

УДК 621.762.2:621.926

## ПЛАЗМЕННАЯ СФЕРОИДИЗАЦИЯ ПОРОШКОВ Al-Zn-Mg-Fe-Ni СПЛАВА ДЛЯ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ

© 2024 г. А. О. Курьшев<sup>1, \*</sup>, А. Н. Петрова<sup>1</sup>, И. Г. Бродова<sup>1</sup>, Д. Ю. Распосиенко<sup>1</sup>, В. В. Астафьев<sup>1</sup>, И. Г. Ширинкина<sup>1</sup>, С. И. Новиков<sup>1</sup>, С. А. Ильиных<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук», Екатеринбург, Россия

<sup>2</sup>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт металлургии Уральского отделения Российской академии наук», Екатеринбург, Россия

\*E-mail: kuryshchev61912@gmail.com

Поступила в редакцию 02.05.2024

После доработки 13.05.2024

Принята к публикации 31.05.2024

Исследовано влияние технологических параметров комплексного метода получения порошка для 3D-печати нового алюминиевого сплава никалина, включающего диспергирование в шаровой мельнице и последующую сфероидизацию частиц при плазменной обработке.

DOI: 10.31857/S0367676524090071, EDN: OEBENZ

### ВВЕДЕНИЕ

По всему миру активно разрабатываются технологии аддитивного производства широкого спектра материалов. Особенный интерес для исследователей и промышленности представляет 3D-печать металлических материалов порошковым методом селективного лазерного плавления (СЛП). В России одним из основных производителей материалов на Al основе для 3D-печати является Центр аддитивных технологий на базе ИЛМиТ компании РУСАЛ. Институтом разработана линейка из восьми алюминиевых сплавов, среди которых наибольший интерес представляет сплав системы Al-Si-Ni для деталей, работающих при повышенных температурах (порядка 250 °С). Он может применяться как после отжига, так и после закалки и старения, обладает хорошей технологичностью в процессе СЛП и высоким уровнем механических характеристик ( $\sigma_B \sim 360$  МПа,  $\delta \sim 11\%$ ) [1, 2]. Также ведущими разработчиками в области порошков для аддитивных технологий является ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» [3] и ОАО «Всероссийский институт легких сплавов» [4]. Исследования институтов направлены на развитие работ по сверхбыстрой кристаллизации Al сплавов, легированных Mn, Cr, Ti, Zr, которая реализуется в методе СЛП. К производимому порошку предъявляются такие требования как сферическая форма частиц и распределение размера частиц

в пределах от 10 до 60 мкм. Эти характеристики являются ключевыми и от них зависят текучесть порошка, равномерность распределения и плотность слоя, необходимое количество подводимой энергии для плавления частиц порошка, шероховатость получаемой поверхности. Кроме того, порошки должны иметь высокую степень химической очистки металла от примесей и окислов и высокую однородность химического состава.

Авторами [5] разработана методика получения порошка с гранулометрическим составом от 10 до 60 мкм из сплава АК9ч, а также продемонстрирована возможность получать компактные детали со структурами, нетипичными для традиционных технологий литья.

Методы изготовления порошков играют важную роль в развитии аддитивных технологий.

Компания ООО «Гранком», которая является дочерним предприятием ПАО «Русполимет», получает порошки для 3D принтеров методом атомной атомизации [6–8]. При распылении методом газовой атомизации получается фракция 10–60 мкм металлического порошка, характеристики которого полностью соответствуют требованиям, выдвигаемым ведущими производителями 3D-принтеров. Кроме газовой атомизации, для получения порошков для СЛП, широко применяется метод водяной атомизации, основанный на распылении струей воды при высоких скоростях нагретого до температур плавления металлического материала и последующего сверхбыстрого затвердевания

мелких частицы порошка [9–11]. Кроме этого, активно развивается метод плазменной атомизации с вращающимся электродом, заключающийся в быстром охлаждении капель металла после плазменной обработки [12,13]. В настоящее время наиболее распространенным материалом на основе алюминия для аддитивных технологий, например, для СЛП, являются порошки Al-Si сплавов (АК12 и АК9) и сплавы системы Al-Si-Cu-Mg (типа АК6) [14, 15].

