

УДК 658.5.012.1

DOI:10.30987/2223-4608-2021-6-29-41

С.Б. Ермаков, директор

(Научно-образовательный центр «Северсталь-Политех»,
194251, Санкт-Петербург, Политехническая ул., д. 29),

Е.Л. Гюлиханданов, д.т.н.

(Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,
194251, Санкт-Петербург, Политехническая ул., д. 29)

E-mail: ermakov_sb@spbstu.ru

Получение порошков для аддитивных машин методом плазменного распыления

Разработан и изготовлен плазменный атомайзер, позволяющий получать порошки различных металлов и сплавов. Выполнен анализ структур кристаллизации частиц и ее влияния на свойства изделий.

Ключевые слова: аддитивные технологии; плазменная атомизация; структуры кристаллизации; сегрегации; механические свойства.

S.B. Ermakov, Director

(Scientific-Educational Center «Severstal-Polytech», 29, Polytechnicheskaya Str., Saint-Petersburg, 194251)

E.L. Gulihandanzov, Dr. Sc. Tech.

(Peter the Great Saint-Petersburg Polytechnic University,
29, Polytechnicheskaya Str., Saint-Petersburg, 194251)

Manufacturing powders for additive machines through plasma atomizing

There is developed and manufactured a plasma atomizer allowing the production of powders of different metals. The analysis of structures of particle crystallization and its impact upon product properties is carried out.

Keywords: additive technologies; plasma atomizing; crystallization structures; segregations; mechanical properties.

Введение

Особенностью современного этапа развития промышленности является расширяющееся внедрение аддитивных технологий. 3D-печать все шире используется в высокотехнологических отраслях, таких как аэро- и судостроение, при изготовлении медицинских систем и в оборудовании атомной промышленности. Ежегодные темпы развития аддитивных производств в развитых странах достигают, а в некоторые годы даже превышают 20 %. На фоне общемирового роста аддитивного производства становится особо заметным постепенное снижение темпов развития аддитивных технологий в РФ. Это связано с отсутствием

отечественных 3D-принтеров, крайне малым количеством марок и объемов производства порошков для аддитивных машин. Хотя увеличение объема выпуска продукции, полученной методами аддитивных технологий, привело к расширению номенклатуры производимых порошков, до сих пор общее число марок, включая порошки сталей, жаропрочных сплавов, сплавов цветных металлов, едва приблизилось к сотне, что несопоставимо с числом производимых стандартами методами материалов. Основной объем металлических порошков в РФ – это импортируемая продукция. На сегодняшний день до 70-ти % рынка порошков занимают компании Германии, Великобритании, Канады и ряда других стран, во-

влеченных в санкционную политику, затрудняющую и удлиняющую сроки поставки порошков в РФ. Тем не менее на сегодняшний день формируется устойчивый рост отечественной аддитивной промышленности. В первую очередь это относится к опытным производствам крупных компаний, осваивающих новые виды продукции, малым и средним специализированным под аддитивные технологии предприятиям. Однако сроки поставок импортных порошков зачастую составляют несколько месяцев, а минимальные объемы – десятки и сотни килограмм, что в условиях опытного производства, оказывается попросту нерентабельным [1].

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 порошков, снижение их стоимости, создание на предприятиях возможности самостоятельно производить необходимые им по химическому и гранулометрическому составу порошки в требуемых объемах и в кратчайшие сроки. Одним из путей решения этой задачи может являться создание на предприятиях участков для производства малых коммерческих партий порошков. Такие производства должны опираться на простые в эксплуатации устройства, позволяющие в кратчайшие сроки изготовить необходимый для производства порошок требуемого химического и гранулометрического составов. Наиболее перспективными с точки зрения простоты эксплуатации, перенастройки оборудования на производство порошка других составов и фракций являются плазменные атомайзеры – относительно малогабаритные и недорогие системы, работающие на принципе плазменного распыления твердых металлических фидстоков. В СПбПУ был разработан, изготовлен и успешно эксплуатируется в промышленности плазменный атомайзер, позволяющий получать малые коммерческие партии металлических порошков сталей, жаропрочных сплавов, цветных металлов [2].

В данной работе приводятся результаты исследования металла распыленных порошковых частиц стали 12X18H12T, полученных методом плазменной атомизации твердых фидстоков.

Оборудование, материалы и методика

Плазменная атомизация – является одной из разновидностей газовой атомизации, в которой расплавление металла идет посредством теплового воздействия высокоэнергетического потока ионизированного газа – плазмы. Плазменные атомайзеры более компактны и дешевы, чем газовые атомайзеры других типов. Перенастройки этих установок на производство различных типов порошков занимают значительно меньшее время, чем у более крупных газовых установок. К основным достоинствам плазменных атомайзеров относится высокий уровень сферичности получаемых частиц; регулируемый гранулометрический состав порошка; достаточно высокий уровень выхода товарной продукции; относительно низкие первоначальные затраты. 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. [2].

Разработанный в СПбПУ атомайзер (рис. 1) состоит из нескольких, связанных между собой единой технологической задачей – распыления металлических фидстоков, блоков. Основными узлами установки являются генераторы плазмы – плазмотроны 3. В зависимости от необходимого на данный момент объема порошка распыление может осуществляться либо одним, либо одновременно тремя независимо работающими плазмотронами ПМК-4М или ПМК-5, что обеспечивает производительность от 1...3 до 5...10 кг порошка в час. Мощность каждого из плазмотронов может достигать 75 кВт, в зависимости от распыляемого материала. Следующим элементом является колонна распыления 4 – двустенная водоохлаждаемая камера, на верхней крышке которой располагаются плазмотроны. Камера условно разделена на несколько зон – в верхней осуществляется процесс распыления, в средней части установлены штуцеры системы противотока – «кипящего слоя» 6. Эта система обеспечивает подачу холодного защитного газа в камеру в двух направлениях – перпендикулярно потоку распыленных частиц, что замедляет движение частиц порошка и дополнительно охлаждает их; и вдоль стенок конической части камеры, что предотвращает образование отложений частиц порошка на ее внутренней поверхности. Нижняя – коническая часть камеры – это газоотводная система 7 и система сбора порошка 8, обеспечивающие возможность сбора, упаковки и

хранения порошка без доступа к нему агрессивных компонентов внешней среды. Также в состав атомайзера входят блок питания 1, система управления процессом распыления 2, оборудование подачи фидстоков 12, плазмобразующего и защитного газа, система охлаждения плазмотронов и колонны распыления 10 и 11. Разработанная установка предназначена для распыления твердых фидстоков (проволок диаметром 1...3 мм).

