



Оригинальная статья

УДК 621.762:669.018

DOI 10.17073/0368-0797-2022-7-494-503

<https://fermet.misis.ru/jour/article/view/2343>



ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НА СКОРОСТЬ АЗОТИРОВАНИЯ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ МЕТОДОМ ПЛАЗМЕННОГО ЦЕНТРОБЕЖНОГО РАСПЫЛЕНИЯ

В. Д. Католиков^{1,2}, А. Е. Семин³, О. А. Комолова^{1,4},
И. А. Логачев¹, Р. Е. Бочерилов¹, В. А. Лакиза¹

¹ Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (Россия, 119049, Москва, Ленинский пр., 4)

² ООО «НПФ «КОМТЕРМ» (Россия, 115088, Москва, Шарикоподшипниковская ул., 4)

³ Старооскольский технологический институт им. А.А. Угарова, филиал НИТУ МИСиС (Россия, 309516, Белгородская обл., Старый Оскол, микрорайон Макаренко, 42)

⁴ Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (Россия, 119991, Москва, Ленинский пр., 49)

Аннотация. Повышение эксплуатационных свойств металла обеспечивается введением в него определенного набора и количества легирующих элементов. К таким элементам относится и азот, интерес к которому постоянно растет. В публикациях отмечено, что азотирование газообразным азотом используется, в том числе, при плазменно-дуговом переплаве, приводятся данные легирования металла азотом на стадии получения гранул и порошков. В данной работе исследован процесс азотирования при получении металлических микрогранул из сплава марки ЭП741НП методом плазменного центробежного распыления. Металлические порошки получают путем оплавления торца вращающейся заготовки потоком ионизированного газа (смеси газов). Технология позволяет получать легированные азотом мелкодисперсные металлические порошки многокомпонентных сплавов сферической формы с минимальным количеством сателлитов, не отличающихся по размеру и химическому составу. Исследование скорости азотирования представляет большой интерес, особенно при получении порошкового металла. Одними из параметров, влияющих на степень насыщения металла азотом, являются время нахождения жидкого расплава под азотсодержащей плазмой и время кристаллизации металлической капли. В работе приведена методика, позволяющая дать количественную оценку роли данных параметров на поглощение азота металлом при получении порошка. Известно, что на кинетические параметры процесса азотирования определяющее влияние оказывает площадь контакта двух фаз металл – газ. В случае получения порошка, этот параметр зависит от размера порошинки. В связи с этим, в работе приведена методика расчета, позволяющая оценить средний фракционный состав металлопорошков в зависимости от ряда технологических факторов. Проведено сравнение полученных значений с данными полупромышленных плавок. Показано, что фракционный состав микрогранул зависит от скорости вращения и диаметра переплавляемой заготовки, плотности сплава и силе поверхностного натяжения. Установлено, что при увеличении частоты вращения расходуемого электрода можно добиться уменьшения величины дисперсности металлических порошков.

Ключевые слова: плазменное центробежное распыление, азот в сплавах, металлический порошок, плазма, азотирование

Для цитирования: Католиков В.Д., Семин А.Е., Комолова О.А., Логачев И.А., Бочерилов Р.Е., Лакиза В.А. Исследование влияния технологических параметров на скорость азотирования при получении металлических порошков методом плазменного центробежного распыления // Известия вузов. Черная металлургия. 2022. Т. 65. № 7. С. 494–503. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-7-494-503>

Original article

EFFECT OF PROCESS PARAMETERS ON NITRIDING RATE IN OBTAINING POWDER METAL BY PLASMA CENTRIFUGAL ATOMIZATION

V. D. Katolnikov^{1,2}, A. E. Semin³, O. A. Komolova^{1,4},
I. A. Logachev¹, R. E. Bocherikov¹, V. A. Lakiza¹

¹ National University of Science and Technology “MISIS” (4 Leninskii Ave., Moscow 119049, Russian Federation)

² LLC “RPC KOMTERM” (4 Sharikopodshipnikovskaya Str., Moscow 115088, Russian Federation)

³ Ugarov Stary Oskol Technological Institute of National University of Science and Technology “MISIS” (42 Makarenko District, Stary Oskol, Belgorod Region 309516, Russian Federation)

⁴ Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences (49 Leninskii Ave., Moscow 119991, Russian Federation)

Abstract. The improved performance properties of metals are ensured by introducing into them certain set and amount of alloying elements. Nitrogen, which is an area of growing interest, is one such element. Publications show that nitriding with gaseous nitrogen is also used for plasma-arc remelting. They provide data on metal alloying with nitrogen at the granules and powders production stage. This paper studies the process of nitriding in obtaining metal microgranules from EP741NP alloy by means of plasma centrifugal atomization. Metal powders are obtained by melting the end face of a rotating workpiece with a stream of ionized gas (gas mixture). The technology allows for nitrogen-alloyed fine metal powders of multicomponent alloys of spherical shape with a minimum number of satellites, which do not differ in size or chemical composition, to be obtained. The study of the nitriding rate is of great interest, especially in production of powder metal. One parameter which affects the degree of metal saturation with nitrogen is the residence time of the liquid melt under the nitrogen-containing plasma, and the crystallization time of a metal droplet. This paper presents a methodology which allows quantification of the role of these parameters on the absorption of nitrogen by the metal in obtaining powder. The kinetic parameters of the nitriding process are influenced by the interface area of two metal – gas phases. In the case of obtaining powder, this parameter depends on the size of the powder particle. In this regard, this paper presents a calculation method which allows the average fractional composition of metal powders to be estimated depending on a number of process factors. The values obtained are compared with the data of semi-industrial melting. It is demonstrated that the fractional composition of microgranules depends on the rotation speed and diameter of the workpiece to be remelted, as well as the alloy density and the surface tension force. It has been established that by increasing the rotation speed of the consumable electrode it is possible to achieve a decrease in the dispersiveness of metal powders.

