



DOI: 10.18721/JEST.25409
УДК 621.762.2

Н.Е. Озерской, А.А. Попович, Б.С. Ермаков

Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,
Санкт-Петербург, Россия

ПОЛУЧЕНИЕ СФЕРИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ СПЛАВА ВТ6 ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В ТЕХНОЛОГИИ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ

В данной работе подробно исследован процесс получения сферического порошка титанового сплава марки ВТ6 с использованием индуктивно-связанной аргоново-гелиевой плазмы из исходного порошка осколочной формы. Был отработан режим процесса сфероидизации, в результате которого был получен сферический, с высоким процентом выхода годного для аддитивных технологий порошок титанового сплава. Была подробно изучена структура титанового сплава до и после процесса сфероидизации. Также были получены результаты гранулометрического и рентгеноструктурного анализа. В результате проведенного анализа структуры был сделан вывод об изменении размеров кристаллитов и величин микронапряжений, были рассчитаны параметры элементарной ячейки, а также её объём до и после процесса сфероидизации исследуемого сплава. Был произведён расчёт значений размеров кристаллитов и микронапряжений в исследуемом сплаве.

Ключевые слова: аддитивные технологии; плазмохимический синтез; сфероидизация; титановый сплав; микроструктура

Ссылка при цитировании:

Озерской Н.Е., Попович А.А., Ермаков Б.С. Получение сферических порошков сплава ВТ6 для применения в технологии селективного лазерного плавления // Научно-технические ведомости СПбПУ. Естественные и инженерные науки. 2019. Т. 25, № 4. С. 107–115. DOI: 10.18721/JEST.25409

Эта статья открытого доступа, распространяемая по лицензии CC BY-NC 4.0 (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>)

N.E. Ozerskoj, A.A. Popovich, B.S. Ermakov

Peter the Great St. Petersburg polytechnic university, St. Petersburg, Russia

OBTAINING SPHERICAL POWDERS OF GRADE 5 ALLOY FOR APPLICATION IN SELECTIVE LASER MELTING TECHNOLOGY

We have studied in detail the process of obtaining a spherical powder of titanium Grade 5 alloy using inductively coupled argon-helium plasma from the initial powder of the fragmentation form. The mode of spheroidization process was worked out, and a spherical titanium alloy powder with a high percentage of yield suitable for additive technologies was obtained as a result. The structure of the titanium alloy was studied in detail before and after the spheroidization process. The results of granulometric and X-ray diffraction analysis were also obtained. As a result of analysis of the structure, a conclusion was made about the change in the size of crystallites and the magnitude of microstresses, the parameters of the unit cell were calculated, as well as its volume before and after spheroidization of the given alloy. The values of crystallite sizes and microstresses in the alloy were calculated.

Keywords: additive technology; plasmachemical synthesis; spheroidization; titanium alloy; microstructure

Citation:

N.E. Ozerskoi, A.A. Popovich, B.S. Ermakov, Obtaining spherical powders of grade 5 alloy for application in selective laser melting technology, St. Petersburg polytechnic university journal of engineering science and technology, 25 (04) (2019) 107–115. DOI: 10.18721/JEST.25409

This is an open access article under the CC BY-NC 4.0 license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>)

Введение. Аддитивные технологии – это послойное наращивание и синтез объекта с помощью компьютерных 3D технологий. Данная технология даёт возможность производства изделий различной произвольной конфигурации, которые сложно получить традиционным процессом литья. Применение аддитивных технологий позволяет более рационально использовать средства и время, т. к. традиционные методы литья производят большое количество отходов, а на изготовление определённой детали требуется много времени. Также использование аддитивных технологий даёт возможность усовершенствования подготовленных готовых изделий созданием на их поверхности других деталей.

Аддитивные технологии нашли своё применение в различных областях науки и техники: авиационная, космическая, машиностроительная промышленность, медицина, фармакология, строительство. Хотя в будущем аддитивные технологии, скорее всего, будут базой на производстве, в настоящее время имеется несколько проблем: трудоёмкость процесса и дороговизна исходных материалов.

Селективное лазерное плавление (SLM) – самый распространённый метод трехмерной печати металлом. Для осуществления данного метода 3D печати необходимо наличие порошка сферической формы, которая обеспечивает высокую текучесть и степень упаковки частиц. В настоящее время для печати используются различные металлические порошки такие как: титан, никель, сталь, алюминиевые сплавы, бронза и драгоценные металлы [1–6].

