

УДК 621.762

*М.И. Алишин¹, А.Е. Князев¹***ПРОИЗВОДСТВО МЕТАЛЛОПОРОШКОВЫХ КОМПОЗИЦИЙ
ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ
МЕТОДОМ ИНДУКЦИОННОЙ ГАЗОВОЙ АТОМИЗАЦИИ
ДЛЯ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-5-5

Рассмотрен вопрос получения металлопорошковых композиций (металлических порошков) высокой чистоты из титановых сплавов методом индукционной газовой атомизации. При таком методе получения – в порошках титана низкое содержание газовых примесей, улучшаются технологические свойства и гранулометрический состав, что удовлетворяет требованиям, предъявляемым к сырью для аддитивных технологий.

Во ФГУП «ВИАМ» спроектирована и введена в эксплуатацию установка ВИПиГР 50/500, работающая по методу индукционной газовой атомизации и позволяющая получать порошки титана с низким содержанием газовых примесей: кислорода – не более 0,15% (по массе), водорода – не более 0,01% (по массе).

Представлены основные характеристики металлопорошковых композиций из сплавов VT6 и VT20 высокой чистоты, полученных на установке ВИПиГР 50/500.

Ключевые слова: аддитивные технологии, металлопорошковые композиции, порошок сплава титана, сплавы марок VT6 и VT20, индукционная газовая атомизация, центробежное распыление, метод EIGA, бестигельное литье.

The issue of production of high-purity metal-powder compositions (powder) of titanium alloys by the method of induction gas atomization is reviewed in the article. With this method of production of titanium powders required technological properties and granulometric composition are improved with low content of gas impurities, which meets the requirements for raw materials for additive technologies.

In FSUE «VIAM» the VIPiGR 50/500 unit operated with the method of induction gas atomization and allowing to obtain titanium powders with a low content of oxygen impurities (not more than 0,15% by weight) and hydrogen (not more than 0,01% by weight) was installed and commissioned in operation.

The main characteristics of metal powder complexes from alloys of high-purity Ti-4-6 and VT20 obtained on the unit are presented.

Keywords: additive manufacturing, metal-powder compositions, titanium alloy powder, Ti-4-6 and VT20 alloy, induction gas atomization, centrifugal disintegration, EIGA-method, crucible-less melting.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Одним из наиболее бурно развивающихся направлений в аэрокосмической промышленности является ремонт и изготовление деталей сложной конфигурации посредством аддитивных технологий, особенно востребованным является применение титановых сплавов [1–5].

Первоначально масса титановых деталей составляла 5–10% от общей массы газотурбинных двигателей, а в современных изделиях весовая доля титановых сплавов составляет ~40% [6]. Это обусловлено такими свойствами титановых сплавов, как высокая удельная прочность, теплостойкость и высокое сопротивление коррозии.

Аддитивные технологии имеют преимущества (по сравнению с традиционными) из-за высоких экономичности и производительности при изготовлении сложнопрофильных изделий, в том числе с внутренними полостями, снижения массы изделий за счет топологической оптимизации, а также возможности восстановления геометрической формы изношенных деталей. В связи с этим в настоящее время аддитивные технологии интенсивно развиваются [7–12].

Основными методами изготовления изделий с помощью аддитивных технологий являются:

- селективное лазерное сплавление (Selective Laser Melting – SLM);
- сплавление электронно-лучевой пушкой (Electron Beam Melting – EBM);
- горячее изостатическое прессование (ГИП).

Наибольшее распространение в последние годы получила технология SLM благодаря возможности изготовления сложнопрофильных изделий по компьютерной модели практически из любых металлических порошков – цинка, бронзы, стали, титана и титановых сплавов, алюминия и алюминиевых сплавов, драгоценных металлов.

Технология SLM состоит из нескольких этапов: на поверхность платформы наносится слой порошка заданной толщины. Лазерный или электронный луч, направляемый сканирующим зеркалом, расплавляет частицы порошка на нужных участках порошкового слоя согласно трехмерной модели. Одновременно они «привариваются» к нижележащему слою. Далее стол опускается на высоту слоя при помощи специального поршня и цикл повторяется до полного формирования детали. По окончании процесса изготовления неспеченный порошок удаляют. Особенностью процесса является то, что во время изготовления изделие погружено в неспеченный порошок, который служит опорой для частей детали, что упрощает создание тонких стенок, перегородок и нависающих участков.