Keywords: plasma centrifugal atomization, nitrogen in alloys, metal powder, plasma, nitriding

For citation: Katolikov V.D., Semin A.E., Komolova O.A., Logachev I.A., Bocherikov R.E., Lakiza V.A. Effect of process parameters on nitriding rate in obtaining powder metal by plasma centrifugal atomization. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2022, vol. 65, no. 7, pp. 495–503.

<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-7-494-503>

ВВЕДЕНИЕ

На сегодняшний день металлические порошки активно используются в качестве основного сырья для аддитивных технологий [1, 2], а изделия из них нашли широкое применение в различных отраслях: электроэнергетике, авиастроении, автомобилестроении, здравоохранении и др. [3]. Служебные свойства стали во многом определяются наличием в ней определенного набора и количества легирующих элементов, к ним относится и азот. Влияние азота, как легирующего элемента, на служебные свойства доказано многими работами. Это также относится и к порошковому металлу, поэтому получение порошкового металла, легированного азотом, уже на стадии его производства весьма актуально.

В работах [4, 5] дана оценка ряда термодинамических параметров, оказывающих влияние на процесс азотирования порошка при плазменном распылении вращающейся заготовки. Отмечено, что содержание азота в полученных порошках весьма далеко от термодинамически обоснованных концентраций. В работе основной упор сделан на кинетику данного процесса. В ней приведены расчетные показатели по размеру капель – будущих порошинок, времени контакта жидкого расплава с плазмой, содержащей азот, и ряд других параметров.

В качестве основного фактора быстрого развития процессов послойного напыления можно выделить гибкость процесса, возможность производства изделий различной геометрической формы, широкий спектр металлических материалов, однородность химического состава и микроструктуры изделия. В связи с высоким спросом на изделия, изготавливаемые методами аддитивных технологий, к производству металлопорошков предъявляются особые требования с целью повышения эксплуатационных свойств конечной продукции. Детали, изготовленные методами порошковой металлур-

гии, характеризуются лучшими физико-механическими свойствами по сравнению с литыми [6].

Наиболее известными и широко распространенными методами получения металлических порошков являются [7, 8]:

- распыление металлической струи газовым потоком [9, 10];
- распыление металлической струи потоком воды [11, 12];
- плазменное центробежное распыление [13].

Как показывает практика и ряд работ, наиболее перспективным методом получения металлических гранул является плазменное центробежное распыление заготовки. Данный метод обладает рядом преимуществ, в частности применяемый механизм формирования жидкой капли и ее последующая кристаллизация в атмосфере инертного газа создают условия формирования плотной структуры с минимальным количеством сателлитов. Кроме того, высокая скорость кристаллизации исключает возможность контакта жидкого расплава с иными материалами, например, футеровкой. При этом в качестве плазмообразующего газа можно использовать и азот в смеси с аргоном. Данный способ представляет интерес как для получения чистых металлов и сплавов в виде порошка, так и для легирования получаемых металлических порошков азотом [14 – 18].

Авторами работы [4] были представлены данные по литейным сплавам с получением азотсодержащих металлических порошков сплава марки ЭП741НП методом плазменного центробежного распыления. Производство гранул данным методом заключается в расплавлении торца вращающейся оплавленной заготовки плазмой, состоящей из смеси плазмообразующих газов. Под действием плазмы металлическая заготовка оплавляется, и за счет центробежных сил жидкий металл перемещается от центральной оси заготовки к периферийной части, образуя венец. Преодолевая силы

поверхностного натяжения, капли металла отрываются от заготовки, приобретая в полете сферическую форму, и кристаллизуются. При этом изменение технологических параметров, таких как скорость вращения расходуемого электрода, диаметр заготовки, мощность плазменной установки, могут оказывать значительное влияние на гранулометрический состав металлических порошков и скорость азотирования. Например, при получении металлических порошков из сплавов Ti-6Al-4V, 316-steel, Co-29Cr-6Mo методом плазменного центробежного распыления, авторы работы [19] отмечают, что фракционный состав металлических гранул обратно пропорционален квадратному корню из скорости вращения расходуемого электрода. В работах [20–24] отражено влияние скорости вращения заготовки, скорости переплава и диаметра переплавляемого электрода на размер получаемого металлопорошка.

Процесс насыщения металла азотом на установке плазменного центробежного распыления зависит от кинетических и термодинамических параметров. Вследствие высокой скорости вращения расходуемой заготовки, время нахождения жидкого расплава под азотсодержащей плазменной дугой ограничено, в отличие от традиционного плазменно-дугового переплава, а получаемые микрогранулы обладают высокой скоростью кристаллизации. Для оценки растворимости азота необходимо рассмотреть ряд технологических параметров, влияющих на размер металлических порошков, время нахождения жидкого расплава под столбом плазмы и время кристаллизации гранул [5].

Для анализа и исследования вышеописанных параметров и зависимостей, авторы данной работы воспользовались информацией, приведенной ранее [4].

