

УДК: 621.762.2

Исследование воздушной плазменной атомизации стали*

Д.В. Сергачев, В.И. Кузьмин, И.П. Гуляев, С.П. Ващенко

*Институт теоретической и прикладной механики
им. С.А. Христиановича СО РАН, Новосибирск*

E-mail: sergachev.mitia2015@yandex.ru

Газовая атомизация является основным способом производства металлических порошков. В мире таким способом производится 70 % всех порошков. С развитием технологий появляются области, которые приводят к росту требований к порошку по распределению частиц по размеру. В связи с этим появляются новые способы производства порошков. Один из них — плазмоструйная атомизация, которая представляет объект исследований в данной работе.

Ключевые слова: низкотемпературная плазма, плазмотрон с межэлектродными вставками, атомизация проволоки, производство металлических порошков.

Введение

Наиболее детально механизмы плазменного распыления проволоки тугоплавких металлов были изучены в середине 50-х годов прошлого столетия в Институте металлургии АН СССР под руководством академика Рыкалина Н.Н. [1]. В работе использовались плазменная струя и вынесенная на проволоку дуга в плазмотроне для напыления покрытий.

Первый патент по плазменной атомизации получил приоритет в 1995 году [2], а опубликован был только в 2014 году, когда способ стал рентабелен для производства частиц титана вследствие развития трехмерной печати. При высокой стоимости сырья и низком выходе целевого продукта становятся незначительными затраты на электроэнергию и другие оперативные расходы при производстве. По заявлению авторов, плазменная атомизация позволяет получать металлические и керамические порошки размером от 10 до 300 мкм. Большой разброс связан с низкой скоростью истечения плазмы и значительными пульсациями мощности дуги. Например, плазмотроны с самоустанавливающейся длиной дуги РТФ4 и 3МВ компании Sultzer Metco имеют пульсации мощности

* Работа выполнена в соответствии с заданием Министерства науки и высшего образования РФ (проект № 121030500145-0 и АААА-А19-119051590004-5).

более 100 % при использовании в качестве плазмообразующих газов Ar-H_2 и $\text{Ar-H}_2\text{-He}$, и около 50 % — для Ar-He [3]. Частота пульсаций меняется от 4 до 8 кГц. Пульсации мощности для отечественных плазмотронов, работающих на аргоне, составляют 60 % для ГН-5; 51,3 % — для ПП-25; до 80 % — для РП-6 и до 100 % — для ЭДП-159. В работе [4] отмечалось, что пульсации мощности в плазмотронах с межэлектродной вставкой могут быть в несколько раз меньше.

Используемый в настоящей работе плазмотрон ПНК-50 (разработка ИТПМ СО РАН), плазменный канал которого выполнен по линейной схеме с секционированной межэлектродной вставкой, имеет пульсации мощности не более 12 %.

Таким образом, в случае с плазменным распылением низкий выход целевого продукта по размеру частиц в диапазоне от 20 до 60 мкм связан с низкой скоростью истечения плазменной струи и высокими пульсациями напряжения. Влияние низкочастотных колебаний проволоки при натекании плазменной струи, приводящее к появлению крупных частиц в распределении порошка по размеру, нивелировалось путем уменьшения угла атаки плазменной струи до 30° [2], а также симметричным аксиальным расположением трех плазмотронов под углом 120° относительно друг друга вокруг проволоки, что позволило увеличить диаметр вводимой проволоки. Тем не менее нужное распределение порошка по размеру, так же как и при распылении расплава холодной газовой струей, достигается просеиванием частиц.

Цель настоящей работы можно определить как поиск способа управления средним значением распределения частиц по размеру и получения порошка с минимальным средним значением размера частиц.

2. Экспериментальная установка для атонизации проволоки

В работе использовался плазмотрон для воздушно-плазменного напыления функциональных покрытий ПНК-50 [5], плазменный канал которого сформирован секционированной межэлектродной вставкой. Режимы работы плазмотрона приведены в табл. 1. Также здесь представлены кинематические и теплофизические параметры плазменной струи на срезе сопла.

Порошок, получаемый в процессе экспериментов, собирался в емкость с дистиллированной водой. Дистанция от среза сопла плазмотрона до поверхности воды составляла 1500 мм.

Путем изменения рабочих параметров плазмотрона и формы сопла подбирались режимы с разной скоростью истечения струй термической плазмы. В плазменную струю подавалась проволока из нержавеющей стали 12Х18Н10Т диаметром 1 мм (рис. 1).

