

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 ПОРИСТОСТИ СПЕЧЕННЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ ЭЛЕКТРОЭРОЗИОННЫХ КОБАЛЬТОХРОМОВЫХ ПОРОШКОВ

Одним из основных требований 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).

Исходя из особенностей методов получения сферических порошков с целью получения сферических гранул регламентированной зернистости предлагается технология электроэрозионного диспергирования (ЭЭД), отличающаяся относительно невысокими энергетическими затратами и экологической чистотой процесса. Главным преимуществом предложенной технологии является применение в качестве исходных материалов отходов, которое 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 пористости спеченных образцов из кобальтохромовых порошков, полученных для аддитивных технологий электроэрозионным диспергированием.

Для выполнения намеченных исследований выбраны отходы кобальтохромового сплава марки КХМС «ЦЕЛЛИТ». В качестве рабочей жидкости использовали воду дистиллированную и спирт изобутиловый. Для получения кобальтохромовых порошков использовали установку для электроэрозионного диспергирования токопроводящих материалов.

Консолидация порошков проведена методом искрового плазменного спекания с использованием системы искрового плазменного спекания SPS 25-10 (Thermal Technology, США).

Исходный материал размещали в матрице из графита, помещаемой под пресс в вакуумной камере. Электроды, интегрированные в механическую часть пресса, подводят электрический ток к матрице и создают искровые разряды между спекаемыми частицами материала, обеспечивая интенсивное взаимодействие.

Пористость определяли с помощью оптического инвертированного микроскопа Olympus GX51 с программным обеспечением для количественного анализа изображения. Подготовленные образцы не имели следов шлифования, полирования или выкрашивания структурных составляющих. Шлиф изготавливали по поперечному сечению (излому) целого изделия.

По результатам проведенных исследований, направленных на исследование пористости спеченных образцов из кобальтохромовых порошков, полученных для аддитивных технологий электроэрозионным диспергированием в изобутиловом спирте, установлено, что пористость составляет от 3,19 до 6,15%.

Ключевые слова: кобальтохромовый сплав, электроэрозионное диспергирование, порошок, искровое плазменное спекание, пористость, аддитивные технологии.

DOI: 10.21869/2223-1560-2017-21-6-51-59

Ссылка для цитирования: Исследование пористости спеченных образцов из электроэрозионных кобальтохромовых порошков / Е.В. Агеева, А.Ю. Алтухов, А.А. Сысоев, А.С. Осьминина // Известия Юго-Западного государственного университета. 2017. Т. 21, № 6(75). С.51-59.

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) [1-5].

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, которое 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 пористости спеченных образцов из кобальтохромовых порошков, полученных для аддитивных технологий электроэрозионным диспергированием.

Материалы и методы исследования

Для выполнения намеченных исследований выбраны отходы кобальтохромового сплава марки КХМС «ЦЕЛЛИТ».

В качестве рабочей жидкости использовали и спирт изобутиловый. Для получения кобальтохромовых порошков использовали установку для ЭЭД токопроводящих материалов [15]. Параметры диспергирования:

– образец № 1 (напряжение 100 В, емкость 48 мкФ, частота следования импульсов 120 Гц);

– образец № 1 (напряжение 140 В, емкость 48 мкФ, частота следования импульсов 80 Гц).

Консолидация порошков проведена методом искрового плазменного спекания с использованием системы искрового плазменного спекания SPS 25-10 (Thermal Technology, США) по схеме, представленной на рисунке 1. Исходный материал размещали в матрице из графита, помещаемой под пресс в вакуумной камере. Электроды, интегрированные в механическую часть пресса, подводят электрический ток к матрице и создают искровые разряды между спекаемыми частицами материала, обеспечивая интенсивное взаимодействие. Процесс консолидации порошков схематически приведен на рисунке 1.

Преимущества технологии: равномерное распределение тепла по образцу; высокая плотность или контролируемая пористость; связующие материалы не требуются; равномерное спекание однородных и разнородных материалов; короткое время рабочего цикла; изготовление детали сразу в окончательной форме и получение профиля, близкого к заданному.

Одним из основных методов определения пористости является металлографический метод с элементами качественного и количественного анализов геометрии пор (стереоскопическая металлография) [16].

