

---

---

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ МЕХАНИКА.  
ДИАГНОСТИКА ИСПЫТАНИЯ**

---

---

УДК 621.762

**ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ТИТАНОВЫХ ПОРОШКОВ, ПОЛУЧЕННЫХ  
ДЛЯ АДДИТИВНЫХ МАШИН ЭЛЕКТРОДИСПЕРГИРОВАНИЕМ  
ОТХОДОВ СПЛАВА ОТ4 В СПИРТЕ**© 2024 г. Е. В. Агеев<sup>1</sup>, \*, А. Е. Агеева<sup>1</sup><sup>1</sup>Юго-Западный государственный университет, Курск, Россия

\*e-mail: ageev\_ev@mail.ru

Поступила в редакцию 28.01.2024 г.

После доработки 24.03.2024 г.

Принята к публикации 19.04.2024 г.

На основании проведенных экспериментальных исследований, направленных на исследование фазового состава титановых порошков, полученных для аддитивных машин электродиспергированием отходов сплава ОТ4 в пропиле спирте, отмечено наличие в частицах титанового порошка следующих фаз:  $\alpha$ -Ti, TiO и Ti<sub>3</sub>Al. Проведенные исследования позволяют определить наиболее рациональную область применения полученных титановых порошков для производства из них аддитивных изделий.

*Ключевые слова:* отходы титанового сплава ОТ4, электроэрозионное диспергирование, частицы порошка, фазовый состав

**DOI:** 10.31857/S0235711924040129, **EDN:** OYGBGW

На сегодняшний день одно из перспективных и активно развивающихся направлений машиностроения это аддитивные технологии производства изделий из материалов на основе металлов и сплавов. Различные производители аддитивных машин рекомендуют эксплуатировать оборудование только с определенными порошками, как правило, поставляемыми изготовителем аддитивных машин [1, 2].

В этой связи в настоящее время в области аддитивного производства изделий остро стоит проблема, связанная с необходимостью собственного производства сферических порошков требуемой марки мелкими партиями и требуемой зернистости [3–5].

Одним из основных требований к порошкам для аддитивных машин является сферическая форма частиц, которая обеспечивает им хорошую текучесть при подаче в рабочую зону [6–8].

Основными технологиями получения сферических порошков для аддитивных машин являются атомизация: газовая, вакуумная, центробежная. Причем, оборудование для производства порошков имеет определенные технологические ограничения, связанные с невозможностью изготовления порошков мелкими партиями и оригинального химического состава [9, 11].

Таким образом, на современном этапе развития аддитивного производства существует научно-технологическая проблема, связанная с отсутствием полноценных сведений о технологических особенностях получения отечественных титановых порошков сферической формы для аддитивных машин требуемого фракционного

**Таблица 1.** Химический состав материала ОТ4, %

| Fe     | C      | Si      | Mn      | N       | Ti          | Al      | Zr     | O       | H        | Примесей   |
|--------|--------|---------|---------|---------|-------------|---------|--------|---------|----------|------------|
| до 0.3 | до 0.1 | до 0.12 | 0.8–2.0 | до 0.05 | 91.83–95.40 | 3.5–5.0 | до 0.3 | до 0.15 | до 0.012 | прочих 0.3 |

состава из отечественного сырья мелкими партиями при минимальных затратах энергии и минимальном уроне окружающей среде [12–14].

Исходя из технологических особенностей применения аддитивными машинами только сферических порошков регламентированной зернистости предлагается технология электродиспергирования (ЭД) [15–17], отличающийся относительно невысокими энергетическими затратами и экологической чистотой процесса. Главным преимуществом предложенной технологии является применение в качестве исходных материалов металлоотходов, которое значительно дешевле чистых компонентов, используемых в традиционных технологиях. Однако в современной научно-технической литературе отсутствуют сведения о составе, структуре и свойствах порошков, полученных электродиспергированием отходов титановых сплавов. Для этого требуется проведение комплексных металлографических исследований.

**Целью** настоящей статьи являлось исследование фазового состава титановых порошков, полученных для аддитивных машин электродиспергированием отходов сплава ОТ4 в пропиловом спирте.

