

УДК 621.762

**Е.В. Агеева**, канд. техн. наук, доцент, ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет» (Курск, Россия) (e-mail: ageeva-ev@yandex.ru)

**А.Ю. Алтухов**, канд. техн. наук, доцент, ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет» (Курск, Россия) (e-mail: alt997@yandex.ru)

**А.А. Сысоев**, аспирант, ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет» (Курск, Россия) (e-mail: evoking09@rambler.ru)

**А.С. Осьминина**, студент, ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет» (Курск, Россия) (e-mail: osminina-as @yandex.ru)

# ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ДИСПЕРГИРОВАНИЯ НА ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКИЙ СОСТАВ КОБАЛЬТОХРОМОВЫХ ПОРОШКОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ДЛЯ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ЭЛЕКТРОЭРОЗИОННЫМ ДИСПЕРГИРОВАНИЕМ В СПИРТЕ

*В настоящее время существует необходимость адаптации российского производства порошков и рынка металлопорошковых композиций под условия и требования установок современных аддитивных 3D-технологий.*

*Исходя из особенностей методов получения сферических порошков с целью получения сферических гранул регламентированной зернистости предлагается технология электроэрозионного диспергирования, отличающаяся относительно невысокими энергетическими затратами и экологической чистотой процесса.*

*Главным преимуществом предложенной технологии является применение в качестве исходных материалов отходов, которые значительно дешевле чистых компонентов, используемых в традиционных технологиях. Кроме того, данная технология позволяет варьировать гранулометрическим составом получаемого порошка за счет изменения электрических параметров.*

*Целью настоящей работы являлось исследование влияния параметров диспергирования на гранулометрический состав кобальтохромовых порошков, полученных для аддитивных технологий электроэрозионным диспергированием в спирте.*

*Для выполнения намеченных исследований выбраны отходы кобальтохромового сплава марки КХМС «ЦЕЛЛИТ». В качестве рабочей жидкости – спирт изобутиловый. Для получения кобальтохромовых порошков методом электроэрозионного диспергирования использовали установку для ЭЗД токопроводящих материалов. Отходы загружали в реактор, заполненный рабочей жидкостью – изобутиловым спиртом. Процесс проводили при следующих электрических параметрах: емкость разрядных конденсаторов 48 мкФ; частота импульсов 80 Гц; напряжение, В: 100 (образец 1); 120 (образец 2); 140 (образец 3).*

*В результате локального воздействия кратковременных электрических разрядов между электродами произошло разрушение материала отходов с образованием дисперсных частиц порошка. Гранулометрический состав полученных порошков исследовали на приборе Analysette 22 NanoTec.*

*По результатам проведенных исследований, направленных на исследование влияния параметров диспергирования на гранулометрический состав кобальтохромовых порошков, полученных для аддитивных технологий электроэрозионным диспергированием в спирте, установлено, что при напряжении на электродах 100 В, 120 В, 140 В средний размер частиц составляет 27,09 мкм, 31,59 мкм и 33,61 мкм соответственно.*

**Ключевые слова:** кобальтохромовый сплав, электроэрозионное диспергирование, порошок, напряжение, гранулометрический состав, аддитивные технологии.

**DOI:** 10.21869/2223-1560-2017-21-5-70-77

**Ссылка для цитирования:** Исследование влияния параметров диспергирования на гранулометрический состав кобальтохромовых порошков, полученных для аддитивных технологий электроэрозионным диспергированием в спирте / Е.В. Агеева, А.Ю. Алтухов, А.А. Сысоев, А.С. Осьминина // Известия юго-западного государственного университета. 2017. Т. 21, № 5(74). С. 70-77.

\*\*\*

## Введение

Основным требованием к порошкам для аддитивных 3d-технологий является

сферическая форма частиц. Такие частицы наиболее компактно укладываются в определенный объем и обеспечивают «текучесть» порошковой композиции в

системах подачи материала с минимальным сопротивлением. Кроме того, порошок должен содержать минимальное количество растворенного газа. Микроструктура порошка должна быть однородной и мелкодисперсной (с равномерным распределением фазовых составляющих).

Из анализа литературных источников удалось установить, что для установок прямого лазерного нанесения материалов требуются различные порошковые композиции в интервале размеров 20-110 мкм; на установках для СЭЛС возможно использование сферических порошков фракции 40-110 мкм [1-3], а для технологии СЛС (установки EOS) применимы порошки фракции 20-50 мкм [4, 5].

