

СРАВНЕНИЕ СПОСОБОВ АКТИВАЦИИ МЕДНОГО ПОРОШКА ПМС-1 ДЛЯ СИНТЕЗА ИЗДЕЛИЙ МЕТОДОМ SLS

А.А. САПРЫКИН¹, канд. техн. наук, доцент
А.В. ГРАДОБОВЕВ¹, доктор техн. наук, профессор
В.И. ЯКОВЛЕВ², канд. техн. наук, доцент
Е.А. ИБРАГИМОВ¹, ст. преподаватель
Е.В. БАБАКОВА¹, ассистент
(¹ЮТИ НИ ТПУ, г. Юрга
²АлтГТУ, г. Барнаул)

Поступила 13 апреля 2015
Рецензирование 20 июня 2015
Принята к печати 17 июля 2015

Сапрыкин А.А. – 652055, г. Юрга, Кемеровская обл., ул. Ленинградская, 26,
Юргинский технологический институт (филиал) Национального исследовательского Томского
политехнического университета,
e-mail: sapraa@tpu.ru

Развитие методов послойного синтеза готовых прототипов и изделий позволяет внедрять данные технологии в различные сферы деятельности, начиная от легкой и заканчивая военной промышленностью и медициной. Особый интерес вызывает возможность изготовления металлических изделий сложной геометрической формы. Технологии послойного лазерного спекания дают возможность использовать в качестве строительного материала металлические порошки и их смеси. Исходные физико-химические свойства порошков определяют условия и технологические режимы, при которых будет проходить синтез изделия. К таким свойствам относятся: гранулометрический состав, форма частиц, температура плавления, теплопроводность материала и др. В процессе спекания металлических порошков возникает эффект коагуляции, что отрицательно влияет на качество спекаемого изделия. Одним из способов изменения начальных свойств порошка, а также изменение эффекта коагуляции является его предварительная активация. В данной работе представлены результаты экспериментальных исследований влияния предварительной активации порошка марки ПМС-1 (ГОСТ 4960–09) на изменения его первоначальных свойств. Показано изменение пористости и механической прочности образцов, полученных методом селективного лазерного спекания (СЛС) в зависимости от способа активации порошка. Активация порошка проводилась гамма-излучением радиоактивного изотопа Co^{60} и механически. Насыпная плотность порошка определялась методом «воронки». Изменение структуры порошка определялось на металлографическом микроскопе. Экспериментальные образцы изготавливались на технологическом лазерном комплексе «ВАРИСКАФ-100М». Механическая прочность на сжатие определялась на настольной универсальной испытательной системе. Результаты экспериментов показали, что при механической активации значительно изменяются гранулометрические свойства порошка. Частицы порошка образуют агломераты пластинчатой формы размерами до 0,5 мм. Насыпная плотность порошка, активированного механическим способом, увеличивается до 35 % при времени обработки 1,5 минуты и до 45 % при трех минутах. В результате лазерного воздействия наблюдаются процессы как спекания частиц порошка, так и полного их сплавления. При активации ионизирующим излучением структура и насыпная плотность порошка не изменяются. При спекании наблюдается повышенная окисленность материала и усадка образца.

Ключевые слова: селективное лазерное спекание, медный порошок ПМС-1, коагуляция, механоактивация, ионизирующее излучение.

DOI: 10.17212/1994-6309-2015-3-82-88

Введение

В настоящее время технология послойного лазерного спекания позволяет изготавливать изделия из различных порошковых материалов, а также их смесей [1, 2]. Достоинство данного метода заключается в получении готового изделия либо прототипа сложной геометрической формы за короткие сроки с меньшими затратами. В технологии СЛС наибольший интерес представляет синтез изделий из металлических порошков [3, 4].

Порошок марки ПМС-1 (ГОСТ 4960–09) широко распространен в порошковой металлургии для производства спеченных изделий в автомобильной, металлургической, электротехнической, авиационной, машиностроительной промышленности для изготовления колец, втулок, подшипников, электрических контактов, электродов, щеток электрических машин и фильтров для тонкой очистки масел [5].