Таблица 1
Режимы

Сопло Параметры	Цилиндр					Лаваль
G_{pf} , г/с	1	1,5	2	2,5	3	3
I , А	200	200	200	200	200	200
U, В	181	190	210	222	230	270
P , кВт	36,2	38,0	43,0	44,4	46,0	54,0
η , %	62	65	69	70	70	65
H , МДж/кг	19,6	14,5	12,6	10,9	9,2	6,7
T , К	6400	5900	5600	5200	4600	3500
V , м/с	580	740	920	1040	1080	1800
№ режима	1	2	3	4	5	6

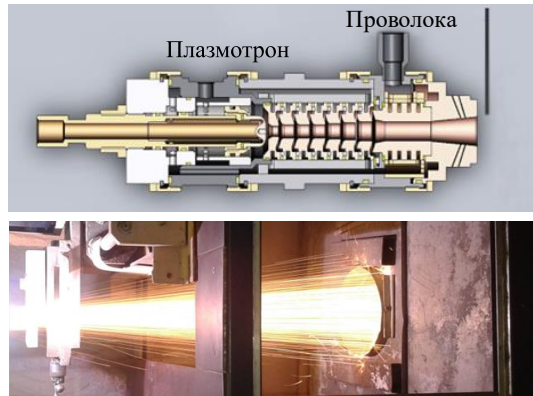


Рис. 1. Схема ввода проволоки.

Фотографии получаемых порошков выполнены посредством СЭМ (сканирующая электронная микроскопия) с помощью растрового электронного микроскопа EVO MA 15 (Carl Zeiss, Германия). Распределение частиц по размеру определялось с помощью лазерного анализатора размера частиц LS 13 320 (Beckman Coulter, inc. США).

3. Результаты экспериментов и обсуждение

В результате проведенных экспериментов получены порошки при шести различных режимах работы плазмотрона (табл. 1). СЭМ-фотографии порошков, которым соответствовали режимы с расходами плазмообразующего газа 1 и 1,5 г/с, представлены на рис. 2. Распыление проходило в открытой атмосфере. Среднемассовая скорость плазмы на срезе сопла была низкой и имела значения 580 и 740 м/с, а температура высокой скорости плазмы составляла 6400 и 5900 К соответственно. Поэтому поверхностный слой частиц интенсивно окислялся.

Известно, что при окислении металлы могут увеличиваться в объеме в 2–3 раза. Вследствие этого происходит увеличение поверхностных напряжений, из-за чего оксидная пленка разрушается и начинается окисление нижнего слоя. Следы разрушившейся оксидной пленки видны на фотографии. С увеличением скорости газа и уменьшением температуры плазмы скорость окисления падает и частицы меньше времени находятся в ядре плазменной струи. Это приводит к меньшей степени окисляемости, что демонстрирует рис. 3. Видно, что крупные частицы окисляются больше, так как имеют меньшую

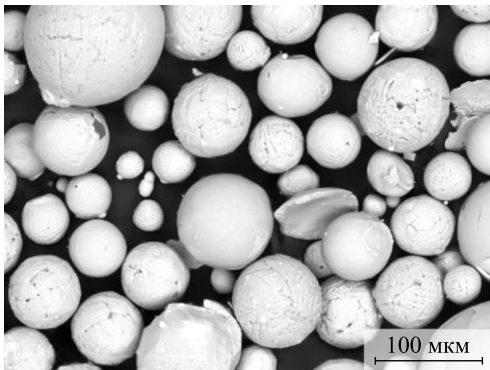


Рис. 2. СЭМ-изображение частиц порошка, полученных в режиме 2.

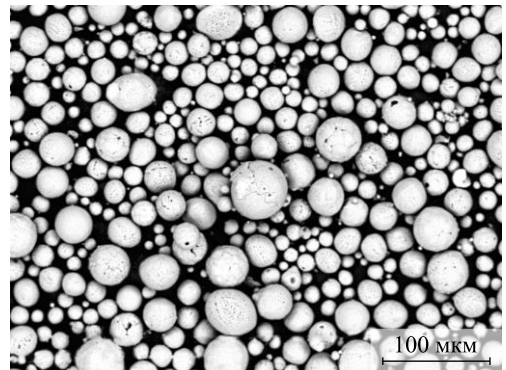


Рис. 3. СЭМ-изображение частиц порошка, полученных в режиме 6.