Тем не менее появление алюминиевых сплавов нового поколения ставит вопрос о расширении линейки сплавов, получаемых проволочными и порошковыми технологиями [16, 17]. Так были разработаны сплавы типа никалин на основе системы Al-Zn-Mg, в которых железо является не вредной примесью, а легирующим компонентом, образующим вместе с никелем Fe-Ni эвтектику [18]. Сплав также практически не содержит меди, что положительно влияет на его стоимость, а наличие эвтектики улучшает его литейные свойства. Как и сплавы системы Al-Mg-Zn никалин является термически упрочняемым сплавом и может быть использован как в литом, так и в деформированном состоянии, что расширяет область его применения по сравнению с высокопрочными деформируемыми сплавами типа В95, А7075 [18,19]. Все это делает никалин привлекательным для использования в аддитивных технологиях, но отсутствие порошка соответствующего состава не позволяют реализовать их на практике. В связи с этим, задача разработки технологии получения такого порошка является актуальной. Целью данной работы является апробация комплексного метода получения порошкового никалина диспергированием стружки сплава в шаровой мельнице с последующей сфероидизацией частиц при плазменной обработке.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В качестве исходного материала для порошка использовали стружку, полученную из прутка сплава никалин с химическим составом (мас. %) Al-2.95Mg-7.22Zn-0.57Ni-0.52Fe-0.1Si-0.21Zr. Порошок получали диспергированием в вибрационной шаровой мельнице. Стружку загружали в стальные ступки объемом 1л. Помол порошка проводили при помощи мелющих шаров в атмосфере аргона при давлении 0.1 МПа. Масса мелющих шаров составляла 1.95 кг. В вибрационной шаровой мельнице было получено 10 партий порошка. При помоле изменяли такие параметры как время помола, которое варьировали от 1 до 24 часов, а также отношение массы загружаемой стружки сплава к массе мелющих шаров — К. После обработки в шаровой мельнице полученный порошок в некоторых случаях просеивали через сита с размером ячейки 100 мкм для устранения грубых частиц.

Для осуществления сфероидизации порошка никалина использовали многофункциональную плазменную установку МАК-100 (разработка Института металлургии УрО РАН).

Анализ размеров и формы частиц порошков проводили с помощью оптического микроскопа МС-2-ZOOM. Расчет размера частиц осуществлялся в программе Fiji, которая переводит оптическое изображение в двухбитное черно-белое изображение и автоматически определяет размер частиц по их площади. Статистическую обработку полученных данных проводили с помощью программы Excel. Определяли средний линейный размер (максимальный размер частиц) и среднюю толщину (средний минимальный размер), фактор формы (отношение среднего максимального размера к среднему минимальному размеру) и строили распределение частиц по размеру (гранулометрический состав). В качестве характеристик гранулометрического состава были приняты среднее квадратичное отклонение (СКО), показывающее ширину распределения частиц по размеру, и доля годного порошка, то есть, доля частиц размером не более 150 мкм. Количество измеренных частиц составляло более 5000. Погрешность определения линейных размеров частиц не превышает 5%.

Исследование морфологии и структуры частиц и структуры полученного порошка проводили на сканирующем электронном микроскопе Tescan Mira, а также методом энергодисперсионного анализа с помощью спектрометра Oxford Instruments Ultim Xmax.