При послойном лазерном синтезе порошок подвергается интенсивному локальному тепловому воздействию. В результате частицы порошка меди оплавляются и формируют крупные образования – капли (эффект коагуляции). Вследствие этого в спеченных образцах образуются поры, которые неблагоприятно влияют на эксплуатационные характеристики изделия. Уменьшить эффект коагуляции можно за счет увеличения смачиваемости частиц порошка. В ряде работ, например [6–8], показано влияние предварительной активации порошка на изменение эффекта коагуляции в процессе формирования образца технологией СЛС.

Цель данной работы: определить наиболее подходящий способ предварительной активации металлического порошка, его влияние на изменение физических свойств порошка и предела прочности на сжатие образцов, полученных технологией СЛС.

Методы и оборудование экспериментального исследования

Основными характеристиками, влияющими на процесс СЛС, является размер и форма частицы порошка, а также его насыпная плотность и

активность поверхности [9, 10]. Активации и последующему спеканию был подвергнут медный порошок марки ПМС-1 (ГОСТ 4960–09).

Процесс активации гамма-излучением проводился с помощью установки «Исследователь» на основе изотопа Co^{60} . Данная установка представляет собой свинцовый контейнер с установленным в нем облучателем с источником излучения. Порошок облучался дозами от 10^4 до 10^6 Р, что соответствовало времени облучения от 3 до 120 мин.

Для механоактивации была использована шаровая мельница планетарного вида (рис. 1). Порошок подвергался ударной нагрузке в течение 1,5...3 мин.

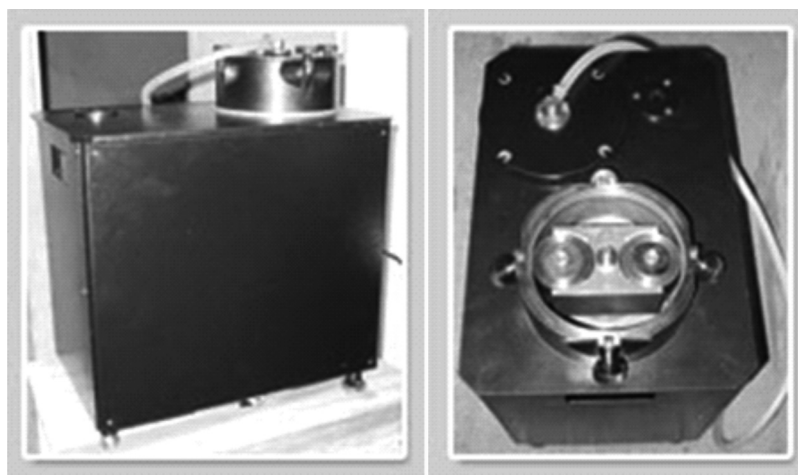


Рис. 1. Планетарная мельница-активатор АГО-2С

Изменение размера и формы частиц порошка регистрировались на металлографическом микроскопе МЕТАМ РВ.

Экспериментальные образцы были изготовлены на СЛС-установке «ВАРИСКАФ-100М». Данная установка позволяет управлять следующими технологическими режимами: скорость сканирования, мощность излучения лазера, шаг сканирования, контролируемая газовая атмосфера и температура подогрева порошка [11]. Установка представлена на рис. 2.

Изготовленные образцы представляли собой куб со сторонами 10 мм. Спекание образцов проводилось при следующих технологических режимах: мощность излучения лазера составляла 15 и 30 Вт; скорость сканирования составляла 2000 мм/мин.; шаг сканирования (x , y , z) 0,2 мм; начальная температура порошка 27 °С. Все образцы порошка спекались в защитной среде аргона.