При передаче тепла плазменной дугой заготовке начинается процесс расплавления металла, на торце электрода образуется некоторый объем жидкого металла. Образовавшийся жидкий металл под воздействием центробежных сил перемещается от центральной оси к периферийной части вращающегося электрода. В момент, когда центробежные силы превышают силы поверхностного натяжения, происходит отрыв капли, при этом в момент отрыва между каплей и заготовкой образуется тонкий «мост». Необходимо отметить, что на каплю металла, помимо вышеприведенных, действуют и другие силы, например, силы тяжести, гравитационные силы, сила давления плазменной дуги и др. Однако влияние данных физических параметров на удержание жидкого металла на заготовке или отрыв капли от нее весьма мало [25].

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Получение азотсодержащих металлических гранул осуществляли на промышленной установке плазмен-

ного центробежного распыления, оснащенной механизмом вращения расходуемой заготовки, камерой распыления, источником нагрева – плазматроном, бункером для сбора гранул и системой водяного охлаждения.

Модельным сплавом, для которого проводилось исследование получения азотированного металлического порошка, являлся никелевый жаропрочный сплав ЭП741НП ГОСТ 52802-2007.

Переплавляемый электрод, полученный в вакуумной индукционной печи (ВИП), массой порядка 20 000 г помещался и закреплялся на установке плазменного центробежного распыления. Далее закрывался корпус печи и откачивалось давление до 10^{-3} мм.рт.ст., после чего камера печи наполнялась инертным газом – аргоном. Давление смеси рабочих газов (аргон, азот, гелий) в плазматроне составляло 1,2 атм. Рабочий ток плазматрона 1,05 кА, напряжение плазматрона 90 В, зазор между плазматроном и заготовкой 30–40 мм. Частота вращения заготовки для первой серии экспериментов была задана 15 000 об/мин, для второй серии – 20 000 об/мин. Диаметр заготовки 75 мм, длина 670 мм, время переплава составляло порядка 20 мин. Содержание азота в смеси плазмообразующего газа менялось и составляло 15 и 20 %.

ОЦЕНКА ВРЕМЕНИ ПРЕБЫВАНИЯ ЖИДКОГО РАСПЛАВА ПОД ПЛАЗМЕННОЙ ДУГОЙ

Экспериментально определить время нахождения жидкого металла под плазмой в процессе нагрева, оплавления и распыления электрода, а также кристаллизации представляется весьма затруднительно. В частности, для нахождения времени пребывания жидкого металла под потоком плазмы и времени кристаллизации жидкой гранулы, удобно использовать методы математического моделирования, сделав ряд следующих допущений:

- анодное пятно находится строго по центру торца расходуемого электрода;
- нагрев и расплавление заготовки осуществляются за счет тепла, выделяемого плазменной дугой;
- насыщение металла азотом происходит только под столбом плазмы;
- из-за высокой скорости кристаллизации металлического порошка и условий проведения плавки в атмосфере смеси инертных газов и азота десорбция азота не протекает.

Провести оценку времени нахождения жидкого металла от момента расплавления до отрыва капли от торца заготовки можно, основываясь на массовой скорости плавления установки. Полученное время примем за время нахождения металла под плазмой. Для анализа данного параметра оценим массовую скорость плавления, т. е. массу расплавленного металла в единицу времени.

Массовая скорость переплава:

$$v_{\text{пл}} = \frac{m_{\text{спл}}}{t_{\text{пл}}}, \quad (1)$$

где $m_{\text{спл}}$ – масса переплавляемой заготовки, г; $t_{\text{пл}}$ – время переплава заготовки, с.

Сделаем предположение, что толщина жидкой пленки на торце электрода равна среднему диаметру гранул полученного металлического порошка. Тогда можно оценить мгновенный объем жидкого металла на торце электрода. Площадь торца переплавляемого электрода найдем по формуле

$$S = \pi r^2. \quad (2)$$

Объем жидкого металла, находящийся на торце заготовки:

$$V = Sd, \quad (3)$$

где S – площадь торца переплавляемого электрода, м²; d – диаметр образовавшейся порошинки, м.

Тогда время пребывания жидкого металла под плазмой, учитывая массовую скорость переплава, составит:

$$\tau = \frac{m_{\text{ж. Me}}}{v_{\text{пл}}}, \quad (4)$$

где $m_{\text{ж. Me}}$ – масса жидкого металла на торце электрода, г.

Используя приведенную выше методику, оценили время пребывания жидкого металла под азотсодержащей плазмой. Результаты представлены ниже.

Параметр	Значение
Массовая скорость переплава, v , г/см	16,898
Площадь торца электрода, S , м ²	$4,415 \cdot 10^{-3}$
Объем металла на торце электрода, V , м ³	$6,62 \cdot 10^{-7}$
Масса жидкого металла на торце, $m_{\text{ж. Me}}$, г	5,53
Время пребывания жидкого металла под плазмой, τ , с	0,327

Если принять, что лимитирующей стадией является конвективная диффузия атомов азота в расплаве, то уравнение скорости азотирования можно записать:

$$\frac{d[N]}{d[\tau]} = \alpha ([N]_{\text{p}} - [N]). \quad (5)$$

Проинтегрировав вышеприведенное уравнение, получим:

$$\ln \frac{[N]_{\text{p}} - [N]_0}{[N]_{\text{p}} - [N]} = \alpha t, \quad (6)$$

где $\alpha = \frac{\alpha' S}{V}$ – константа скорости массопереноса, см/с;

α' – полуэмпирический параметр, определяющий скорость массопереноса; S – площадь межфазной поверхности, м²; V – объем металлической капли, м³; $[N]_{\text{p}}$ – концентрация азота в поверхностном слое границы металл – газ, близкая к равновесию с газовой фазой, %; $[N]$ – концентрация азота в объеме металла в момент времени τ , %; $[N]_0$ – начальная концентрация азота в объеме металла, %; τ – время насыщения металла азотом, с.

