

ЛИТЕЙНЫЕ И МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ

УДК 621.761.27

DOI: 10.35211/1990-5297-2024-7-290-35-44

Е. В. Агеев, Е. П. Новиков, В. О. Переверзев

ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ ТИТАНОВЫХ ПОРОШКОВ ДЛЯ АДДИТИВНЫХ МАШИН ЭЛЕКТРОЭРОЗИОННЫМ ДИСПЕРГИРОВАНИЕМ МЕТАЛЛООТХОДОВ СПЛАВА ОТ4 В СПИРТЕ*

Юго-Западный государственный университет

e-mail: ageev_ev@mail.ru

Представлены результаты оптимизации процесса получения титановых порошков для аддитивных машин электроэрозионным диспергированием металлоотходов сплава ОТ4 в спирте. Согласно проведенной серии опытов определены предельные значения параметра оптимизации по среднему размеру электроэрозионных частиц, которые составили 33,3 мкм при емкости разрядных конденсаторов 60 мкФ, напряжении на электродах 100 В, частоте следования импульсов 30 Гц. Проведение намеченных мероприятий позволит решить проблему рециклинга отходов сплава ОТ4 и дальнейшее его применение и тем самым снизить себестоимость производства конечного продукта.

Ключевые слова: отходы титанового сплава ОТ4, электроэрозионное диспергирование, средний размер частиц, оптимизация процесса

E. V. Ageev, E. P. Novikov, V. O. Pereverzev

OPTIMIZATION OF THE PROCESS OF OBTAINING TITANIUM POWDERS FOR ADDITIVE MACHINES BY ELECTROEROSIVE DISPERSION OF OT4 ALLOY METAL WASTE IN ALCOHOL*

South-West State University

The results of optimizing the process of obtaining titanium powders for additive machines by electroerosive dispersion of OT4 alloy metal waste in alcohol are presented. According to the conducted series of experiments, the limiting values of the optimization parameter for the average size of electroerosive particles were determined, which amounted to 33.3 microns with a discharge capacitor capacity of 60 UF, an electrode voltage of 100 V, and a pulse repetition frequency of 30 Hz. Carrying out the planned measures will solve the problem of recycling waste from the OT4 alloy and its further use and, thereby, reduce the cost of production of the final product.

Keywords: OT4 titanium alloy waste, electroerosive dispersion, average particle size, process optimization

Введение

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].

© Агеев Е. В., Новиков Е. П., Переверзев В. О., 2024.

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

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

Исходя из технологических особенностей применения аддитивными машинами только сферических порошков регламентированной зернистости, предлагается технология электроэрозионного диспергирования (ЭЭД) [15–20], отличающаяся 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 полноценные сведения о составе, структуре и свойствах порошков, полученных электродиспергированием отходов титановых сплавов. Для этого требуется проведение комплексных металлографических исследований.

Целью настоящей работы являлась численная оптимизация процесса получения титановых порошков для аддитивных машин в условиях электроэрозионной металлургии отходов сплава ОТ4 в спирте.

Материалы и методы проведения 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.

Таблица 1

Химический состав в % 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	До 0,05	91,83 – 95,4	3,5 – 5	До 0,3	До 0,15	До 0,012	Прочих 0,3

Электродиспергирование отходов сплава ОТ4 осуществляли на экспериментальной установке, представленной на рис. 1 [15–20].

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

Процесс ЭЭД 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 се-

бестоимость порошка и позволяет избежать загрязнения рабочей жидкости и окружающей среды химическими веществами.

Получение титановых порошков осуществлялось следующим образом. Вначале происходила сборка 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 рабочую жидкость, образуя частицы порошка 7. Встря-

хиватель 4 передвигал один из электродов и обеспечивал непрерывное протекание процесса электродиспергирования.

В результате воздействия кратковременных электрических разрядов образовывались частицы различной формы и размера.

Для порошка, применяемого в аддитивном производстве, одним из основных технологических параметров является оптимальная дисперсность, поэтому оптимизацию процесса получения частиц порошка для аддитивных машин (электродиспергирования отходов титанового сплава марки ОТ4) проводили по среднему размеру частиц.