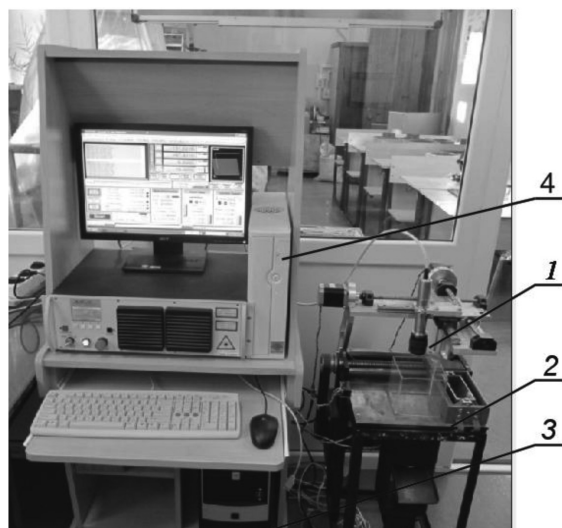


Рис. 2. Установка послойного лазерного спекания:

1 – лазер; 2 – трехкоординатный стол; 3 – персональный компьютер; 4 – система ЧПУ

Прочность спеченных образцов на сжатие определялась на настольной универсальной испытательной системе с двумя колоннами INSTRON 5966. Скорость нагружения образцов составляла 30 мм/мин.

Результаты и обсуждение

Анализируя изменения размера и формы частиц порошка после активации необходимо отметить следующее: а) при механоактивации наблюдается существенное изменение как размера, так и формы частиц порошка (рис. 3); б) после активации гамма-излучением частицы порошка не изменились по форме и размеру (рис. 4).

В порошке после 1,5 и 3 мин механической активации наблюдается образование укрупненных частиц порошка в форме пластин размерами до 0,5 мм. Данное образование связано с эффектами агломерации порошка в процессе механоактивации. Насыпная плотность порошков определялась методом ИСО 3923-1 [12]. Необходимо отметить существенное изменение насыпной плотности порошка после механоактивации, причем время обработки оказывает значительное влияние на результат. Порошок после ионизирующего излучения не изменил свою насыпную плотность. Результаты сравнения изменения насыпной плотности порошка представлены на рис. 5.

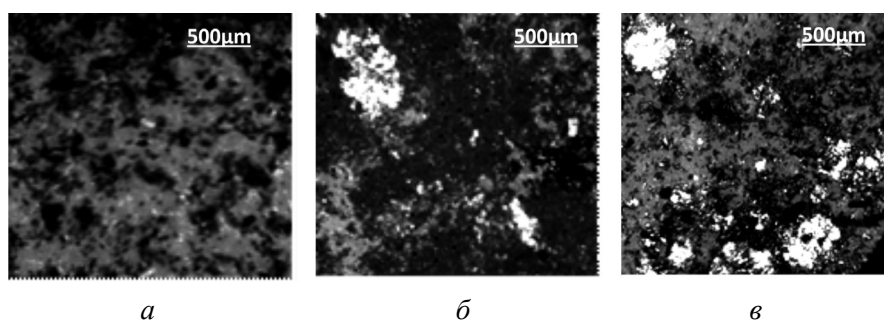


Рис. 3. Структура порошка ПМС-1 до и после механоактивации ($\times 40$):