Используя данные полупромышленных плавов и расчетные данные, полученные с помощью описанной методики, оценили скорость азотирования металла в процессе распыления расходуемого электрода азотсодержащей плазмой.

На рис. 1 приведена зависимость скорости азотирования от парциального давления азота в плазмообразующем газе. Показано, что увеличение давления азота способствует повышению скорости азотирования.

Однако возрастающим график будет не постоянно, при достижении некоторой концентрации азота в расплаве скорость азотирования перестает зависеть от содержания азота. Необходимо отметить, что расчетные данные превышают экспериментальные. Такое различие можно объяснить, тем, что в работе для построения математической модели для оценки времени нахождения металла под плазмой и скорости кристаллизации был сделан ряд допущений.

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВРЕМЕНИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ЖИДКОЙ КАПЛИ

Линейную скорость истечения расплава можно определить из уравнения

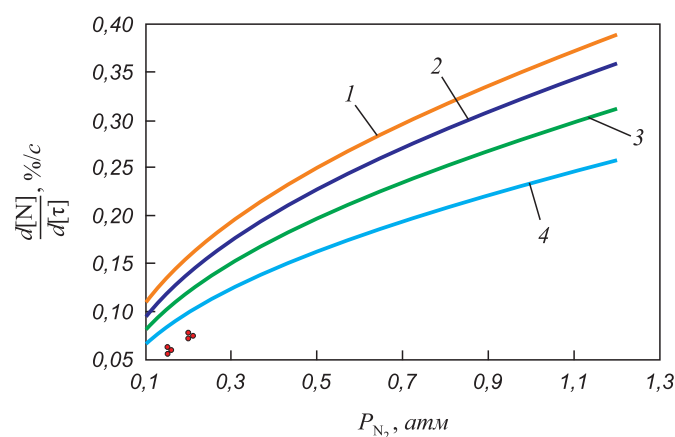


Рис. 1. Зависимость скорости азотирования от парциального давления азота в плазмообразующем газе. Точки – экспериментальные данные, линии – расчетные данные при различных значениях α' : 1 – $5,2 \cdot 10^{-5}$; 2 – $4,9 \cdot 10^{-5}$; 3 – $4,3 \cdot 10^{-5}$; 4 – $3,5 \cdot 10^{-5}$

Fig. 1. Dependence of nitriding rate on partial pressure of nitrogen in plasma gas. Points – experimental data, lines – data calculated at various values of α' : 1 – $5.2 \cdot 10^{-5}$; 2 – $4.9 \cdot 10^{-5}$; 3 – $4.3 \cdot 10^{-5}$; 4 – $3.5 \cdot 10^{-5}$

$$V = \omega R, \quad (7)$$

где $\omega = 2\pi n$ – угловая скорость вращения заготовки, об/мин; n – частота вращения заготовки, об/мин; R – радиус заготовки, м.

Рассчитаем объем капли:

$$V' = \frac{4}{3}\pi r^3, \quad (8)$$

где r – радиус капли, м.

Найдем массу жидкой капли:

$$m = V'\rho, \quad (9)$$

где ρ – плотность сплава, кг/м³.

Время нахождения капли в жидком состоянии от момента отрыва до полной кристаллизации можно найти из уравнения

$$\tau = \frac{C_p m_k}{\alpha S_k} \ln \frac{T_n - T_0}{T_{пл} - T_0}, \quad (10)$$

где C_p – удельная теплоемкость расплава, примем ее равной удельной теплоемкости никеля (500 Дж/(кг·К)); $S_k = \pi d^2$ – удельная площадь поверхности капли жидкого металла, м²; T_n – температура капли в момент отрыва от электрода, принимаем равной температуре плавления сплава + 200 градусов перегрева (1860 К); T_0 – температура полностью закристаллизовавшейся капли, примем равной 300 К; $T_{пл}$ – температура плавления сплава (1660 К); α – коэффициент теплообмена между каплей и окружающей атмосферой, Вт/(м²·К);

Коэффициент теплообмена можно найти из уравнения вынужденного конвективного теплообмена [26]

$$\alpha = \frac{Nu \lambda_e}{d_k}, \quad (11)$$

где d_k – диаметр капли, м; λ_e – коэффициент теплопроводности газовой среды, Вт/(м·К), для аргона согласно данным [27] λ_e найдем из уравнения

$$\lambda_e = (4,923 + 0,0465T - 8,028 \cdot 10^{-6}T^2) \cdot 10^{-3}; \quad (12)$$

Nu – критерий Нуссельта

$$Nu = 0,62\sqrt{Re}; \quad (13)$$

Re – число Рейнольдса

$$Re = \frac{V d_k}{\nu}; \quad (14)$$

ν – коэффициент кинематической вязкости аргона, см²/с [27].

Подставив в уравнение (10) все коэффициенты, найденные по уравнениям (11) – (14), оценили время кристаллизации металлической порошинки. Результаты расчетов представлены ниже.