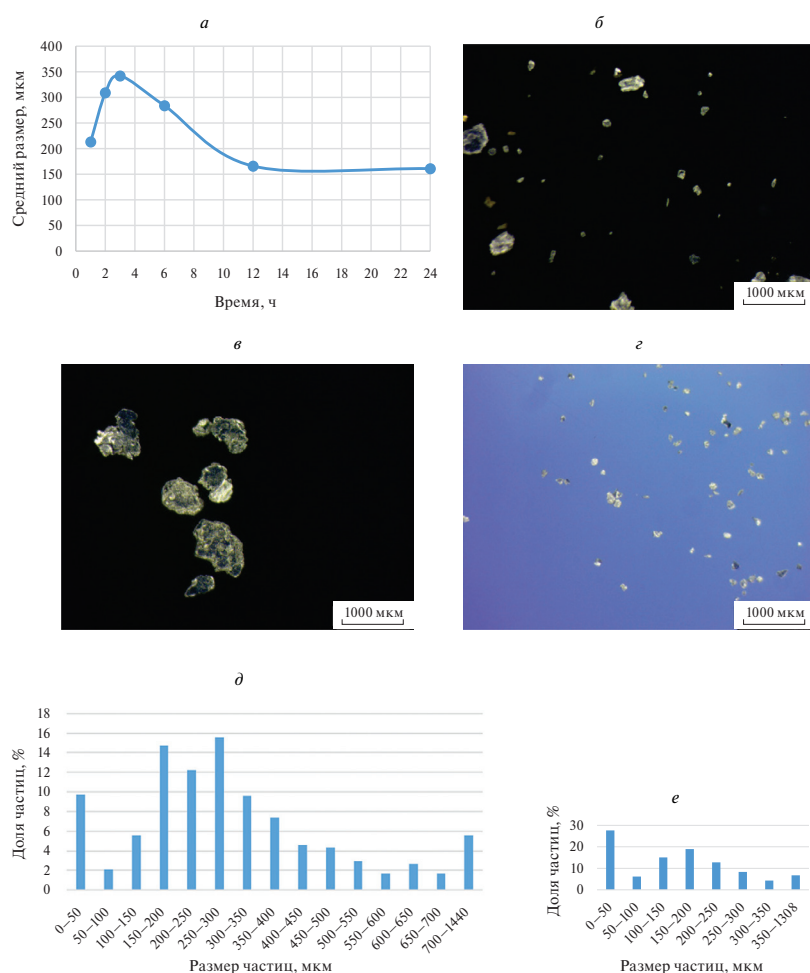
## ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ОБРАБОТКИ СПЛАВА НИКАЛИН В ШАРОВОЙ МЕЛЬНИЦЕ НА РАЗМЕР, ФОРМУ И СТРУКТУРУ ЧАСТИЦ ПОРОШКА

В вибрационной шаровой мельнице было получено 10 партий порошка. Исследовано влияние коэффициента К и времени помола на размерные характеристики и структуру частиц порошка. Параметры помола и отсева, средний размер частиц, фактор формы частиц и доля годного порошка представлены в табл. 1.

В результате проведенных экспериментов было установлено, что при увеличении времени помола с 1 до 24 ч наблюдается немонокотонное диспергирование частиц, что наглядно показано на графике изменения среднего размера частиц от продолжительности помола (рис. 1а). После 1 ч помола средний размер частиц порошка составляет 213 мкм (рис. 1б), затем после 2–3 ч происходит укрупнение частиц за счет их агломерации до 309 мкм (рис. 1в), а далее после 12 ч агломераты разбиваются и измельчаются до среднего размера 166 мкм. При дальнейшем увеличении времени

**Таблица 1.** Параметры экспериментов по диспергированию сплава никалин в вибрационной шаровой мельнице и размерные характеристики частиц порошка

| Номер партии | Время помола, ч | К           | Просеивание                       | Средний размер, мкм | Фактор формы | Доля годного порошка, % |
|--------------|-----------------|-------------|-----------------------------------|---------------------|--------------|-------------------------|
| 1            | 1               | 1/65        | —                                 | 213                 | 1.6          | 60                      |
| 2            | 2               | 1/65        | —                                 | 309                 | 2.7          | 17                      |
| 3            | 3               | 1/65        | —                                 | 342                 | 2.0          | 25                      |
| 4            | 6               | 1/65        | —                                 | 284                 | 2.0          | 8                       |
| 5            | 12              | 1/65        | —                                 | 166                 | 2.2          | 46                      |
| 6            | 24              | 1/65        | —                                 | 161                 | 1.3          | 49                      |
| 7            | 24              | 1/45        | —                                 | 148                 | 1.4          | 52                      |
| 8            | 24              | 1/65        | Отсев на сите 100 мкм             | 90                  | 1.5          | 93                      |
| 9            | 24+6            | 1/65, 1/195 | Отсев на сите 100 мкм             | 78                  | 1.0          | 91                      |
| 10           | 24+6            | 1/65, 1/195 | С финальным просеиванием <100 мкм | 77                  | 1.2          | 97                      |

**Рис. 1.** Зависимость среднего размера частиц от времени помола (а), их морфология (б–г) и гранулометрический состав (д, е): 1 (б), 2 (в), 24 (г, е), 12 ч (д).