а – не активирован; б – активация 1,5 мин; в – активация 3 мин

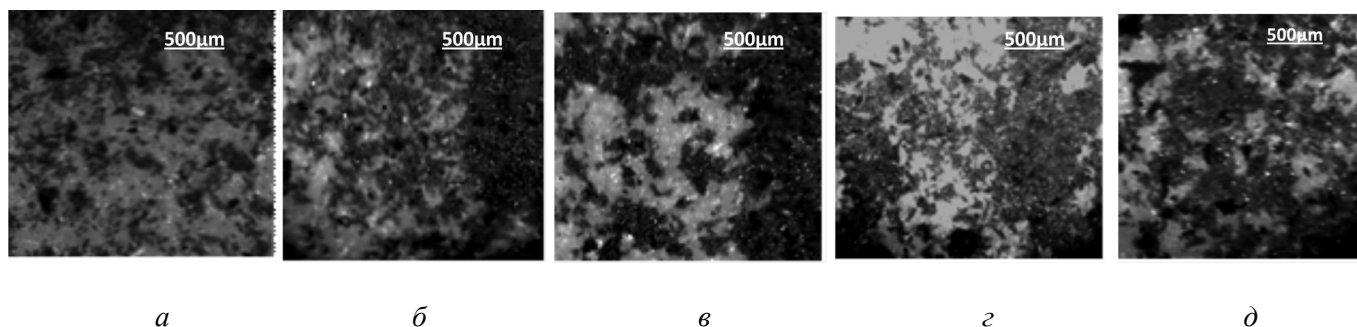


Рис. 4. Структура порошка ПМС-1 до и после гамма-облучения ($\times 40$):

а – необлученный; б – доза гамма-облучения 10^4 Р; в – доза гамма-облучения 10^5 Р; г – доза гамма-облучения $5,7 \cdot 10^6$ Р; д – доза гамма-облучения 10^6 Р

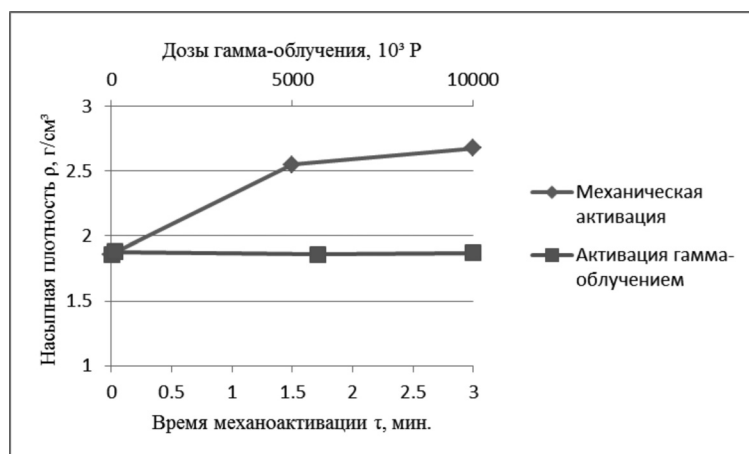


Рис. 5. Изменение насыпной плотности порошка

При спекании образцов из порошков, активированных гамма-излучением, наблюдались следующие изменения. При дозе 10^5 Р уменьшился размер коагулированных частиц спекенного порошка до 30 % относительно неактивированного порошка. При дозе облучения 10^6 Р на поверхности образца наблюдается усадка спекенного порошка. При дозах 10^4 Р и $5,7 \cdot 10^6$ Р существенных изменений не наблюдалось. Необходимо отметить, что при всех дозах гамма-облучения поверхность образцов интенсивно окислялась и имела радужный окрас [13–15], образцы получа-

лись хрупкими и разрушались при малейшем механическом воздействии на них.

После механоактивации, процесс спекания порошка значительно отличался от процесса спекания неактивированного порошка. При мощности излучения лазера 15 Вт порошок частично оплавлялся. При мощности излучения лазера 30 Вт наблюдалось как оплавление частиц порошка, так и полное их расплавление с образованием жидкой ванны металла. В результате образцы, спекенные из механоактивированного порошка, получились значительно прочнее, чем образцы из неактивированного порошка. Результаты измерения прочности на сжатие представлены в таблице.

Прочность спекенных образцов на сжатие

Время активации, мин.	0	1,5	3
Прочность на сжатие, МПа	0,28	1,47	1,21

Образцы, изготовленные из активированного и неактивированного порошка, представлены на рис. 6 и 7.

