

Д. И. Якубович¹, С. В. Стрельцов¹, Л. М. Гуревич², Д. В. Проничев², О. В. Слаутин²

**РАЗРАБОТКА СПОСОБА ПОЛУЧЕНИЯ МЕЛКОДИСПЕРСНОГО
ПОРОШКА МЕДИ ДЛЯ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ**

¹ Белорусско-Российский университет

² Волгоградский государственный технический университет

e-mail: d.i.yakubovich@mail.ru¹; e-mail: mv@vstu.ru²

Представлены результаты исследований по разработке устройства и метода получения мелкодисперсного порошка. Определено влияние режимов обработки заготовок электроэрозионным методом на дисперсность получаемого порошка. Установлено, что гранулометрический состав соответствует требованиям 3D-технологий.

Ключевые слова: мелкодисперсный порошок, 3D-печать, электроэрозионная обработка, диспергируемая поверхность, аддитивные технологии.

D. I. Yakubovich¹, S. V. Streltsov¹, L. M. Gurevich², D. V. Pronichev², O. V. Slautin²

**DEVELOPMENT OF A METHOD FOR OBTAINING FINE COPPER
POWDER FOR ADDITIVE TECHNOLOGIES**

¹ Belarusian-Russian University

² Volgograd State Technical University

The results of research on the development of a device and a method for obtaining fine powder are presented. The influence of the processing modes of workpieces by the electroerosion method on the dispersion of the resulting powder is determined. It is established that the granulometric composition meets the requirements of 3D technologies.

Keywords: fine powder, 3D printing, electroerosion treatment, dispersible surface, additive technologies.

По мнению ряда экспертов рынок 3D-печати с 2020 до 2025 года вырастет в три раза [1]. Такими же темпами будет расти и потребление материалов для 3D-печати.

Медь в виде порошка широко используется в качестве исходного материала при печати на 3D-принтерах. Высокие электро- и теплопроводящие свойства, хорошая коррозионная устойчивость позволяет ей быть идеальным материалом для создания специальных сложных систем охлаждения, токопроводов, антифрикционных деталей оборудования. От гранулометрического и химического состава порошка зависят режимы печати, условия плавления, кристаллизации металла и в конечном счете качество покупаемых изделий.

Для аддитивных установок нашли применение порошки сферической формы с размерами зерна до 50 мкм при определенном соотношением крупных и мелких зерен, обеспечивающих текучесть материала. При наличии изменений в форме частиц возможно появление полос, рытвин, пор и выступов на полученной детали, а процесс ее формирования теряет стабильность [2].

Существует несколько способов получения порошковой меди. При механическом способе размол производится в шаровых, вихревых, вибрационных и других мельницах различной конструкции. Механическое измельчение позволяет получить частицы порошка неправильной, чешуйчатой формы. Данный способ имеет низкую производительность, большие трудозатраты и не используется для получения крупных партий [3].

Изготовление порошка восстановлением оксидов позволяет получить конгломераты, которые сложно использовать при аддитивных процессах.

Распыление в жидкости или газе дает округлую, осколочную либо сферическую форму гранул, однако оборудование при этом имеет значительные размеры, большую энергоемкость и повышенный расход газа [4].

Основными недостатками известных способов получения порошковой меди являются высокая стоимость, энергоемкость, громоздкость оборудования, взрыво- и пожароопасность, негативное влияние на экологию [5].

Учитывая данные недостатки, интерес представляет электроэрозионный способ получения порошка как наиболее экономичный и экологически чистый. Суть его заключается

в разбрызгивании металла в условиях искрового разряда [4].

В последнее время появились работы, связанные с искровым разрядом для получения порошка металлов в воде, керосине и иных средах [5,6]. Установка для получения порошка состоит из ванны с электродами, между которыми расположен обрабатываемый материал. На электроды подается импульсное напряжение до 220 В от конденсаторов емкостью 25–55 мкФ с частотой до 160 Гц. Установлено, что при использовании в качестве жидкости воды с ростом мощности импульсов пропорционально возрастает выход годного порошка, но при частоте 160 Гц процесс становится неустойчивым, наблюдается слипание гранул [7].

Целью настоящей работы является изучение процесса формирования порошка меди при электроэрозионной обработке для получения порошков с шаровидной формой частиц, пригодных для 3D-технологий.