Таким образом, все вышеперечисленное свидетельствует о необходимости адаптации российского производства порошков и рынка металлопорошковых композиций под условия и требования установок современных аддитивных 3D-технологий.

Исходя из особенностей методов получения сферических порошков с целью получения сферических гранул регламентированной зернистости предлагается технология электроэрозионного диспергирования, отличающаяся относительно невысокими энергетическими затратами и экологической чистотой процесса [6-14].

Главным преимуществом предложенной технологии является применение в качестве исходных материалов отходов, которые значительно дешевле чистых компонентов, используемых в традиционных технологиях. Кроме того, данная технология позволяет варьировать гранулометрическим составом получаемого порошка за счет изменения электрических параметров.

Целью настоящей работы являлось исследование влияния параметров дис-

пергирования на гранулометрический состав кобальтохромовых порошков, полученных для аддитивных технологий электроэрозионным диспергированием в спирте.

### Материалы и методы исследования

Для выполнения намеченных исследований выбраны отходы кобальтохромового сплава марки КХМС «ЦЕЛЛИТ». В качестве рабочей жидкости – спирт изобутиловый. Для получения кобальтохромовых порошков методом электроэрозионного диспергирования использовали установку для ЭЭД токопроводящих материалов [15]. Отходы загружали в реактор, заполненный рабочей жидкостью – изобутиловым спиртом, процесс проводили при следующих электрических параметрах: емкость разрядных конденсаторов 48 мкФ; частота импульсов 80 Гц; напряжение, В:

- 100 (образец 1);
- 120 (образец 2);
- 140 (образец 3).

В результате локального воздействия кратковременных электрических разрядов между электродами произошло разрушение материала отходов с образованием дисперсных частиц порошка.

Гранулометрический состав полученных порошков исследовали на приборе Analysette 22 NanoTec. Лазерный анализатор размеров частиц «Analysette 22 NanoTec» определяет распределение по размерам частиц в суспензиях, эмульсиях и аэрозолях. По сравнению с „классическими“ методами измерения – рассевом, седиментацией либо анализом по изображению, – лазерная дифракция обладает рядом важных преимуществ, таких как краткое время анализа, хорошая воспроизводимость и точность, простая калибровка, большой диапазон измерений и высокая универсальность.