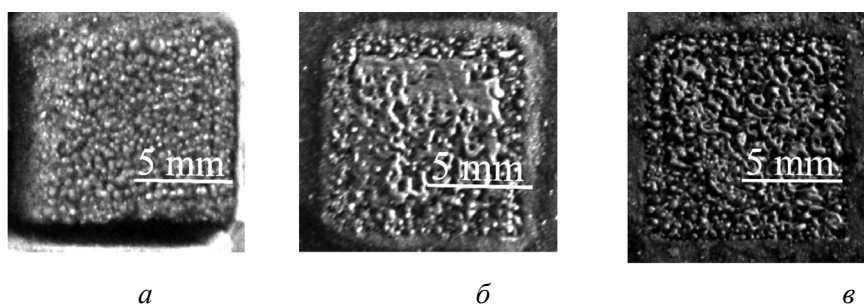


Рис. 6. Спекенные образцы при мощности лазера 30 Вт:

а — не активирован; б — механоактивация 1,5 мин; в — механоактивация 3 мин

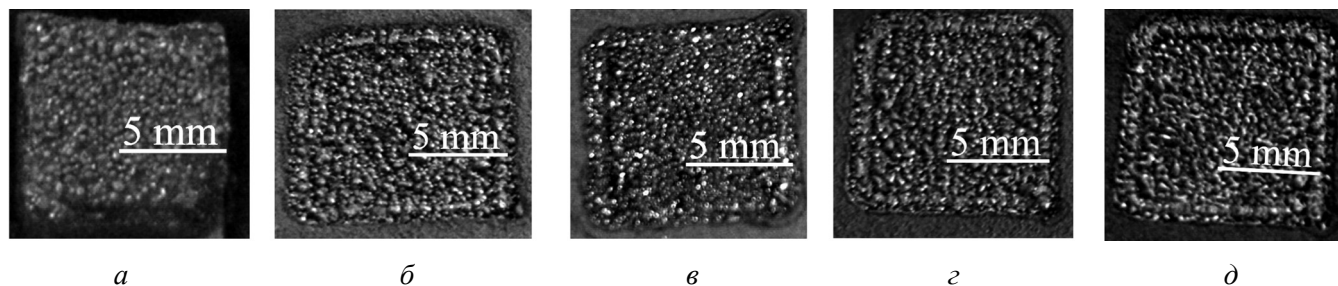


Рис. 7. Спекенные образцы при мощности лазера 15 Вт:

а — необлученный; б — доза гамма-облучения 10^4 Р; в — доза гамма-облучения 10^5 Р; г — доза гамма-облучения $5,7 \cdot 10^6$ Р; д — доза гамма-облучения 10^6 Р

Выводы

По результатам проведенных экспериментов можно сделать следующие выводы:

1. Механическая активация порошка приводит к увеличению размера частиц и изменению их формы, а также увеличивается насыпная плотность порошка до 45 %. Вследствие увеличения насыпной плотности порошка и изменения морфологии частиц в процессе лазерного спекания наблюдается оплавление и полное расплавление частиц с образованием жидкой ванны, при этом прочность спеченных образцов на сжатие увеличилась с 0,28 до 1,47 МПа.

2. Активация гамма-излучением не влияет на изменение формы и размера частиц порошка. Также не изменяется и насыпная плотность порошка. Спеченные образцы получились хрупкими и разрушались при незначительном внешнем воздействии так же, как и образцы из неактивированного порошка.

3. Из предложенных методов предварительной активации порошка наиболее перспективным для применения в технологии СЛС является механоактивация, однако образование укрупненных частиц порошка затрудняет их распределение по поверхности при формировании нового слоя. Гамма-активация никаких существенных изменений в процесс спекания порошка не вносит.