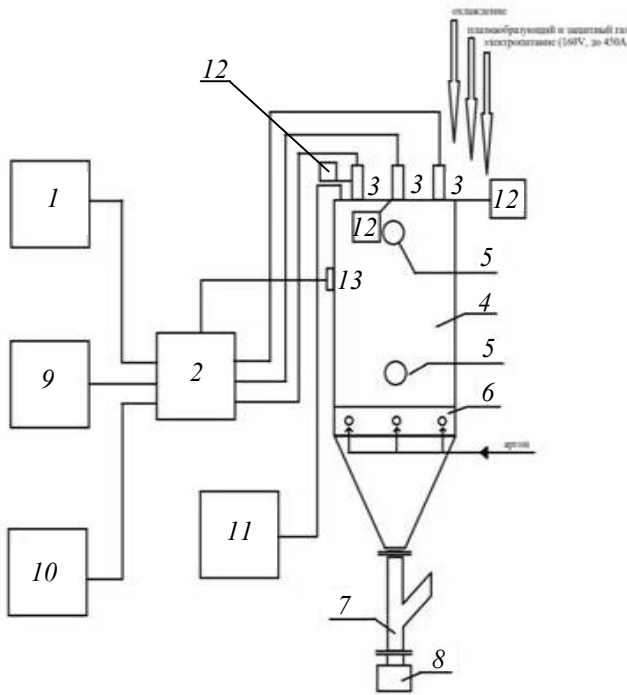


Рис. 1. Принципиальная схема плазменного атомайзера СПбПУ:

1 – источник питания; 2 – блок управления и безопасности; 3 – плазмотроны (показана трехплазмотронная компоновка); 4 – колонна распыления; 5 – окна-глядельки для визуализации процесса распыления; 6 – пояс «кипящего слоя» – система разнонаправленных форсунок, через которые подается защитный газ; 7 – система отвода плазмобразующего газа в процессе распыления; 8 – система сбора порошков; 9 – газовая система; 10 – система охлаждения плазмотронов; 11 – система охлаждения колонны распыления; 12 – система подачи твердых фидстоков; 13 – измерительная аппаратура (устройство управления и безопасности)

Известно, что при плазменной атомизации могут быть получены порошки с диаметрами частиц 20...160 мкм, так называемые порошки «средних» фракций. Такие порошки используются в аддитивных машинах как селективного, так и прямого лазерного сплавления, однако СПбПУ специализируется на разработке

и производстве аддитивных принтеров прямого лазерного сплавления [3], где в качестве основных исходных материалов используются порошки диаметрами 40...140 мкм, поэтому, при оценке эффективности работы атомайзера, в качестве основного показателя работоспособности был использован показатель – «выход годного» – то есть процент товарных (40...140 мкм) фракций в общем объеме получаемого порошка. В качестве дополнительных показателей качества частиц – они были проанализированы на соответствие требований ГОСТ 25843-83 и ГОСТ 58418-2019.

Предварительными исследованиями было показано, что основными параметрами распыления, обеспечивающими высокие показатели выхода годного являются четыре регулируемых параметра – сила тока, подаваемого на плазмотрон; скорость плазмобразующего газа; скорость подачи фидстока и объем подачи защитного газа в систему противотока. Кроме переменных параметров необходимо учитывать диаметр проволоки; химический состав материала; температуру газа в объеме камеры распыления; состав плазмобразующего и защитного газа; время непрерывного ведения процесса.

Учитывая многофакторность параметров процесса, при отработке технологии распыления металлов и сплавов различных химических составов и с различными теплофизическими свойствами, все исследования по определению оптимальных режимов распыления выполняются методами математического планирования с построением квази-D-оптимального плана второго порядка и расчетом функции отклика по параметру «выход годного».

Уровни варьирования для стали 12X18H12T были выбраны в следующих диапазонах – сила тока, подаваемого на плазмотрон – в диапазоне 120...400 А; объем плазмобразующего газа на каждый из плазмотрон – 30...65 л/мин; скорость подачи проволоки – 1,5...5 м/мин; объем подачи защитного газа – 0...25 л/мин. В качестве постоянных факторов были использованы: проволока стали 12X18H12T диаметром 2,0 мм (ГОСТ 18143-72); плазмобразующий и защитный газ – аргон газообразный высокой чистоты марка 5.5 (ТУ 2114-006-45905715-2010); температура газовой атмосферы в камере распыления, определяемая по температуре стенки внутреннего контура водоохлаждаемой камеры распыления – не более 105 °С.

Полученные уравнения были оптимизированы методом крутого восхождения Бокса-Уилсона [4]. Пример графического изображе-

ния функции отклика для стали 12Х18Н12Т по параметру «выход годного» показан на рис. 2.

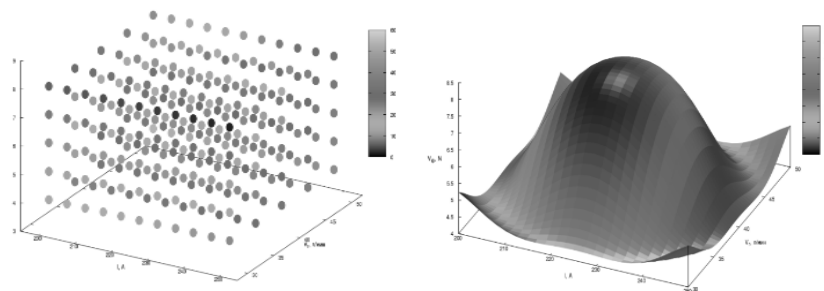


Рис. 2. Поверхность функции отклика до (а) и после этапа крутого восхождения (б)

Результаты исследований

В результате проведенных экспериментов и реализации математического плана эксперимента было определено, что оптимальными параметрами распыления проволоки стали 12Х18Н12Т диаметром 2,0 мм являются (в расчете на один плазмотрон): сила тока 250 А; скорость плазмообразующего газа – 55 л/мин; скорость подачи проволоки диаметром 1,5 м/мин; объем защитного газа – 10 л/мин.

При проведении распыления по указанным

режимам процент выхода годного по фракциям 40...140 мкм составил 61...63 %; по фракциям 20...60 мкм – 32...34 %; сферичность частиц на уровне 94...97 %; суммарное количество поверхностных и внутренних дефектов (ГОСТ 58418-2019) не превышало 0,8...1,4 %. В табл. 1 приведены данные о влиянии времени распыления на гранулометрический состав распыляемого порошка, а в табл. 2 результаты сравнительного анализа химического состава металла исходного фидстока и порошковых частиц.

1. Выход годного и распределение частиц порошка по фракциям в ходе распыления проволоки стали 12Х18Н12Т

Фракция, мкм	Время распыления, мин							
	5	60	120	240	300	360	420	480
<20	4	3	4	2	3	3	2	2
20 – 40	15	14	14	13	13	12	12	11
40 – 60	17	17	18	20	19	20	20	21
60 – 100	25	24	22	22	21	21	20	21
100 – 140	20	21	23	21	23	22	22	21
140 – 200	9	10	9	11	10	11	10	11
>200	ост.	ост.	ост.	ост.	ост.	ост.	ост.	ост.

