

Обзор сфероидизации индуктивно-связанной плазмой

О.Л. Марченков

*Казанский национальный исследовательский технический университет имени
А.Н. Туполева, Казань*

Аннотация: Сфероидизация индуктивно-связанной плазмой в настоящее время считается наиболее эффективной технологией для получения самых износостойких материалов. Однако до сих пор нет четкого понимания этого процесса. В этом обзоре процесс рассматривается более подробно. Мы выявили основные причины низкой степени сфероидизации и агломерации. Степень сфероидизации снижается из-за высокочастотных колебаний потока аргона вблизи сопла. Эти потоки способны сдувать часть порошков к стенкам, где пламя не может их нагреть и сфероидизировать. Агломерация вызвана недостаточным поверхностным расплавлением крупных частиц порошка. В этом случае мелкие порошки не получают достаточного количества энергии при их слиянии, чтобы расплавиться и равномерно распределиться по поверхности.

Ключевые слова: сфероидизация, подготовка порошков, аддитивные технологии, сфероидизация индуктивно-связанной плазмой, износостойкость.

Важной составляющей технологического прогресса является производство деталей. В настоящее время не так много деталей изготавливается с использованием аддитивных технологий. Но их быстрое развитие делает их более привлекательными для рынка. Ожидается, что в ближайшем будущем, благодаря постепенному снижению цен и повышению качества, аддитивные технологии будут доминировать на рынке. Перед печатью существует важный этап, который определяет качество печатаемой детали. Этот этап называется подготовкой порошка. Он заслуживает большого внимания если мы стремимся производить высококачественные детали для использования в аэрокосмической промышленности или медицине [1].

Ключевым параметром процесса подготовки порошков является коэффициент сфероидизации (доля сфероидизированных порошков после обработки). В некоторых исследованиях сфероидизации индуктивно-связанной плазмой (ИСП) сообщается о достижении коэффициента сфероидизации равного единице для Ti-6Al-4V порошков [2, 3], тогда как конкурирующие технологии не могут достичь такого результата. По этим

причинам сфероидизация ИСП в настоящее время является предпочтительной для производства высококачественных порошков. Кроме того, она не уступает по другим важным характеристикам (химическая чистота, однородность структуры, агломерация, контроль размера порошка, плотность, упрочнение порошка, экономические и экологические факторы).

Сфероидизация ИСП

Установка для сфероидизации ИСП состоит из двух трубок, помещенных в изолирующую камеру, и катушки, которая генерирует магнитное поле (рис.1). Кроме того, весь газ, подаваемый в камеру, должен иметь выход, обрабатываемые порошки должны падать в коллектор, а катушка должна иметь генератор тока. Установка не сложная. Однако процесс сфероидизации является сложным. Существует множество взаимодействий (силы Лоренца, градиенты давления, столкновения порошков, испарение, агломерация) и множество параметров, которые необходимо учитывать (скорости всех трех типов газов, их состав, давление в камере, частота переменного тока, мощность переменного тока, состав порошка, скорость подачи порошка, размер исходного порошка, формы и положение трубок).

Транспортный газ предназначен для подачи порошков в камеру. Защитный газ предназначен для предотвращения прилипания порошка к стенкам (некоторые порошки отбрасываются к стенкам, и их необходимо охлаждать перед контактом). Те же соображения по предотвращению прилипания (с термозащитой) в значительной степени определяют расположение трубок. Центральный газ предназначен для нагрева порошков. Пламя и электрический ток возникают только в этом газе. Защитный газ имеет слишком высокую скорость потока, что не оставляет времени для нагрева и ионизации. Транспортный газ не воспламеняется, поскольку на

него воздействуют противоположно направленные магнитные поля индуктивной катушки и индуцированного тока в ионизированном центральном газе.