Технология EBM осуществляется следующим образом: электроны испускаются нитью накала, разогретой до 2500°C, и далее, проходя через анод, разгоняются до ½ скорости света. Пучок электронов фокусируется магнитным полем, другим магнитным полем контролируется отклонение пучка. При достижении электронами порошка кинетическая энергия превращается в тепло, и металлический порошок сплавляется. Для получения заготовок используются порошки чистые по химическому составу, без добавок и связующих.

Особенности технологии ограничивают размер пятна электронного пучка в зоне расплава диаметром 0,2–1,0 мм (при использовании лазера эта величина на порядок меньше), поэтому по чистоте поверхности и точности EBM-технологии уступают лазерным SLM-технологиям. Однако существует множество приложений, когда независимо от способа производства (литье или аддитивные технологии) деталь необходимо подвергать финишной обработке на станках с ЧПУ.

Следует отметить, что наиболее важными свойствами являются плотность и однородность материала, а не чистота поверхности созданной детали. Ряд независимых авторов отмечают, что при сравнительно низкой чистоте поверхности плотность материала деталей, изготовленных по EBM-технологиям, выше, а структура материала лучше, чем при использовании лазерных технологий. Высокая производительность EBM-машин: 55–80 см³/ч (2–20 см³/ч – у аналогичных по размерам лазерных машин),

позволяет им занимать доминирующее положение в сфере производства серийной продукции.

Особенностью машин, работающих по технологии EBM, является то, что газовая среда создает слишком высокое сопротивление электронному лучу, процесс построения детали происходит в рабочей камере, предварительно вакуумированной до $<10^{-4}$ мбар (10^{-8} МПа). Это позволяет получать качественные изделия из титана и титановых сплавов, при этом обеспечивается приемлемая точность построения: $\pm 0,2$ мм на длине 100 мм.

Для решения проблемы изготовления деталей из титановых сплавов методами аддитивных технологий требуется решить задачу сырьевого обеспечения – получения мелкодисперсных металлопорошковых композиций титановых сплавов высокого качества. Отсутствие отечественных высококачественных порошков из титановых сплавов, пригодных к использованию при изготовлении деталей методом селективного лазерного сплавления, а также высокая стоимость порошков иностранных производителей являются главными сдерживающими факторами широкого развития данного направления в России.

Высококачественные металлопорошковые композиции должны иметь низкое содержание газовых примесей (содержание кислорода – не более 0,15% (по массе), содержание водорода – не более 0,01% (по массе)), а также хорошие технологические свойства (малый угол естественного откоса (высокая сыпучесть), высокая текучесть и насыпная плотность, сферичность), а также иметь высокий выход годного по фракциям в интервале 10–80 мкм для обеспечения рентабельности процесса и получения изделий с требуемыми прочностными и рабочими характеристиками.

Вследствие высокой реактивной способности для промышленного производства высококачественных порошков титановых сплавов для аддитивных технологий наибольшее распространение нашли всего три метода:

- индукционная плавка электрода с распылением газом (Electrode Induction Gas Atomization – EIGA);
- центробежное распыление вращающейся заготовки (Plasma Rotating Electrode Process – PREP);
- вакуумное индукционное газовое распыление, основанное на использовании технологии плавления с применением сосудов с холодными стенками (Vacuum Induction Melting. based on Cold wall Crucible Melting Technology combined with Inert Gas Atomization – VIGA-CC).

Из перечисленных методов гранулы, получаемые методом PREP, обладают наилучшими технологическими свойствами, но выход по фракциям <80 мкм для титановых сплавов имеет низкие значения 5–15% и для промышленного внедрения не подходит.

Порошки титановых сплавов, производимые методом VIGA-CC, применимы к использованию в аддитивных технологиях, но сам метод обладает невысокими экономическими показателями из-за использования сосудов с холодными стенками, а применение донного слива и дополнительных расходных материалов усложняет процесс и увеличивает стоимость порошка.