2. Химический состав исходной проволоки и средний (по трем партиям) состав распыленного порошка

Материал	Химический состав, % масс.								
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Ti	N	O	S
Проволока	0,10	0,66	0,95	17,61	11,37	0,17	0,005	-	0,011
Порошок	0,10	0,64	0,94	17,57	11,29	0,17	0,006	0,015	0,011

По результатам анализа было установлено, что в процессе распыления химический состав металла практически не изменяется, угара легирующих элементов и насыщения частицы газами – не происходит. Также на металлографических шлифах (рис. 3, в) было провере-

но содержание в металле частиц порошка неметаллических включений (табл. 3).

Исследование неметаллических включений было проведено в соответствии с методом Ш4 (ГОСТ 1778-70), то есть по наиболее загрязненному месту шлифа. Анализ результатов

исследования насыпной плотности и текучести порошка по средним результатам полученным по трем партиям порошка показал, что текучесть находится в пределах 21,8...22,4 с, а насыпная плотность – 3,64...3,89 г/см³.

Отклонение от оптимизированного режима приводит к ухудшению результатов распыления. Так, использование силы тока ниже оптимального уровня ведет к уменьшению показателя «выход годного», появлению частиц неправильной – осколчатой формы (рис. 4, а). Уменьшение объема плазмообразующего газа создает условия для получения частиц игольчатой или веретенообразной формы (рис. 4, б), а его превышение силы тока к появлению частиц порошка с внутренней пористостью (рис. 4, в). Работа атомайзера с отключенной подачей защитного газа увеличивает долю частиц несферической, приближающейся к тарельчатой, формы, за счет увеличения числа их соударений с конусными стенками системы сбора порошков.

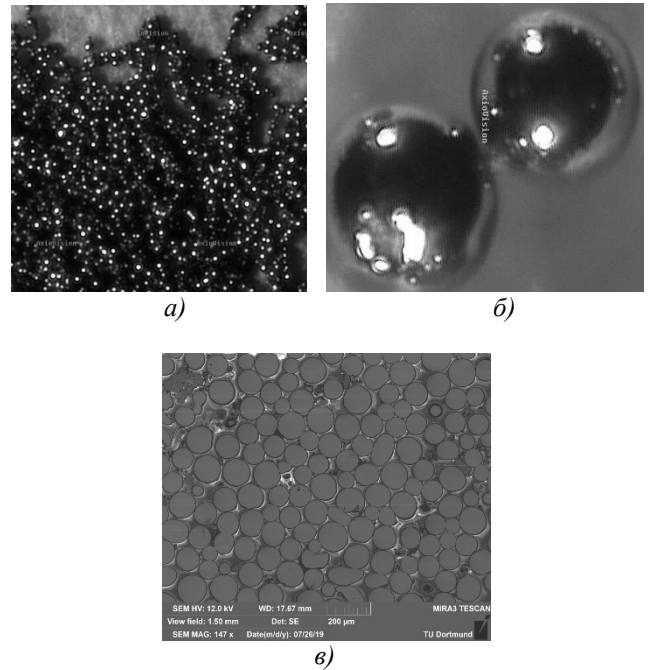


Рис. 3. Частицы порошка (а, б) и микрошлиф пористых частиц (в) стали 12Х18Н10Т

3. Неметаллические включения в частицах порошка стали 12Х18Н12Т

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

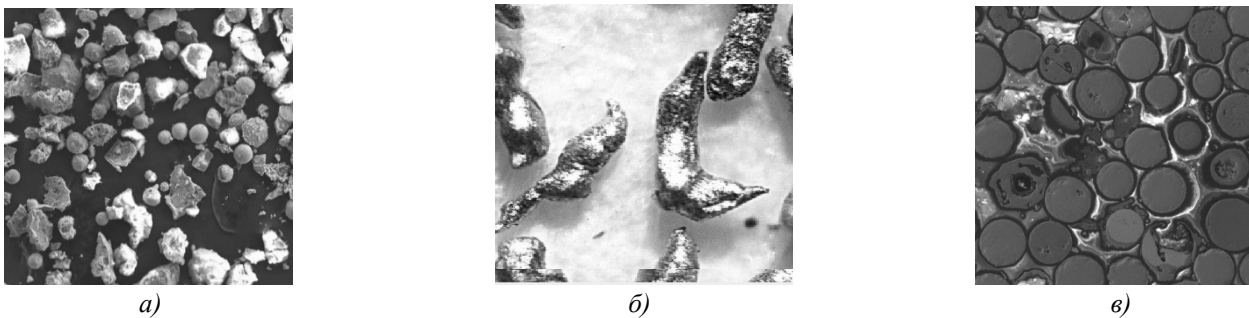


Рис. 4. Частицы порошка стали 12Х18Н12Т распыленные с отклонениями от оптимизированного режима

Одним из важнейших факторов, определяющих физико-механические свойства изделий, полученных методами 3D-печати, является стабильность микроструктуры и химического состава получаемых при распылении порошковых частиц. Формирование порошковой частицы в камере распыления один из

наиболее сложных и малоизученных процессов плазменной атомизации.

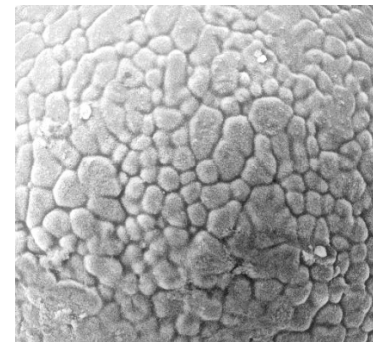
Исследование микроструктуры металлических порошков методами оптической и электронной металлографии позволило определить, что основным типом кристаллизации является так называемая «ячеистая кристалли-

зация». Образование ячеистой субструктуры связывается с нарушением устойчивости фронта кристаллизации вследствие концентрационного переохлаждения. Теория этого процесса детально разработана для случаев малой концентрации примеси с постоянными характеристиками кристалла и расплава, в частности, при постоянном значении коэффициента распределения [5].

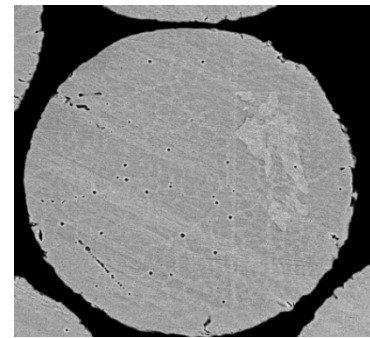
Металлографическими исследованиями было показано, что кристаллизация частиц порошков подчиняется законам, так называемого конституционного переохлаждения, связанного с морфологической неустойчивостью фронта кристаллизации, при котором происходит нарушение устойчивости плоского фронта кристаллизации. Как было показано Б. Чалмерсом [5] 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). При кристаллизации этой зоны возникает ячеистая кристаллизационная субструктура (рис. 5, а).