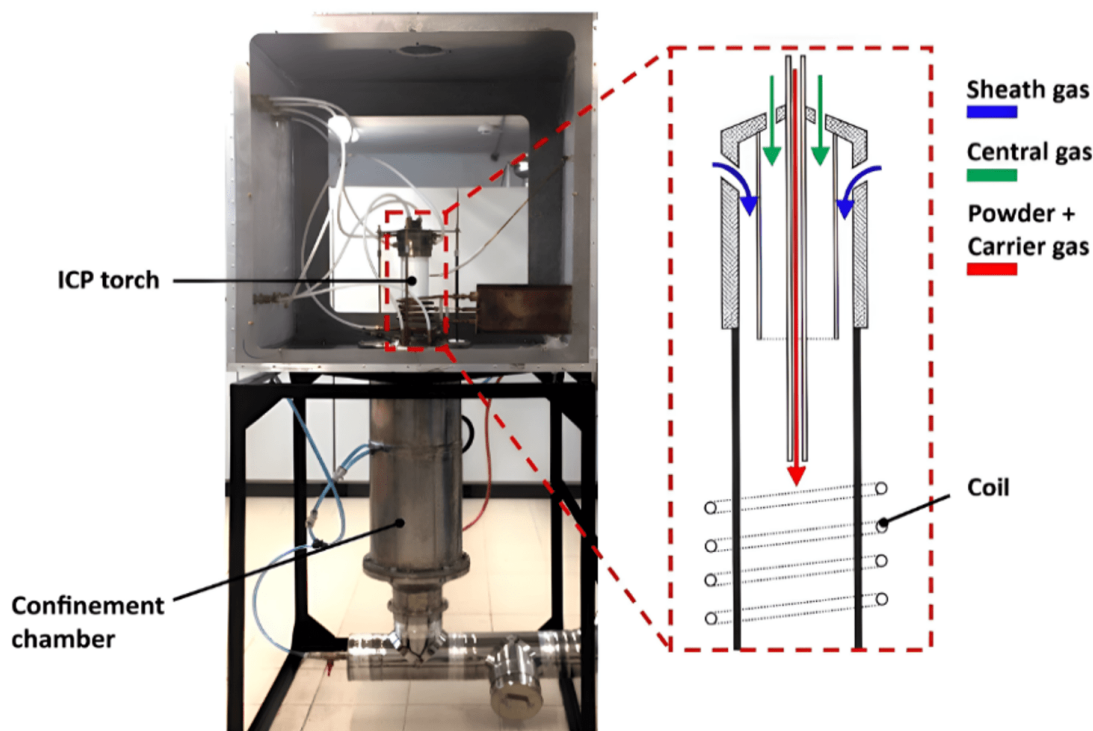


Рис. 2. – Экспериментальная установка сфероидизации ИСП на кафедре лазерных технологий КНИТУ-КАИ [4]

Физика процесса настолько сложна, что зачастую непонятно, почему изменения некоторых параметров приводят к определенным результатам. Исследователям приходится проводить сотни экспериментов вслепую, прежде чем найти оптимальную комбинацию параметров для сфероидизации порошка. Эта работа не только неэффективна, но и непривлекательна для тех, кто пытается усовершенствовать технологию сфероидизации ИСП. В этом обзоре мы обсуждаем научные исследования и даем исчерпывающие объяснения их результатов, проводя структурированный анализ всех ключевых параметров, влияющих на качество обрабатываемых порошков. Но сперва нам нужно понять принцип процесса обработки порошков.

Первоначально сырые порошки получают угловой момент от потоков аргона (из-за выступающих неровностей в частицах порошка). После этого по мере падения порошков происходит несколько процессов в быстрой последовательности:

1. Разрушение [5]. Материалы не могут выдерживать резкий нагрев плазмой без разрушения. Это особенно актуально для хрупких материалов (керамика, некоторые сплавы) или несферичных порошков.
2. Плавление. Порошки начинают плавиться с их поверхности, подвергающейся воздействию нагретой плазмы. В жидком состоянии межмолекулярные силы слабее. Это приводит к отрыву выступающих частей быстрыми потоками аргона и центробежными силами.
3. Кипение. Пока крупные порошки еще плавятся, самые мелкие порошки получают достаточно тепла, чтобы закипеть и полностью испариться. Вместе с оторванными выступающими частями их атомы присоединяются к потоку аргона. Атомы сливаются в мелкие порошки, поскольку они притягиваются друг к другу и отталкиваются от аргона. Часть этих мелких порошков отфильтровывается из потока аргона. Часть из них сливается с еще плавящимися крупными порошками.
4. Слияние. Если мелкий порошок велик, он может не полностью слиться. Это приводит к нежелательному эффекту, называемому агломерацией (порошок покрывается мелкими частицами порошка, называемыми сателлитами [6]). К счастью, крупные сателлиты обычно сдуваются с поверхности потоками аргона поскольку они не могут быть значительно ускорены газом и глубоко внедрены в расплавленную поверхность. Мелкие порошки равномерно покрывают крупные порошки, пока они вращаются и увеличивают свою массу (это обеспечивает высокую дисперсность в порошках сплавов [7]).