Регулируя параметры работы установки ЭЭД (в частности, напряжение на электродах; емкость разрядных конденсаторов и частоту следования импульсов), можно управлять массовой производительностью процесса. Масса

электроэрозионных материалов находится в прямой зависимости от средней массы всех частиц, которая, в свою очередь, находится в зависимости со средним размером частиц и их количеством.

Исследование формы и морфологии поверхности частиц, полученных ЭЭД отходов титанового сплава марки ОТ4, проводили на электронно-ионном сканирующем (растровом) микроскопе с полевой эмиссией электронов «QUANTA 600 FEG» (Нидерланды). Методика исследования формы частиц представлена в виде блок-схемы на рис. 2.

Средний размер частиц титанового порошка исследовали на лазерном анализаторе размеров частиц «Analysette 22 NanoTec» (Германия). Блок-схема методики исследования гранулометрического состава представлена на рис. 3.

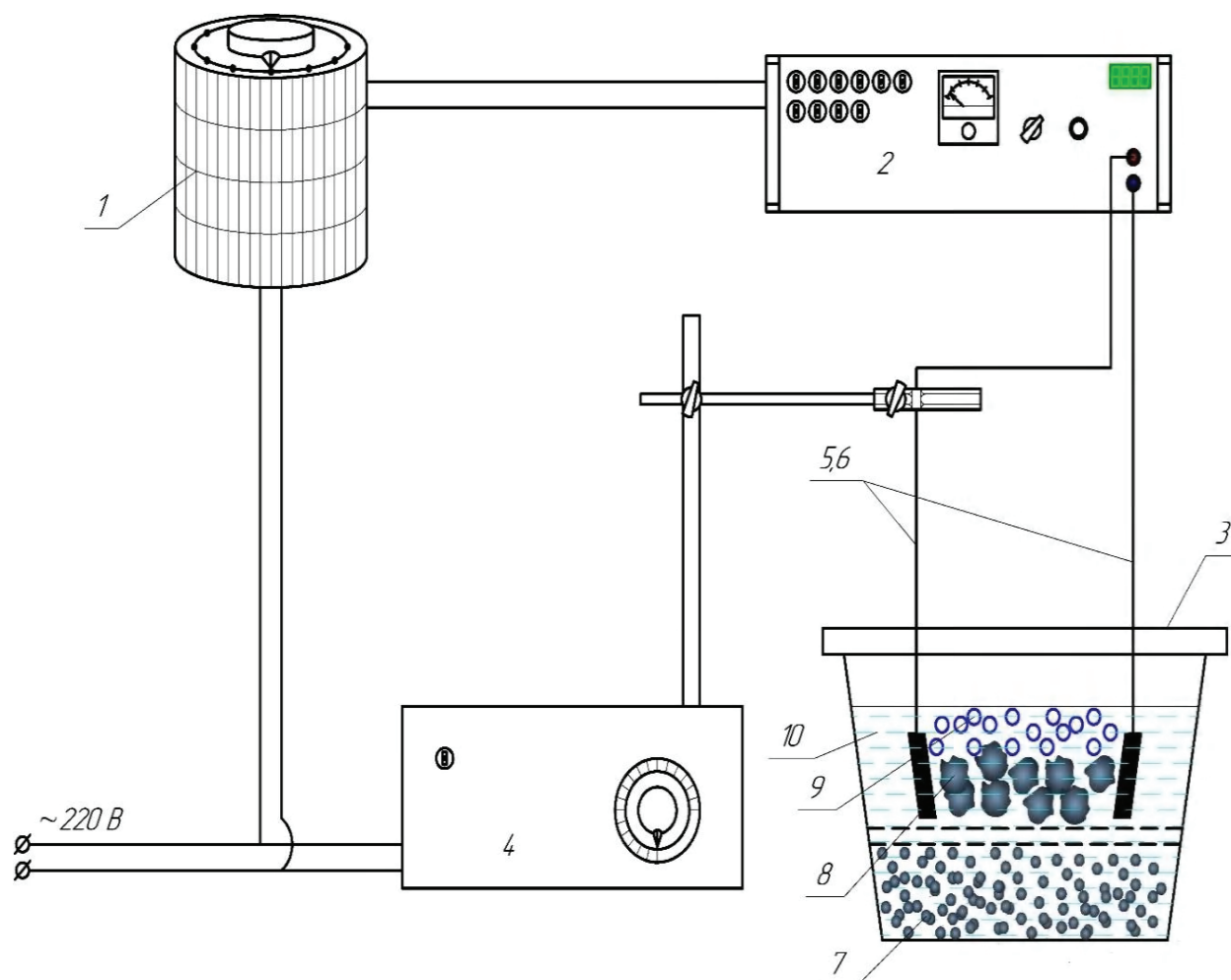
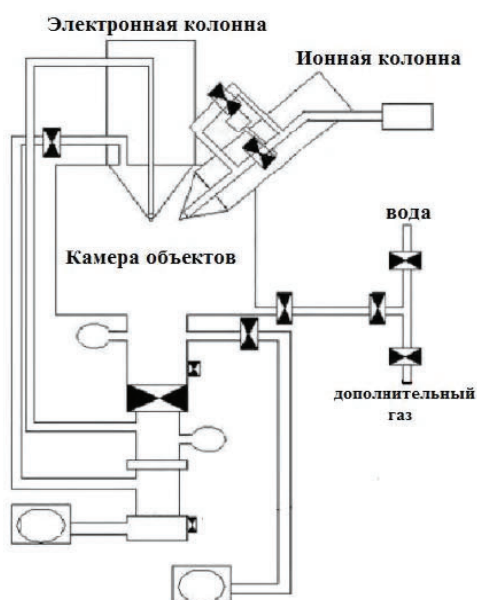