Методика исследования

Получение мелкодисперсного порошка меди осуществлялось электроэрозионным методом в дистиллированной воде и аргоне. Исходным материалом служил лист меди марки М1 толщиной 3 мм. В качестве подвижного электрода использовался вольфрамовый стержень диаметром 2 мм.

Процесс получения порошка осуществлялся в дистиллированной воде для чего использовалась полипропиленовая емкость объемом 500 мл при гидростатическом напоре воды 50 мм. Вольфрамовый электрод погружали в воду. Расстояние дугового промежутка между образцом и электродом регулировалось, начиная с момента касания электродом заготовки и последующим его подниманием до момента образования стабильных электрических разрядов. По завершении обработки воду пропускали через фильтр, а полученный порошок оставляли при комнатной температуре до полного высыхания.

Процесс диспергирования меди в воде сопровождается выделением значительного количества газа и замутнением рабочей жидкости. Отстой рабочей жидкости проводили в течение 24 часов до полного выпадения осадка на дно емкости и просветления воды. При отстое продуктов диспергирования темная муть превращалась в конгломераты.

После диспергирования осадок очищали на обеззоленных фильтрах АО «ЭКРОС»,

ТУ 6-09-1678-95 $\phi 12,5$ см и сушили при температуре 95-100°C. В центральной части фильтра скапливалось до 95% диспергированной меди в виде гранул шаровидной формы. На боковых поверхностях фильтра оставались конгломераты химического взаимодействия меди и воды с включениями шаровидной меди $\phi 1 \div 50$ мкм.

Получение порошка в среде аргона проводили в металлической емкости объемом 500 мл, на дне которой укладывали образец, выше него устанавливали вольфрамовый электрод, а сверху емкость закрывали крышкой. Аргон подавали через шланг непосредственно в зону образования искрового разряда. Расход аргона составлял 5 л/мин.

Режимы всех вариантов обработки варьировались по напряжению на дуге от 60 до 180 В

и по емкости конденсатора от 47 до 10000 мкФ. Количество импульсов фиксировалось счетчиком импульсов СИ30-220.Щ1.Р и в зависимости от требуемого объема собираемого порошка составляло 250–2000 импульсов.

Все образцы порошка исследовались на сканирующем электронном микроскопе Tescan Vega 2 SBA.

Источником питания служила экспериментальная установка оригинальной конструкции (рис. 1), содержащая регулятор напряжения 1, стабилизатор 2, рабочую емкость энергии 3, коммутатор искры 4, регулятор частоты 5, регулятор скважности 6, механизм 7 перемещения электрода 8 по осям координат, механизм 10 перемещения диспергируемой поверхности 9.

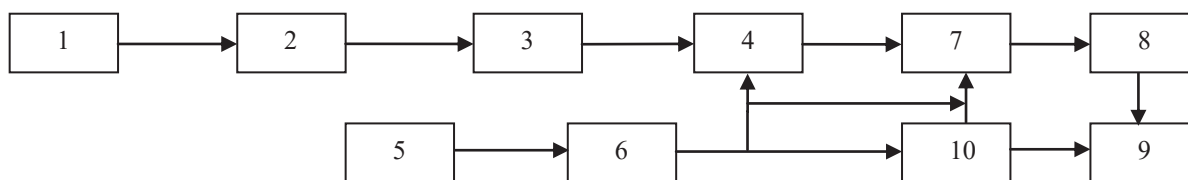


Рис. 1. Блок-схема установки диспергирования

Технические данные установки представлены в табл. 1.

Таблица 1

Технические характеристики экспериментальной установки

Напряжение, В	Частота импульсов, Гц	Емкость накопителя энергии, мкФ	Скважность
60–180	0,3–300	47–10000	1,1–10

Установка работает следующим образом. Регулятор напряжения 1 после стабилизатора 2 накапливает энергию в рабочей емкости 3, дозированное количество которой подается на коммутатор 4. Управление коммутатором 4 осуществляется импульсами с регулятора частоты 5, причем регулятором 6 задается их скважность.