Рост ячейки происходит до тех пор, пока совместное действие градиента переохлаждения, с выделяющейся скрытой теплотой плавления, не приведет к тому, что подобная выпуклость попадает в зону, где переохлаждение достаточно лишь для того, чтобы создать необходимую кинетическую движущую силу роста. При этом размеры ячейки в поперечном направлении стабилизируются и рост ячейки осуществляется только в направлении продольной оси. Выгнутая форма передней поверхности ячейки ведет к тому, что она приобретает температуру устойчивого роста, превышающую температуру исходной плоской поверхности раздела, и понижает концентрацию примеси в твердой фазе, оттесняя ее в сторону стенок ячейки. Накопление примесей у стенок ячейки тормозит затвердевание жидкости в этих микрообъемах, предотвращая дальнейший рост ячейки в поперечном направлении. На основании вышеизложенного был сформулирован ряд предположений о кристаллизации порошковой частицы. Так, концентрация примесей по объему ячеек должна быть неравномерной – минимальной вдоль продольной оси кристаллизации и возрастать по мере приближения к стенкам ячейки; вероятность образования ячеек повышает-

ся при увеличении скорости роста кристаллизации, при ее снижении появляется вероятность кристаллизации по классическому – дендритному механизму.



а)



б)

Рис. 5. Поверхность и микрошлиф частицы порошка. Ячеистые (а $\times 5200$) и ячеисто-дендритные субструктурные образования (б $\times 1200$)

Учитывая вышеизложенное, можно предположить, что величина ячейки будет напрямую зависеть от скорости ее роста вдоль оси температурного градиента – чем ниже градиент температур и скорость роста ячейки, тем большее расстояние смогут преодолеть атомы примеси при диффузии в поперечном направлении до образования ими поверхности раздела. При понижении градиента температуры правильная ячеистая форма постепенно смещается в сторону ячеисто-дендритной или дендритной, причем ячеистые структуры могут образовываться вокруг свободных дендритов (см. рис. 5, б). То есть при снижении температурного градиента – на первой стадии кристаллизации возникает первичный дендрит, а вокруг него формируется ячеистая кристаллизационная структура. Ячеисто-дендритный рост в порошковой частице является переходной формой кристаллизации между ячеистым ростом, который представляет собой устойчивый вариант тонкой зоны конституционного переохлаждения, и свободным

дендритным ростом, который происходит в следствие отвода скрытой теплоты плавления наружу от растущего в переохлажденном расплаве кристалла, благодаря высокой теплопроводности жидкости.

Эти предположения были подтверждены при исследовании кристаллизационных структур, образованных в частицах порошка. Были обнаружены три типа кристаллизационных структур – ячеистая, ячеисто-дендритная и дендритная структура и связанные с кристаллизационными процессами точечные микродефекты, которые были идентифицированы как отрицательные кристаллы. Учитывая, что каждый из типов кристаллизационных структур может формировать собственный вариант распределения основных легирующих и примесных элементов (ликвации, сегрегации и т.п.) в работе был выполнен анализ распределения основных легирующих и примесных элементов по объему частицы в зависимости от типа кристаллизационной структуры.

Химическая неоднородность порошковых частиц может служить одной из основных 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 исходного фид-стока и распыленного порошка, но и о внутривластных ликвациях и сегрегациях основных легирующих и примесных элементов в объеме частицы.

Принято разделять существующие виды сегрегаций на несколько основных типов [5]. К ним относятся: нормальные сегрегации (или ликвации), связанные с особенностями кристаллизации в объеме металла и их антиподы; обратные сегрегации, когда основная часть примеси оттесняется в первично-кристаллизующиеся области; ячеистые сегрегации; междендритные сегрегации, образование которых связано с оттеснением примесей из кристаллизующихся первыми дендритов в междендритные объемы; зернограничные сегрегации – перемещения примесей из объема образовавшихся зерен в их границы; межкристаллитные и внутрикристаллитные сегрегации

На рис. 6 приведены данные о распределении основных легирующих и примесных элементов в объеме частицы порошка стали 12X18H12T диаметром 94 мкм.

Для исследований была выбрана частица со смешанной – ячеисто-дендритной кристалли-

ческой структурой. Основная часть металла частицы была сформирована по механизму ячеистой кристаллизации, однако на поверхности микрошлифа также присутствует свободно структурный дендрит. Такое разнообразие структур кристаллизации позволяет оценить влияние каждой из них на распределение в металле частицы основных легирующих и примесных элементов. Как следует из приведенных на рис. 6 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. Также установлено, что переход от ячеистой структуры к дендритной практически не изменяет статистического распределения элементов.

Анализ природы точечных дефектов, обнаруженных в объеме частицы, позволил идентифицировать их как отрицательные кристаллы. Известно [6], что распределение элементов вокруг отрицательных кристаллов в объеме частицы при спекании порошка традиционными методами может привести к появлению зон локальных перераспределений химических элементов вокруг этих образований. Однако в отличие от процесса формирования частицы в камере атомайзера, процесс спекания порошковой заготовки весьма длителен, и обычно составляет от нескольких десятков минут до нескольких часов, т.е. в условиях интенсивно проходящего диффузионного процесса. При этом в границы отрицательного кристалла порошкового изделия диффундируют атомы примесных элементов, в первую очередь серы и фосфора, что приводит к образованию их сегрегаций в поверхностных слоях, примыкающих к полости отрицательного кристалла. Такое перераспределение элементов в спеченном материале может отрицательно сказаться на механических свойствах и трещиностойкости порошкового изделия.

В случае кристаллизации распыляемой в атомайзере микрокапли, время от зарождения капли до остывания частицы металла до температур, полностью останавливающих диффузионные процессы, занимает несколько долей секунды, поэтому образование отрицательного кристалла не приводит к заметным изменениям химического состава материала в локальных микрообъемах. Результаты исследо-

ваний представлены на рис. 7. В данном исследовании было записано концентрационное распределение элементов по линии, проходящей через центр отрицательного кристалла,

диаметр которого составил около 0,5 мкм, общая линия контроля – около 10 мкм – по 5 мкм в каждую сторону от центра отрицательного кристалла.