Анализ параметров

Существует две группы параметров. Первая группа связана с параметрами, влияющими на форму пламени (мощность, размеры и положение компонентов установки, скорость газов, состав газов, давление, частота переменного тока). Вторая группа связана с характеристиками порошка (распределение размеров, температуры плавления и кипения, хрупкость, скорость подачи, теплопроводность, теплоемкость, начальная степень сферичности, размер, плотность, вязкость, силы Ван-дер-Ваальса, поверхностное натяжение, атомные массы компонентов). К счастью, глубокий анализ второй группы не является обязательным для модернизации технологии. Основная цель модернизации — настройка формы пламени под характеристики порошка.

Мощность

Мощность P линейно увеличивает амплитуду переменного тока I . Амплитуда переменного тока линейно увеличивает магнитное поле B (и, следовательно, его производную по времени dB/dt), действующее на плазму. Магнитное поле линейно увеличивает число освобожденных и рекомбинировавших электронов N_e . Число рекомбинаций линейно увеличивает число фотонов N_p (и, следовательно, выделяемое тепло Q). Тепло линейно увеличивает температуру плазмы T . Температура линейно увеличивает давление в пламени p . Давление линейно увеличивает силу, расширяющую пламя F . Сила линейно увеличивает среднюю скорость аргона на выходе из сопла v (1).

$$P \propto I \propto B \propto \frac{dB}{dt} \propto N_e \propto N_p \propto Q \propto T \propto p \propto F \propto v$$

(1)

По мере вышеописанного увеличения параметров сила расширения может превысить силу Лоренца. Это заставляет пламя расширяться к стенкам камеры. В результате температура T и скорость v пламени ниже, чем

ождается из линейного соотношения для высокой мощности (рис.2). Таким образом, высокая мощность увеличивает потери тепла через стенки и снижает эффективность. Кроме того, некоторые из несферичных порошков могут принять форму тора [8]. Это вызвано мелкими порошками, которые, имея высокую скорость v , пробиваются сквозь них вместо того, чтобы сливаться.

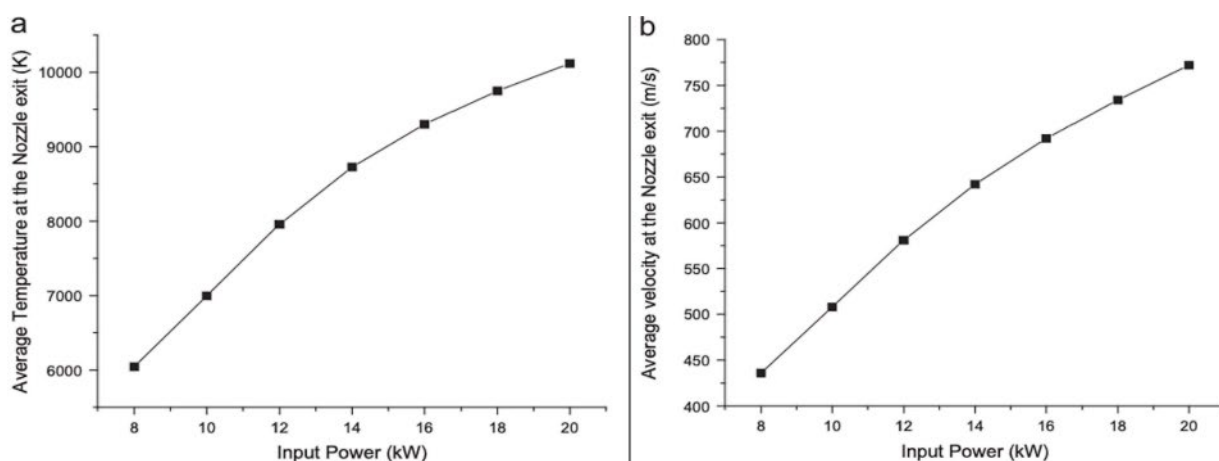


Рис. 2. – Влияние мощности на (а) среднюю температуру плазмы, (б) среднюю скорость плазмы [9]