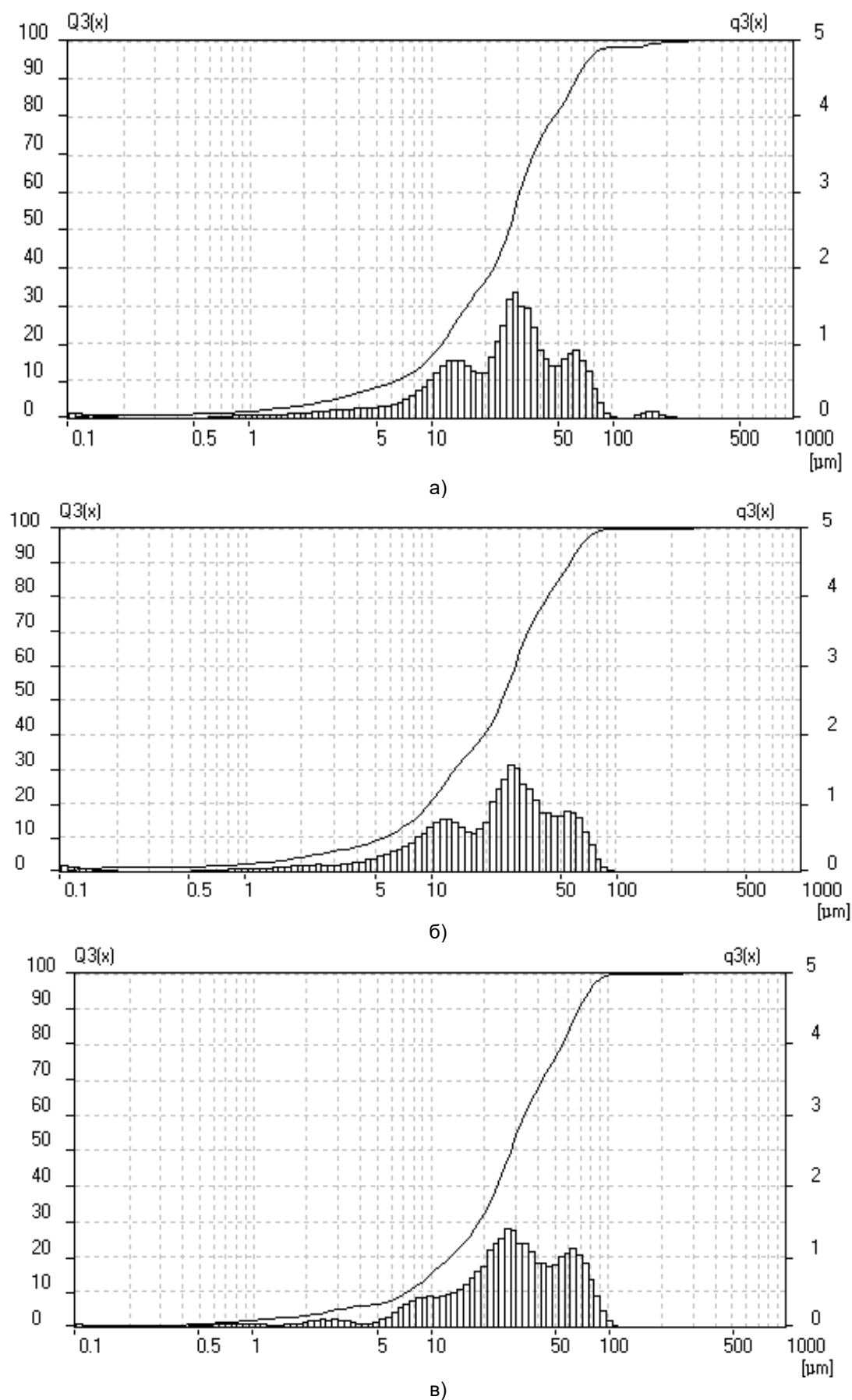


Рис. 1. Распределение по размерам микрочастиц образцов: а – 1; б – 2; в – 3

Диапазон измерений «Analysette 22 NanoТес» составляет от 0,01 до 2000 мкм. В анализаторах, определяющих распределение частиц по размерам посредством лазерной дифракции, используется физический принцип рассеяния электромагнитных волн. Конструкция состоит из лазера, через измерительную ячейку направленного на детектор. При помощи диспергирующего устройства частицы подаются в измерительную ячейку и проходят сквозь лазерный луч. Свет, рассеянный пропорционально размеру частиц, посредством линзы фокусируется на детектор. По распределению рассеянного света при помощи комплексной математики рассчитывают распределение частиц по их размерам. В результате получают объемные доли, соответствующие эквивалентным диаметрам при лазерной дифракции. Благодаря встроенной ультразвуковой ванне (объем около 500 мл, энергия и частота ультразвука 80 Вт/36 кГц), даже труднодиспергируемые пробы могут анализироваться без применения дополнительного оборудования. Цифровой ультразвуковой генератор всегда поддерживает установленную мощность на оптимальном и постоянном уровне. Нижний предел чувствительности при малых количествах мелких и крупных частиц в распределениях их по размерам (в пределах диапазона измерений) - 3 %. Воспроизводимость согласно ISO 13320-1  $d_{50} \leq 1 \%$ .

Пробоподготовка: диспергирование пробы в жидкости. Измерение фона – для того, чтобы снизить влияние измерительной жидкости перед каждым измерением проводят фоновое измерение. Любое загрязнение от предыдущих измерений измеряется и устраняется его влияние на текущий результат. Измерение распределения частиц по размеру: образец исследуемого объемом около 1-5 г помещали в модуль для диспергирования в жидкости (объемом 500 мл). Измерение начиналось автоматически, как только значение абсорбции достигало указанной величины.

Параметры измерения:

Тип измерения - по методу Фраунгера; диапазон измерения - 0,1 [мкм] – 1021,87 [мкм]; разрешение - 102 канала (20/383 мм); абсорбция - 23,00 %; продолжительность измерения - 150 (сканов); регуляризация - средняя модель.

Результаты измерения размера частиц представлены на рисунке 1 и в таблице 1.

Интегральная кривая в координатах  $Q_3(x)=f(\mu m)$  (левая шкала) показывает, сколько процентов образца имеет размер частиц меньше либо равно данному. Гистограмма в координатах  $q_3(x)=f(\mu m)$  (правая шкала) показывает количество образца с данным размером частиц.

В таблице приведены результаты исследования распределения по размерам микрочастиц.