Механизм подачи 7 управляет длиной электрода 8 и осуществляет его перемещение по диспергируемой поверхности 10 и осям координат в зависимости от частоты и скважности управляющих импульсов. Диспергируемая поверхность 10 имеет свой механизм перемещения 9 (например, вращение) в зависимости от интенсивности искрообразования и износа поверхности. В момент после накопления энергии в емкости 3 включается коммутатор искры 4 и вся накопленная мощность передается на электрод 8. Синхронно с подачей энергии электрод

с помощью механизма 7 касается поверхности 10 и появляются начальные необходимые условия для протекания тока. При этом частота контакта определяется генератором 5, а время контакта – регулятором скважности 6. После окончания времени контакта электрод 8 перемещается механизмом 7 в исходное положение. Это достаточное условие для возникновения искрового разряда. В месте контакта в момент разрыва электрической цепи происходит взрыв жидкоплазменной лунки металла на диспергируемой поверхности [4; 5; 7]. Последствием взрыва является разбрызгивание металла, его паров и образование на поверхности 9 кратера. Брызги и пары металла затвердевают в окружающей среде и в зависимости от интенсивности теплоотвода, агрессивности и плотности среды формируются в сферические образования произвольной формы или химические соединения.

На диспергируемой поверхности остается кратер от искрового разряда. Поэтому для равномерного износа поверхность 9 имеет механизм перемещения, а искровой разряд каждый раз происходит в новом месте. С этой же целью осуществляется перемещение электрода по осям координат.

Установка может работать в автоматическом и ручном режимах. В этих случаях частотой управляет оператор. Такие режимы удобны при проведении наладочных работ и экспериментальных исследований, когда режимные параметры процесса не до конца известны.

Результаты исследований

Для исследований по определению дисперсности частиц, образующихся при диспергировании в дистиллированной воде, подготовили четыре варианта образцов на режимах, представленных в табл. 2.

Установлено, что для всех режимов обработки 70–90 % частиц имеют округлую форму, близкую к сферической.

Минимальные размеры получаемых частиц порошка составляют 2–5 мкм, а максимальные 150–300 мкм (рис. 2), но их процентное соотношение существенно отличается при увеличении напряжения и емкости конденсаторов (табл. 1).

Таблица 2

Режимы диспергирования в дистиллированной воде

Рабочая жидкость	Емкость накопителя энергии, мкФ	Напряжение, В	Частота, Гц	Визуальный фракционный состав, %		
				150–300 мкм	50–150 мкм	1–50 мкм
Н ₂ O дистиллированная	47	60	30	5	35	60
		180	0,3	10	40	50
	10000	60	0,3	10	40	50
		180	0,3	15	45	40

Одинаковые параметры максимальных и минимальных значений для всех вариантов обработки связаны со схожими условиями процесса образования капель жидкого металла, условиями его существования и кристаллизации в газовой-жидкой фазе.

Установлено, что увеличение емкости конденсатора приводит к увеличению в два – три раза количества крупных частиц размером 150–300 мкм и уменьшению в 1,5 раза пригодных для 3D-печати частиц размером до 50 мкм. С увеличением емкости конденсатора от 47 до 10 000 мкФ также увеличивалось содержание частиц произвольной формы и уменьшалось количество частиц сферической формы. Предположительно это связано с тем, что при увеличении мощности разряда увеличивается объем жидкого металла, который разлетается в стороны с высокой кинетической энергией и не успевает сформироваться в виде сфер в процессе кристаллизации.

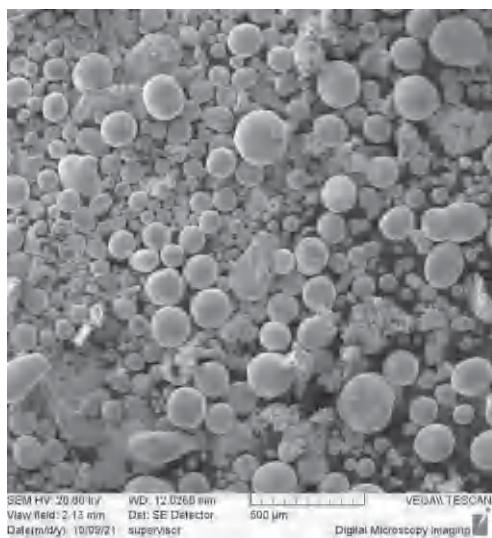
Дополнительно установлено, что 5–10 % частиц имеют на своей поверхности поры. Активное газообразование приводит к поглощению газов жидким металлом. На полученных снимках поверхности частиц порошка наблюдаются различные размеры газовых пустот. Это говорит о большом количестве газов, растворившихся в металле и не успевших выделиться при кри-

сталлизации жидкого металла (рис. 3, б). Данный процесс относится к негативным с точки зрения требуемых свойств порошка для 3D-печати.