Порошки титановых сплавов, получаемые методом индукционной плавки электрода с распылением газом (EIGA), близки по качеству и значениям характеристик к порошкам, производимым методом VIGA-CC, и находят широкое применение в аддитивных технологиях в зарубежных странах.

Более 90% всех металлических порошковых материалов для аддитивных технологий производится методом VIGA. К преимуществам данной технологии относятся высокая производительность процесса, высокий выход годного по порошкам тонких

фракций (<40 мкм), чистота получаемых материалов по газовым примесям кислорода и водорода, высокий коэффициент сферичности гранул, возможность варьирования фракции получаемых частиц [13].

Во ФГУП «ВИАМ» спроектирована и введена в эксплуатацию установка ВИПиГР 50/500, работающая по методу индукционной газовой атомизации, для получения металлопорошковых композиций сплавов на основе таких активных металлов, как титан (в том числе интерметаллидных – системы Ti–Al), цирконий, или тугоплавких сплавов (ниобий, хром и др.), а также сплавов на основе никеля и железа.

Схема получения порошковых композиций методом газовой атомизации представлена на рис. 1. Принцип работы установки заключается в следующем: заготовка для распыления устанавливается в загрузочной камере с помощью цангового зажима, далее загрузочная камера и распылительная колонна вакуумируются и затем обе камеры заполняют аргоном высокой чистоты (99,999%).

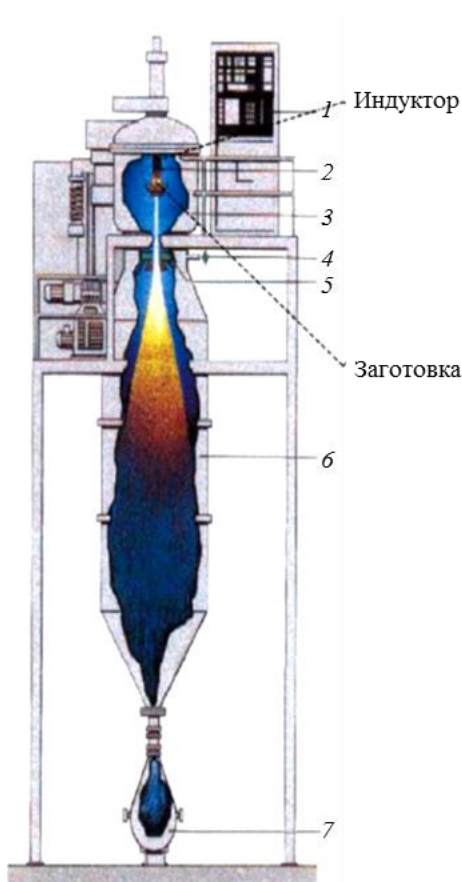


Рис. 1. Схема получения порошковых композиций методом индукционной газовой атомизации:

1 – контрольный центр; 2 – электрод; 3 – камера плавления заготовки; 4 – линия подачи инертного газа; 5 – огнеупорное сопло; 6 – распылительная колонна; 7 – приемный бункер

В камере плавления заготовка расположена вертикально. После включения индуктора заготовка начинает вращаться вокруг своей оси. Посредством наведения электромагнитной индукции верхние слои заготовки, находящиеся в поле индуктора, начинают плавиться, пленка расплава стекает вниз под действием силы тяжести и попадает в поток газа, создаваемый кольцевой форсункой, где распыляется на мелкие частицы. Частицы расплавленного металла сфероидизируются за счет сил поверхностного натяжения, кристаллизуются и собираются в приемном бункере, где охлаждаются [14].