Список литературы

1. Харанжевский Е.В. Лазерный синтез поверхностных наноструктурных покрытий систем Al-C // Вестник Удмуртского университета. – 2011. – № 4–1. – С. 6–12.
2. Kumar S., Kruth J.-P. Composites by rapid prototyping technology // Materials & Design. – 2010. – Vol. 31, iss. 2. – P. 850–856. – doi: 10.1016/j.matdes.2009.07.045.
3. Direct selective laser sintering of iron-graphite powder mixture / K. Murali, A.N. Chatterjee, P. Saha, R. Palai, S. Kumar, S.K. Roy, P.K. Mishra, A.R. Choudhury // Journal of Materials Processing Technology. – 2003. – Vol. 136, iss. 1–3. – P. 179–185. – doi: 10.1016/S0924-0136(03)00150-X.
4. Gibson I.B., Rosen D.W., Stucker B. Additive manufacturing technologies. Rapid prototyping to direct digital manufacturing. – New York, USA: Springer, 2009. – 459 p. – ISBN-10: 1441911197. – ISBN-13: 978-1441911193.

5. Кузнецов В.Е. Системы быстрого изготовления прототипов и их расширения // CAD/CAM/CAE Observer. – 2003. – № 4 (13). – С. 2–7.

6. Влияние механической активации металлических порошков на их реакционную способность и свойства плазменных покрытий / В.А. Полубояров, А.Е. Лапин, З.А. Коротаева, А.Н. Черепанов, О.П. Солоненко, Н.С. Коботаева, Е.Е. Сироткина, М.А. Корчагин // Химия в интересах устойчивого развития. – 2002. – Т. 10, № 1–2. – С. 219–225.

7. Influence of mechanical activation on microstructure and crystal structure of sintered MgO-TiO₂ system / S. Filipović, N. Obradović, V.B. Pavlović, S. Marković, M. Mitrić, M.M. Ristić // Science of Sintering. – 2010. – Vol. 42, iss. 2. – P. 143–151. – doi: 10.2298/SOS100518002F.

8. Сапрыкина Н.А., Сапрыкин А.А., Яковлев В.И. Влияние механической активации металлических порошков на качество поверхностного слоя, полученного технологией послойного синтеза // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2012. – № 4 (57). – С. 108–110.

9. Структура и физико-механические свойства спеченных материалов системы Fe-Si, полученных из механически активированных на воздухе порошков / Г.А. Дорогина, Э.С. Горкунов, Ю.В. Субачев, С.М. Задворкин, И.А. Кузнецов, Е.А. Туева, А.В. Долматов // Физика и химия обработки материалов. – 2011. – № 5. – С. 56–61.

10. Ibragimov E.A., Saprykin A.A., Babakova E.V. Influence of laser beam machining strategy at SLS synthesis // Advanced Materials Research. – 2014. – Vol. 1040. – P. 764–767. – doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1040.764.

11. Saprykina N.A., Saprykin A.A. Engineering support for improving quality of layer-by-layer laser sintering // The 7th International Forum on Strategic Technology IFOST 2012, September 18–21, 2012. – Tomsk: TPU Press, 2012. – P. 129–132.

12. ИСО 3923–1:2008. Порошки металлические. Определение насыпной плотности. Ч. 1. Метод с использованием воронки. – М.: Стандартинформ, 2012. – 5 с.

13. Градобоев А.В., Суржигов А.П. Радиационная стойкость СВЧ приборов на основе арсенида галлия. – Томск: Изд-во ТПУ, 2005 – 277 с.

14. Мамонтов А.П., Чернов И.П. Эффект малых доз ионизирующего излучения. – 2-е изд., перераб. и доп. – Томск: Дельтапдан, 2009. – 288 с.

15. Ильин А.П. Развитие электровзрывной технологии получения нанопорошков в НИИ высоких напряжений при Томском политехническом университете // Известия Томского политехнического университета. – 2003. – Т. 306, № 1. – С. 133–139.