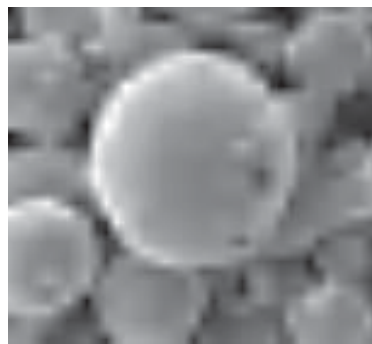
Дополнительно было установлено, что при образовании искрового разряда создается мощная ударная волна в области контакта вольфрамового электрода с заготовкой и сопровождается резким переходом Н₂O из жидкой в газообразную фазу с одновременным образованием большого объема газовой составляющей. После 200–500 циклов импульсов в емкости из полипропилена с толщиной стенки 0,8 мм образовывались трещины. При режимах 180 В и 10000 мкФ частицы порошка периодически вылетали из дистиллированной воды вертикально вверх и ударялись о крышку емкости. Частицы имели красный цвет, что свидетельствует о температуре свыше 500 °С.

Для исследований частиц порошка полученного в среде аргона было изготовлено четыре варианта образцов (табл. 3). После диспергирования порошок, оказавшийся в емкости, был полностью готов для исследований. Отсутствие необходимости фильтровать и сушить порошок значительно упростило задачу и повысило производительность данного процесса.

Получен чистый, без посторонних включений, порошок фракционного состава, указанного в табл. 3.



а



б

Рис. 2. Внешний вид частиц (а) и пор (б) порошка, диспергируемого в дистиллированной воде

Таблица 3

Режимы диспергирования в аргоне

Рабочая среда	Емкость накопителя энергии, мкФ	Напряжение, В	Частота, Гц	Фракционный состав, %		
				150–200 мкм	50–150 мкм	1–50 мкм
Ar	47	60	30	5	40	55
		180	0,3	10	45	45
	10000	60	0,3	20	40	40
		180	0,3	30	50	20

Минимальные размеры получаемых частиц порошка составляют 1–5 мкм, а максимальные 150–200 мкм (рис. 3).

Объем частиц необходимого гранулометрического состава до 50 мкм составил от 20

до 55 %, причем максимальный объем требуемых размеров порошка образовался при минимальных значениях напряжения и емкости накопителя энергии. Появление частиц порошка с размерами более 200 мкм не установлено.

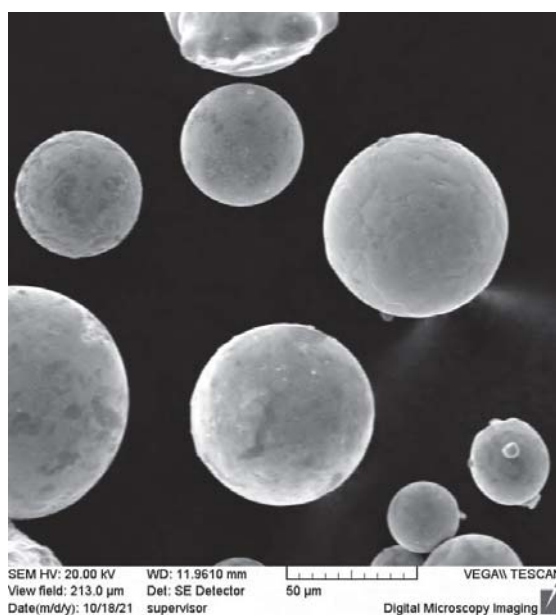
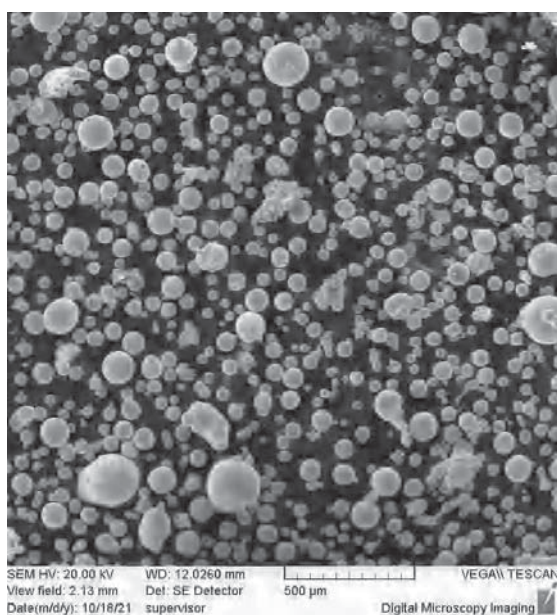