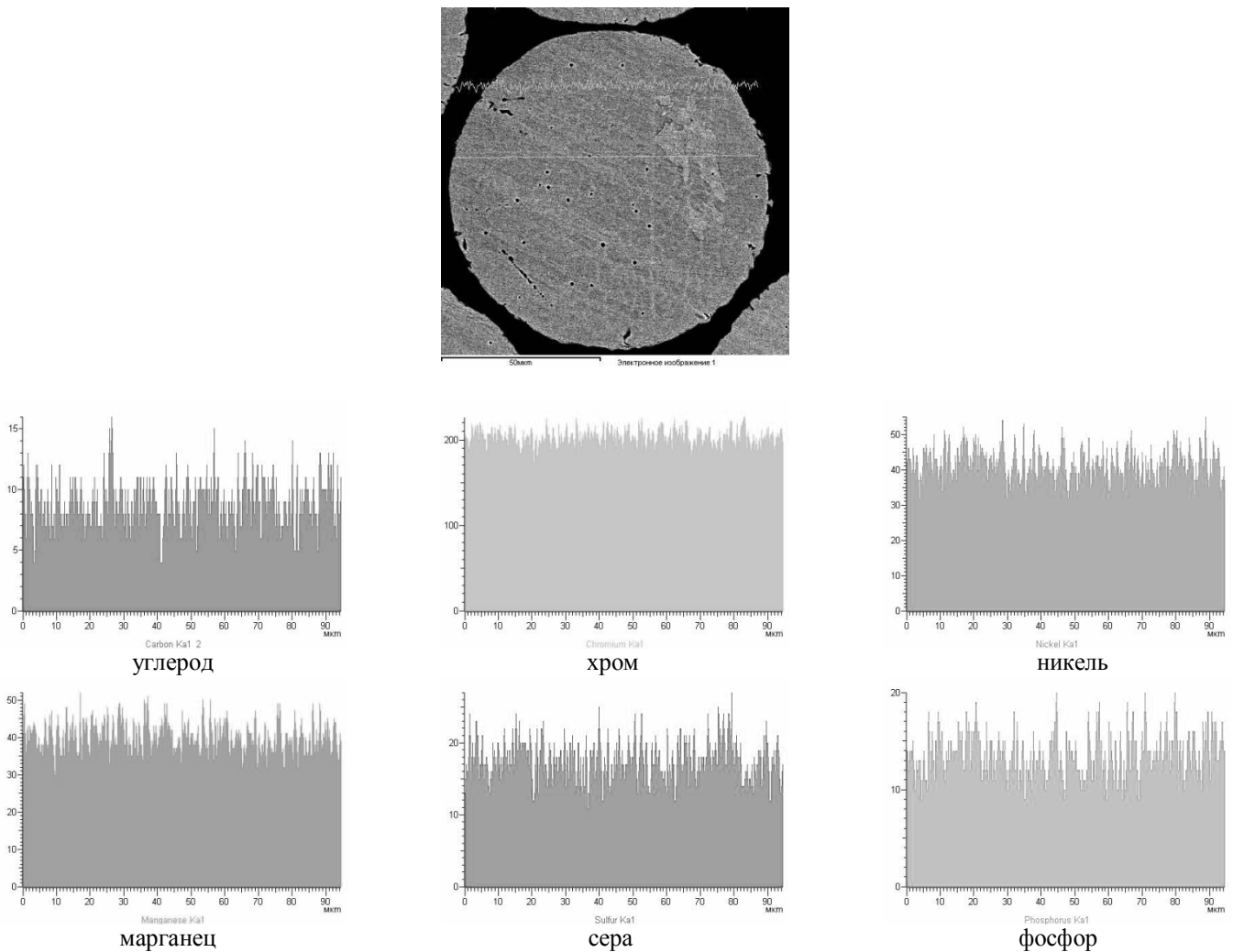


Рис. 6. Распределение элементов в теле порошковой частицы

Анализ результатов микроспектрального анализа позволил уточнить ряд особенностей химического состава металла в зоне, прилегающей к отрицательному кристаллу. Так, был обнаружен провал на концентрационных кривых ряда элементов, в первую очередь примесных, в объеме отрицательного кристалла, в то время как основные легирующие элементы – хром, никель, марганец имеют концентрационный пик в этой зоне. Наличие такого пика следует связывать с образованием обратных сегрегаций – стоком атомов легирующих элементов в границы отрицательного кристалла.

Анализ распределения химических элементов в зоне отрицательного кристалла показал, что в его границах отсутствуют сегрегации

вредных примесей, а сегрегации основных легирующих элементов относительно невелики и, следовательно, отрицательные кристаллы не могут служить причиной снижения механических и других физико-технологических свойств аддитивного изделия. Полученные данные позволяют утверждать, что появление отрицательных кристаллов не может привести к снижению работоспособности и надежности изделий, полученных методами аддитивного производства.

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, то следует ожидать

появления концентрационных ликваций и сегрегаций химических элементов в следующих зонах: между телом и границей ячейки, осо-

бенно в «углах» – местах стыков трех и более ячеек; между дендритами и междендритным пространством.

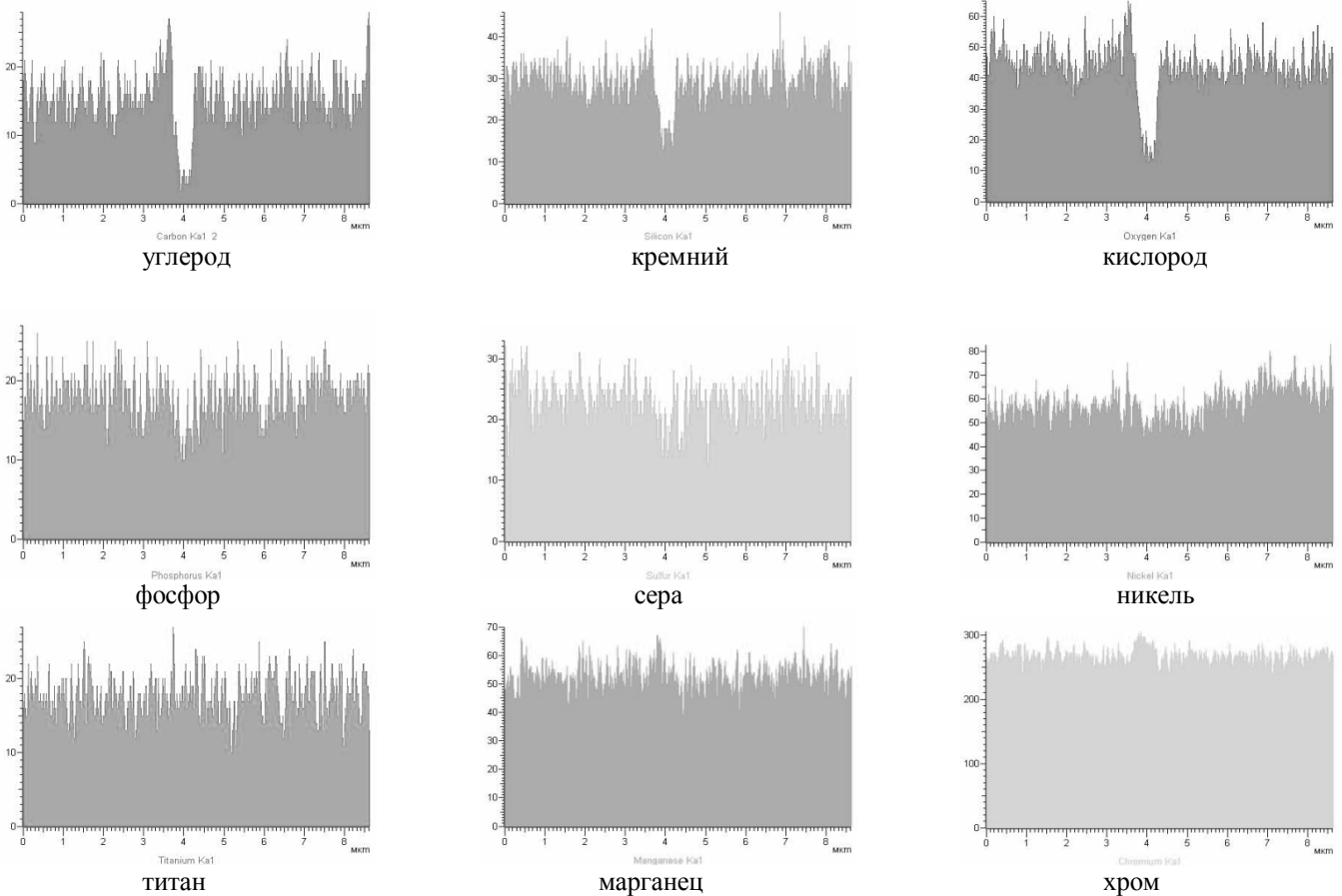
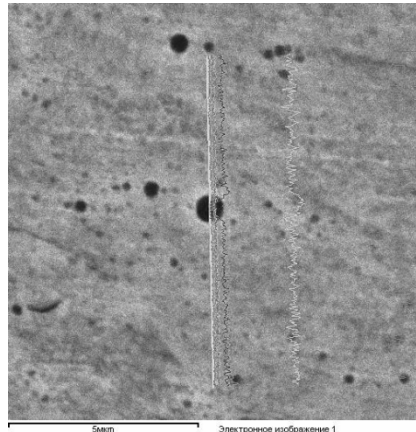