помола с 12 до 24 ч средний размер частиц порошка не меняется и составляет 161 мкм (рис. 1г).

Увеличение времени помола также существенно влияет на гранулометрический состав исследованных проб (рис. 1д и 1е). Так  $СКО_{1 \text{ час}} = 252.3 \text{ мкм}$ ,  $СКО_{12 \text{ часов}} = 81.2 \text{ мкм}$  (рис. 1д). При 24 ч обработки  $СКО_{24 \text{ часа}} = 119 \text{ мкм}$  (рис. 1е). Доля годного порошка при  $K = 1/65$  повышается с 17% при 2 ч обработки до 49% после 24 ч.

Кроме того, время помола изменяет морфологию и фактор формы частиц. При времени помола 12 ч и менее формируются плоские вытянутые частицы, и только при 24 ч помола фактор формы частиц приближается к 1 и составляет 1.3–1.4. Увеличение коэффициента  $K$  до  $1/45$ , то есть увеличение массы закладываемой в ступку стружки не приводит к существенному изменению гранулометрического состава порошка и не улучшает форму частиц (табл. 1).

С целью получить фракцию порошка меньшего размера, после обработки в шаровой мельнице в течение 24 ч был произведен отсев порошка на сите с размером ячейки 100 мкм. После отсева средний размер частиц составил 90 мкм, а доля годного порошка возросла до 93%. Для оценки возможности дальнейшего измельчения порошка, используя промежуточное просеивание и увеличение времени помола, эту партию порошка дополнительно обработали в шаровой мельнице еще в течение 6 часов. При обработке изменили коэффициент с  $K=1/65$  до  $K = 1/195$ . В результате такой комплексной обработки были получены плоские равноосные частицы порошка, фактор формы составил 1.0, при этом средний размер частиц уменьшился до 78 мкм. В качестве финальной операции, для избавления от крупных конгломератов частиц (рис. 2а) сплава использовали просеивание на сите с ячейкой 100 мкм.

Данная процедура повлияла на долю годного порошка, которая составила 97% (рис. 2б).

На основании проведенных экспериментов, для последующей плазменной обработки с целью формообразования частиц порошка, был выбран следующий режим диспергирования стружки сплава в вибрационной шаровой мельнице: помол в течение 24 часов при  $K = 1/65$ . При данном режиме получена партия порошка со следующими размерными характеристиками: средний размер частиц 148 мкм, толщиной 118 мкм, фактор формы 1.3.

На рис. 3 показаны частицы порошка из опытной партии, предназначенной для плазменной обработки. Как видно, частицы имеют компактную осколочную форму с развитой поверхностью (рис. 3а). На фоне алюминиевой матрицы видны дисперсные частицы интерметаллидов (рис. 3б), которые по данным энергодисперсионного анализа содержат никель и железо (рис. 2в и 2г). Учитывая результаты исследования структуры никалина подробно описанные в работе [19], можно считать, что это дисперсные эвтектические алюминиды  $Al_9FeNi$ , измельченные в процессе интенсивной пластической деформации при помоле. Их размеры составляют менее 2 мкм, что в 30 раз меньше размеров алюминидов, формирующихся в литом сплаве никалин такого же состава [19].

Таким образом, обработка сплава в шаровой мельнице не только диспергирует материал, но и модифицирует его структуру.

## ВЛИЯНИЕ ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ

Проведено две серии экспериментов по формообразованию частиц осколочной формы после помола в шаровой мельнице.