Параметр	Значение
Плотность сплава, ρ , кг/м ³	8350
Скорость истечения расплава, V , м/с	58,875
Объем капли, V' , м ³	$2,679 \cdot 10^{-13}$
Масса капли, m , кг	$2,237 \cdot 10^{-9}$
Площадь поверхности капли, S_k , м ²	$2,0096 \cdot 10^{-8}$
Коэффициент теплообмена, α , Вт/(м ² ·К)	2818,954
Критерий Нуссельта, Nu	10,637
Число Рейнольдса, Re	294,375
Время кристаллизации, τ , с	$2,696 \cdot 10^{-3}$

АНАЛИЗ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ПОРОШКА

Определить размер гранул можно, рассмотрев влияние основных технологических параметров на механизм формирования капли. Основной вклад в процесс отделения жидкой частицы от венца вносит сила центробежного ускорения, зависящая от скорости вращения и диаметра расходуемой заготовки. Противодействующей ей является сила поверхностного натяжения, величина которой зависит от плотности и коэффициента поверхностного натяжения сплава, находящегося в жидком состоянии. Исходя из этого и согласно данным, приведенным в работах [22, 25, 28], можно воспользоваться формулой, позволяющей рассчитывать центробежную силу:

$$F_{ц} = \frac{\pi d^3 \rho \omega^2 D}{12}, \quad (15)$$

где d – диаметр жидкой капли, м; D – диаметр расходуемого электрода, м; $\omega = 2\pi n$ – угловая скорость вращения расходуемого электрода рад/с; n – частота вращения, об/с; η – коэффициент отрыва; σ – коэффициент поверхностного натяжения расплава, Н/м; ρ – плотность сплава, кг/м³.

Силу поверхностно натяжения можно рассчитать по формуле

$$F_{п.н.} = \sigma \pi d_1, \quad (16)$$

где d_1 – диаметр видимого «моста» между заготовкой и каплей металла в момент ее отрыва, м,

$$d_1 = \eta d, \quad (17)$$

где η – коэффициент отрыва, согласно литературным данным [26, 29] принимаем равным 0,85.

Оценить предположительный диаметр жидкой капли можно, исходя из равенства центробежной силы и поверхностного натяжения:

$$d = \frac{2\sqrt{3\eta}}{\omega} \sqrt{\frac{\sigma}{\rho D}}. \quad (18)$$

Когда капля металла отрывается, она может иметь произвольную форму. Однако из-за высокой скорости вращения заготовки, в процессе полета под действием сил поверхностного натяжения металла происходит глобуляризация и кристаллизация капли металла.

Используя экспериментальные данные о скорости вращения, массе и геометрических размерах переплавленного электрода, по приведенной выше методике провели оценку среднего размера образующихся металлопорошков. Результаты представлены на рис. 2.

Дисперсность полученных металлических порошков определяется следующими основными параметрами:

- центробежной силой, определяемой частотой вращения электрода и его диаметром;
- силой поверхностного натяжения, зависящей от коэффициента поверхностного натяжения сплава и температуры.

Результаты расчетов условно согласуются с данными, полученными в ходе проведения полупромышленных испытаний на установке плазменного центробежного распыления. Отличие данных обусловлено отсутствием в расчетах всех сил, влияющих на размер капли, а также невозможностью точно оценить все физические параметры, используемые в расчетах. Однако расчетные и экспериментальные данные показывают, что при сохранении диаметра расходуемой заготовки, марки сплава, а, следовательно, плотности,

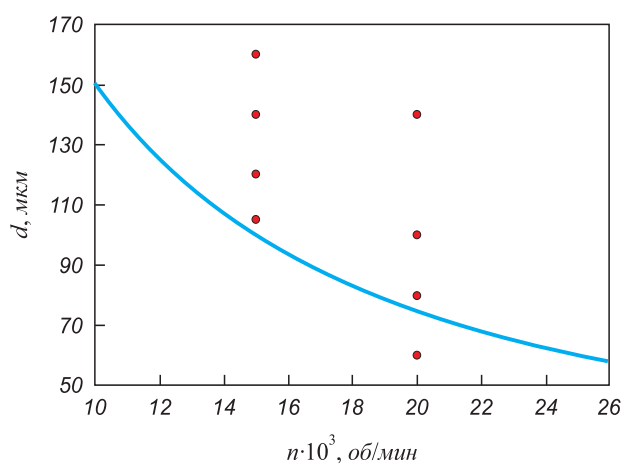


Рис. 2. Зависимость диаметра гранул от скорости вращения заготовки. Точки – экспериментальные данные, линия – расчетные данные

Fig. 2. Dependence of the granules diameter on rotation speed of the workpiece. Points – experimental data, line – calculated data

вязкости и коэффициента поверхностного натяжения, ключевым параметром остается частота вращения электрода.

Согласно уравнениям (5) и (6), одним из параметров, оказывающих влияние на скорость процесса азотирования, является константа скорости массопереноса. На величину значения константы скорости массопереноса оказывает влияние площадь поверхности порошинки, т. е. площадь контакта жидкого металла с газовой фазой и объем образующейся микрогранулы. Два приведенных параметра зависят от диаметра образующейся микрогранулы. Как было показано выше, на размер диаметра порошинки можно оказывать влияние путем изменения скорости вращения заготовки. Из этого следует, что скорость вращения заготовки влияет на конечную концентрацию азота в порошинке.

На рис. 3 приведена расчетная зависимость содержания азота в микрогрануле от отношения поверхности взаимодействия металл – газ к объему микрогранулы. Увеличение скорости вращения заготовки дает возможность получать порошки меньшего диаметра, что в свою очередь увеличивает отношение площади поверхности взаимодействия металл – газ к объему микрогранулы.