Титановый сплав ВТ6 (зарубежный аналог Ti-6Al-4V) является одним из самых используемых сплавов, благодаря высокой прочности, пластичности, коррозионной устойчивости. Существует несколько методов получения порошков сферической формы для аддитивных технологий: плазменный процесс с вращающимся электродом, газовая атомизация, плазменная атомизация, а также плазменная сфероидизация [8]. Получаемые порошки с использованием плазменного процесса с вращающимся электродом имеют сферическую форму и обладают высокой текучестью, но имеют существенный недостаток: диапазон размеров составляет 100–300 мкм, а 50 % порошка имеют размер порядка 175 мкм [9]. В процессе газовой атомизации получаемые порошки имеют околосферическую форму, но имеют много частиц-сателлитов. В основном применяется для получения большого количества порошка с малым диаметром частиц (~40 мкм). После процесса плазменной атомизации получаются сферические порошки без частиц-сателлитов, имеющие узкое распределение по размерам частиц со средним значением 40 мкм [10]. Применяется для получения большого количества порошка. В процессе плазменной сфероидизации также получаются порошки сферической формы, с распределением размеров, как у исходного порошка. Возможно применение как в лабораторных так и в промышленных условиях [11–15]

Цель данной работы заключается в получении сферического порошка сплава ВТ6 методом его распыления в пламени индуктивно-связанной плазмы и изучении структуры порошка до и после сфероидизации.

Материал и методика исследования

Получение сферического порошка сплава ВТ6. Индуктивно-связанная плазма представляет собой газовый разряд, образующийся внутри разрядной камеры, возбуждающийся высокочастотным переменным магнитным полем при помощи индукционной катушки. В данной работе использовалась гелиево-аргоновая плазма, возбуждаемая высокочастотным разрядом. Схематичное

изображение данной установки представлено на рис. 1.

В качестве исходного порошка был использован титановый сплав марки ВТ6 (Beijing Xing Rong Yuan Technology Co., LTD. 99,5%), имеющий размер $D_{90}=72$ мкм. В газовой системе установки использовались такие газы как Ar (>99,999 %) и He (>99,999 %). Аргон использовался в качестве защитного, центрального и несущего газов, гелий в качестве дополнительного защитного газа.