Рис. 7. Распределение химических элементов в зоне отрицательного кристалла

На рис. 8 показаны зоны контроля локальных химических составов и перераспределения основных легирующих и примесных элементов в зонах ячеистой и дендритной кристаллизации.

В табл. 4 приведены 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 – см. рис. 8, а).

Анализ данных табл. 4 показывает, что высокоскоростная кристаллизация по механизму ячеистой кристаллизации, которая характеризуется двумя градиентами – кроме температурного присутствует градиент концентрационный, направленный перпендикулярно тем-

пературному, и, как следствие, приводящий к сбросу быстро диффундирующих примесей в границы ячеек, в случае в микрочастицы порошка имеет свои особенности. Малое время, отводимое на диффузионное перераспреде-

ние основных 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.

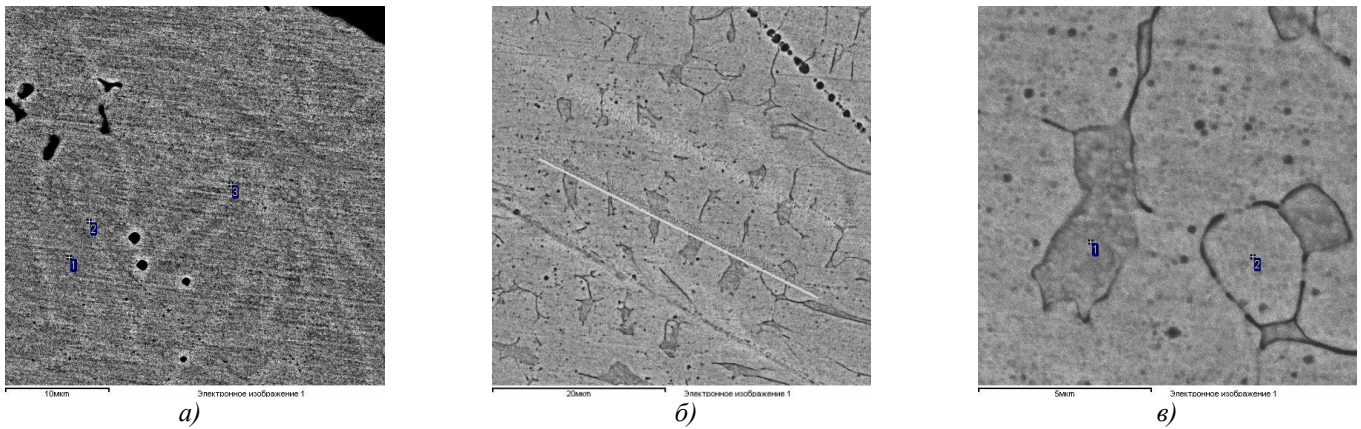


Рис. 8. Зоны исследования ячеистой (а) и дендритной (б, в) кристаллизации

4. Химические составы металла тела и границ ячеек, % масс.

Спектр	Si	S	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Итого
1	0,81	0,12	19,17	1,32	70,34	7,60	0,66	100
2	0,66	0,11	18,87	1,28	69,62	8,57	0,89	100
3	0,74	0,14	19,17	1,32	70,44	7,56	0,64	100

Примечание: параметры обработки – выполнен анализ всех элементов (нормализован).

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 камере распыления. При повышении температуры газа в камере распыления наблюдается постепенное смещение механизма кристаллизации в сторону дендритного механизма, что было определено в ходе исследований. Так как провести прямые замеры температуры газа в камере распыления практически невозможно, анализ изменения температуры газовой атмосферы определялся путем замера температуры стенки внутренней обечайки камеры распыления. Было установлено, что при повышении температуры стенки камеры распыления от 105 до 125 °С доля частиц с дендритной и ячеисто-дендритной структурой увеличивается с 5...8 до 15...25 %.

На рис. 8, б, в, 9 и в табл. 5 приведены данные по результатам исследования локального распределения легирующих и примесных элементов в объеме частицы при дендритной кристаллизации. Как показал металлографический анализ структурно свободные дендри-

ты в частице порошка могут иметь как линейную, так и разветвленную формы с осями первого и второго порядка.

На рис. 9 показано распределение элементов в боковых ветвях дендритного кристалла и междендритных пространствах (линии измерения приведены на рис. 8, б). Чем более разветвлен кристалл и 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 (см. табл. 5: спектр 1 – междендритное пространство; спектр 2 – тело дендрита (точки контроля показаны на рис. 8, в)).

В дендритных областях было отмечено повышенное содержание хрома, никеля, марганца, кремния, вероятно образующих сложный твердый раствор на основе железа, в междендритные области были оттеснены такие примесные элементы как сера и фосфор. Отмечена повышенная концентрация газов – азота и кислорода.