Представленные на рис. 3 данные позволяют говорить о том, что при уменьшении размера металлических гранул можно добиться повышения концентрации азота. Однако необходимо отметить, что постоянное увеличение скорости вращения заготовки, тем самым получение более мелкодисперсных гранул, приведет

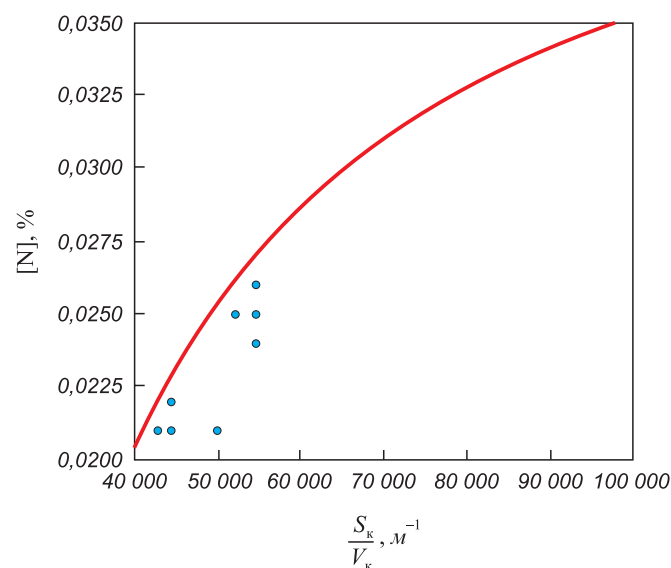


Рис. 3. Зависимость содержания азота от отношения поверхности взаимодействия металл – газ к объему микрогранулы. Точки – экспериментальные данные, линия – расчетные данные

Fig. 3. Dependence of nitrogen content on the ratio of metal – gas interaction surface to the microgranule volume. Points – experimental data, line – calculated data

к невозможности процесса азотирования из-за малой площади поверхности контакта металл – газ и высокой скорости кристаллизации.

Выводы

В работе исследовано влияние на процесс азотирования металла при производстве металлических порошков методом плазменного центробежного распыления ряда кинетических параметров, а именно времени контакта азотсодержащей плазмы с жидкой фазой, времени кристаллизации образующихся микрогранул, скорости вращения переплавляемой заготовки и размера получаемых порошинок-гранул.

Получена зависимость скорости азотирования металлопорошков от парциального давления азота в плазмообразующем газе. Например, при парциальном давлении азота, равного 0,15 атм., скорость азотирования может составлять 0,08 – 0,14 %/с в зависимости от α' (принятого параметра, определяющего скорость массопереноса). Приведенная зависимость показывает, что повышение парциального давления в плазмообразующем газе способствует повышению скорости азотирования. Показана количественная зависимость

между технологическими параметрами и показателями, характеризующими процесс насыщения металла азотом.

Приведена методика расчета, позволяющая прогнозировать средний размер металлических порошков, полученных методом плазменного центробежного распыления, в зависимости от ряда технологических показателей установки. Показано, что на установке плазменного центробежного распыления возможна регулировка размера гранул путем изменения частоты вращения переплавляемого электрода. Рассчитанные в работе данные показывают, что повышение числа оборотов с 15 000 до 20 000 об/мин позволяет уменьшить средний диаметр микрогранул на 25 мкм. Справедливость приведенных зависимостей, установленных математическим путем, подтверждена экспериментальными данными.

Полученные зависимости могут позволить рекомендовать режим азотирования металла на стадии получения порошка методом плазменного центробежного распыления, в том числе за счет изменения парциального давления азота в смеси плазмообразующих газов, скорости распыления и связанным с ней фракционным составом гранул.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

REFERENCES

1. Зенина М.В. Производство металлических порошков (гранул) для сырьевого обеспечения аддитивных технологий в машиностроении // *Технология легких сплавов*. 2015. № 3. С. 32–38.
2. Hsu T.-I., Wei C.-M., Wu L.-D., Li Y.-P., Chiba A., Tsai M.-H. Nitinol powders generate from plasma rotation electrode process provide clean powder for biomedical devices used with suitable size, spheroid surface and pure composition // *Scientific Reports*. 2018. Vol. 8. No. 1. Article 13776. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-32101-1>
3. Uriondo A., Miguez M.E., Perinpanayagam S. The present and future of additive manufacturing in the aerospace sector: A review of important aspects // *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part G: Journal of Aerospace Engineering*. 2015. Vol. 229. No 11. P. 2132–2147. <https://doi.org/10.1177/0954410014568797>
4. Католиков В.Д., Логачев И.А., Комолова О.А., Железnyi М.В., Семин А.Е. Процесс азотирования при получении порошка и исследование структуры сплава ЭП741НП, легированного азотом // *Известия вузов. Черная металлургия*. 2021. Том 64. № 1. С. 59–67. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-1-59-67>
5. Католиков В.Д., Логачев И.А., Щукина Л.Е., Семин А.Е. Термодинамика растворимости азота в сплавах на базе никеля в условиях плазменно-дугового переплава // *Известия вузов. Черная металлургия*. 2020. Том 63. № 3–4. С. 231–237. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-3-4-231-237>
6. Shen J., Chen B., Umeda J., Kondoh K. Advanced mechanical properties of a powder metallurgy Ti-Al-N alloy doped with ultrahigh nitrogen concentration // *JOM*. 2018. No. 70. P. 626–631. <https://doi.org/10.1007/s11837-018-2780-9>
7. Порошковая металлургия сталей и сплавов / Ж.И. Дзnelадзе, Р.П. Щеголева, Л.С. Голубева, Е.М. Рабинович, Б.А. Борок. Москва: Металлургия, 1978. 274 с.
8. Порошковая металлургия и напыленные покрытия: Учебник для вузов / В.Н. Анциферов, Г.В. Бобров, Л.К. Дружинин, С.С. Кипарисов, В.И. Костиков, А.В. Крупин, В.В. Кудинов,
1. Zenina M.V. Production of metal powders (granules) for raw materials supply to additive technologies in mechanical engineering. *Tekhnologiya legkikh splavov*. 2015, no. 3, pp. 32–38. (In Russ.).
2. Hsu T.-I., Wei C.-M., Wu L.-D., Li Y.-P., Chiba A., Tsai M.-H. Nitinol powders generate from plasma rotation electrode process provide clean powder for biomedical devices used with suitable size, spheroid surface and pure composition. *Scientific Reports*. 2018, vol. 8, no. 1, article 13776. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-32101-1>
3. Uriondo A., Miguez M.E., Perinpanayagam S. The present and future of additive manufacturing in the aerospace sector: A review of important aspects. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part G: Journal of Aerospace Engineering*. 2015, vol. 229, no. 11, pp. 2132–2147. <https://doi.org/10.1177/0954410014568797>
4. Katolikov V.D., Logachev I.A., Komolova O.A., Zheleznyi M.V., Semin A.E. Nitriding during powder production and study of the structure of EP741NP alloy doped with nitrogen. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2021, vol. 64, no. 1, pp. 59–67. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-1-59-67>
5. Katolikov V.D., Logachev I.A., Shchukina L.E., Semin A.E. Thermodynamics of nitrogen solubility in nickel-based alloys at plasma-arc remelting. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2020, vol. 63, no. 3–4, pp. 231–237. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-3-4-231-237>
6. Shen J., Chen B., Umeda J., Kondoh K. Advanced mechanical properties of a powder metallurgy Ti-Al-N alloy doped with ultrahigh nitrogen concentration. *JOM*. 2018, no. 70, pp. 626–631. <https://doi.org/10.1007/s11837-018-2780-9>
7. Dzeneladze Zh.I., Shchegoleva R.P., Golubeva L.S., Rabonovich E.M., Borok B.A. *Powder Metallurgy of Steels and Alloys*. Moscow: Metallurgiya, 1978, 274 p. (In Russ.).
8. Antsiferov V.N., Bobrov G.V., Druzhinin L.K., Kiparisov S.S., Kostikov V.I., Krupin A.V., Kudinov V.V., Libenson G.A., Mitin B.S., Roman O.V. *Powder Metallurgy and Sputter Coatings*.