В первой серии плазменная обработка проводилась в атмосфере аргона. Технические

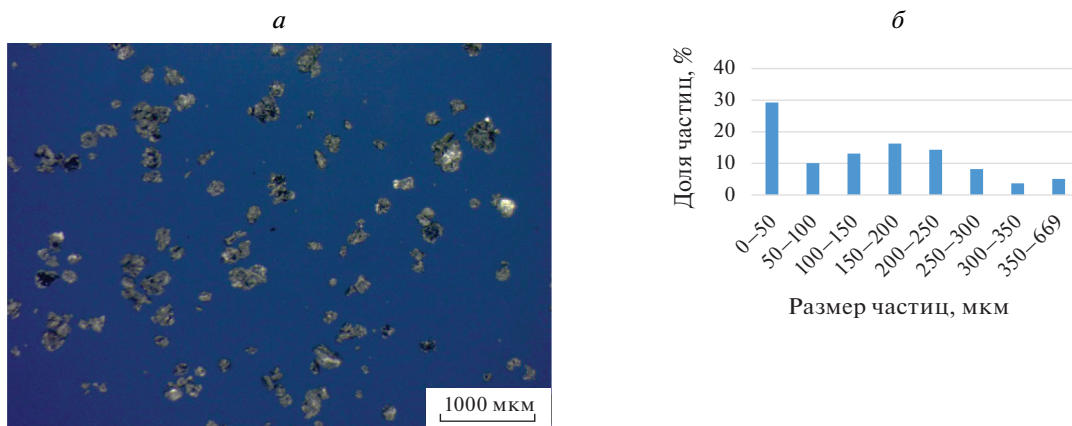
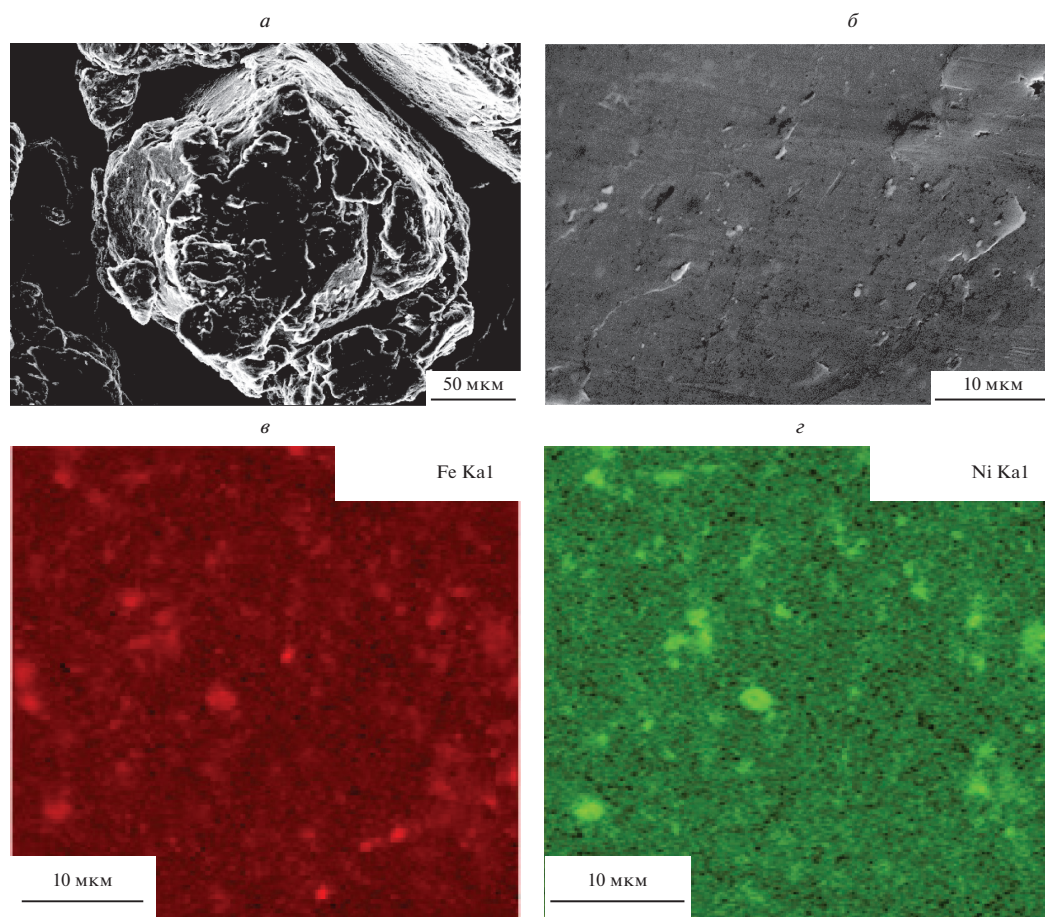


Рис. 2. Порошок, полученный при двухступенчатом размоле 24+6 ч, и после просеивания: частицы порошка (а); гранулометрический состав (б).