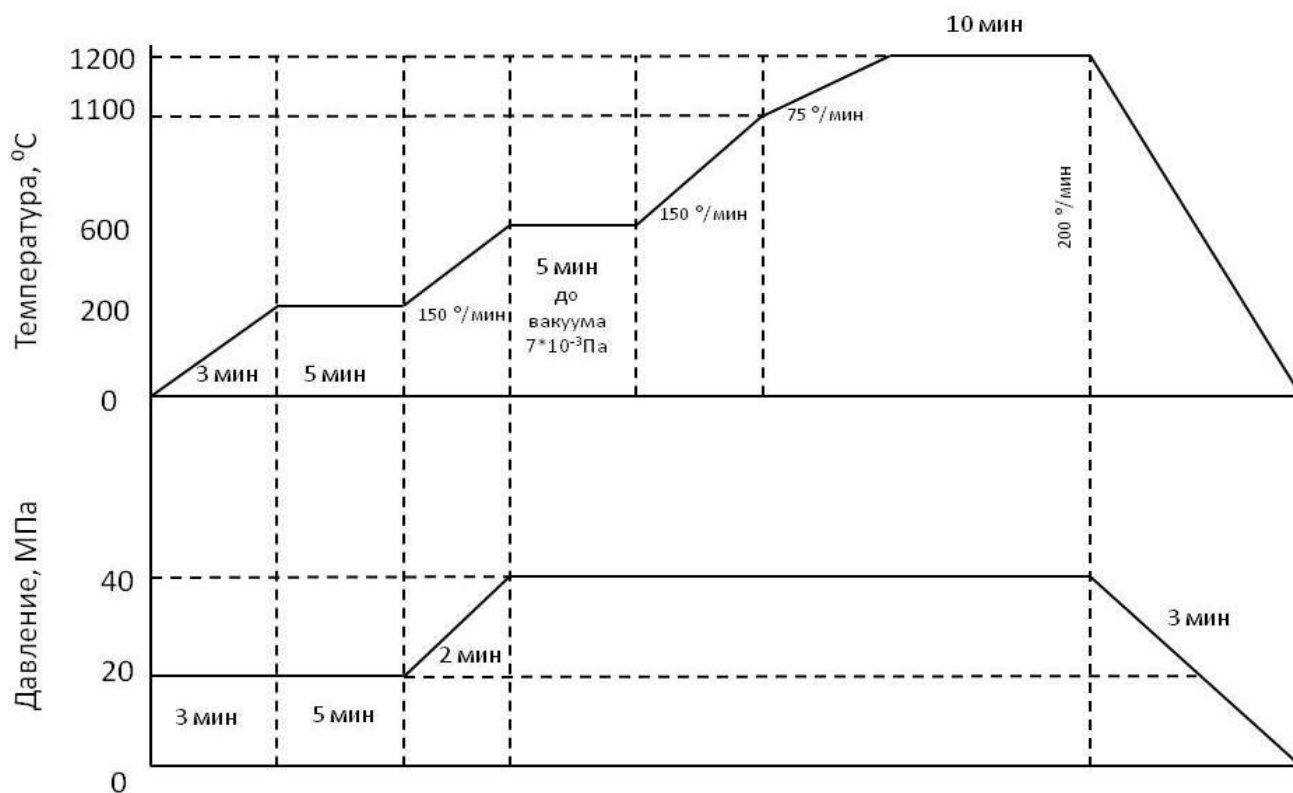


Рис. 1. Консолидация порошков методом искрового плазменного спекания (схема)

Использование приемов стереоскопической металлографии позволяет вычислить удельную поверхность крупных пор, число сферических пор в единице объема, среднее расстояние между порами, средний реальный диаметр сферических пор и др.

Металлографический метод охватывает широкий диапазон измерения размеров пор, соответствующей разрешающей способности оптической способности (для оптического инвертированного микроскопа Olympus GX51 – 500 нм). При использовании микроскопа основным недостатком является отсутствие четкого распределения пор, так как их границы не всегда попадают в плоскость шлифа в связи со случайным сечением при его изготовлении. Поэтому, две или более поры из-за отсутствия на шлифе видимой границы их раздела могут фиксироваться как одна крупная. Кроме того, метод дает распре-

деление пор в одной плоскости образца, куда попадают и узкие, и широкие их сечения, в то время как по методу гидростатического взвешивания и ртутной порометрии фиксируются размеры пор по их самому узкому сечению. Следствием этих факторов является смещение функции и распределения в область крупных пор.