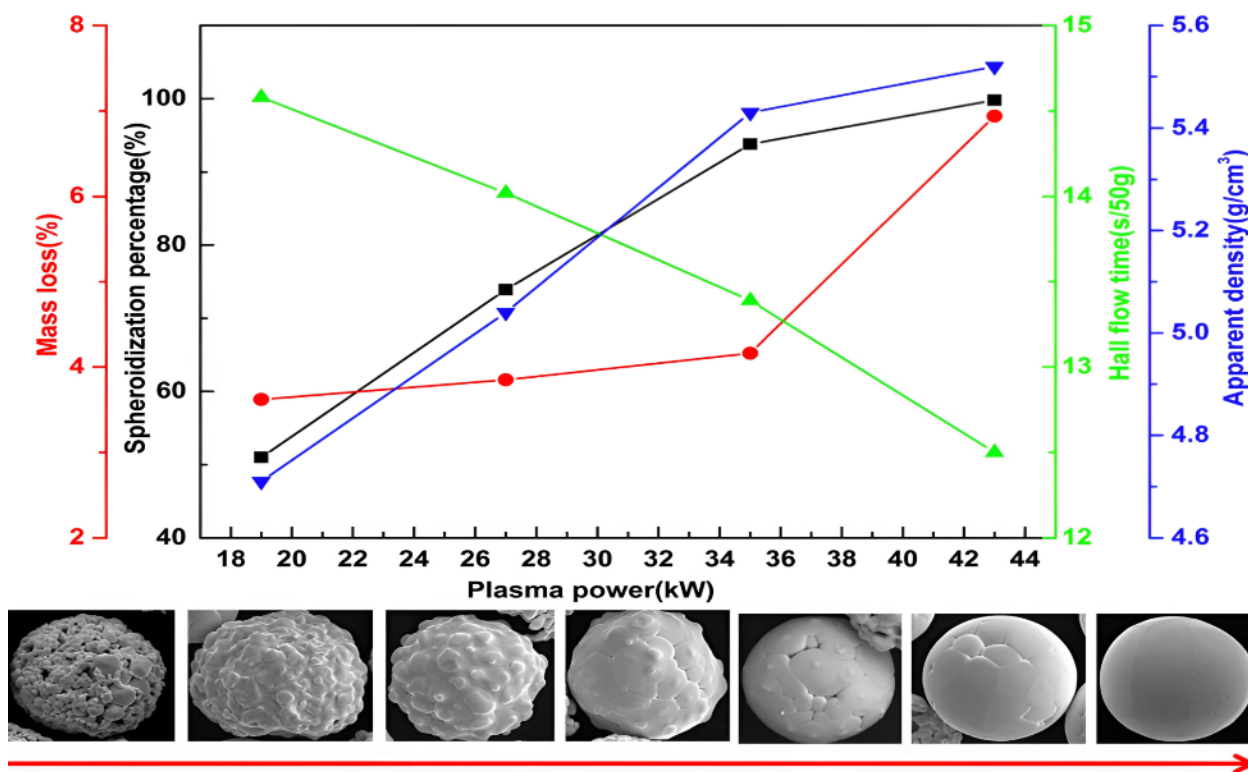


Рис. 3. – Влияние мощности на характеристики порошка [10]

Размер порошков может регулироваться мощностью. Первоначально, увеличивая мощность, мы можем увеличить средний размер порошков за счет испарения и слияния мелких порошков. Но как только мощность становится достаточно высокой, чтобы вызвать поверхностное кипение даже для крупных порошков, процесс слияния резко замедляется и средний размер уменьшается. Большая часть испаренной массы теряется в процессе (рис.3).

Размеры и положение компонентов установки

Компоненты установки влияют на состояние плазмы посредством влияния на распределение термодинамических и лоренцевских сил. Термодинамическая сила толкает аргон из горячих областей в холодные. Сила Лоренца толкает аргон к центральной оси.

На диаграмме осевой скорости (рис.4) мы показали предполагаемую траекторию потока аргона. Во-первых, аргон выталкивается из нагретой области в холодную область в центре (не в холодные области у стенок, этому препятствует сила Лоренца). Во-вторых, ионизированные потоки аргона отскакивают обратно к центральной оси и продолжают колебаться вдоль нее. Траектория показана для одного из атомов аргона. Другой атом аргона может колебаться с более высокой частотой вдоль оси. Некоторые атомы аргона вблизи сопла выталкиваются назад нагретой областью, создавая вихрь.