**Рис. 3.** Структура частиц порошка после размолта: СЭМ изображение (*а, б*); карты распределения химических элементов (*в, з*).

режимы обработки: давление 0.2 МПа, ток от 120 до 140 А при постоянном напряжении 40 В. Такая плазменная обработка не повлияла на формообразование частиц порошка (рис. 4а). Их средний размер и доля годного порошка практически не изменились и составили: средний размер 155 мкм, доля годного порошка 47%. Однако было отмечено, что более крупные частицы (размером более 440 мкм) частично оплавливались (рис. 4б). Вероятно, мелкие частицы опытной партии порошка после размолта в шаровой мельнице недостаточное время находятся под влиянием высокой температуры плазмы и разносятся в процессе обработки к стенкам камеры, не достигая температуры плавления.

Вторая партия порошка получена в эксперименте с плазмообразующей смесью воздуха и пропана и такими же техническими характеристиками. В процессе такой плазменной обработки формируются частицы неправильной формы с гладкой поверхностью (рис. 4в). Удалось достичь частичной сфероидизации частиц порошка (рис. 4з), доля сферических частиц составляет 12%. Плазменная обработка практически

не изменила размерные характеристики частиц порошка (табл. 2) и их гранулометрический состав.

После плазменной обработки, для отделения крупной фракции порошок просеивали на сите с размером ячейки 100 мкм, в результате данной операции получили порошок со средним размером частиц 100 мкм, долей годного порошка 85% и долей сферических частиц 20%.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для получения порошковых композиций из высокопрочного алюминиевого сплава никалин, пригодного для синтеза деталей сложной формы методом селективного лазерного плавления, предложен и апробирован комплексный метод, сочетающий в себе диспергирование стружки сплава в шаровой мельнице и последующую плазменную обработку для придания частицам сферической формы.

Исследовано влияние времени помола и соотношения массы мелющих шаров к массе загружаемой стружки из сплава никалин на процесс