Пористость определяли с помощью оптического инвертированного микроскопа Olympus GX51 с программным обеспечением для количественного анализа изображения. Подготовленные образцы не имели следов шлифования, полирования или выкрашивания структурных составляющих. Шлиф изготавливали по поперечному сечению (излому) целого изделия или части его площадью менее 2 см².

ПО «SIAMS Photolab», которым оснащен микроскоп, разработано с учётом специфики применения методов цифровой микроскопии и анализа изоб-

ражений для металлографического анализа соединений. Цифровое изображение материала в оттенках серого выглядит как набор объектов, обладающих близкими цветовыми, яркостными и морфометрическими признаками. Соответственно, автоматическое выделение измерительной информации связано с неизбежным захватом шумов и помех.

Для того чтобы обеспечить достоверность результатов анализа, ПО обладает элементами экспертной системы: в интерактивном режиме оператору пред-

лагается выбрать те из автоматически выделенных объектов, которые, по его мнению, представляют собой дефекты микроструктуры.

Поскольку на контролируемой поверхности могут быть обнаружены как отдельные поры, так и цепочки пор, а также микротрещины, то оператор непрерывным маркером обозначает цепочки пор, а одиночные поры ползучести, и микротрещины обозначает маркером как отдельные участки.

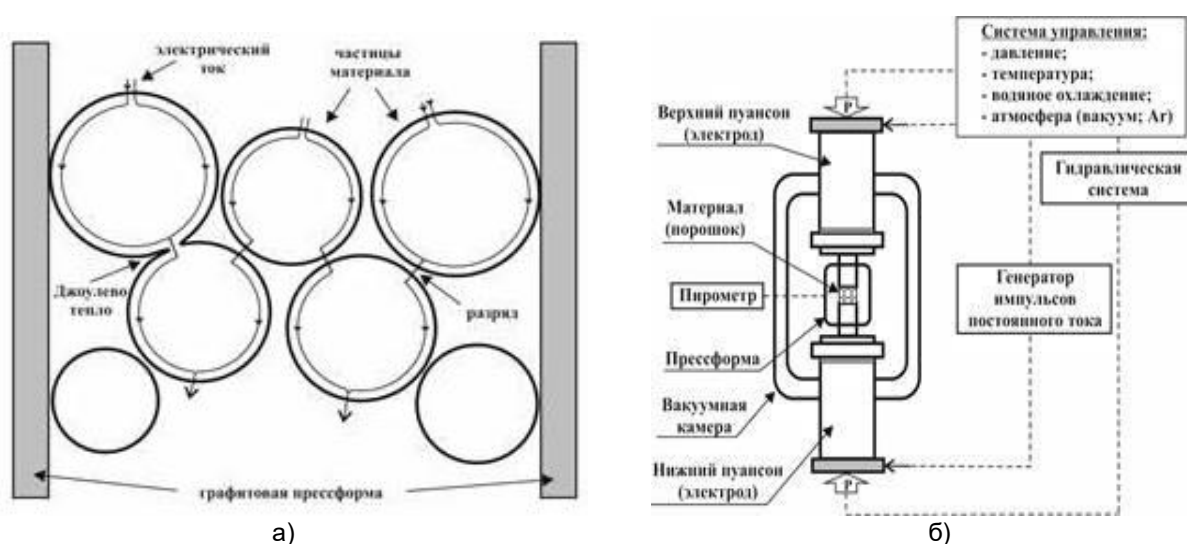


Рис. 2. Технология искрового плазменного спекания: а – принципиальная схема SPS синтеза; б – общая схема нагрева по методу SPS

Результаты маркирования используются для формирования экспертного заключения и расчёта количественных характеристик микроповреждённости. По результатам накопленной статистики в автоматическом режиме создаётся отчёт,

который содержит расчётные данные и сведения о контролируемом участке.