Размерные характеристики частиц порошка

Размерная характеристика	Образец		
	1	2	3
D10, мкм	5,592	5,648	7,49
D20, мкм	9,87	11,938	12,98
D30, мкм	13,483	15,473	18,87
D40, мкм	19,45	20,841	23,684
D50, мкм	24,393	26,785	28,242
D60, мкм	28,545	30,893	33,911
D70, мкм	33,868	35,431	42,545

Окончание табл.

Размерная характеристика	Образец		
	1	2	3
D80, мкм	42,686	43,238	54,969
D90, мкм	56,121	60,183	68,267
D95, мкм	64,469	68,731	77,047
d[4,3] Объемный средний диаметр, мкм	27,09	28,95	33,61
d[3,2] Средний диаметр по площади поверхности, мкм	5,11	5,69	7,53
d[3,0] Средний диаметр по отношению к объему, мкм	0,52	0,56	0,66
d[2,0] Средний диаметр по отношению к площади, мкм	0,16	0,18	0,2
d[1,0] Средний диаметр по отношению к длине, мкм	0,12	0,13	0,13

D50 равное 24,393 мкм, 26,785 мкм, 28,242 мкм для образцов 1, 2 и 3 соответственно показывает, сколько частиц размером меньше или равно 24,393 мкм, 26,785 мкм, 28,242 мкм в порошке содержится 50,0% от общего объема, т.е. увеличивается с ростом напряжения на электродах.

### Заключение

Таким образом, по результатам проведенных исследований, направленных на исследование влияния параметров диспергирования на гранулометрический состав кобальтохромовых порошков, полученных для аддитивных технологий электроэрозионным диспергированием в спирте, установлено, что при напряжении на электродах 100 В, 120 В, 140 В средний размер частиц составляет 27,09 мкм, 31,59 мкм и 33,61 мкм соответственно.

Проведенные исследования показали, что при увеличении напряжения на электродах увеличивается средний размер частиц порошка, получаемого электроэрозионным диспергированием отходов кобальтохромового сплава в спирте изобутиловом.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда. Номер проекта 17-79-20336.*

### Список литературы

1. Characterization and comparison of materials produced by Electron Beam Melting (EBM) of two different Ti–6Al–4V powder fractions / J. Karlsson, A. Snis., H. Engqvist, J. Lausmaa // Journal of Materials Processing Technology. 2013. Vol. 213 (12). P. 2109–2118.
2. Effect of process parameters settings and thickness on surface roughness of EBM produced Ti–6Al–4V / A. Safdar, H.Z. He, L.Y. Wei, A. Snis [et al.] // Rapid Prototyping Journal. 2012. Vol. 18 (5). P.401–408.
3. Comparison of Selective Laser and Electron Beam Melted Titanium Aluminides / L. Loeber, S. Biamino, U. Ackelid [et al.] // Conference paper of 22nd International symposium “Solid freeform fabrication proceedings” / University of Texas. Austin, 2011. P. 547-556.
4. Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms / D.D. Gu, W. Meiners, K. Wis-

senbach, R. Poprawe // International Materials Reviews. 2012. Vol. 57 (3). P. 133-164.

5. Wang Z., Guana K., Gaoa M. The microstructure and mechanical properties of deposited-IN718 by selective laser melting // Journal of Alloys and Compounds. 2012. Vol. 513. P. 518-523.

6. Петридис А.В., Толкушев А.А., Агеев Е.В. Состав и свойства порошков, полученных из отходов твердых сплавов методом электроэрозионного диспергирования (ЭЭД) // Технология металлов. 2005. № 6. С. 13-17.

7. Разработка и исследование твердосплавных изделий из порошков, полученных электроэрозионным диспергированием вольфрамсодержащих отходов / Р.А. Латыпов, Г.Р. Латыпова, Е.В. Агеев, А.А. Давыдов // Международный научный журнал. 2013. № 2. С. 107-112.

8. Агеев Е.В., Агеева Е.В. Исследование химического состава порошков, полученных из отходов твердых сплавов методом электроэрозионного диспергирования // Современные инструментальные системы, информационные технологии и инновации: материалы IV Международной научно-технической конференции: в 2-х ч. / отв. ред. Е.И. Яцун. Курск, 2006. С. 146-150.

9. Разработка установки для получения порошков из токопроводящих материалов / Е.В. Агеев, Б.А. Семенихин, Р.А. Латыпов, Р.В. Бобрышев // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2009. Т. 11, № 5-2. С. 234-237.

10. Исследование производительности процесса получения порошков методом электроэрозионного диспергирования / Е.В. Агеев, Б.А. Семенихин, Е.В. Агеева, Р.А. Латыпов, Н.А. Пивовар

// Известия Юго-Западного государственного университета. 2010. № 4 (33). С. 76-82.