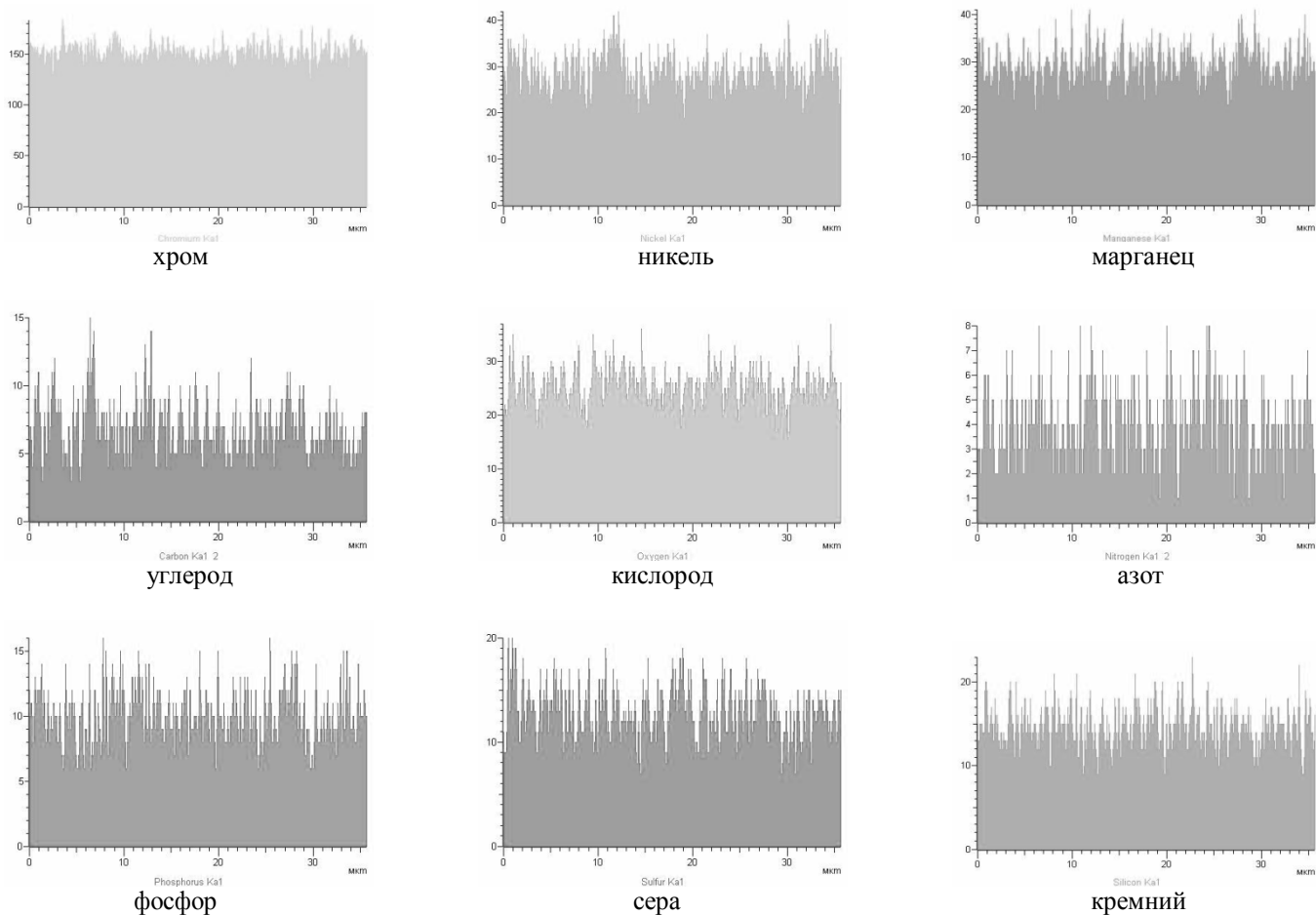


Рис. 9. Распределение химических элементов между телом дендрита и междендритным пространством

5. Химические составы металла дендрита и междендритной области, % масс.

Спектр	C	Si	P	S	N	O	Cu	Mn	Ni	Cr	Fe	Итого
1	0,08	0,55	0,090	0,110	0,14	0,09	0,51	1,25	7,13	17,32	72,72	100
2	0,09	0,75	0,015	0,009	0,01	0,008	0,23	1,53	8,59	19,16	69,61	100

Примечание: параметры обработки – выполнен анализ всех элементов (нормализован).

Таким образом, температурный фон газовой атмосферы в камере распыления оказывается одним из важнейших технологических параметров, обеспечивающих получение качественных металлических порошков. В работе было проведено математическое моделирование термодинамических процессов, происходящих в камере распыления при работе одного и одновременной работе трех плазмотронов. Моделирование было выполнено на суперкомпьютере СПбПУ с использованием программного продукта ANSYS 2019 R1.

На рис. 10 приведен пример результатов моделирования, позволяющий сопоставить температуры стенок камеры и температуры газа во внутрикамерном пространстве. Данные рис. 10 показывают поле температур газовой

атмосферы и температуры стенки камеры распыления при распылении одним плазмотроном, установленном по вертикальной оси камеры. Полученные расчетным путем данные были выборочно проверены прямыми экспериментами и показали полное совпадение результатов, что подтверждает возможность контроля температуры газовой атмосферы путем замера температуры металла внутренней обечайки камеры распыления.

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 камеры 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 объёму частицы. Снижение температурного градиента, связанное с повышением температуры газа (определяемой и контролируемой путем замера температуры на внутренней поверхности стенки камеры распыления), приводит к постепенной замене механизма кристаллизации с ячеистого на дендритный и к возникновению зон нормальной и междендритной сегрегаций с образованием микрообъемов с повышенной концентрацией серы и фосфора, что в дальнейшем, при аддитивном формовании изделия, может отрицательно сказаться на его механических свойствах.

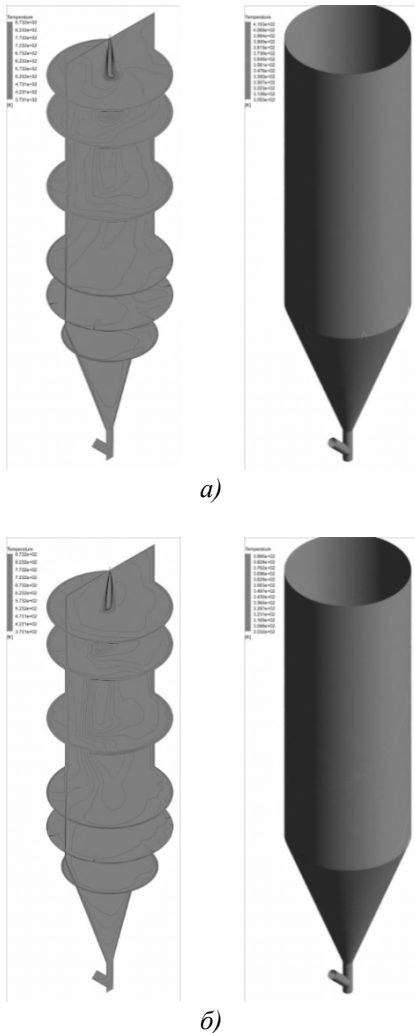


Рис. 10. Распределение температур газа в объёме камеры распыления и температуры ее стенки

Для проведения исследований влияния сегрегационных процессов на механические свойства изделий методом прямого лазерного сплавления [4] были изготовлены пластины,

из которых затем вырезаны образцы для испытаний на одноосное статическое растяжение и ударную вязкость. При этом были использованы две группы порошков: первая с преобладающей ячеистой структурой кристаллизации, во второй группе около 25 % частиц имели дендритную или ячеисто-дендритную структуру.