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 10.3. «Технологии атомизации для получения мелкодисперсных высококачественных порошков сплавов на различной основе для аддитивных технологий и порошков припоев для пайки» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Материалы и методы

Для отработки технологии получения сверхчистых металлопорошковых композиций использовали титановые горячекатаные прутки $\varnothing 80$ мм из сплавов ВТ6 и ВТ20. Во ФГУП «ВИАМ» проводили входной контроль химического состава прутков из сплавов ВТ6 и ВТ20, а по ГОСТ 28052–97 и ГОСТ 24956–81 определяли наличие газовых примесей. Химический состав горячекатаных прутков из сплавов ВТ6 и ВТ20 удовлетворяет требованиям ОСТ1-90013–81 и представлен в табл. 1 и 2. Для каждого сплава использовали по три прутка $\varnothing 80$ мм.

Металлопорошковые композиции из сплавов ВТ6 и ВТ20 получены на установке ВИПиГР 50/500. Химический состав металлопорошковых композиций из сплавов ВТ6 и ВТ20 и наличие вредных примесей кислорода и азота определяли по ГОСТ 28052–97 и ГОСТ 24956–81.

Морфологию частиц (гранул) металлопорошковых композиций из сплавов ВТ6 и ВТ20 (фракция 10–80 мкм) исследовали на сканирующем электронном микроскопе FEI Verios 460 по РТМ1.2А-096–2001.

Таблица 1

Химический состав прутков диаметром 80 мм из титанового сплава ВТ6

Вид контроля заготовок	Содержание легирующих элементов, % (по массе)		Содержание примесей, % (по массе)						
	Al	V	C	Zr	Si	Fe	N	O	H
По ОСТ1-90013–81	5,3–6,8	3,5–5,3	≤0,1	≤0,3	≤0,1	≤0,3	≤0,05	≤0,2	≤0,015
Входной	6,29	4,17	0,034	0,032	0,034	0,098	0,014	0,148	0,003

Таблица 2

Химический состав прутков диаметром 80 мм из титанового сплава ВТ20

Вид контроля заготовок	Содержание легирующих элементов, % (по массе)				Содержание примесей, % (по массе)					
	Al	V	Mo	Zr	C	Si	Fe	N	O	H
По ОСТ1-90013–81	5,5–7,0	0,8–2,5	0,5–2,0	1,5–2,5	≤0,1	≤0,15	≤0,3	≤0,05	≤0,15	≤0,012
Входной	6,53	2,33	1,75	2,29	0,01	<0,001	0,102	0,0030	0,098	0,007

Результаты

В результате распыления заготовок сплавов ВТ6 и ВТ20 методом газовой атомизации на установке ВИПиГР 50/500 получены металлопорошковые композиции из титановых сплавов ВТ6 и ВТ20 на трех разных плавках-распылениях для каждого сплава.

Экспериментальным путем подобраны оптимальные режимы распыления для сплавов ВТ6 и ВТ20, обеспечивающие наилучшие показатели по гранулометрическому составу (плавки 1-2 и 2-2).

Фракционный состав полученных металлопорошковых композиций титановых сплавов ВТ6 и ВТ20 приведен в табл. 3.

Содержание основных фракций в металлопорошковых композициях титановых сплавов ВТ6 и ВТ20

Условный номер плавки	Количество, %, фракции размером, мкм		
	40–80	10–40	10–80
Сплав ВТ6			
1-1	33,0	39,0	72,0
1-2	41,5	39,2	80,7
1-3	37,0	32,0	69,0
Сплав ВТ20			
2-1	31,3	39,7	71,0
2-2	40,7	39,6	80,3
2-3	35,7	30,4	66,1

Из данных табл. 3 следует, что для сплава ВТ6 выход годного по фракции 10–80 мкм составляет 80,7%, при этом выход годного по фракции 40–80 мкм составляет 41,5% (плавка 1-2). Для сплава ВТ20 выход годного по фракции 10–80 мкм составляет 80,3%, при этом выход годного по фракции 40–80 мкм составляет 40,7% (плавка 2-2).

Фракции размером 10–63 мкм представляют особый интерес для аддитивных технологий. Учитывая данные показатели, следует отметить, что технология газовой атомизации имеет преимущество в сравнении с другими технологиями получения порошка – методами PREP и VIGA-CC [13].

В табл. 4 и 5 представлены результаты исследований химического состава и наличия примесей для металлопорошковых композиций сплава ВТ6 и ВТ20.