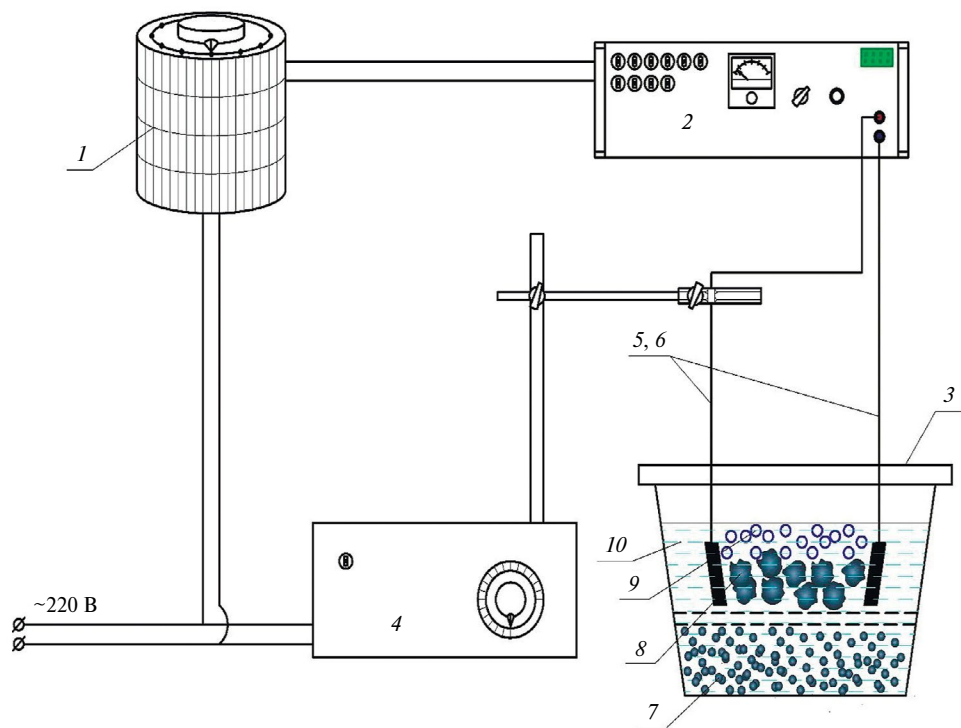
**Материалы и методики исследований.** Для выполнения намеченных исследований были выбраны отходы титанового деформируемого сплава марки ОТ4. Химический состав сплава в соответствии с ГОСТ 19807–91 представлен в табл. 1.

В качестве рабочей жидкости (РЖ) применялся спирт пропиловый ТУ СОМР 2-119-09.

Процесс ЭД представляет собой разрушение токопроводящего материала в результате локального воздействия кратковременных электрических разрядов между электродами. В зоне разряда под действием высоких температур происходит нагрев, расплавление и частичное испарение металла. В процессе электродиспергирования частицы металлоотхода, которые выбрасываются из канала электрического разряда в расплавленном виде в реактор, заполненный пропиловым спиртом, очень быстро кристаллизуются. Процесс быстрой кристаллизации расплавленного материала в жидкой рабочей среде способствует приданию частицам сферической формы. Способ позволяет получить порошки без использования химических реагентов, что существенно влияет на себестоимость порошка и позволяет избежать загрязнения рабочей жидкости и окружающей среды химическими веществами.

Электродиспергирование отходов сплава ОТ4 осуществляли на экспериментальной установке, представленной на рис. 1 [15–17]. Получение титановых порошков осуществлялось следующим образом. Вначале проводили сборку электродов 5 и 6 из диспергируемого сплава ОТ4. Далее в реактор 3 загружались куски диспергируемого сплава 8 и заливался спирт 10. На пульте управления генератора импульсов 2 устанавливались требуемые для электродиспергирования электрические параметры: емкость конденсаторов 55.0–57.5 мкФ; частота следования импульсов 160–180 Гц. Затем при помощи регулятора напряжения 1 устанавливалось рабочее напряжение на электродах 80–100 В. При подаче импульсного напряжения куски сплава ОТ4 в точке разряда плавилась.

Рабочая жидкость (спирт) 10 в канале электрического разряда кипела, образуя газовый пузырь 9. Капли расплавленного сплава ОТ4 попадали в жидкую рабочую жидкость, образуя частицы порошка 7. Встряхиватель 4 передвигал один из



**Рис. 1.** Принципиальная схема работы установки электродиспергирования металлоотходов: 1 – регулятор напряжения; 2 – генератор импульсов; 3 – реактор; 4 – встряхиватель; 5, 6 – электроды; 7 – электроэрозионные частицы; 8 – металлоотходы; 9 – газовый пузырь; 10 – рабочая жидкость.

электродов и обеспечивал непрерывное протекание процесса электродиспергирования.

Блок-схема регулировки режимов работы установки представлена на рис. 2.