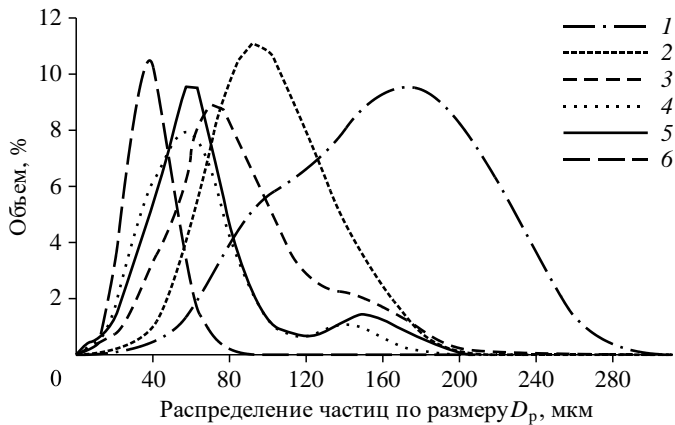


Рис. 4. Объемное распределение произведенных частиц по размеру.

1–6 — соответственно режимы 1–6.

скорость полета. В то время как маленькие частицы, имея большую скорость, меньше времени находятся в атмосфере перед попаданием в воду и, соответственно, меньше окисляются. Таким образом, металлические порошки необходимо распылять в камере с инертным газом.

Объемные распределения частиц по размеру представлены на рис. 4. В режиме 1 получены частицы размерами от 0 до 300 мкм, как и в патенте [2]. Это свидетельствует о примерно равных скоростях плазменных струй. Распределения частиц, полученных в режимах 3, 4 и 5, по размеру не значительно отличаются друг от друга, поскольку скорость плазменных струй в каждом режиме лежит в диапазоне от 900 до 1100 м/с. Низкочастотные колебания проволоки приводят к появлению второго пика в распределении в диапазоне от 130 до 160 мкм. В режимах 1 и 2 они накладываются на основное распределение частиц и не вносят существенной асимметрии в распределение.

Самое узкое распределение частиц получено в режиме 6 при максимальной среднemasсовой скорости истечения плазменной струи. Его сравнение с распределением, полученным с использованием коммерчески доступного порошка для трехмерной печати из нержавеющей стали PH1, приведено на рис. 5. Порошок для трехмерной печати

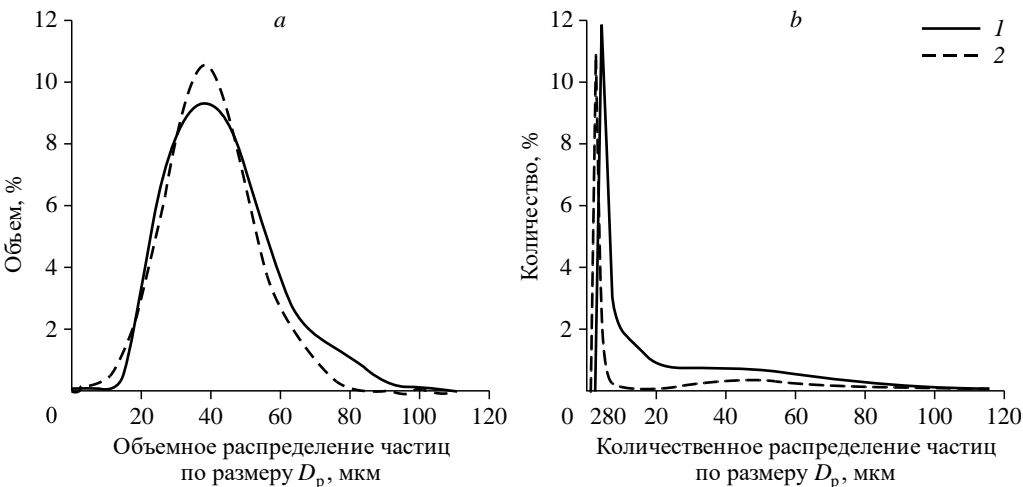
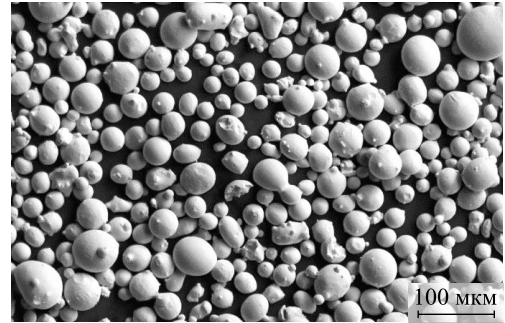


Рис. 5. Сравнение объемных (а) и количественных (б) распределений по размеру частиц, полученных в представленной работе в режиме 6 (1), и частиц из нержавеющей стали PH 1 (2).

Рис. 6. СЭМ-изображение порошка из нержавеющей стали РН1.



производится путем газодинамического распыления в инертной среде с последующими стадиями термической обработки и просевом. В то время как в проведенном авторами эксперименте порошок с представленным распределением частиц по размеру получен без просева и за одну стадию.