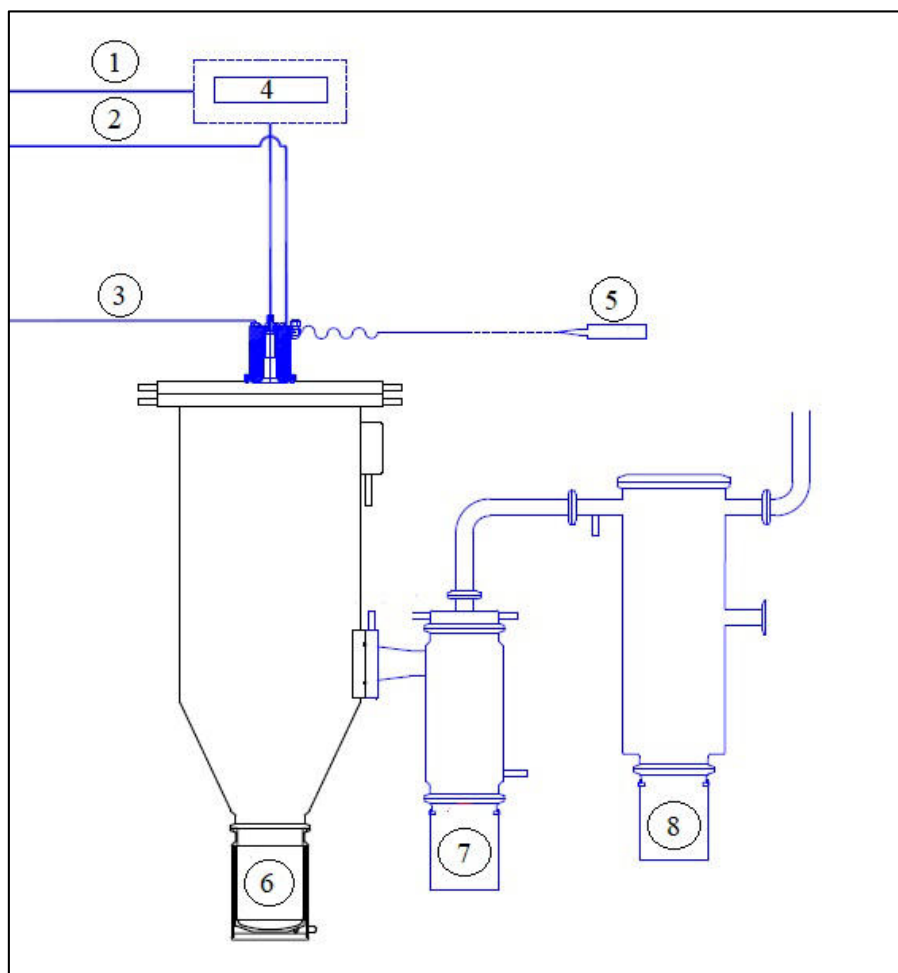


Рис. 1. Схематичное изображение реакторной системы установки TEKNA Tek-15. 1 – несущий газ; 2 – центральный газ; 3 – защитный газ; 4 – податчик порошка; 5 – стартерная линия; 6 – сборочный контейнер реактора; 7 – сборочный контейнер циклона; 8 – сборочный контейнер фильтра

Fig. 1. Schematic representation of the TEKNA Tek-15 reactor system: 1 – carrier gas; 2 – central gas; 3 – sheath gas; 4 – powder feeder; 5 – starter; 6 – reactor assembly container; 7 – cyclone assembly container; 8 – filter assembly container

Исходный порошок титанового сплава предварительно был высушен в вакуумном шкафу при температуре 130°C в течение 12 часов. Затем была выделена определённая фракция порошка в диапазоне 25–53 мкм, выполнено это было использованием просеивающей машины (RETSCH AS 200). Загрузка исходного порошка составила 220 г. После загрузки газовая система установки была продута аргоном для удаления из системы воздуха. Затем была установлена скорость подачи порошка в плазмотрон, которая составила 1200 г/час, путем подбора такта и частоты вибрации податчика порошка. Перед поджигом плазмы были установлены расходы газов: защитного (аргон) – 35 ст.л./мин, центрального – 10 ст.л./мин. Когда мощность установки достигла 1.4 кВт, был произведён поджиг плазмы. По достижении мощности 10 кВт расход защитного газа (аргона) был уменьшен до 10 ст.л./мин, а расход дополнительного защитного газа (гелия) был установлен на уровне 25 ст.л./мин. После достижения максимальной мощности установки (15кВт) и необходимого давления (1 атм.) был установлен расход несущего газа – 2 ст.л./мин.. После этого была активирована подача порошка в зону низкотемпературной плазмы. Время синтеза составило 10 мин 10 сек. После его окончания была проведена продувка системы аргоном для удаления остатков гелия. Затем был снят сборочный контейнер реактора, откуда было извлечено 190 г. полученного порошка.

Исследование полученного порошка. Морфология поверхности была исследована с использованием сканирующего электронного микроскопа (Tescan Maia 3) с детектором флуоресцентного излучения (Bruker X-Flash 6|10). Рентгеноструктурный анализ был проведён с использованием излучения $\text{Cu K}\alpha$ (1,5406+) в диапазоне углов 2θ от 10° до 80° (Bruker D8 Advance) с использованием программного обеспечения TOPAS 5. Лазерным дифрактометром было получено распределение частиц по размеру (Malvern Mastersizer 3000).

Результаты и их обсуждение

Для определения химического состава исходного порошка титанового сплава был проведён рентгенофлуорисцентный анализ. В табл. 1 представлено содержание соответствующих элементов в сплаве.

Таблица 1

Содержание элементов в исследуемом сплаве

Table 1

Elemental composition of the alloy

Элемент	Содержание, масс. %
Титан (Ti)	Основной компонент
Алюминий (Al)	5,5–6,5
Ванадий (V)	3,5–4,5
Углерод (C)	< 0.08
Железо (Fe)	< 0.25
Кислород (O)	< 0.13
Азот (N)	< 0.05
Водород (H)	< 0.012

Используемый порошок сплава ВТ6 по химическому составу соответствует ГОСТу 19807–91 «Титан и сплавы титановые деформируемые. **МАРКИ**».

Гранулометрический анализ полученного в результате сфероидизации порошка показал, что размер 90 % частиц составил менее 53.8 мкм. Распределение размеров частиц до и после сфероидизации по объёму представлено на рис. 2.

На рис. 3 представлены изображения, полученные на сканирующем электронном микроскопе, исследуемого сплава до и после процесса сфероидизации.