11. Проведение рентгеноспектрального микроанализа твердосплавных электроэрозионных порошков / Е.В. Агеев, Г.Р. Латыпова, А.А. Давыдов, Е.В. Агеева // Известия Юго-Западного государственного университета. 2012. № 5 (44), ч.2. С. 99-102.

12. Использование твердосплавных электроэрозионных порошков для получения износостойких покрытий при восстановлении и упрочнении деталей машин и инструмента / Е.В. Агеев, А.А. Давыдов, Е.В. Агеева, А.С. Бондарев, Е.П. Новиков // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2013. № 1. С. 32-38.

13. Рентгеноспектральный микроанализ частиц порошков, полученных электроэрозионным диспергированием твердого сплава / Е.В. Агеев, В.Н. Гадалов, Б.А. Семенихин, Е.В. Агеева, Р.А. Латыпов // Упрочняющие технологии и покрытия. 2011. № 2. С. 13-16.

14. Новиков Е.П., Агеев Е.В., Сытченко А.Д. К вопросу о переработке алюминиевых отходов электроэрозионным диспергированием // Современные материалы, техника и технологии. 2015. № 1 (1). С. 169-172.

15. Патент 2449859 Российская Федерация, МПК С2 В 22 F 9/14. Установка для получения нанодисперсных порошков из токопроводящих материалов / Агеев Е.В.; заявитель и патентообладатель Юго-Западный государственный университет. № 2010104316/02; заяв. 08.02.2010; опубл. 10.05.2012. 4 с.

*Поступила в редакцию 30.08.17*

UDC 621.762

**E.V. Ageeva**, Candidate of Engineering Sciences, Associate Professor, Southwest State University (Kursk, Russia) (e-mail: ageeva-ev@yandex.ru)

**A.Yu. Altukhov**, Candidate of Engineering Sciences, Associate Professor, Southwest State University (Kursk, Russia) (e-mail: alt997@yandex.ru)

**A.A. Sysoev**, Postgraduate Student, Southwest State University (Kursk, Russia) (e-mail: evoking09@rambler.ru)

**A.S. Osminina**, Student, Southwest State University (Kursk, Russia) (e-mail: osminina-as @yandex.ru)

# RESEARCH OF INFLUENCE OF PARAMETERS OF DISPERSION IN THE PARTICLE SIZE COBALT POWDERS ARE OBTAINED FOR ADDITIVE TECHNOLOGIES EDM DISPERSION IN ALCOHOL

*Currently, there is a need of adaptation of the Russian production of powders and market metal-powder compositions under the conditions and requirements of modern installations additive 3D technologies.*

*Based on the characteristics of the methods of obtaining spherical powders with the aim of obtaining spherical granules of the regulated grain technology offers electroerosion dispersion characterized by relatively low energy costs and environmental cleanliness of the process.*

*The main advantage of the proposed technology is the use as raw materials waste, which is much cheaper than the pure components used in traditional technology. In addition, this technology allows to vary the granulometric composition of the obtained powder by changing electrical parameters.*

*The aim of this work was to study the impact of dispersion on the particle size cobalt powders are obtained for additive technologies electroerosion dispersing in alcohol.*

*For the proposed studies selected waste cobalt alloy brand CHMS "CELLET". As working fluid – a isobutyl alcohol. To obtain cobalt powders by the method of electroerosion dispersion used for the installation of AED dielectric materials. Waste was loaded into the reactor filled with the working liquid isobutyl alcohol, the process is carried out at the following electrical parameters: capacitance of the discharge capacitor 48 microfarads; pulse frequency 80 Hz; voltage: 100 (sample 1); 120 (sample 2); 140 (sample 3).*

*The result of the local effects of intermittent electrical discharges between the electrodes was the destruction of the waste material with the formation of dispersed particles of powder. Granulometric composition of the obtained powders were investigated using the device Analysette 22 NanoTec .*

*The results of the research aimed to study the impact of dispersion on the particle size cobalt powders are obtained for additive technologies EDM by dispersion in alcohol, it was found that when the voltage on the electrodes of 100 V, 120 V, 140 V, the average particle size is microns of 27.09, 31,59 33,61  $\mu\text{m}$  and  $\mu\text{m}$ , respectively.*

**Key words:** cobalt alloy, electroerosion dispersion, powder, voltage, particle size distribution , additive technology.