- Г.А. Либенсон, Б.С. Митин, О.В. Роман. Москва: Металлургия, 1987. 792 с.
9. Lawley A. Atomization of specialty alloy powders // JOM. 1981. Vol. 33. No. 1. P. 13–18. <https://doi.org/10.1007/BF03354395>
10. Entezarian M., Allaire F., Tsantrizos p., Drew R.A.L. Plasma atomization: A new process for the production of fine, spherical powders // JOM. 1996. Vol. 48. No. 6. P. 53–55. <https://doi.org/10.1007/BF03222969>
11. Antony L.V.M., Reddy G.R. Processes for production of high-purity metal powders // JOM. 2003. Vol. 55. No. 3. P. 14–18. <https://doi.org/10.1007/s11837-003-0153-4>
12. Sun P., Fang Z.Z., Zhang Y., Xia Y. Review of the methods for production of spherical Ti and Ti alloy powder // JOM. 2017. Vol. 69. No. 10. P. 1853–1860. <https://doi.org/10.1007/s11837-017-2513-5>
13. Li Y., Song M., Zhang X., Zhang W., Li Yan, Zhang Y. Preparation of titanium alloy powder by plasma rotating electrode process // Materials Science Forum. 2020. Vol. 993. P. 79–85. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.993.79>
14. Zhang M.J., Li F.G., Wang S.Y., Liu C.Y. Effect of powder preparation technology on the hot deformation behavior of HIPed P/M nickel-base superalloy FGH96 // Materials Science and Engineering: A. 2011. Vol. 528. No. 12. P. 4030–4039. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.118>
15. Zdujic M., Uskokovic D. Production of atomized and alloy powders by the rotating electrode process // Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics. 1990. Vol. 29. P. 673–683. <https://doi.org/10.1007/BF00795571>
16. Бутрим В.Н., Логачева А.И. Металлургия гранул титановых сплавов в ОАО «Композит» // Технология легких сплавов. 2010. № 1. С. 187–190.
17. Sinha O.P., Singh A.K., Ramachandra C., Gupta R.C. Plasma-melted nitrogen-bearing cast stainless steels - microstructure and tensile properties // Metallurgical Transactions A. 1992. Vol. 23. No. 12. P. 3317–3324. <https://doi.org/10.1007/BF03024539>
18. Sinha O.P., Gupta R.C. Nitrogen absorption rate under plasma arc compared to resistance and induction melting // ISIJ International. 1994. Vol. 34. No. 3. P. 295–297. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.34.295>
19. Nie Y., Tang J., Teng J., Ye X., Yang B., Huang J., Yu S., Li Y. Particle defects and related properties of metallic powders produced by plasma rotating electrode process // Advanced Powder Technology. 2020. Vol. 31. No. 7. P. 2912–2920. <https://doi.org/10.1016/j.apr.2020.05.018>
20. Tang J., Nie Y., Lei Q., Li Y. Characteristics and atomization behavior of Ti-6Al-4V powder produced by plasma rotating electrode process // Advanced Powder Technology. 2019. Vol. 30. No. 10. P. 2330–2337. <https://doi.org/10.1016/j.apr.2019.07.015>
21. Liu Y., Liang S., Han Z., Song J., Wang Q. A novel model of calculating particle in plasma rotating electrode process for superalloys // Powder Technology. 2018. Vol. 336. P. 406–414. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.06.002>
22. Zhao Y., Numata H., Bian H., Wako K., Yamanaka K., Aoyagi K., Chiba A. Centrifugal granulation behavior in metallic powder fabrication by plasma rotating electrode process // Scientific Reports. 2020. Vol. 10. No. 1. P. 1–15. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-75503-w>
23. Кошелев В.Я., Кузнецов В.А., Сухов Д.И. К вопросу о производстве гранул крупностью менее 200 мкм из титановых сплавов методом плазменной плавки и центробежного распыления литой заготовки // Технология легких сплавов. 2010. № 2. С. 44–48.
24. Zou L., Liu X., Xie H., Mao X. High-quality Ti-6Al-4V alloy powder by plasma rotating electrode process and its processibility in hot Textbook for universities. Moscow: Metallurgiya, 1987, 792 p. (In Russ.).
9. Lawley A. Atomization of specialty alloy powders. JOM. 1981, vol. 33, no. 1, pp. 13–18. <https://doi.org/10.1007/BF03354395>
10. Entezarian M., Allaire F., Tsantrizos p., Drew R.A.L. Plasma atomization: A new process for the production of fine, spherical powders. JOM. 1996, vol. 48, no. 6, pp. 53–55. <https://doi.org/10.1007/BF03222969>