Для получения распределений использовался метод рассеяния лазерного луча. Рассеянный лазерный пучок от маленьких частиц или небольших дефектов больших частиц попадает на светочувствительные диоды, расположенные под маленькими углами. Каждый угол рассеяния соответствует размеру частицы. Чем больше частица, тем больше угол рассеяния. Для порошка с идеальными сферическими частицами и моодисперсным распределением по размеру распределения частиц должны совпадать. Отличие объемного распределения частиц от счетного распределения частиц по размеру указывает на отклонения от дисперсного распределения частиц по размеру и на наличие дефектов на их поверхности. Присутствие пика в счетном распределении частиц по размеру в диапазоне от 0 до 5 мкм свидетельствует о наличии пыли, сателлитов, разного рода трещин и пор на поверхности частиц.

Сходство двух порошков по объемному распределению свидетельствует, с одной стороны, о высоком выходе целевого продукта при сверхзвуковом плазменном распылении. С другой стороны, сдвиг пика в счетном распределении частиц по размеру указывает на большее соответствие допущению, сделанному при измерении распределений частиц.

СЭМ-изображение порошка нержавеющей стали РН1 представлено на рис. 6. Видно, что основным источником погрешности при измерении размера частиц являются сателлиты и несферичность частиц. Оба эти явления вредны для технологии трехмерной печати, так как уменьшают сыпучесть порошка.

Сравнение статистических параметров распределений частиц по размеру, полученных в ходе экспериментов, и порошка РН1 представлено в табл. 2. Видно, что путем изменения режима можно управлять средней величиной частиц по размеру.

При увеличении скорости плазменной струи уменьшается среднее значение диаметра частиц и стандартное отклонение распределения частиц. Как видно из табл. 2, наибольшее сходство с порошком РН 1 имеет порошок, полученный в режиме № 6 при среднемассовой скорости плазменной струи на срезе сопла 1800 м/с. Он имеет

Таблица 2
Статистические параметры объемных распределений частиц по размеру [мкм]

Режим	1	2	3	4	5	6	РН1
Среднее	145,1	94,94	73,37	58,51	56,74	35,84	39,32
Медиана	145,5	93,50	70,43	55,45	54,52	35,62	37,27
Стандартное отклонение	57,34	34,00	37,43	33,34	32,11	13,67	15,03
d_{10}^*	72,77	54,43	28,62	21,05	20,47	18,61	22,29
d_{90}^*	221,6	140,2	121,9	95,64	88,20	53,27	59,19

* диаметр, меньше которого 10 % объема частиц, ** диаметр, меньше которого 90 % объема частиц.

незначительно более узкое распределение по размеру, меньшее среднее значение частиц и меньшую асимметрию распределения. Таким образом, управляя параметрами плазменной струи, можно изменять не только среднее значение диаметра частиц, но и ширину распределения частиц по размеру.

Заключение

Варьирование значений параметров температуры и скорости плазменных струй позволило получить порошки с разными распределениями частиц по размеру. Это показывает, что производство порошков методом плазменной атомизации позволяет управлять средним значением и шириной распределения частиц по размеру. В зависимости от режима работы плазмотрона можно производить порошковые материалы как для порошковой металлургии, так и для новых технологий трехмерной печати с повышенными требованиями к сферичности и распределению частиц по размеру. Выход нужной фракции при этом может приближаться к 90 %.

Список литературы

1. Краснов А.Н., Зильберберг В.Г., Шаривкер С.Ю. Низкотемпературная плазма в металлургии. М.: Металлургия, 1970. 216 с.
2. Patent CA 2183290 C. Metal or ceramic powder production process by plasma atomization / Tsantrzos P.G., Allaie F., Entezarian M. Priority 1995.
3. Fauchais P., Etchart-Salas R., Rat V., Coudert J.A., Caron N., Wittmann-Teneze K. Parameters controlling liquid plasma spraying: solutions, sols, or suspensions // J. of Thermal Spray Technology. 2007. Vol. 7, No. 1. P. 31–59.
4. Низкотемпературная плазма. Т. 17. Электродуговые генераторы термической плазмы / М.Ф. Жуков, к.т.н. И.М. Засыпкин и др. Новосибирск: Наука, 1999. 712 с.
5. Kuzmin V.I., Mikhail'chenko A.A., Kovalev O.B., Rudenskaya N.A. The technique of formation of the axisymmetric heterogeneous flow for thermal sprayin of powder materials // J. Thermal Spray Technology. 2012. Vol. 21, No. 3. P. 159–168.

*Статья поступила в редакцию 10 октября 2023 г.,
после доработки — 17 апреля 2024 г.,
принята к публикации 13 июня 2024 г.*