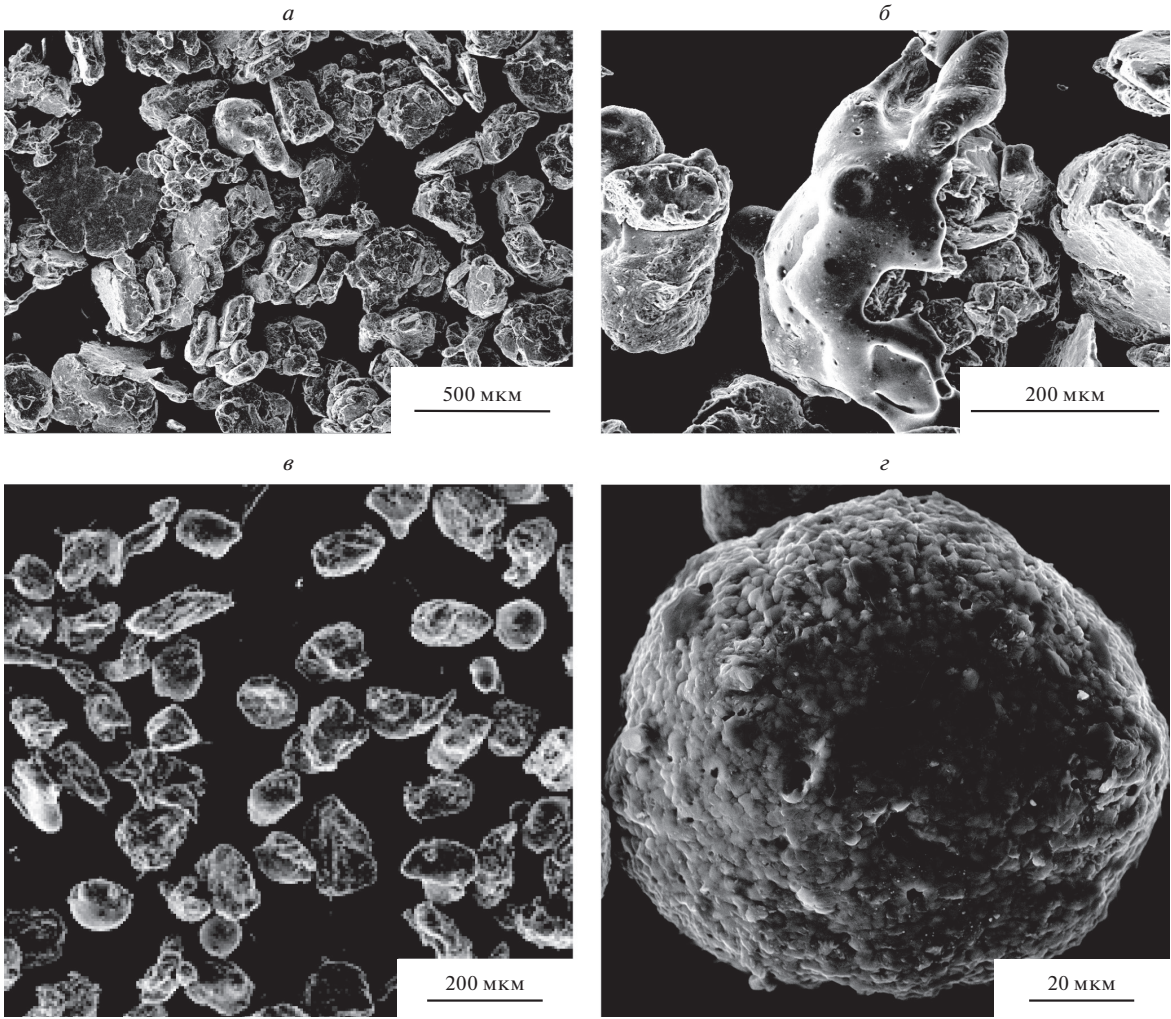


Рис. 4. СЭМ изображения частиц после плазменной обработки в: аргоне (а, б); смеси воздуха и пропана (в, з).

**Таблица 2.** Сравнение параметров порошка после размола в шаровой мельнице и формообразования при плазменной обработке в эксперименте с плазмообразующей смесью воздуха и пропана

| Параметр                        | После шаровой мельницы | После плазменной обработки | После плазменной обработки и просеивания |
|---------------------------------|------------------------|----------------------------|------------------------------------------|
| Средний размер, мкм             | 148                    | 157                        | 100                                      |
| Фактор формы                    | 1.3                    | 1.3                        | 1.2                                      |
| Доля годного порошка, %         | 49                     | 43                         | 85                                       |
| Максимальный размер частиц, мкм | 440                    | 416                        | 250                                      |

измельчения материала в вибрационной шаровой мельнице. При помоле менее 12 ч формируются плоские частицы и только после 24 ч обработки компактные частицы осколочной формы имеют средний размер 150 мкм. Доля частиц порошка с размером менее 150 мкм повышается с 17% при 2 ч обработки до 49% после 24 ч.

Комбинация процессов размола и просеивания порошка привела к улучшению его размерных характеристик и увеличению доли годного порошка. Удалось получить порошок со следующими размерными характеристиками: средний размер частиц уменьшился до 77 мкм при факторе формы – 1.2, а доля частиц размером менее 150 мкм составила 97%.

Проведено сравнение состава газовой среды при одних и тех же характеристиках плазменной обработки и показано, что замена чистого аргона на смесь пропана с воздухом дала положительный результат. Был получен порошок, состоящий из частиц округлой и сферической формы среднего



размера 100 мкм. Доля частиц сферической формы составила 20%.

Работа выполнена в рамках темы государственного задания Минобрнауки России № 122021000033-2 «Разработка новых эффективных технологий получения и обработки материалов с высокими функциональными и конструкционными свойствами на основе изучения структурно-фазовых превращений в металлических сплавах», шифр «Структура».