Как и следовало из цели работы, частицы титанового сплава приобрели сферическую форму. Исследование на сканирующем электронном микроскопе показало, что размер частиц соответствует гранулометрическому составу, полученному на лазерном дифрактометре.

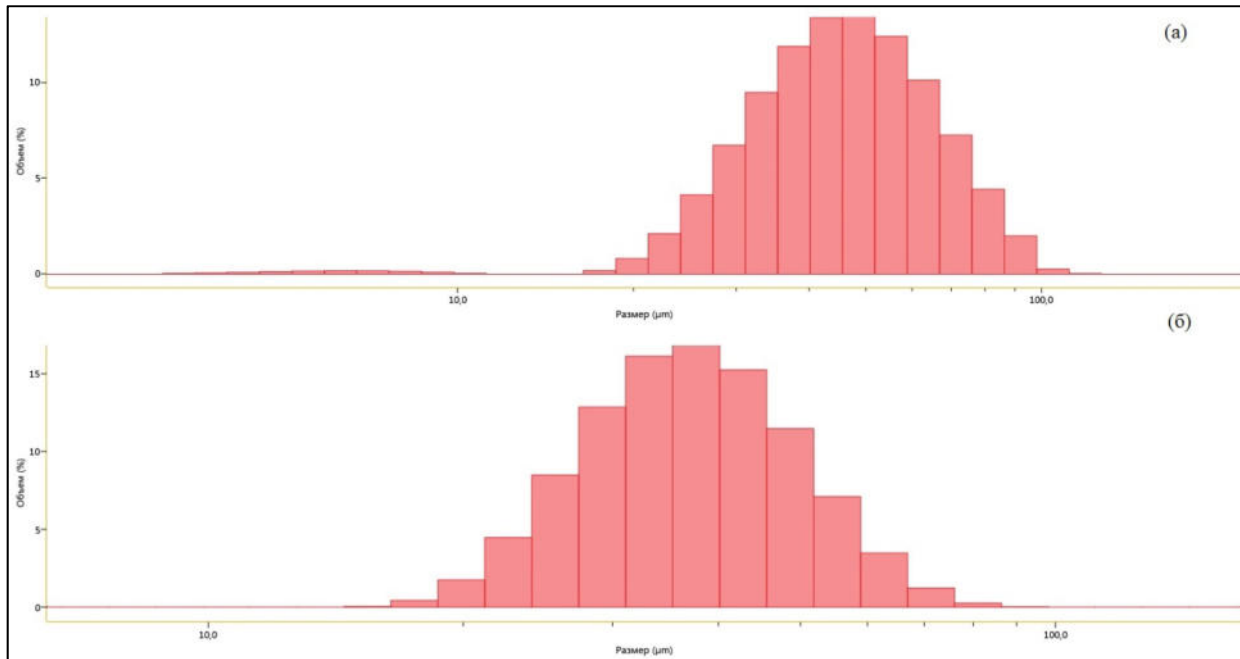


Рис. 2. Распределение размеров частиц по объёму.
 (а) исходного порошка титанового сплава, (б) после процесса сфероидизации

Fig. 2. Distribution of particle sizes by volume.
 (a) the initial titanium alloy powder, (б) after the spheroidization process