При испытаниях на одноосное статическое растяжение были использованы плоские образцы тип I-№22 ГОСТ 1497-84, для испытаний на ударный изгиб – тип 10 ГОСТ 9454-78. Полученные образцы были испытаны в исходном (после выращивания) состоянии и после термической обработки, по режимам принятым для стали 12X18H12T (ГОСТ 5949-2018) – аустенитизации при 1050 °C с охлаждением в воде.

Средние значения статических механических свойств в исходном состоянии для первой группы составили: $\sigma_B - 575$ МПа; $\sigma_{0,2} - 365$ МПа; $\delta_5 - 33$ %; КСУ – 190 кДж/м²; для второй: $\sigma_B - 580$ МПа; $\sigma_{0,2} - 365$ МПа; $\delta_5 - 29$ %; КСУ – 135 кДж/м². Как следует из представленных данных, влияние сегрегационного перераспределения примесей после прямого лазерного сплавления сохраняется, относительное удлинение и особенно ударная вязкость металла, полученного из второй группы порошка значительно ниже, чем у образцов, изготовленных из частиц порошка с равномерным распределением примесных элементов.

Термическая обработка заготовок, изготовленных из обеих групп образцов, позволила существенно выровнять механические свойства материалов. Так, статические механические свойства при 20 °C составили для первой и второй групп образцов: $\sigma_B - 535$ и 531 МПа; $\sigma_{0,2} - 230$ и 227 МПа; $\delta_5 - 57$ и 52 %; КСУ – 308 и 299 кДж/м². Данные о механических свойствах образцов в диапазоне 500...600 °C приведены в табл. 6.

6. Механические свойства при повышенных температурах

T, °C	Группа 1			Группа 2		
	σ_B	$\sigma_{0,2}$	δ_5	σ_B	$\sigma_{0,2}$	δ_5
	МПа			МПа		
500	408	185	41	418	192	38
550	403	176	35	395	178	33
600	359	147	30	364	145	31

Проведенными исследованиями было показано, что после лазерного сплавления отмечаются значительные отличия в пластичности и

вязкости образцов, изготовленных из порошков с различной кристаллической структурой. Термическая обработка изделий позволяет нивелировать эти различия и механические свойства всех термически обработанных образцов практически идентичны и полностью соответствуют требованиям, предъявляемым к свойствам листов и прутков, изготовленных из стали 12X18H12T традиционными методами (ГОСТ 5949-2018), что позволяет рекомендовать данные порошки для их использования в аддитивных машинах различных типов.

Выводы

1. Результатами проведенных исследований была полностью подтверждена возможность использования порошков нержавеющей стали плазменного метода распыления в аддитивных машинах различного типа, в том числе, машинах, принцип действия которых основан на способе прямого лазерного выращивания. Установлено, что плазменное распыление металлических проволок не приводит к угару химических элементов в процессе распыления и появлению каких-либо неметаллических включений, которые бы отсутствовали в исходном металле. Механические свойства образцов, полученных из распыленных порошков методом прямого лазерного выращивания, соответствует свойствам сталей, полученных традиционными методами.

2. Показано, что в ходе кристаллизации частиц порошка стали 12X18H12T в зависимости от температуры газа в камере распыления возможно образование кристаллизационных структур нескольких типов: ячеистой, ячеисто-дендритной и дендритной. Образование дендритных структур кристаллизации, возникающих при повышенных температурах газовой атмосферы в камере распыления, неблагоприятно и приводит к образованию внутричастичных ликваций и сегрегаций примесных элементов. Образование внутричастичных сегрегаций примесей в порошках при аддитивном выращивании снижает вязкие и пластические свойства получаемых изделий и

требует дополнительной термической обработки полученных изделий.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Каблов, Е.Н. Доминанта национальной технологической инициативы // *Металлы Евразии*. – 2017. – №3. – С. 3-21.
2. Ермаков, Б.С., Ермаков, С.Б., Одноблюдов, М.А. Разработка оборудования получения металлических материалов для аддитивного производства // *Всероссийская конференция с международным участием «Хладостойкость, новые технологии для техники и конструкций Севера и Арктики»*. – Якутск. – 2016. – с. 22-29.
3. Туричин, Г.А., Земляков, Е.В., Климова, О.Г. Прямое лазерное выращивание — перспективная аддитивная технология для авиадвигателестроения // *Сварка и Диагностика*. – 2015. – № 3. – С. 54-57
4. Бродский, В.З., Бродский, Л.И., Голикова, Т.И. Таблица планов эксперимента для факторных и полиномиальных моделей. – М.: *Металлургия*, 1982. – 752 с.
5. Задиранов, А.Н., Кац, А.М. Теоретические основы кристаллизации металлов и сплавов: Учебное пособие. – М.: МГИУ, 2008. – 194 с.
6. Ермаков, С.С., Ермаков, Б.С., Сулейменов, Э.А. Порошковые материалы. – Алма-Ата: *Гылым*, 1991. – 344 с.

REFERENCES

1. Kablov, E.N. Dominant of national technological initiative // *Eurasia Metals*. – 2017. – No.3. – PP. 3-21.
2. Ermakov, B.S., Ermakov, S.B., Odnoblyudov, M.A. Development of equipment for manufacturing metal materials for additive production // *All-Russian Conf. with Inter. Participation "Cold Resistance, New Technologies for Engineering and Constructions of the North and the Arctic"*. – Yakutsk. – 2016. – pp. 22-29.
3. Turichin, G.A., Zemlyakov, E.V., Klimova, O.G. Direct laser growing – promising additive technology for aircraft engine manufacturing // *Welding and Diagnostics*. – 2015. – No.3. – PP. 54-57.
4. Brodsky, V.Z., Brodsky, L.I., Golikova, T.I. Table of experiment plans for factor and full-sized models. – M.: *Metalurgy*, 1982. – pp. 752.
5. Zadiranov, A.N., Kats, A.M. *Theoretical Fundamentals of Metal and Alloy Crystallization*: manual. – M.: MGIU, 2008. – pp. 194.
6. Ermakov, S.S., Ermakov, B.S., Suleymenov, E.A. *Powder Materials*. – Alma-Ata: *Gylym*, 1991. – pp. 344.

Рецензент д.т.н.
Светлана Антониновна Вологжанина