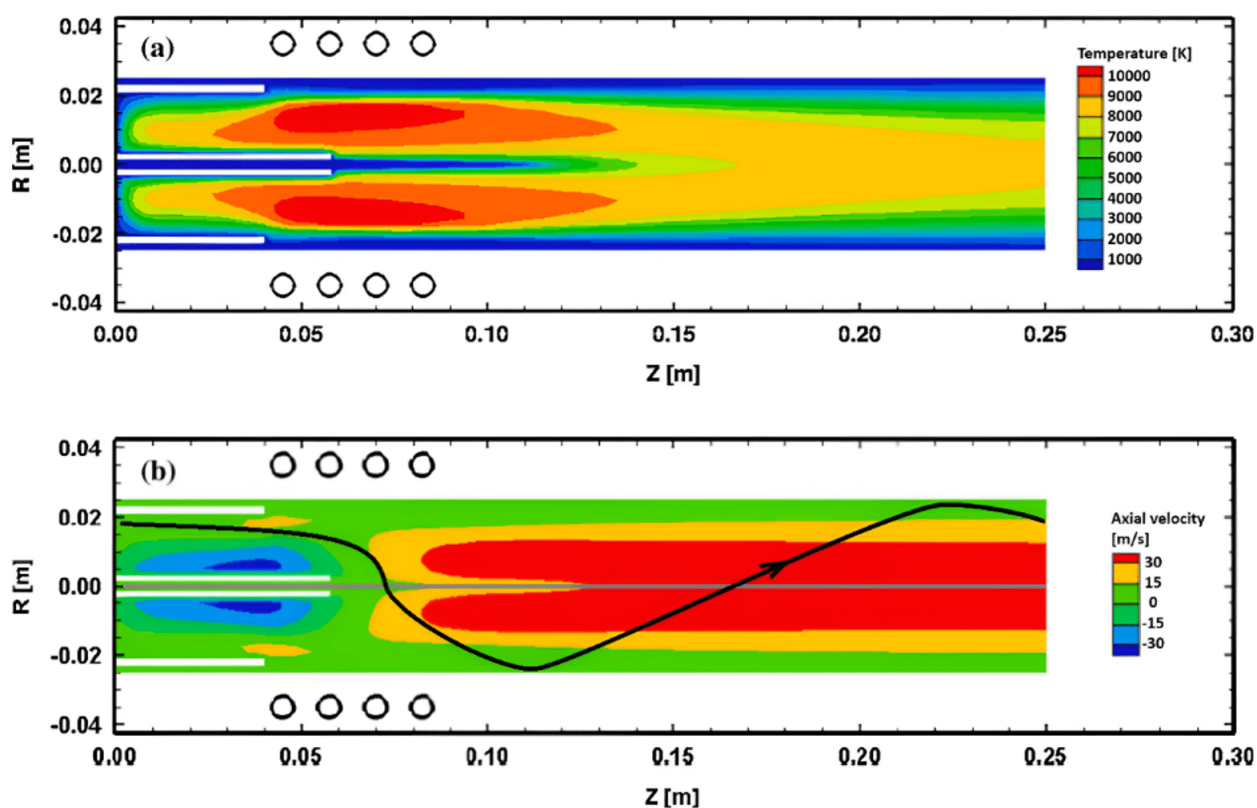


Рис. 4. – Диаграммы распределения температуры (a) и поля осевых скоростей (b) [11]

Колебания затухают по мере того, как атомы аргона продвигаются защитным газом вправо. Однако потоки аргона все еще почти вертикальны вблизи сопла. Это создает риск выдувания входящих порошков к стенкам, где они не могут быть сфероидизированы, что является основным препятствием для достижения высокой степени сфероидизации. Мы можем частично решить эту проблему, сдвинув сопло как можно правее без риска его плавления, тем самым подавляя некоторые высокочастотные колебания [12].

Как потоки аргона влияют на траектории порошков? Крупные сферичные порошки мало восприимчивы к потокам и движутся по прямой линии. Однако мелкие порошки вынуждены колебаться с потоками аргона [13]. В результате крупные порошки могут быть не полностью сфероидизированы, так как они проходят через более холодную зону [14].