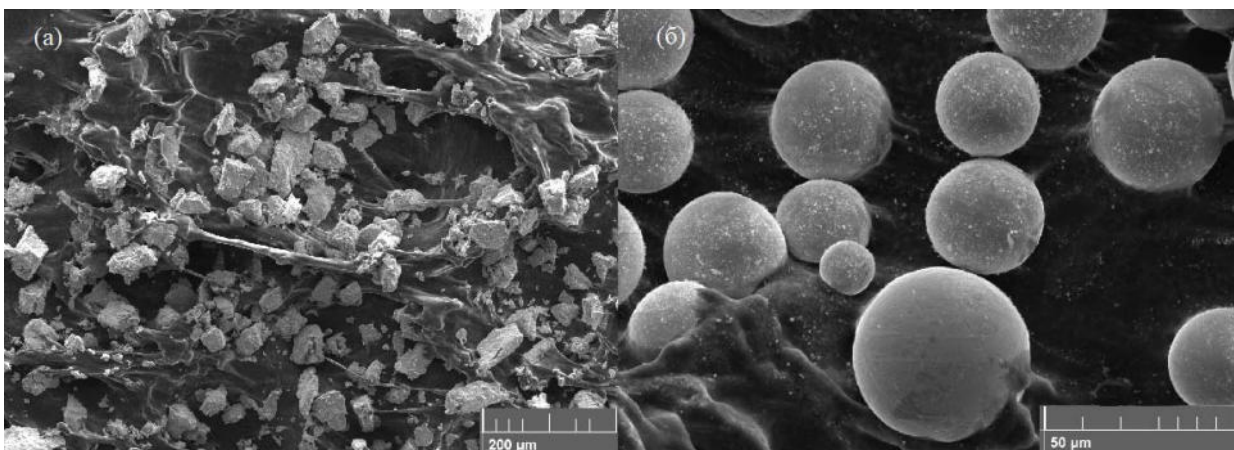


Рис. 3. СЭМ изображения титанового сплава до (а) и после (б) сфероидизации
 Fig. 3. SEM images of titanium alloy before (a) and after (b) spheroidization

В результате проведения рентгеноструктурного анализа были получены дифрактограммы исследуемого сплава до и после сфероидизации (рис. 4).

При более детальном анализе пиков на дифрактограммах видно, что после сфероидизации

интенсивность дифракционных максимумов уменьшается, а ширина увеличивается. Исследуя данное явление, был сделан вывод, что это происходит из-за изменения размеров кристаллитов после проведения процесса сфероидизации, т.к. полуширина дифракционных

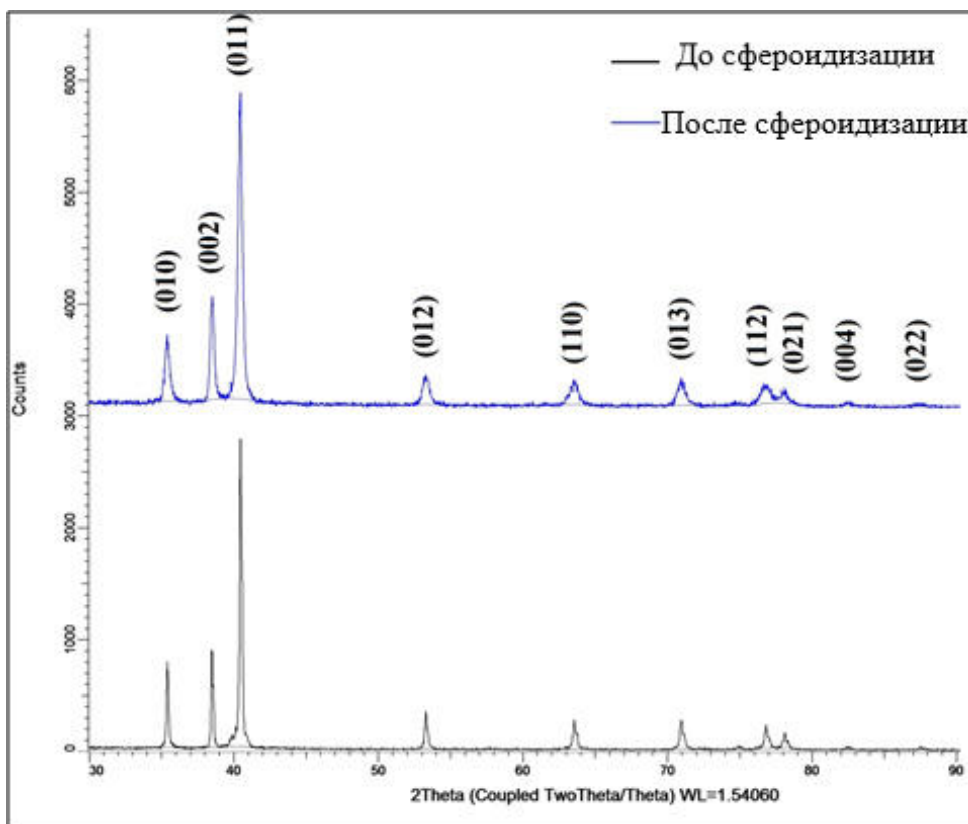


Рис. 4. Дифрактограммы исследуемого сплава титана до (нижняя) и после (верхняя) сфероидизации

Fig. 4. Diffractograms of the investigating titanium alloy before (lower) and after (upper) spheroidization

максимумов зависит от их размеров. Изменение размеров кристаллитов можно объяснить тем фактом, что при сфероидизации в пламени плазмы происходит полный расплав частиц, а затем происходит кристаллизация с высокой (~10⁶ К/с) скоростью охлаждения, что также вносит свой вклад в изменение величины микронапряжений в частицах исследуемого порошка.