Таблица 4

Химический состав металлопорошковых композиций из титанового сплава ВТ6

Вид контроля заготовок	Содержание легирующих элементов, % (по массе)		Содержание примесей, % (по массе)						
	Al	V	Zr	Si	C	Fe	N	O	H
По ОСТ1-90013–81	5,3–6,8	3,5–5,3	≤0,3	≤0,1	≤0,1	<0,3	≤0,05	≤0,2	≤0,2
Входной	6,29	4,17	0,032	0,034	0,034	0,098	0,014	0,148	0,0037
Плавка 3-1	6,04	4,16	0,035	0,033	0,019	0,108	0,041	0,148	0,0035
Плавка 3-2	6,14	4,12	0,036	0,033	0,017	0,104	0,040	0,147	0,0036
Плавка 3-3	6,27	4,26	0,033	0,031	0,016	0,107	0,038	0,148	0,0038

Таблица 5

Химический состав металлопорошковых композиций из титанового сплава ВТ20

Вид контроля заготовок	Содержание легирующих элементов, % (по массе)				Содержание примесей, % (по массе)					
	Al	V	Mo	Zr	C	Si	Fe	N	O	H
По ОСТ1-90013–81	5,5–7,0	0,8–2,5	0,5–2,0	1,5–2,5	≤0,1	≤0,15	≤0,3	≤0,05	≤0,15	≤0,012
Входной	6,53	2,33	1,75	2,29	0,01	<0,001	0,102	0,0030	0,098	0,0074
Плавка 4-1	6,61	2,39	1,82	2,11	0,018	0,003	0,110	0,0032	0,100	0,0072
Плавка 4-2	6,49	2,34	1,75	2,43	0,017	0,003	0,100	0,0027	0,103	0,0071
Плавка 4-3	6,44	2,33	1,79	2,34	0,019	0,003	0,106	0,0020	0,105	0,0074

Содержание основных легирующих элементов в металлопорошковых композициях из титановых сплавов ВТ6 и ВТ20 для всех плавков близко к составу материала исходных заготовок и соответствует требованиям ОСТ1-90013–81. Содержание кислорода во всех плавках составляет не более 0,15% (по массе), а водорода – не более 0,008% (по массе).

Из полученных результатов химического анализа следует, что бестигельное расплавление металла и применение аргона высокой чистоты (99,999%) позволяют получать металлопорошковые композиции из сплавов ВТ6 и ВТ20 высокой чистоты методом газовой атомизации.

Исследование морфологии частиц (гранул) металлопорошковых композиций из сплавов ВТ6 и ВТ20 после распыления проведено на сканирующем электронном микроскопе FEI Verios 460 по РТМ1.2А-096–2001.

Гранулы имеют преимущественно правильную сферическую форму с ровной поверхностью (рис. 2 в, з). На отдельных гранулах образуются сателлиты (рис. 2 а, б). При газовой атомизации конус, образующийся при распылении струи металла, имеет достаточно компактные размеры, и капли летят в одном направлении (вниз). В таких условиях мелкие частицы могут сталкиваться с крупными, что будет приводить к формированию сателлитов на поверхности гранул [15]. Доля гранул, имеющих неправильную форму, составляет менее 5%.