Состав газов

Качество обработки можно улучшить, смешав аргон с дополнительным газом. Смешивается только защитный газ, поскольку он имеет наименьший контакт с порошками. Обычно используются гелий, азот или водород. Эти добавки могут изменять температурные поля, увеличивая сопротивление ионизации защитного газа. Например, гелий требует больше энергии для ионизации. Это означает, что в смеси защитного газа образуется меньше ионов, и они притягивают другие ионы слабее силой Лоренца. Таким образом, ионы в центральном газе (в пламени) меньше притягиваются защитным газом. Пламя больше притягивается к центральной оси (рис.5). Если пламя направлено соответствующим образом, степень сфероидизации может быть значительно увеличена [15]. Кроме того, тепловая энергия пламени, направленного от стенок, более эффективно расходуется на сфероидизацию порошка.

Водород и азот требуют значительно меньше энергии для ионизации, чем гелий, и все же они могут быть более устойчивы к ионизации. Это вызвано тем, что они имеют более высокую теплоемкость, чем гелий. Следовательно, им требуется больше энергии для достижения достаточной температуры для ионизации. Оба газа демонстрируют сопоставимые результаты [16, 17], несмотря на разные оптимальные концентрации (рис.6). Это объясняется дополнительным эффектом рассеяния электронов в водороде. Молекулы водорода не заполнены электронами по всему объему равномерно в отличие от молекул азота. Поэтому освобожденные электроны могут притягиваться и перенаправляться протонами в них. Это рассеяние электронов уменьшает силу Лоренца направленную к защитному газу.

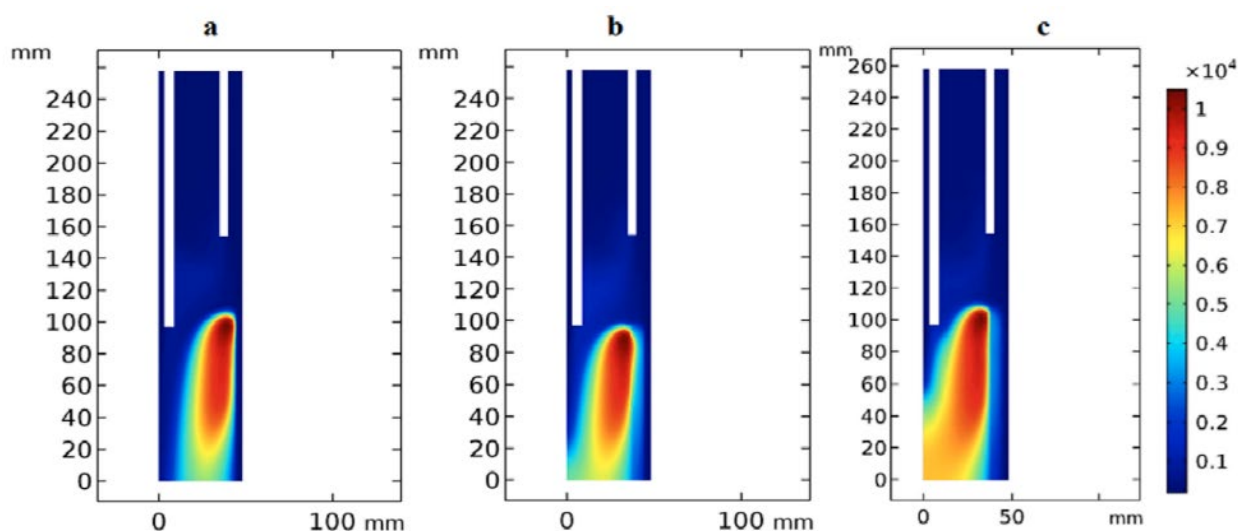


Рис. 5. – Изменение поля температуры плазмы для различного содержания водорода в защитном газе: (а) 0, (b) 10 и (с) 50 об.% H_2