После проведения расчётов размеров кристаллитов были получены значения 311,9 и 191,4 нм до и после сфероидизации соответственно. Величины микронапряжений составили: до сфероидизации – 4,5·10⁻⁴, после – 1,34·10⁻³.

Использование программного обеспечения позволило рассчитать параметры решётки и

объём элементарной ячейки титанового сплава ВТ6 до и после сфероидизации. Полученные данные представлены в табл. 2.

Таблица 2

Параметры решётки и объём элементарной ячейки исследуемого сплава

Table 2

Lattice parameters and volume of unit cell of the alloy under study

	Параметр a, +	Параметр c, +	V _{эл}
До сфероидизации	2,92585	4,67484	34,65783
После сфероидизации	2,92951	4,67608	34,75378

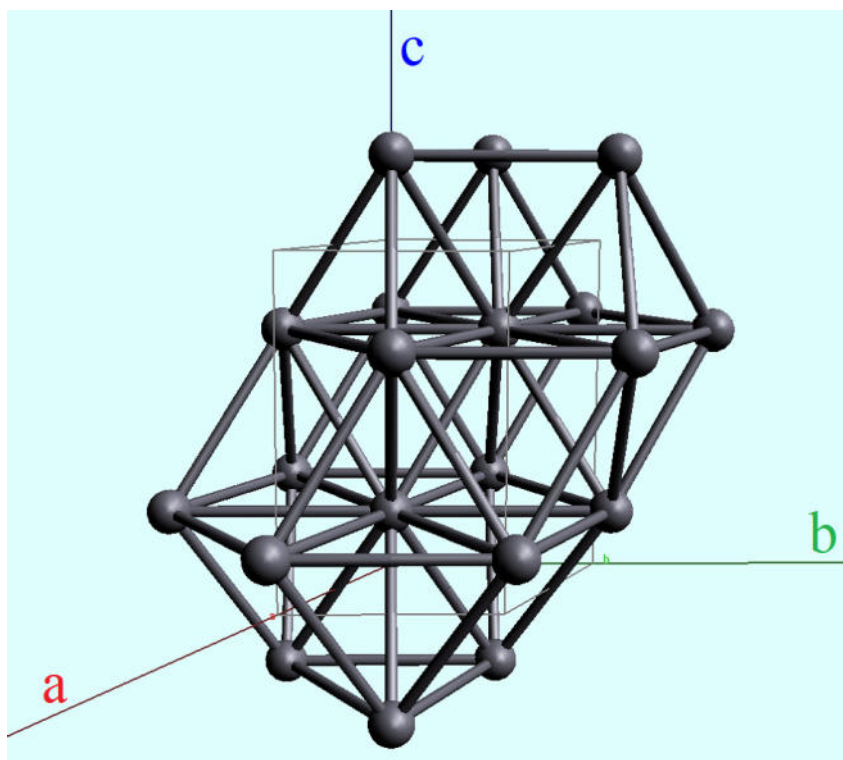


Рис. 5. Кристаллическая структура титанового сплава ВТ6
 Fig. 5. Crystal structure of titanium alloy «Grade 5»

На основе полученной после сфероидизации дифрактограмме была смоделирована кристаллическая структура сплава (рис. 5). Пространственная группа $R\bar{3}m$ (гексагональная плотнейшая упаковка). Это показывает, что основной компонент сплава (титан) находится в определённой кристаллической модификации, а именно низкотемпературный α -Ti.

Заключение

1. Сферический порошок титанового сплава ВТ6 был получен путём переплавки в потоке индуктивно-связанной плазмы с использованием полупромышленного оборудования Текна с установленным реактором для производства сферических порошков.

2. Исследования фазового состава показали, что полученный порошок имеет гексагональную элементарную ячейку. Параметр решетки a составлял $2,92951 \text{ \AA}$, c - $4,67608 \text{ \AA}$, объем единичной ячейки - $34,75378 \text{ \AA}^3$. Различия в параметрах до и после сфероидизации незначительны.