Исследование фазового состава частиц, полученных ЭД титанового сплава марки ОТ4, проводили на дифрактометре “Rigaku Ultima IV” (Япония) в излучении Cu–K $\alpha$  (длина волны  $\lambda = 0.154178$  нм). Методика исследования фазового состава представлена в виде блок-схемы на рис. 3.

**Результаты и их обсуждение.** Образование частиц титанового порошка сферической формы в процессе электродиспергирования отходов титанового сплава ОТ4 в спирте пропиловом является очень важной особенностью данного процесса, поскольку сферические частицы имеют хорошую текучесть при подаче в рабочую зону аддитивных машин (рис. 4).

Анализ фазового состава частиц титанового порошка, проведенный с помощью рентгеновской дифракции на дифрактометре “Rigaku Ultima IV”, показал наличие фаз:  $\alpha$ -Ti, TiO и Ti<sub>3</sub>Al. (рис. 5).

Отмечено, что процессы, проходящие при электродиспергировании сплава ОТ4, протекают в межэлектродном пространстве, заполненном рабочей жидкостью (спиртом), которая оказывает на процесс и продукты эрозии сплава физическое, химическое, моющее и механическое воздействие, что сказывается на всех стадиях процесса. На стадии электрического разряда происходит разложение рабочей жидкости,



Рис. 2. Блок-схема регулировки режимов работы установки.



Рис. 3. Блок-схема методики исследования фазового состава.

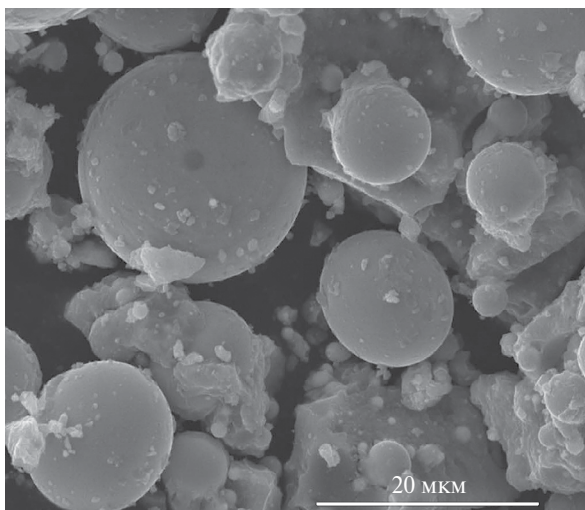


Рис. 4. Растровое электронно-микроскопическое изображение частиц титанового порошка.

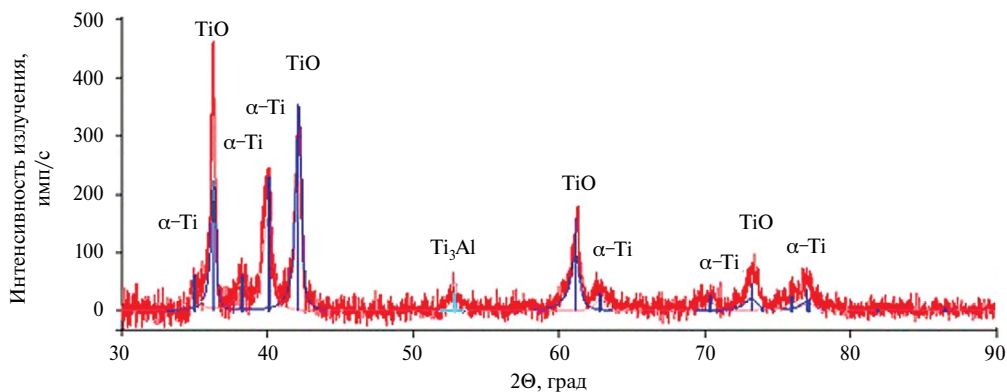


Рис. 5. Дифрактограмма частиц титанового порошка.

и продукты ее гидролиза вступают в химическое взаимодействие с продуктами электроэрозионного диспергирования, образуя различные химические соединения. На следующей стадии, когда удаляются продукты эрозии, происходит их захват.

Следует отметить, что способ ЭД начинает успешно конкурировать с другими способами получения порошков, в том числе пригодных для аддитивных технологий. Достоинствами предложенной технологии электродиспергирования являются применение в качестве исходных материалов отходов, которые значительно дешевле чистых компонентов, используемых в традиционных технологиях, хорошая управляемость, низкая энергоемкость и экологичность процесса.

Проведенные исследования показали, что способом электроэрозионного диспергирования отходов сплава марки ОТ4 можно получить титановые порошки сферической формы для аддитивных машин требуемого фракционного состава из вторичного сырья мелкими партиями при минимальных затратах энергии и минимальном уроне окружающей среде.