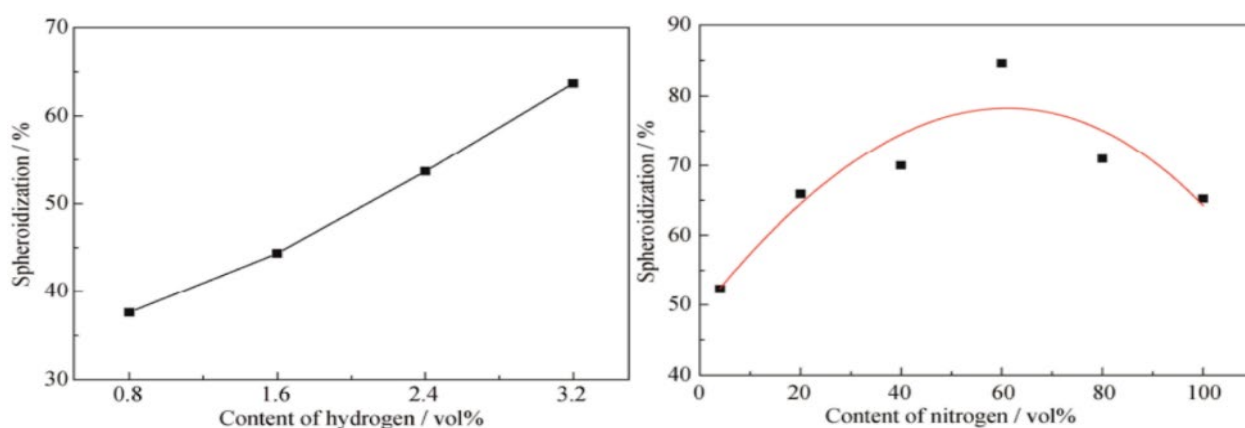


Рис. 6. – Влияние содержания примесей в защитном газе на степень сфероидизации порошка SiO_2

Скорость газов

Скорость защитного газа также определяет его устойчивость к ионизации. У защитного газа с высокой скоростью потока недостаточно времени для нагрева и ионизации перед выходом из камеры. Таким образом, мы можем направить пламя ближе к центральной оси, увеличивая скорость защитного газа. Однако от скорости потока зависят два дополнительных фактора. Во-первых, защитный газ холоднее, если скорость потока высокая. Этот эффект увеличивает термодинамические силы, толкающие аргон и порошки к стенкам. При этом энергия не тратится на нагрев защитного газа,

что приводит к более интенсивному пламени и более высокой энергоэффективности [18]. Во-вторых, сокращается время пребывания, поскольку более быстрый защитный газ заставляет порошки быстрее двигаться через пламя.

Слишком низкая скорость центрального газа приводит к более высокой частоте колебаний аргона на выходе из сопла, что снижает степень сфероидизации (порошки выдуваются на стенки). Слишком высокая скорость приводит к сокращению времени пребывания порошков в пламени. Кроме того, магнитное поле не успевает существенно нагреть быструю плазму. При 1, 1.6 и 2 м³/ч скоростях потока центрального газа коэффициенты сфероидизации достигали 38, 57 и 48% соответственно [19], что подтверждает наши предположения.

Высокочастотные колебания аргона могут значительно смещать порошки, медленно выходящие из сопла. По этой причине слишком низкая скорость транспортного газа приводит к низкой степени сфероидизации (часть порошков выдувается на стенки). Порошки не выдуваются на стенки, если скорость потока высокая, но время пребывания в этом случае может быть недостаточным [20].

При настройке скорости для различных газов следует помнить, что скорость усредняется в процессе (центральный газ ускоряет транспортный, а защитный газ ускоряет центральный из-за их взаимодействия). Кроме того, высокая скорость смещает пламя вниз по потоку.

Заключение

В этом исследовании мы обобщили экспериментальные данные, связанные с сфероидизацией ИСП и представили исчерпывающие объяснения всех существенных дефектов порошка. Используя это исследование, мы можем регулировать параметры сфероидизации ИСП в

соответствии с характеристиками порошка и успешно сфероидизировать его. В процессе необходимо решить три проблемы. Во-первых, необходимо подавить высокочастотные колебания аргона вблизи сопла, чтобы избежать рассеивания порошков. Во-вторых, расположение пламени должно быть отрегулировано. В-третьих, время пребывания должно быть достаточным.

Технология сфероидизации ИСП быстро развивается. Помимо сложности в подборе параметров для эффективной обработки, беспокойство вызывают высокие потери энергии. Мы можем минимизировать их, но большая часть генерируемого тепла по-прежнему уходит в окружающую среду, не участвуя в сфероидизации. Тем не менее, сфероидизация ИСП в настоящее время остается предпочтительной при производстве самых прочных и долговечных деталей.