Comparison of activation technologies powder ECP-1 for the synthesis of products using SLS

Saprykin A.A.¹, Ph.D. (Engineering), Associate Professor, e-mail: sapraa@tpu.ru

Gradoboev A.V.¹, D.Sc. (Engineering), Professor, e-mail: Gradoboev1@mail.ru

Yakovlev V.I.², Ph.D. (Engineering), Associate Professor, e-mail: anicpt@rambler.ru

Ibragimov E.A.¹, Senior Lecturer, e-mail: egor83@list.ru

Babakova E.V.¹, Assistant, e-mail: babakova@tpu.ru

¹ Yurga Institute of Technology, TPU Affiliate, 26 Leningradskaya st., Yurga, 652055, Russian Federation

² I.I. Polzunov Altai State Technical University, 46 Lenina avenue, Barnaul, Altai region, 656038, Russian Federation

Abstract

Development of methods for the synthesis of layer prototypes and finished products allows to introduce these technologies in various spheres of activity, ranging from mild to military industry and medicine. Of particular interest is the possibility of producing metal products with complex geometric shapes. Layer by layer laser sintering technology enable the use as a building material, metal powders, and mixtures thereof. The initial physical and chemical properties of powders determine the conditions and technological conditions under which will be a synthesis of the product. Such properties include particle size distribution, particle shape, melting point, thermal conductivity and others. During sintering of metal powders there is an effect of coagulation, which is bad for the quality of the sintered product. One way to change the initial properties of the powder, as well as change in the effect of coagulation is its pre-activation. This paper presents the results of experimental research, the influence of pre-activation of the powder brand ECP-1 (GOST standards 4960–09) to change its original properties. Shows the change porosity and mechanical strength of samples produced by selective laser sintering (SLS), depending on the method of activation of the powder. Activation of powder conducted gamma radiation radioactive isotope Co⁶⁰ and mechanically. The bulk density of the powder was determined by the «funnel». Changing the structure of the powder was determined on the metallographic microscope. The experimental samples were made on the technological of laser complex «VARISKAF-100M». The mechanical compressive strength was determined on a desktop universal testing system. Experimental results have shown that the mechanical activation significantly altered granulometric properties of the powder. The powder particles agglomerate plate-sizes up to 0,5 mm. The bulk density of the powder, which is activated by mechanical means, increases up to 35 % in the processing time of 1.5 min. and 45 % at 3 min. In consequence of the laser impact such processes as sintering of the powder particles and their complete fusion are observed. When activated by ionizing radiation structure and bulk density of the powder does not change. During sintering there is increased oxidation of the material and the shrinkage of the sample.

Keywords:

selective laser sintering, powder ECP-1, mechanical activation, ionizing radiation.

DOI: 10.17212/1994-6309-2015-3-82-88

References

1. Kharanzhevskiy E.V., Pisareva T.A. Lazernyi sintez poverkhnostnykh nanostrukturnykh pokrytii sistem Al-C [Laser synthesis of Al-C nanostructured surface coatings]. *Vestnik Udmurtskogo universiteta – Bulletin of Udmurt University*, 2011, no. 4–1, pp. 6–12.
2. Kumar S., Kruth J.-P. Composites by rapid prototyping technology. *Materials & Design*, 2010, vol. 31, iss. 2, pp. 850–856. doi: 10.1016/j.matdes.2009.07.045
3. Murali K., Chatterjee A.N., Saha P., Palai R., Kumar S., Roy S.K., Mishra P.K., Choudhury A.R. Direct selective laser sintering of iron-graphite powder mixture. *Journal of Materials Processing Technology*, 2003, vol. 136, iss. 1–3, pp. 179–185. doi: 10.1016/S0924-0136(03)00150-X
4. Gibson I.B., Rosen D.W., Stucker B. Additive manufacturing technologies: rapid prototyping to direct digital manufacturing. New York, USA, Springer Publ., 2009. 459 p. ISBN-10: 1441911197. ISBN-13: 9781441911193