**Заключение.** На основании проведенных экспериментов, направленных на исследование фазового состава титановых порошков, полученных для аддитивных машин электродиспергированием отходов сплава ОТ4 в спирте пропиловом, отмечено наличие в частицах титанового порошка следующих фаз:  $\alpha$ -Ti, TiO и  $Ti_3Al$ . Проведенные исследования позволяют определить наиболее рациональную область применения полученных титановых порошков для производства из них аддитивных изделий.

Кроме того, отмечены следующие технологические достоинства получения титановых порошков для аддитивных машин электродиспергированием отходов сплава ОТ4: 1) получение частиц сферической формы; 2) возможность получения порошков мелкими партиями; 3) получение фаз оксидов, интерметаллидов и чистых металлов; 4) отсутствие стоков, газовых и пылевых выбросов; 5) затраты электроэнергии 1.5–3.0 кВт для производства 1 кг порошка; 6) малогабаритность установки ЭД (порядка 1 м<sup>2</sup>) и др.

**Финансирование работы.** Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 24-29-00317. <https://rscf.ru/project/24-29-00317/>.

**Конфликт интересов.** Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### 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. V. 213 (12). P. 2109.
2. Safdar A., Wei L. Y., Snis A., Lai Z. Evaluation of microstructural development in electron beam melted Ti-6Al-4V // Materials Characterization. 2012. V. 65. P. 8.
3. 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. V. 18 (5). P. 401.
4. Song B., Dong S., Zhang B. et al. Effects of processing parameters on microstructure and mechanical property of selective laser melted Ti6Al4V // Materials & Design. 2012. V. 35. P. 120.
5. Song B., Dong S., Coddet P. et al. Fabrication and microstructure characterization of selective laser melted FeAl intermetallic parts // Surface and Coatings Technology. 2012. V. 206. P. 4704.
6. Wang Z., Guana K., Gao M. The microstructure and mechanical properties of deposited-IN718 by selective laser melting // J. of Alloys and Compounds. 2012. V. 513. P. 518.
7. Loeber L., Biamino S., Ackelid U. et al. Comparison of Selective Laser and Electron Beam Melted Titanium Aluminides // Conf. paper of 22nd Int. Symposium "Solid freeform fabrication proceedings", University of Texas, Austin, 2011. P. 547.
8. Biamino S., Penna A., Ackelid U. et al. Electron beam melting of Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy: microstructure and mechanical properties investigation // Intermetallics. 2011. V. 19. P. 776.
9. Gu D. D., Meiners W., Wissenbach K., Poprawe R. Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms // Int. Materials Reviews. 2012. V. 57 (3). P. 133.
10. Konovalov S., Gromov V., Panchenko I. Fatigue-induced evolution of AISi 310S steel microstructure after electron beam treatment // Materials. 2020. V. 13 (20). P. 1.
11. Geng Y., Konovalov S. V., Chen X. Research status and application of the high-entropy and traditional alloys fabricated via the laser cladding // Progress in Physics of Metals. 2020. V. 21 (1). P. 26.
12. Nevskii S., Sarychev V., Konovalov S. et al. Wave instability on the interface coating/substrate material under heterogeneous plasma flows // J. of Materials Research and Technology. 2020. V. 9. (1). P. 539.
13. Chen X., Liu K., Guo W. et al. The fabrication of NiTi shape memory alloy by selective laser melting: a review // Rapid Prototyping J. 2019. V. 25 (8). P. 1421.
14. Konovalov S., Osintsev K., Golubeva A. et al. Surface modification of Ti-based alloy by selective laser melting of Ni-based superalloy powder // J. of Materials Research and Technology. 2020. V. 9 (4). P. 8796.

15. Ageev E. V., Ageeva E. V. Properties of the Coat-ings Fabricated by Plasma-Jet Hard-Facing by Dispersed Mechanical Engineering Wastes // Russian Metallurgy (Metally). 2018. V. 2018 (6). P. 573.
16. Latypov R. A., Ageev E. V., Altukhov A. Y., Ageeva E. V. Manufacture of cobalt–chromium powders by the electric discharge dispersion of wastes and their investigation // Russian metallurgy (Metally). 2018. V. 2018 (12). P. 1177.
17. Ageev E. V., Latypov R. A. Fabrication and investigation of carbide billets from powders prepared by electroerosive dispersion of tungsten-containing wastes // Russian J. of Non-Ferrous Metals. 2014. V. 55 (6). P. 577.