Литература (References)

1. Slotwinski J.A., Garboczi E.J., Hebenstreit K.M. Characterization of metal powders used for additive manufacturing. Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology. 2014. Vol. 119. P. 460.
2. Sehhat M.H., Chandler J., Yates Z. A review on ICP powder plasma spheroidization process parameters. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2022. Vol. 103, P. 105764.
3. Wei W.-H., Wang L.Z., Chen T., et al. Study on the flow properties of Ti-6Al-4V powders prepared by radio-frequency plasma spheroidization. Advanced Powder Technology. 2017. Vol. 28, № 9. Pp. 2431–2437.
4. Busse C. Numerical modeling of an inductively coupled plasma (ICP). Dis. ... master. 18.11.19. M. 2019. 94 p.
5. Gdoutos E.E. Fracture mechanics: an introduction. Springer Nature. 2005. 370 p.

6. Kopelman B., Gregg C.C. Particle Agglomeration in Tungsten Metal Powder. The Journal of Physical Chemistry. 1951. Vol. 55, № 4. Pp. 557–563.
 7. Calvert G., Ghadiri M., Tweedie R. Aerodynamic dispersion of cohesive powders: A review of understanding and technology. Advanced Powder Technology. 2009. Vol. 20, № 1. Pp. 4–16.
 8. Ramachandran C.S., Balasubramanian V., Ananthapadmanabhan P.V. Synthesis, spheroidization and spray deposition of lanthanum zirconate using thermal plasma process. Surface and Coatings Technology. 2012. Vol. 206, № 13. Pp. 3017–3035.
 9. Chaturvedi V., Ananthapadmanabhan P.V., Chakravarthy Y., et al. Thermal plasma spheroidization of aluminum oxide and characterization of the spheroidized alumina powder. Ceramics International. 2014. Vol. 40. № 6. Pp. 8273–8279.
 10. Hao Z., Fu Z., Liu J., et al. Spheroidization of a granulated molybdenum powder by radio frequency inductively coupled plasma. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2019. Vol. 82. Pp. 15–22.
 11. Nam J.-S., Park E., Seo J.-H. Numerical analysis of radio-frequency inductively coupled plasma spheroidization of titanium metal powder under single particle and dense loading conditions. Metals and Materials International. 2020. Vol. 26. Pp. 491–500.
 12. Nagulin K., Nazarov R., Efimochkin I., et al. Optimization of radio-frequency plasma parameters for spheroidization of zirconium oxide powders. Surface and Coatings Technology. 2020. Vol. 382. P. 125196.
 13. Lu X., Zhu L.P., Zhang B., et al. Simulation of flow field and particle trajectory of radio frequency inductively coupled plasma spheroidization. Computational Materials Science. 2012. Vol. 65. Pp. 13–18.
-

14. Sun S., Ma Z., Liu Y., et al. Preparation and characterization of ZrB₂/SiC composite powders by induction plasma spheroidization technology. *Ceramics International*. 2019. Vol. 45, № 1. Pp. 1258–1264.
15. Takana H., Jang J., Igawa J., et al. Improvement of in-flight alumina spheroidization process using a small power argon DC-RF hybrid plasma flow system by helium mixture. *J. Therm. Spray Technol.* 2011. Vol. 20. Pp. 432–439.
16. Li L., Ni G.H., Guo Q.J., et al. Spheroidization of silica powders by radio frequency inductively coupled plasma with Ar–H₂ and Ar–N₂ as the sheath gases at atmospheric pressure. *Int. J. Min. Metall. Mater.* 2017. Vol. 24. Pp. 1067–1074.
17. Ye R., Ishigaki T., Jurewicz J., et al. In-flight spheroidization of alumina powders in Ar–H₂ and Ar–N₂ induction plasmas. *Plasma Chem. Plasma Process.* 2004. Vol. 24. Pp. 555–571.
18. Siregar Y., Tanaka Y., Ishijima T., et al. Influence of sheath gas flow rate in Ar induction thermal plasma with Ti powder injection on the plasma temperature by numerical calculation. *Les Ulis. MATEC Web Conf.* 2018. Vol. 218. P. 04030.
19. Zeng B., Wang J., Fan H.Y., et al. Effect of central gas velocity and plasma power on the spheroidizing copper powders of radio frequency plasma. *Vacuum*. 2020. Vol. 174. P. 109195.
20. Liu X.P., Wang K.S., Hu P., et al. Spheroidization of molybdenum powder by radio frequency thermal plasma. *Int. J. Min. Metall. Mater.* 2015. Vol. 22. Pp. 1212–1218.

Дата поступления: 10.07.2025

Дата публикации: 26.09.2025