3. Был сделан вывод об уменьшении размеров кристаллитов ($311,9 \text{ нм}$ до $191,4 \text{ нм}$) и уменьшения значения микронапряжений ($4,5 \cdot 10^{-4}$ до $1,34 \cdot 10^{-3}$) в структуре, что говорит о вытеснении точечных и линейных дефектов из объёма кристаллитов. Уменьшение количества дефектов предотвращает внедрение нежелательных примесей и, соответственно, улучшает определённые характеристики по сравнению с исходным порошком титанового сплава.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

[1] Dovbysh V.M., Zabednov P.V., Zlenko M.A. Additive technologies and metal articles // Small cast-er's library. 2014. No. 9, P. 14–71.

[2] Popovich V.A., Borisov E.V., Heurtebise V., Rienslag T., Popovich A.A., Sufiarov V.S. Creep and thermomechanical fatigue of functionally graded inconel

718 produced by additive manufacturing // Minerals, Metals and Materials Series. 2018. Vol. Part F12. P. 85–97.

[3] **Sufiiarov V.Sh., Borisov E.V., Polozov I.A., Masailo D.V.** Control of structure formation in selective laser melting process // Tsvetnye Metally. 2018. No. 7. P. 68–74.

[4] **Sufiiarov V.Sh., Popovich A.A., Borisov E.V., Polozov I.A.** Evolution of structure and properties of heatresistant nickel alloy after selective laser melting, hot isostatic pressing and heat treatment // Tsvetnye Metally. 2017. No. 1. P. 77–82.

[5] **Popovich, V.A., Borisov, E.V., Popovich, A.A., Masaylo, D.V., Alzina, L.** Functionally graded Inconel 718 processed by additive manufacturing: Crystallographic texture, anisotropy of microstructure and mechanical properties // Materials and Design. 2017. Vol. 114. P. 441–449.

[6] **Sufiiarov V., Popovich A.A., Polozov I., Masaylo D., Orlov A.** Microstructure and mechanical properties of additive manufactured copper alloy // Materials Letters. 2016. Vol. 179. P. 38–41.

[7] **Kempen K., Thijs L., Van Humbeeck J., Kruth J.-P.** Mechanical properties of AlSi10Mg produced by SLM // Physics Procedia. 2012. No. 39. P. 439–446.

[8] **Yolton C.F., Froes F.H.** Conventional titanium powder production// Titanium Powder Metallurgy: Science, Technology and Applications // Elsevier, Waltham, MA. 2015. P. 51–67.

[9] **Nachtrab W.T., Roberts P.R., Newborn H.A.** Powder metallurgy of advanced titanium alloys // Key Engineering Materials. 1993. No. 77–78. P. 115–140.

[10] **Entezarian M., Allaire F., Tsantrizos P., Drew R.A.L.** Plasma atomization: a new process for the production of fine, spherical powders // JOM. 1996. Vol. 48, is. 6. P. 53–55.

[11] Tekna Plasma Systems Inc. URL: <http://tekna.com/equipment-spheroidizationnanosynthesis-deposition/spheroidization-equipment/> (accessed June 01, 2018).

[12] **Popovich A.A., Razumov N.G., Grigoriev A.V., Samokhin A.V., Sufiiarov V.Sh., Goncharov I.S., Fadeev A.A., Sinaiskii M.A.** Fabrication of the Nb–16Si alloy powder for additive technologies by mechanical alloying and spheroidization in electric-arc discharge thermal plasma // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. 2018. Vol. 59, no. 6. P. 671–676.

[13] **Razumov N.G., Wang Q.-S., Popovich A.A., Shamshurin A.I.** Fabrication of spherical high-nitrogen stainless steel powder alloys by mechanical alloying and thermal plasma spheroidization // AIP Conference Proceedings. 2018. 1946, 020001. DOI: 10.1063/1.5030305

[14] **Razumov N.G., Popovich A.A., Wang Q.-S.** Thermal Plasma Spheroidization of High-Nitrogen Stainless Steel Powder Alloys Synthesized by Mechanical Alloying // Metals and Materials International. 2018. Vol. 24(2). P. 363–370.

[15] **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 СПбПУ. Естественные и инженерные науки. 2017. Т. 23. № 1. С. 247–255. DOI: 10.18721/JEST.230125

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

ОЗЕРСКОЙ Николай Евгеньевич — инженер Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого

E-mail: nikolaiozerskoi@yandex.ru

ПОПОВИЧ Анатолий Анатольевич — доктор технических наук директор ИММиТ Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого

E-mail: popovicha@mail.ru

ЕРМАКОВ Борис Сергеевич — доктор технических наук ведущий научный сотрудник Санкт-Петербургского политехнического университета

E-mail: ermakov55@bk.ru

Дата поступления статьи в редакцию: 18.10.2019

REFERENCES

[1] **V.M. Dovbysh, P.V. Zabednov, M.A. Zlenko,** Additive technologies and metal articles, Small caster's library, 9 (2014) 14–71.