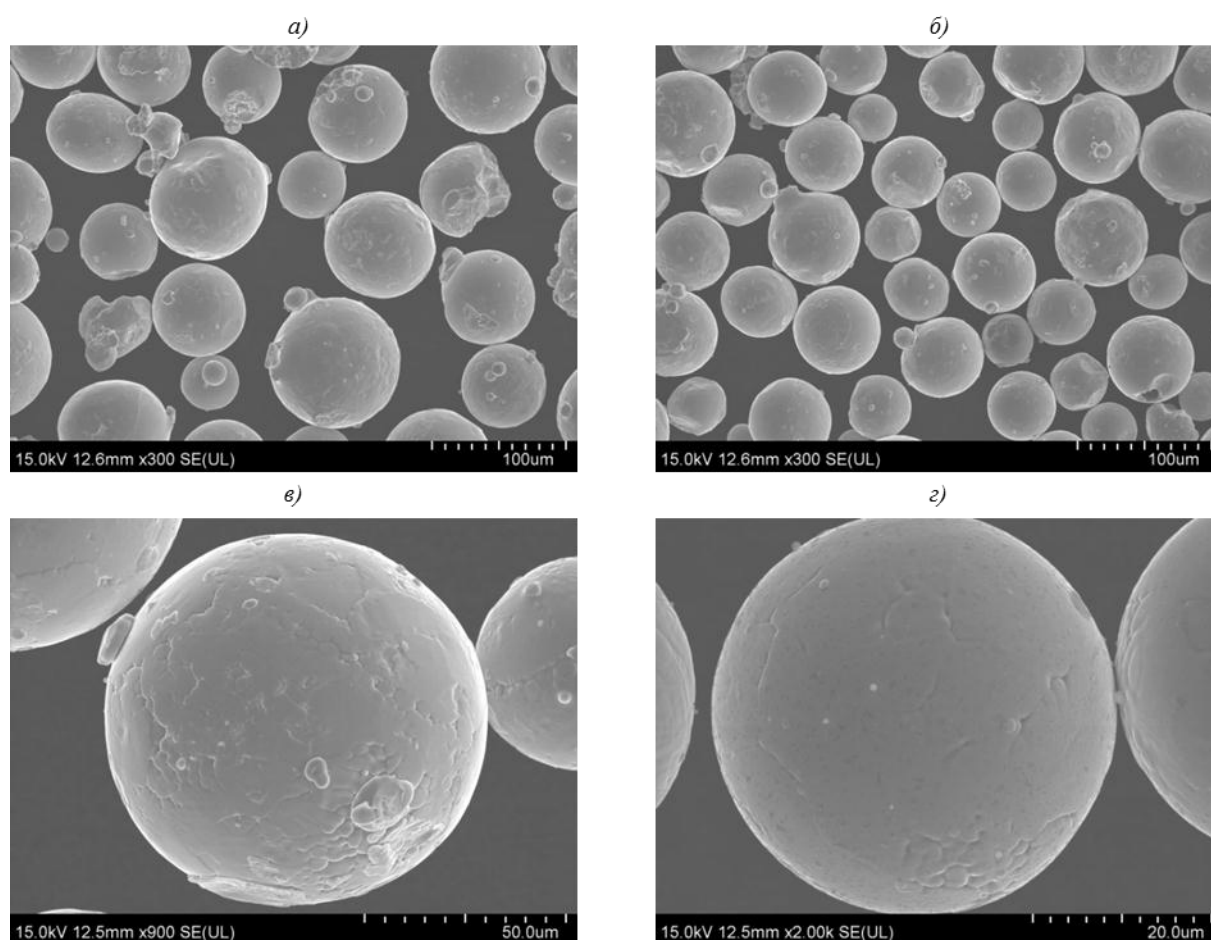


Рис. 2. Внешний вид гранул фракции 10–80 мкм (РЭМ) из сплавов ВТ6 (а – $\times 300$; в – $\times 900$) и ВТ20 (б – $\times 300$; з – $\times 2000$)

Данные параметры типичны для порошков, получаемых по методу индукционной плавки заготовки и газовой атомизации (EIGA) [13]. Гранулы имеют дендритную структуру.

Обсуждение и заключения

В результате распыления сплавов марок VT6 и VT20 методом индукционной газовой атомизации на установке ВИПиГР 50/500 получены металлопорошковые композиции из сплавов VT6 и VT20 высокой чистоты.

Бестигельное расплавление металла с последующей газовой атомизацией позволяет получать титановые порошки с низким содержанием газовых примесей (кислорода – не более 0,15% (по массе), водорода – не более 0,008% (по массе)).

Гранулы металлопорошковых композиций из сплавов VT6 и VT20 имеют преимущественно правильную сферическую форму с ровной поверхностью и дендритную структуру. На отдельных гранулах образуются сателлиты.

Результаты химического анализа гранул из сплавов VT6 и VT20 подтвердили отсутствие примесей, а исследование морфологии – отсутствие инородных включений в полученных металлопорошковых композициях.