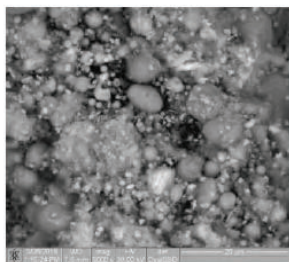
Рис. 1. Принципиальная схема работы установки электродиспергирования металлоотходов:
1 – регулятор напряжения; 2 – генератор импульсов; 3 – реактор; 4 – встряхиватель; 5, 6 – электроды;
7 – электроэрозионные частицы; 8 – металлоотходы; 9 – газовый пузырь; 10 – рабочая жидкость



Электронно-ионный сканирующий
микроскоп «Quanta 600 FEG»



Принципиальная схема процесса
исследования шихты

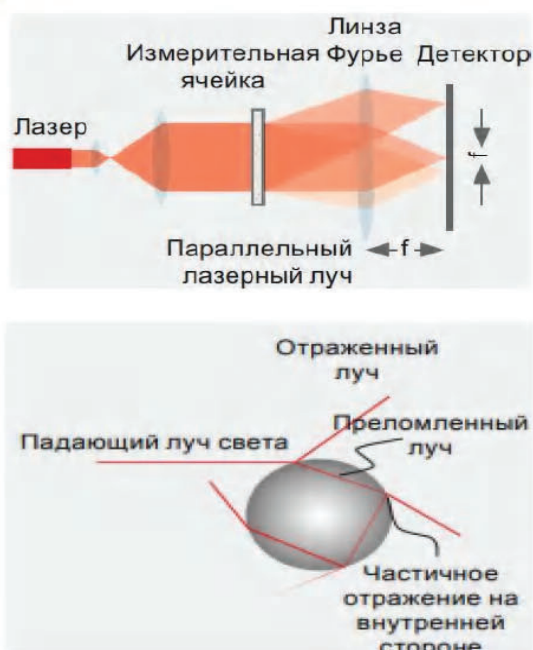


Снимки объемных изображений
изучаемой структуры шихты

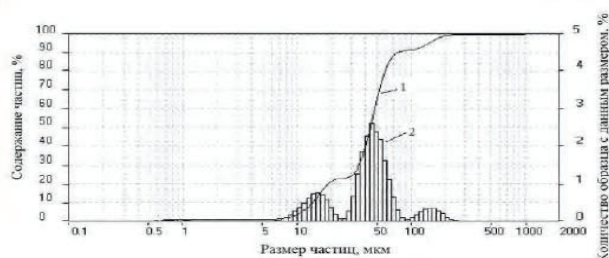
Рис. 2. Блок-схема методики исследования формы частиц