Электронно-микроскопические исследования выполнены с использованием оборудования ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» ИФМ УрО РАН.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Манн В.Х., Крохин А.Ю., Вахромов Р.О. и др. Алюминиевый сплав для аддитивных технологий. Патент № WO2019/226063. 2019.
2. Балякин А.В., Гончаров Е.С., Злобин Е.П. // Матер. междунар. науч.-техн. конф. им. Н.Д. Кузнецова «Перспективы развития двигателестроения»: Самара, 2023. С. 289.
3. Каблов Е.Н. // Интеллект и технологии. 2015. № 2(11). С. 52.
4. Литвинцев А.И. // Технология легких сплавов. 2015. № 4. С. 25.
5. Рябов Д.К., Зайцев Д.В., Дынин Н.В. и др. // Труды ВИАМ. 2016. № 9. С. 20.
6. Qilin G. // Addit. Manuf. 2020. V. 31. P. 1.
7. Демченко А.И., Андрейко А.И., Максимов А.А. // Матер. VII междунар. конф. Аддитивные технологии: настоящее и будущее (Москва, 2021). С. 265.
8. Григорьев А.В., Разумов Н.Г., Попович А.А. // Металл. и материаловед. 2017. Т. 23. № 4. С. 247.
9. Judge W., Kipouros G. Encyclopedia of aluminum and its alloys. Taylor&Francis, 2018. 1977 p.
10. Кашапов Р.Н., Кашапов Н.Ф., Кашапов Л.Н. // Изв. вузов. 2017. Т. 4. № 10. С. 102.
11. Салокеева А.Р., Ермаков Б.С. // Легкие сплавы. 2016. № 4. С. 1.
12. Калайда Т.А., Кирсанкин А.А., Каплан М.А. и др. // Усп. химии и хим. технол. 2019. Т. 23. № 3. С. 31.
13. Чернетский А.В. Введение в физику плазмы. М.: Атомиздат, 1969. 303 с.
14. Поболь И.Л., Бакиновский А.А., Степанкова М.К. и др. // Литье и металлургия. 2018. № 4. С. 133.
15. Караваев А.К., Пучков Ю.А. // Вестн. Моск. гос. тех. ун-та им. Н.Э. Баумана. Сер. машиностр. 2020. № 5. С. 71.
16. Минаев Н.В., Демина Т.С., Минаева С.А. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2020. Т. 84. № 11. С. 1530; Minaev N.V., Demina T.S., Minaeva S.A. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2020. V. 84. No. 11. P. 1315.
17. Вознесенская А.А., Кочуев Д.А., Разносчиков А.С. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2020. Т. 84. № 3. С. 439; Voznesenskaya A.A., Kochuev D.A., Raznoschikov A.S. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2020. V. 84. No. 3. P. 339.
18. Белов Н.А. // Технол. легких сплавов. 2010. № 4. С. 7.
19. Петрова А.Н., Бродова И.Г., Разоренов С.В. и др. // Физ. металл. и металловед. 2019. Т. 120. № 12. С. 1.

## Plasma spheroidization of Al-Zn-Mg-Fe-Ni alloy powders for selective laser fusion

A. O. Kuryshev<sup>1</sup>\*, A. N. Petrova<sup>1</sup>, I. G. Brodova<sup>1</sup>, D. Y. Rasposienko<sup>1</sup>, V. V. Astafiev<sup>1</sup>,  
I. G. Shirinkina<sup>1</sup>, S. I. Novikov<sup>1</sup>, S. A. Ilyinyh<sup>2</sup>

<sup>1</sup>M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg, 620137, Russia

<sup>2</sup>Institute of Metallurgy of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg, 620016, Russia

\*e-mail: kuryshev61912@gmail.com

The influence of the technological parameters of a complex method for obtaining a powder for 3D printing of a new aluminum alloy Nikalin in the process of dispersion in a ball mill with subsequent spheroidization of particles during plasma processing is investigated.

**Keywords:** mechanical dispersion, plasma spheroidization, aluminum alloys, nicalin, additive technologies