Рис. 3. Внешний вид частиц порошка, диспергируемого в аргоне

Гранулы порошка имеют частично припаянный друг к другу характер, что связано с малыми размерами емкости, в которой частицы порошка соударяются между собой и стенками емкости. Есть тенденция образования конгломератов разной неравномерной дисперсности.

Также были установлены поры на поверхности частиц металла (рис. 4). Их появление связано с высокой скоростью кристаллизации металла, при которой растворенный газ не успевает выделиться из объема жидкости.

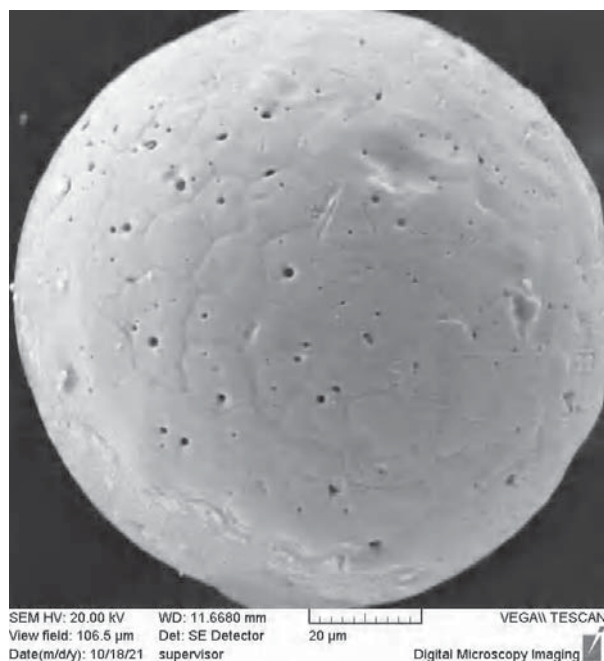


Рис. 4. Внешний вид частиц с порами

Заключение

Установлено, что при обработке меди электроэрозионным методом в дистиллированной воде до 60 % порошка имеют гранулометрический состав до 50 мкм, а при обработке в среде аргона до 55 % порошка, что соответствующий требованиям 3D-технологий.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Попадюк С. Итоги 2020 и прогнозы: рынок 3D-печати будет ежегодно расти на 25%. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://3dtoday.ru/blogs/news3dtoday/itogi-2020-i-prognozy-rynok-3d-pecati-budet-ezegodno-rasti-na-25>. – Дата доступа: 29.10.2021.
2. Чехович, А. Особенности металлических порошков для 3D-печати. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://habr.com/ru/company/iqb_technologies/blog/443532. – Дата доступа: 29.10.2021.
3. Порошковая металлургия: материалы, технология, свойства, области применения: справочник / АН УССР, Ин-т проблем материаловедения; отв. ред. И. М. Федорченко. – Киев: Наукова думка, 1985. – 624 с.
4. Состав и свойства порошков, полученных электроэрозионным диспергированием отходов твердых сплавов: монография / Е. В. Агеев и др.; М-во образования и науки Российской Федерации, Гос. образовательное учреждение высш. проф. образования «Юго-Западный гос. ун-т» (ЮЗГУ). – Курск: ЮЗГУ, 2011. – 122 с.
5. Разработка способа получения порошковых материалов путем электроэрозионного диспергирования шарикоподшипниковой стали: автореферат дис. канд. техн. наук: 05.16.09 / Хардинов С. В. – Брянск, 2017. – 23 с.
6. Способ диспергирования наноразмерного порошка меди в базовом моторном масле [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://findpatent.ru/patent/259/2591918>. – Дата доступа: 29.10.2021.
7. Разработка ресурсосберегающего способа получения порошковой меди электроэрозионным диспергированием: дис. ... канд. техн. наук / Хорьякова Н. М. – Курск, 2018. – 231 с.