Лазерный анализатор размеров частиц «Analysette 22 NanoTec»



Конструкция состоит из лазера, через измерительную ячейку направленного на детектор. Важным компонентом каждого лазерного прибора для измерения размера частиц является линза Фурье, которая фокусирует рассеянный свет лазера по траектории луча на детектор. 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.

Рис. 3. Блок-схема методики определения среднего размера частиц

Результаты исследований

Анализ параметров формы частиц титанового порошка по изображениям с растрового

микроскопа говорит о том, что электроэрозионные частицы имеют в основном сферическую форму (рис. 4).

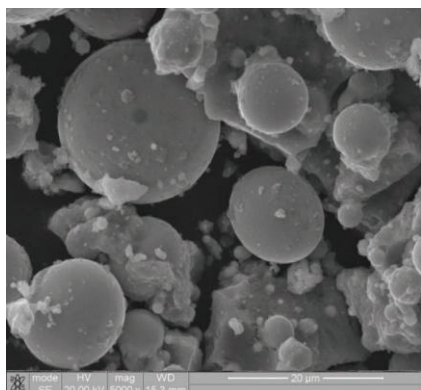


Рис. 4. Микрофотография частиц титанового электроэрозионного порошка

Оптимизацию процессов диспергирования отходов титанового сплава марки ОТ4 проводили постановкой полного факторного эксперимента (ПФЭ) по среднему размеру получаемых электроэрозионных частиц согласно блок-схемам (рис. 5 и 6).

Для оценки влияния указанных факторов и математического описания процесса использована модель первого порядка вида

$$\hat{y} = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{123}X_1X_2X_3$$

где X_1, X_2, X_3 – факторы,

Уровень варьируемых факторов	Обозначение кодовое	X_1	X_2	X_3
Основной уровень	0			
Интервал варьирования	Δx_i			
Верхний уровень	+1			
Нижний уровень	-1			

Каждый опыт проводится трижды (y_1, y_2, y_3).
Используя уравнения $X_1 = \frac{u-o}{\Delta x_{i(u)}}$; $X_2 = \frac{v-o}{\Delta x_{i(v)}}$; $X_3 = \frac{c-o}{\Delta x_{i(c)}}$, перекодируем значения факторов и составим матрицу планирования эксперимента.

№ опыта	X_0	X_1	X_2	X_3	X_1X_2	X_1X_3	X_2X_3	$X_1X_2X_3$	y_1	y_2	y_3	$\bar{y}_i$	$S^2_{\text{воспр}_i}$
1	+	-	-	-	+	+	+	-					
2	+	+	-	-	-	-	+	+					
3	+	-	+	-	-	+	-	+					
4	+	+	+	-	+	-	-	-					
5	+	-	-	+	+	-	-	+					
6	+	+	-	+	-	+	-	-					
7	+	-	+	+	-	-	+	-					
8	+	+	+	+	+	+	+	+					

Рис. 5. Блок-схема постановки полного факторного эксперимента (1-й этап)

$$1. \bar{y}_i = \frac{y_1 + y_2 + y_3}{3}$$

2. Определяем дисперсию параллельных опытов:

$$S_{\text{воспр}_i}^2 = \frac{1}{m_i - 1} \sum_{j=1}^{m_i} (y_{ij} - \bar{y}_i)^2$$

3. Вычисляем сумму дисперсии воспроизводимости для всех опытов $\sum_{i=1}^8 S_{\text{воспр}_i}^2$

4. Осуществляем проверку дисперсий с использованием критерия Кохрена:

$$G_{\text{расч}} = \frac{S_{\text{max}}^2}{\sum_{i=1}^n S_{\text{воспр}_i}^2}$$

Сравниваем $G_{\text{расч}}$ и $G_{\text{табл}}$. Если $G_{\text{расч}} < G_{\text{табл}}$, принимаем гипотезу об однородности дисперсий. Если $G_{\text{расч}} > G_{\text{табл}}$, дисперсия неоднородная.