Результаты исследования пористости образцов металлографическим методом приведены в таблице и на рисунках 3 и 4.

Результаты исследования пористости

№ образца	Площадь анализа, мкм ²	Пористость, %	Размерные характеристики, мкм		
			D _{min}	D _{max}	D _{med}
1	17444,9	3,19	0,1	5,6	0,6
2	17030,2	6,15	0,1	5,7	0,6

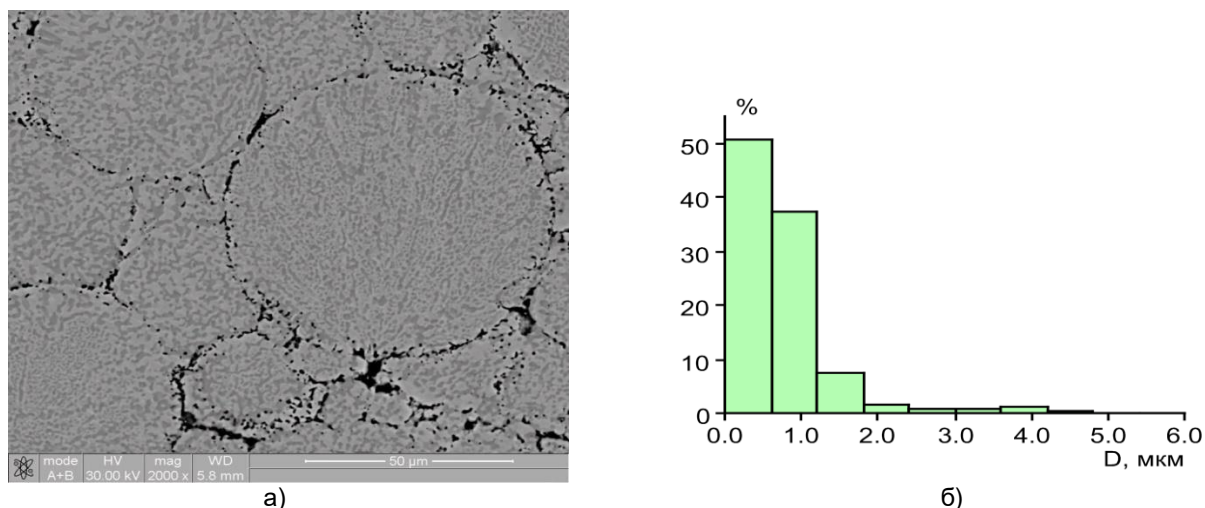


Рис. 3. Характеристики пористости спеченного образца № 1: а — микроструктура поперечного шлифа; б — гистограмма распределения пор по размеру

