Nusselt number correlations for heat transfer to small sheres in thermal plasma flows // Plasma Chemistry and Plasma Processing. 1987. - Vol. 7, №2. - P. 211-229.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Патент на изобретение

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19) **RU** (11)

204 335⁽¹³⁾ **U1**

(51) МПК
B22F 9/14 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
B22F 9/14 (2021.02)

(21)(22) Заявка: 2020140625, 09.12.2020

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
09.12.2020

Дата регистрации:
20.05.2021

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: 09.12.2020

(45) Опубликовано: 20.05.2021 Бюл. № 14

Адрес для переписки:
195251, Санкт-Петербург, ул. 29, Центр
интеллектуальной собственности и трансфера
технологий ФГАОУ ВО "СПбПУ"

(72) Автор(ы):
Ермаков Борис Сергеевич (RU),
Ермаков Сергей Борисович (RU),
Одноблюдов Максим Анатольевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):
Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Санкт-Петербургский
политехнический университет Петра
Великого" (ФГАОУ ВО "СПбПУ") (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: US 20180214956 A1 (AP&C
ADVANCED POWDERS & COATINGS INC.),
02.08.2018. WO 2016191854 A1 (PYROGENESIS
CANADA INC.), 08.12.2016. WO 2011054113 A1
(AP & C ADVANCED POWDERS &
COATINGS INC.), 12.05.2011. RU 2693244 C2
(ТЕКНА ПЛАЗМА СИСТЕМЗ ИНК.),
01.07.2019.

(54) Устройство для получения металлических порошков

(57) Реферат:

Устройство для получения металлических порошков относится к плазменным установкам с более чем одним плазмотроном и может быть использовано для получения сферических металлических порошков, предназначенных для аддитивных технологий. Сущность полезной модели заключается в следующем. Устройство для получения металлических порошков состоит из камеры распыления, камеры охлаждения, крышки, приемной камеры, емкости для сбора порошка, плазмотронов, подающих устройств, отличающееся тем, что каждое подающее устройство включает смонтированный в плоской крышке фланец со сквозным отверстием, продолжающимся от торца до пропускного отверстия, и паз с направляющими, выполненный на поверхности плоской крышки от ее края до сквозного отверстия в торце фланца, причем

продольная ось полости паза совмещена с продольной осью соответствующего ему сквозного отверстия в торце фланца, и полость паза и сквозное отверстие в торце фланца образуют канал подачи металлического материала в центр пропускного отверстия фланца, при этом к каждому фланцу прикреплен плазмотрон, и анод каждого плазмотрона проходит в пропускное отверстие соответствующего ему фланца вертикально по его оси и перпендикулярно каналу подачи металлического материала в центр пропускного отверстия фланца, причем расстояние между краем анода плазмотрона и верхним краем такого канала по вертикали составляет не более 4 мм. Фланцы могут быть смонтированы на равном расстоянии друг от друга и на расстоянии 1/3 от края крышки и 2/3 от центральной вертикальной

RU 204335 U1

RU 204335 U1

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Акт внедрения результатов диссертационной работы

Утверждаю

Дата « 26 » декабря 2023 г.

Печать организации



АКТ

о внедрении (использовании) результатов
кандидатской диссертации

Ермакова Сергея Борисовича на тему «РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЯ ПЛАЗМЕННОГО РАСПЫЛЕНИЯ ПОРОШКОВ ДЛЯ АДДИТИВНЫХ МАШИН»

Результаты диссертации Ермакова С.Б. «Разработка технологии и оборудования плазменного распыления порошков для аддитивных машин», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, возможен к применению на ПАО «Северсталь» при выборе технологий производства порошков нержавеющей стали, сплавов титана, никеля и меди и т.п.

Использование приведенных в диссертации расчётов и математического моделирования процессов распыления позволяют детально определить технологические режимы производства вышеуказанных порошков на установках плазменного распыления. В процессе проведения работ получены опытные партии порошков

Конструкция плазменного атомайзера, разработанная в процессе диссертационной работы, позволяет обеспечить получение качественных металлических порошков для аддитивных машин и иных сфер промышленного применения.

Председатель комиссии:

Начальник ЦСП МЦ «ССМ-Тяжмаш»

Корзников О.В.

Члены комиссии:

Главный специалист по технологии и качеству

Хорев Н.А.

Менеджер по технологии производства порошков

О.В. Миронова