5. Вычисляем дисперсию воспроизводимости для всех экспериментов

$$S_{\text{восп}}^2 = S_{(y)}^2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N S_{\text{воспр}_i}^2$$

6. Вычисляем ошибку всего эксперимента

$$S(y) = \sqrt{S_{(y)}^2}$$

7. Рассчитываем коэффициенты уравнения

$$b_i = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N X_{ij} \bar{y}_i, \quad b_0 = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \bar{y}_i, \quad b_{ij} = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N X_{ij} X_{jn} \bar{y}_i$$

8. Составление уравнения регрессии

$$\hat{y} = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + b_{12} X_1 X_2 + b_{13} X_1 X_3 + b_{23} X_2 X_3 + b_{123} X_1 X_2 X_3$$



9. Проверяем статистическую значимость коэффициентов.

$$S(b_i) = \frac{S(y)}{\sqrt{Nm}}$$

Далее определяем доверительный интервал длиной $2\Delta b_i$:

$$\Delta b_i = t_{\text{табл}} S(b_i)$$

Табличное значение $t_{\text{табл}}$ выбираем для числа степеней свободы $f = N(m - 1)$

Сравниваем Δb_i и b_i . Если $\Delta b_i > b_i$, то коэффициент не значимый – исключаем из уравнения регрессии. Если $\Delta b_i < b_i$, то коэффициент значимый – оставляем в уравнении регрессии.

10. Проверяем уравнение на адекватность

Находят значения F - критерия Фишера (дисперсное отношение):

$$F_{\text{расч}} = \frac{S_{\text{ад}}^2}{S_{\text{восп}}^2} = \frac{S_{\text{ад}}^2}{S^2(y)}$$

Для того чтобы воспользоваться таблицей F -критерия, необходимо определить число степеней свободы $f_{\text{ад}}$ и $f_{\text{восп}}$: $f_{\text{ад}} = N - 1$, $f_{\text{восп}} = N(m - 1)$.

Исходя из найденных значений $f_{\text{ад}}$, $f_{\text{восп}}$ находим по таблице $F_{\text{табл}}$. Если $F_{\text{расч}} < F_{\text{табл}}$, то уравнение считают адекватным.

Рис. 6. Блок-схема постановки полного факторного эксперимента (2-й этап)

Задача оптимизации сводится к опытному определению такого сочетания уровней факторов, при котором достигается максимальное (минимальное) значение выходного параметра.

Для этого используют метод крутого восхождения Бокса и Уилсона. Блок-схема методики расчета крутого восхождения представлена на рис. 7.



Рис. 7. Блок-схема расчета крутого восхождения

В качестве факторов были выбраны параметры работы установки ЭЭД: напряжение на электродах, емкость разрядных конденсаторов и частота следования импульсов.

Согласно блок-схемам методики, представленным на рис. 1–3, были выбраны уровни и интервалы варьирования (табл. 2) и составлена матрица планирования для экспериментов (табл. 3).