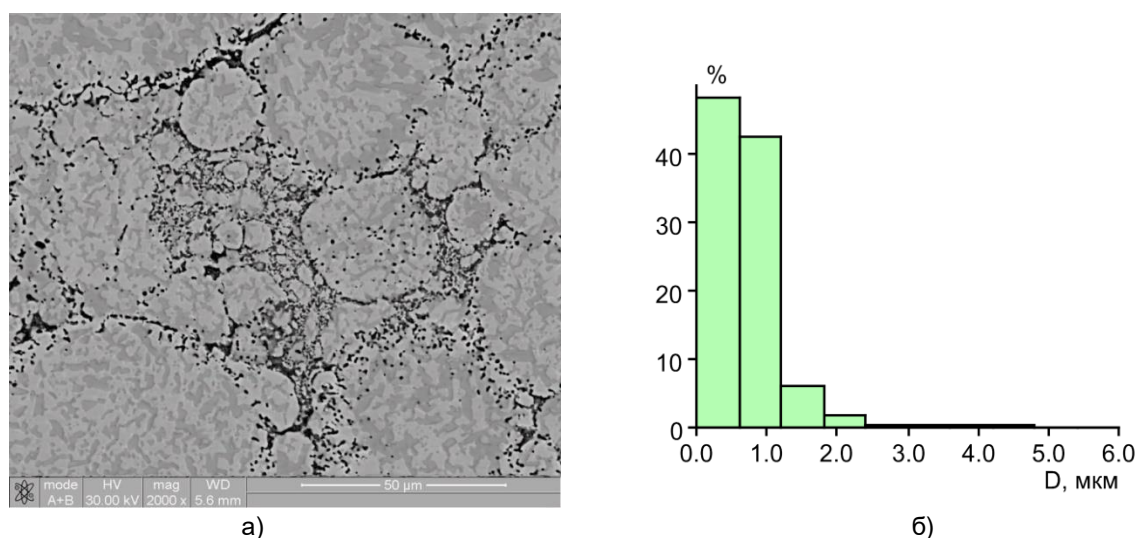


Рис. 4. Характеристики пористости спеченного образца № 2: а – микроструктура поперечного шлифа; б – гистограмма распределения пор по размеру

Заключение

Таким образом, по результатам проведенных исследований, направленных на исследование пористости спеченных образцов из кобальтохромовых порошков, полученных для аддитивных технологий электроэрозионным диспергированием в изобутиловом спирте, установлено, что пористость составляет от 3,19 до 6,15%. Проведенные исследования позволят определить наиболее рациональную область их практического применения.

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

Список литературы

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. et al. 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. et al. Comparison of Selective Laser and Electron Beam Melted Titanium Aluminides. Conference paper of 22nd International 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. 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 Международ. науч.-техн. конф. в 2 ч. / отв. ред.: Е.И. Яцун. Курск, 2006. С. 146-150.
9. Агеев Е.В., Семенихин Б.А., Латыпов Р.А., Бобрышев Р.В. Разработка установки для получения порошков из токопроводящих материалов // *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. № 5-2 (44). 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 электроэрозион-

ным диспергированием // Современные материалы, техника и технологии. 2015. № 1 (1). С. 169-172.

15. Патент 2449859, Российская Федерация, С2, В22F9/14. 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.

16. Салтыков С.А. Стереоскопическая металлография. М.: Металлургия, 1976. 271 с.

Поступила в редакцию 18.10.17

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, Post-Graduate 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)

THE STUDY OF POROSITY OF SINTERED SAMPLES OF COBALT-CHROMIUM ELECTROEROSION POWDERS

One of the main requirements for powders for additive 3D technologies is the spherical shape of particles. Such particles are most densely fit into a certain space and provide the 'fluidity' of powder compositions in the systems of material supply with minimal resistance. In addition, the powder should contain a minimum amount of dissolved gas. The microstructure of the powder should be homogeneous and finely dispersed (with a uniform distribution of phase constituents).

Based on the peculiarities of the methods of producing spherical powders in order to obtain spherical granules of regulated granularity, the electroerosion dispersion (EED) technology, which is characterized by relatively low energy costs and environmentally sound process, is proposed. The main advantage of the proposed technology is the use of waste materials as raw stuff which are much cheaper than the pure constituents used in traditional technology. In addition, this technology allows varying the granulometric composition of the resulting powder by changing electrical parameters.

The objective of this work is to study the porosity of sintered samples of cobalt-chromium powders obtained for additive technologies by means of electroerosion dispersion.

To implement the proposed research, wastes of the cobalt-chromium alloy of KHMS "CELLIT" grade were chosen. Distilled water and isobutyl alcohol were used as the working fluid. Electrical discharge machine to disperse conductive materials was used to produce cobalt-chromium powders.

The powders are consolidated by the method of spark plasma sintering using the spark plasma sintering system SPS 25-10 (Thermal Technology, USA).

The initial material was put in a graphite matrix placed under a press in a vacuum chamber. Electrodes integrated into the mechanical part of the press feed electric current to the matrix and create spark discharges between the sintered particles of the material, providing intensive interaction.

The porosity was determined using Olympus GX51 optical inverted microscope with a software for quantitative image analysis. Prepared samples had no traces of structural components grinding, polishing or dyeing. The microsection metallographic specimen was made by the cross section (fracture) of the whole product.

Based on the results of the conducted experiment aimed at studying the porosity of sintered samples from cobalt-chromium powders obtained for additive technologies by electroerosion dispersion in isobutyl alcohol, it was found that the porosity ranges from 3.19 to 6.15 %.

Key words: cobalt-chromium alloy, electroerosion dispersion, powder, spark plasma sintering, porosity, additive technologies.