[2] **V.A. Popovich, E.V. Borisov, V. Heurtebise, T. Riemslag, A.A. Popovich, V.S. Sufiiarov,** Creep and thermomechanical fatigue of functionally graded



inconel 718 produced by additive manufacturing, Minerals, Metals and Materials Series, Part F12 (2018) 85–97.

[3] **V.Sh. Sufiyarov, E.V. Borisov, I.A. Polozov, D.V. Masailo**, Control of structure formation in selective laser melting process, *Tsvetnye Metally*, 7 (2018) 68–74.

[4] **V.Sh. Sufiyarov, A.A. Popovich, E.V. Borisov, I.A. Polozov**, Evolution of structure and properties of heatresistant nickel alloy after selective laser melting, hot isostatic pressing and heat treatment, *Tsvetnye Metally*, 1 (2017) 77–82.

[5] **V.A. Popovich, E.V. Borisov, A.A. Popovich, D.V. Masaylo, L. Alzina**, Functionally graded Inconel 718 processed by additive manufacturing: Crystallographic texture, anisotropy of microstructure and mechanical properties, *Materials and Design*, 114 (2017) 441–449.

[6] **V. Sufiyarov, A.A. Popovich, I. Polozov, D. Masaylo, A. Orlov**, Microstructure and mechanical properties of additive manufactured copper alloy, *Materials Letters*, 179 (2016) 38–41.

[7] **K. Kempen, L. Thijs, J. van Humbeeck, J.-P. Kruth**, Mechanical properties of AlSi10Mg produced by SLM, *Physics Procedia*, 39 (2012) 439–446.

[8] **C.F. Yolton, F.H. Froes**, Conventional titanium powder production// *Titanium Powder Metallurgy: Science, Technology and Applications*, Elsevier, Waltham, MA, (2015), 51–67.

[9] **W.T. Nachtrab, P.R. Roberts, H.A. Newborn**, Powder metallurgy of advanced titanium alloys, *Key Engineering Materials*, 77–78 (1993) 115–140.

[10] **M. Entezarian, F. Allaire, P. Tsantrizos, R.A.L. Drew**, Plasma atomization: a new process for the production of fine, spherical powders, *JOM*, 48 (6) (1996) 53–55.

[11] Tekna Plasma Systems Inc. URL: <http://tekna.com/equipment-spheroidizationnanosynthesis-deposition/spheroidization-equipment/> (accessed June 01, 2018).

[12] **A.A. Popovich, N.G. Razumov, A.V. Grigoriev, A.V. Samokhin, V.Sh. Sufiyarov, I.S. Goncharov, A.A. Fadeev, M.A. Sinaiskii**, Fabrication of the Nb–16Si alloy powder for additive technologies by mechanical alloying and spheroidization in electric-arc discharge thermal plasma, *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*, 59 (6) (2018) 671–676.

[13] **N.G. Razumov, Q.-S. Wang, A.A. Popovich, A.I. Shamshurin**, Fabrication of spherical high-nitrogen stainless steel powder alloys by mechanical alloying and thermal plasma spheroidization, *AIP Conference Proceedings*, 2018. 1946, 020001. DOI: 10.1063/1.5030305

[14] **N.G. Razumov, A.A. Popovich, Q.-S. Wang**, Thermal Plasma Spheroidization of High-Nitrogen Stainless Steel Powder Alloys Synthesized by Mechanical Alloying, *Metals and Materials International*, 24 (2) (2018) 363–370.

[15] **U.V. Grigoriev, N.G. Razumov, U.U. Popovich, U.V. Samokhin**, Plasma spheroidization of Nb-Si-based powder alloys obtained by mechanical alloying, *St. Petersburg polytechnic university journal of engineering sciences and technology*, 23 (1) (2017) 247–255. DOI: 10.18721/JEST.230125

THE AUTHORS

OZERSKOI Nikolai E. – *Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University.*

E-mail: nikolaiozerskoi@yandex.ru

POPOVICH Anatolii A. – *Peter the Great St. Petersburg polytechnic university*

E-mail: popovicha@mail.ru

ERMAKOV Boris S. – *Peter the Great St. Petersburg polytechnic university*

E-mail: ermakov55@bk.ru

:Received 18.10.2019