5. Kuznetsov V.E. Sistemy bystrogo izgotovleniya prototipov i ikh rasshireniya [Rapid prototyping systems and their extensions]. *CAD/CAM/CAE Observer*, 2003, no. 4 (13), pp. 2–7.
6. Poluboyarov V.A., Lapin A.E., Korotaeva Z.A., Cherepanov A.N., Solonenko O.P., Kobotaeva N.S., Sirotkina E.E., Korchagin M.A. Vliyanie mekhanicheskoi aktivatsii metallicheskih poroshkov na ikh reaktivnost' i svoystva plazmennyykh pokrytii [The effect of mechanical activation of metal powders on their reactivity and properties of plasma-deposited coatings]. *Khimiya v interesakh ustoichivogo razvitiya – Chemistry for Sustainable Development*, 2002, vol. 10, iss. 1–2, pp. 219–225. (In Russian)
7. Filipović S., Obradović N., Pavlović V.B., Marković S., Mitrić M., Ristić M.M. Influence of mechanical activation on microstructure and crystal structure of sintered MgO-TiO₂ system. *Science of Sintering*, 2010, vol. 42, iss. 2, pp. 143–151. doi: 10.2298/SOS100518002F
8. Saprykina N.A., Saprykin A.A., Yakovlev V.I. Vliyanie mekhanicheskoi aktivatsii metallicheskih poroshkov na kachestvo poverkhnostnogo sloya, poluchennogo tekhnologii posloinogo sinteza [Effect of mechanical activation of metal powders on the quality of the surface layer, resulting layered synthesis technology]. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) – Metal Working and Material Science*, 2012, no. 4 (57), pp. 108–110.
9. Dorogina G.A., Gorkunov E.S., Subachyov Yu.V., Zadvorkin S.M., Kuznetsov I.A., Tueva E.A., Dolmatov A.V. Struktura i fiziko-mekhanicheskie svoystva spechennykh materialov sistemy Fe-Si, poluchennykh iz mekhanicheskii aktivirovannykh na vozdukh poroshkov [Structure and physico-mechanical properties of the sintered materials of Fe-Si, obtained from mechanically activated powders in air]. *Fizika i khimiya obrabotki materialov – Inorganic Materials: Applied Research*, 2011, no. 5, pp. 56–61. (In Russian)
10. Ibragimov E.A., Saprykin A.A., Babakova E.V. Influence of laser beam machining strategy at SLS synthesis. *Advanced Materials Research*, 2014, vol. 1040, pp. 764–767. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1040.764
11. Saprykina N.A., Saprykin A.A. Engineering support for improving quality of layer-by-layer laser sintering. *The 7th International Forum on Strategic Technology IFOST 2012*, Tomsk, 18–21 September 2012, pp. 129–132.
12. ISO 3923–1:2008. Metallic powders. Determination of apparent density. Pt. 1: Funnel method. Moscow, Standartinform Publ., 2012. 5 p. (In Russian)
13. Gradoboev A.V., Surzhikov A.P. Radiatsionnaya stoikost' SVCh priborov na osnove arsenida galliya [Radiation resistance microwave devices based on gallium arsenide]. Tomsk, TPU Publ., 2005. 277 p.
14. Mamontov A.P., Chernov I.P. Effekt mal'kikh doz ioniziruyushchego izlucheniya [Effects of ionizing radiation at low doses]. 2nd ed. Tomsk, Del'tapdan Publ., 2009. 288 p.
15. Il'in A.P. Razvitie elektrovzryvnoi tekhnologii polucheniya nanoporoshkov v NII vysokikh napryazhenii pri Tomskom politekhnicheskoy universitete [Development of the electroexplosive technology for production of nanopowders in Research Institute of High Voltage at the Tomsk Polytechnic University]. *Izvestiya Tomskogo politekhnicheskogo universiteta – Bulletin of the Tomsk Polytechnic University*. 2003, vol. 306, no. 1, pp. 133–139.

Article history:

Received 13 April 2015

Revised 20 June 2015

Accepted 17 July 2015