Для металлопорошковых композиций из сплавов VT6 и VT20 выход годного по фракции 10–80 мкм составляет более 80%, а по фракции 40–80 мкм – более 40%.

Фракция размером 10–63 мкм представляет особый интерес для аддитивных технологий. Учитывая результаты исследований, следует отметить, что технология получения порошков титана по методу EIGA имеет преимущество в сравнении с другими технологиями получения порошка методами PREP и VIGA-CC применительно к селективному лазерному сплавлению (SLM) и сплавлению электронно-лучевой пушкой (Electron Beam Melting).

Повышение чистоты порошков титана из сплавов VT6 и VT20 и отсутствие включений в них могут повысить эксплуатационные свойства изделий из них. В связи с этим необходимы дополнительные исследования прочностных и ресурсных свойств образцов и изделий, полученных методами SLM и EBМ. Сплав марки VT6 является востребованным на российском рынке, в связи с этим данные исследования представляют особый интерес.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Антипов В.В. Стратегия развития титановых, магниевых, бериллиевых и алюминиевых сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №S. С. 157–167.
3. Каблов Е.Н. Материалы и технологии ВИАМ в конструкциях перспективных двигателей разработки ОАО «Авиадвигатель» // *Пермские авиационные двигатели: информ. бюл.* 2014. №31. С. 43–47.
4. Оспенникова О.Г. Стратегия развития жаропрочных сплавов и сталей специального назначения, защитных и технологических покрытий // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №S. С. 19–35.
5. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л. Современные литые никелевые жаропрочные сплавы // *Тр. Междунар. науч.-технич. конф. «Научные идеи С.Т. Кишкина и современное материаловедение»*. М.: ВИАМ, 2006. С. 39–55.
6. Иноземцев А.А., Башкатов И.Г., Корявцев А.С. Титановые сплавы в изделиях разработки ОАО «Авиадвигатель» // *Современные титановые сплавы и проблемы их развития*. М.: ВИАМ, 2010. С. 43–46.
7. Сироткин О.С. Современное состояние и перспективы развития аддитивных технологий // *Авиационная промышленность*. 2015. №2. С. 22–25.

8. Gasser A., Backes G., Kelbassa I., Weisheit A., Wissenbach K. Laser Additive Manufacturing. Laser Metal Deposition (LMD) and Selective Laser Melting (SLM) in Turbo-Engine Application // Laser Technik Journal. 2010. Vol. 7. P. 58–63. DOI: 10.1002/latj.201090029.
9. Каблов Е.Н. Порошки избавляют от лишнего: интервью // Эксперт. 2014. №9. С 46–51.
10. Белов С.В., Волков С.А., Магеррамова Л.А. Перспективы применения аддитивных технологий в производстве сложных деталей газотурбинных двигателей из металлических материалов // Сб. докл. конф. «Аддитивные технологии в российской промышленности». М.: ВИАМ, 2015. С. 21–28.
11. Каблов Е.Н. Основные итоги и направления развития материалов для перспективной авиационной техники // 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2007: юбил. науч.-технич. сб. М.: ВИАМ, 2007. С. 20–26.
12. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Ригин В.Е., Горюнов А.В. Современные технологии получения прутковых заготовок из литейных жаропрочных сплавов нового поколения // Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 97–105.
13. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Рыльников В.С., Афанасьев-Ходыкин А.Н. Исследование мелкодисперсных порошков припоев для диффузионной вакуумной пайки, полученных методом атомизации расплава // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер.: Машиностроение. 2011. №SP2. С. 79–87.
14. Логачева А.И. Комплексная технология изготовления тонкостенных элементов методом порошковой металлургии для производства деталей из конструкционных и функциональных сплавов на основе титана и никеля для изделий ракетно-космической техники: дис. ... докт. техн. наук. Королев, 2017. С. 33–36.
15. Востриков А.В., Гарибов Г.С., Бер Л.Б., Шляпин С.Д. Исследование физико-механических свойств гранул из нового высокопрочного никелевого сплава, изготовленных методом PREP // Технология легких сплавов. 2013. №2. С. 69–75.