DOI: 10.21869/2223-1560-2017-21-6-51-59

For citation: Ageeva E.V., Altukhov A.Yu., Sysoev A. A., Osminina A.S. The Study of Porosity of Sintered Samples of Cobalt-Chromium Electroerosion Powders, Proceedings of the Southwest State University, 2017, vol. 21, no. 6(75), pp. 51-59 (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. et al. 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. et al. Comparison of Selective Laser and Electron Beam Melted Titanium Aluminides. Conference paper of 22nd International 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. Sostav i svojstva poposhkov, poluchennykh iz otkodov tvepdykh splavov metodom elektropozionnogo dispeppigovaniya (EED). *Texnologiya metallov*, 2005, no. 6, pp. 13-17.

7. Latypov R.A., Latypova G.R., Ageev E.V., Davydov A.A. Razrabotka i issledovanie tverdosplavnykh izdelij iz poroshkov, poluchennykh elektroerozionnym dispergirovaniem volframsoderzhashhix otkodov. *Mezhdunarodnyj nauchnyj zhurnal*, 2013, no. 2, pp. 107-112.

8. Ageev E.V., Ageeva E.V. Issledovanie ximicheskogo sostava poroshkov, poluchennykh iz otkodov tverdykh splavov metodom elektroerozionnogo dispergirovaniya. *Materialy IV Mezhdunarodnoj nauchno-texnicheskoj konferencii. "Sovremennye instrumentalnye sistemy, informacionnye texnologii i innovacii"*. Kursk, 2006, pp. 146-150.

9. Ageev E.V., Semenixin B.A., Latypov R.A., Bobryshev R.V. Razrabotka ustanovki dlya polucheniya poroshkov iz tokoprovodyashhix materialov. Izvestiya Samarskogo nauchnogo centra Rossijskoj akademii nauk, 2009, vol. 11, no. 5-2, pp. 234-237.

10. Ageev E.V., Semenixin B.A., Ageeva E.V., Latypov R.A., Pivovarov N.A. Issledovanie proizvoditelnosti processa polucheniya poroshkov metodom elektroerozionnogo dispergirovaniya. Izvestija Jugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta, 2010, no. 4 (33), pp. 76-82.

11. Ageev E.V., Latypova G.R., Davydov A.A., Ageeva E.V. Provedenie rentgenospektralnogo mikroanaliza tverdospлавных электроэрозионных порошков. Izvestija Jugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta, 2012, no. 5-2 (44), pp. 099-102.

12. Ageev E.V., Davydov A.A., Ageeva E.V., Bondarev A.S., Novikov E.P. Ispolovanie tverdospлавных электроэрозионных порошков dlya polucheniya iznosostojkix pokrytij pri vosstanovlenii i uprochnenii detalej mashin i instrumenta. Izvestija Jugo-Zapad-

nogo gosudarstvennogo universiteta. Serija: Tehnika i tehnologii, 2013, no. 1, pp. 32-38.

13. Ageev E.V., Gadalov V.N., Semenixin B.A., Ageeva E.V., Latypov R.A. Rentgenospektralnyj mikroanaliz chastic poroshkov, poluchennyx elektroerozionnym dispergirovaniem tverdogo splava. Up-rochnyayushhie tehnologii i pokrytiya, 2011, no. 2, pp. 13-16.

14. Novikov E.P., Ageev E.V., Sytchenko A.D. K voprosu o pererabotke alyuminievых отходов elektroerozionnym dispergirovaniem. Sovremennye materialy, Tehnika i tehnologii, 2015, no. 1 (1), pp. 169-172.

15. Patent 2449859, Rossijskaya Federaciya, C2, B22F9/14. Ustanovka dlya polucheniya nanodispersnyx poroshkov iz tokoprovodyashhix materialov / Ageev E.V.; zayavitel i patentoobladatel Jugo-Zapadnyj gosudarstvennyj universitet. № 2010104316/02; zayav. 08.02.2010; opubl. 10.05.2012. 4 p.

16. Saltykov S.A. Stereoskopicheskaya metallografiya. Moscow, Metallurgiya Publ., 1976. 271 p.