Таблица 2

Уровни и интервалы варьирования

Уровень варьируемых факторов	Обозначение кодировое	U, В	v, Гц	C, мкФ
		X ₁	X ₂	X ₃
Основной уровень	0	90	25	50
Интервал варьирования	Δx_i	10	5	10
Верхний уровень	+1	110	30	60
Нижний уровень	–1	80	20	40

Таблица 3

Матрица планирования эксперимента

№ п/п	X_0	X_1	X_2	X_3	X_1X_2	X_1X_3	X_2X_3	$X_1X_2X_3$	Y_1	Y_2	Y_3	$\bar{Y}_i$	$S^2_{\text{воспр}}$
1	+	-	-	-	+	+	+	-	9,2	9,0	9,0	9,1	0,015
2	+	+	-	-	-	-	+	+	19,4	19,5	19,3	19,4	0,01
3	+	-	+	-	-	+	-	+	10,7	10,9	10,1	10,5	0,18
4	+	+	+	-	+	-	-	-	23,4	23,7	23,5	23,5	0,03
5	+	-	-	+	+	-	-	+	13,5	13,3	13,4	13,3	0,025
6	+	+	-	+	-	+	-	-	28,6	28,7	28,5	28,6	0,01
7	+	-	+	+	-	-	+	-	16,1	16,3	16,2	16,2	0,01
8	+	+	+	+	+	+	+	+	33,5	33,7	33,0	33,4	0,04

Согласно проведенным расчетам, было получено уравнение регрессии, моделирующее полный факторный эксперимент:

$$\hat{y} = 19,25 + 6,91X_1 + 1,65X_2 + 3,63X_3 + \\ + 0,58X_1X_2 + 1,17X_1X_3 + \\ + 0,28X_2X_3 - 0,11X_1X_2X_3.$$

В результате проверки статистической значимости коэффициентов все коэффициенты приведенного выше уравнения оказались статистически значимыми.

Проверку уравнений на адекватность проводили с использованием критерия Фишера.

В результате расчета установлено, что уравнения регрессии адекватны.

Полученные уравнения были использованы для расчета крутого восхождения по поверхности отклика. Крутое восхождение начинали из нулевой точки (основные уровни).

Согласно проведенной серии опытов, результаты которых представлены в табл. 4, определены предельные значения параметра оптимизации $\hat{y}$ (средний размер электроэрозионных частиц) для процесса ЭЭД, которые составили: 33,3 мкм при емкости разрядных конденсаторов 60 мкФ, напряжении на электродах 100 В, частоте следования импульсов 30 Гц.

Таблица 4

Расчет крутого восхождения

Наименование	X_1 (U, В)	X_2 (f, Гц)	X_3 (C, мкФ)	$\hat{y}$, мкм
Основной уровень	90	25	50	—
Коэффициент b_i	6,9	1,7	3,6	—
Интервал варьирования ξ_i	10	5	10	—
$b_i \cdot \xi_i$	69	8,5	36	—
Шаг Δ_i	3,45	0,43	1,8	—
Округленный шаг	4	1	2	-
Опыт 1	94	26	52	23,2
Опыт 2	98	27	54	27,5
Опыт 3	100	28	56	30,4
Опыт 4	100	29	58	31,8
Опыт 5 (max)	100	30	60	33,3

Выводы

1. На основании экспериментальных исследований, направленных на численную оптимизацию процесса получения титановых порошков для аддитивных машин в условиях электроэрозионной металлургии отходов сплава ОТ4

в спирте, установлено, что средний размер частиц титанового порошка 33,3 мкм получается при емкости разрядных конденсаторов 60 мкФ, напряжении на электродах 100 В, частоте следования импульсов 30 Гц.