**DOI:** 10.21869/2223-1560-2017-21-5-70-77

**For citation:** Ageeva E.V., Altukhov A.Yu., Osminina A.S. Research of influence of parameters of dispersion in the particle size cobalt powders are obtained for additive technologies edm dispersion in alcohol. Proceedings of Southwest State University, 2017, vol. 21, no. 5(74), pp. 70-77 (in Russ.).

\*\*\*

## Reference

1. Karlsson J., Snis A., Engqvist H., Lausmaa J. Characterization and comparison of materials produced by Electron Beam Melting (EBM) of two different Ti–6Al–4V powder fractions. *Journal of Materials Processing Technology*, 2013, vol. 213 (12), pp. 2109–2118.

2. Safdar A., He H.Z., Wei L.Y., Snis A., eds. Effect of process parameters settings and thickness on surface roughness of EBM produced Ti–6Al–4V. *Rapid Prototyping Journal*, 2012, vol. 18 (5), pp.401–408.

3. Loeber L., Biamino S., Ackelid U., eds. Comparison of Selective Laser and Electron Beam Melted Titanium Aluminides. Conference paper of 22nd Interna-

tional symposium "Solid freeform fabrication proceedings". University of Texas, Austin, 2011, pp. 547-556.

4. Gu D.D., Meiners W., Wissenbach K., Poprawe R. Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms. *International Materials Reviews*, 2012, vol. 57 (3), pp. 133-164.

5. Wang Z., Guana K., Gao M. The microstructure and mechanical properties of deposited-IN718 by selective laser melting. *Journal of Alloys and Compounds*, 2012, vol. 513, pp. 518-523.

6. Petpidis A.V., Tolkushev A.A., Ageev E.V. Состав и свойства порошков, полученных из отходов твердых сплавов методом электроэрозийной диспергирования (JeJeD). *Технология металлов*, 2005, no. 6, pp. 13-17.

7. Latypov R.A., Latypova G.R., Ageev E.V., Davydov A.A. Разработка и исследование твердосплавных изделий из порошков, полученных электроэрозийным диспергированием волфрамосодержащих отходов. *Международный научный журнал*, 2013, no. 2, pp. 107-112.

8. Ageev E.V., Ageeva E.V. Исследование химического состава порошков, полученных из отходов твердых сплавов методом электроэрозийного диспергирования. *Современные инструментальные системы, информационные технологии и инновационные материалы IV Международной научно-технической конференции*; ed. by E.I. Jacun. Kursk, 2006, pp. 146-150.

9. Ageev E.V., Semihin B.A., Latypov R.A., Bobryshev R.V. Разработка установки для получения порошков из токопроводящих материалов. *Известия Самарского научного центра Российской академии наук*, 2009, vol. 11, no. 5-2, pp. 234-237.

10. Ageev E.V., Semihin B.A., Ageeva E.V., Latypov R.A., Pivovarov N.A. Исследование производительности процесса получения порошков методом электроэрозийного диспергирования. *Известия Юго-Западного государственного университета*, 2010, no. 4 (33), pp. 76-82.

11. Ageev E.V., Latypova G.R., Davydov A.A., Ageeva E.V. Проведение рентгеноспектрального микроанализа твердосплавных электроэрозийных порошков. *Известия Юго-Западного государственного университета*, 2012, no. 5 (44), pt. 2, pp. 99-102.

12. Ageev E.V., Davydov A.A., Ageeva E.V., Bondarev A.S., Novikov E.P. Исползование твердосплавных электроэрозийных порошков для получения износостойких покрытий при восстановлении и упрочнении деталей машин и инструмента. *Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии*, 2013, no. 1, pp. 32-38.

13. Ageev E.V., Gadlov V.N., Semihin B.A., Ageeva E.V., Latypov R.A. Рентгеноспектральный микроанализ хрупких порошков, полученных электроэрозийным диспергированием твердого сплава. *Упрочняющие технологии и покрытия*, 2011, no. 2, pp. 13-16.

14. Novikov E.P., Ageev E.V., Sytchenko A.D. К вопросу о переработке алюминиевых отходов электроэрозийным диспергированием. *Современные материалы, техника и технологии*, 2015, no. 1 (1), pp. 169-172.

15. Patent 2449859 Российская Федерация, МПК C2 B 22 F 9/14. Установка для получения нанодispersных порошков из токопроводящих материалов / Ageev E.V.; заявитель и патентообладатель Юго-Западный государственный университет. No 2010104316/02; заявл. 08.02.2010; опubl. 10.05.2012. 4 p.