2. Проведение намеченных мероприятий

позволит решить проблему переработки отходов титановых сплавов и повторное их использование в аддитивном производстве.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Быков, В. В. Направления использования аддитивных технологий при ремонте лесопромышленных и лесохозяйственных машин / В. В. Быков, М. И. Голубев, И. Г. Голубев // Ремонт. Восстановление. Модернизация. – 2019. – № 3. – С. 26–30.
2. Фураев, В. В. Мировой опыт применения аддитивных технологий в производстве магнитопроводов электрических машин / В. В. Фураев // Вестник науки. – 2023. – Т. 4, № 6 (63). – С. 971–976.
3. Хаба, Э. Использование аддитивных технологий для изготовления деталей машин / Э. Хаба, В. А. Тимирязев // Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). – 2018. – № 11. – С. 136–144.
4. Kheifetz M.L. From information and additive technologies to self-reproduction of machines and organisms // Advanced Materials and Technologies. 2018. № 1. С. 22–35.
5. Григорьянц, А. Г. Повышение качества поверхностных слоев деталей, полученных лазерной аддитивной технологией / А. Г. Григорьянц, Р. С. Третьяков, В. А. Фунтиков // Технология машиностроения. – 2015. – № 10. – С. 68–73.
6. Пумпур, Е. В. Применение аддитивных технологий для ремонта гидропривода горных машин на примере шестеренного насоса НШ-32 / Е. В. Пумпур // Проблемы разработки месторождений углеводородных и рудных полезных ископаемых. – 2016. – № 1. – С. 311–314.
7. Ермаков, С. Б. Получение порошков для аддитивных машин методом плазменного распыления / С. Б. Ермаков, Е. Л. Гюлиханов // Научные технологии в машиностроении. – 2021. – № 6 (120). – С. 29–41.
8. Морфология порошка высоколегированной жаропрочной стали для машин аддитивного производства из стружки / Н. Г. Разумов, А. А. Попович, А. В. Григорьев, А. О. Силин, И. С. Гончаров // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2018. – № 11 (761). – С. 23–28.
9. Нефёлов, И. С. Восстановление изношенных деталей машин при помощи дополнительных ремонтных деталей, изготовленных методами аддитивных технологий / И. С. Нефёлов // Ремонт. Восстановление. Модернизация. – 2018. – № 11. – С. 15–17.
10. Skvortsova S. V., German M. A., Spektor S. V. Structure and Properties of Alloy Ti–6Al–4V Samples Fabricated by 3D Printing // Russian Metallurgy (Metally), Pleiades Publishing, Ltd. – 2019. – Vol. 2019. – № 9 – Pp. 863–872.
11. Konovalov S., Gromov V., Panchenko I. Fatigue-induced evolution of AISi 310S steel microstructure after electron beam treatment // Materials. 2020. V. 13, No. 20. Pp. 1–13.
12. 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, No. 1. Pp. 26–45.
13. Nevskii S., Sarychev V., Konovalov S. et al. Wave instability on the interface coating/substrate material under heterogeneous plasma flows // Journal of Materials Research and Technology. 2020. V. 9, No. 1. Pp. 539–550.
14. Konovalov S., Osintsev K., Golubeva A. et al. Surface modification of Ti-based alloy by selective laser melting of Ni-based superalloy powder // Journal of Materials Research and Technology. 2020. V. 9, No. 4. Pp. 8796–8807.
15. Latypov R. A., Latypova G. R., Ageev E. V., Altukhov A. Y., Ageeva E. V. Elemental composition of the powder particles produced by electric discharge dispersion of the wastes of a VK8 hard alloy // Russian metallurgy (Metally). 2017. T. 2017. № 12. Pp. 1083–1085.
16. Ageev E. V., Ugrimov A. S., Latypov R. A. Metallurgical features of the manufacture of hard-alloy powders by electroerosive dispersion of a Ti5K6 alloy in butanol // Russian metallurgy (Metally). – 2016. – T. 2016, № 12. – Pp. 1155–1157.
17. Ageev E. V., Ageeva E. V., Latypov R. A. Investigation into the properties of electroerosive powders and hard alloy fabricated from them by isostatic pressing and sintering // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. 2015. T. 56. № 1. Pp. 52–62.
18. Ageev E. V., Ageeva E. V. Properties of the Coatings Fabricated by Plasma-Jet Hard-Facing by Dispersed Mechanical Engineering Wastes // Russian Metallurgy (Metally). 2018. V. 2018, No. 6. Pp. 573–575.
19. 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. T. 2018. № 12. Pp. 1177.
20. Ageev E. V., Latypov R. A. Fabrication and investigation of carbide billets from powders prepared by electroerosive dispersion of tungsten-containing wastes // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. 2014. T. 55. № 6. P. 577.