11. Antony L.V.M., Reddy G.R. Processes for production of high-purity metal powders. JOM. 2003, vol. 55, no. 3, pp. 14–18. <https://doi.org/10.1007/s11837-003-0153-4>
12. Sun P., Fang Z.Z., Zhang Y., Xia Y. Review of the methods for production of spherical Ti and Ti alloy powder. JOM. 2017, vol. 69, no. 10, pp. 1853–1860. <https://doi.org/10.1007/s11837-017-2513-5>
13. Li Y., Song M., Zhang X., Zhang W., Li Yan, Zhang Y. Preparation of titanium alloy powder by plasma rotating electrode process. Materials Science Forum. 2020, vol. 993, pp. 79–85. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.993.79>
14. Zhang M.J., Li F.G., Wang S.Y., Liu C.Y. Effect of powder preparation technology on the hot deformation behavior of HIPed P/M nickel-base superalloy FGH96. Materials Science and Engineering: A. 2011, vol. 528, no. 12, pp. 4030–4039. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.118>
15. Zdujic M., Uskokovic D. Production of atomized and alloy powders by the rotating electrode process. Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics. 1990, vol. 29, pp. 673–683. <https://doi.org/10.1007/BF00795571>
16. Butrim V.N., Logacheva A.I. Metallurgy of titanium alloy granules in JSC “Composite”. Tekhnologiya legkikh splavov. 2010, no. 1, pp. 187–190. (In Russ.).
17. Sinha O.P., Singh A.K., Ramachandra C., Gupta R.C. Plasma-melted nitrogen-bearing cast stainless steels - microstructure and tensile properties. Metallurgical Transactions A. 1992, vol. 23, no. 12, pp. 3317–3324. <https://doi.org/10.1007/BF03024539>
18. Sinha O.P., Gupta R.C. Nitrogen absorption rate under plasma arc compared to resistance and induction melting. ISIJ International. 1994, vol. 34, no. 3, pp. 295–297. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.34.295>
19. Nie Y., Tang J., Teng J., Ye X., Yang B., Huang J., Yu S., Li Y. Particle defects and related properties of metallic powders produced by plasma rotating electrode process. Advanced Powder Technology. 2020, vol. 31, no. 7, pp. 2912–2920. <https://doi.org/10.1016/j.apr.2020.05.018>
20. Tang J., Nie Y., Lei Q., Li Y. Characteristics and atomization behavior of Ti-6Al-4V powder produced by plasma rotating electrode process. Advanced Powder Technology. 2019, vol. 30, no. 10, pp. 2330–2337. <https://doi.org/10.1016/j.apr.2019.07.015>
21. Liu Y., Liang S., Han Z., Song J., Wang Q. A novel model of calculating particle in plasma rotating electrode process for superalloys. Powder Technology. 2018, vol. 336, pp. 406–414. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.06.002>
22. Zhao Y., Numata H., Bian H., Wako K., Yamanaka K., Aoyagi K., Chiba A. Centrifugal granulation behavior in metallic powder fabrication by plasma rotating electrode process. Scientific Reports. 2020, vol. 10, no. 1, pp. 1–15. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-75503-w>
23. Koshelev V.Ya., Kuznetsov V.A., Sukhov D.I. On production of granules with particle size of less than 200 microns from Ti alloys by plasma melting and centrifugal spraying of a cast billet. Tekhnologiya legkikh splavov. 2010, no. 2, pp. 44–48. (In Russ.).
24. Zou L., Liu X., Xie H., Mao X. High-quality Ti-6Al-4V alloy powder by plasma rotating electrode process and its processibility in hot

- isostatic pressing // *High Performance Structural Materials*. 2018, p. 61–67. https://doi.org/10.1007/978-981-13-0104-9_8
25. Струков Н.Н., Белинин Д.С., Кучев П.С., Шичицын Ю.Д. Регулирование размера частиц порошков при плазменном распылении пруткового материала // Вестник Пермского государственного технического университета. Машиностроение, материаловедение. 2011. Том 13. № 3. С. 117–121.
 26. Рудской А.И., Соколов Ю.А., Копяев В.Н. Особенности моделирования процесса получения гранул методом PREP // Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. 2015. № 1 (214). С. 123–129. <https://doi.org/10.5862/JEST.214.14>
 27. Государственная служба стандартных справочных данных в области использования атомной энергии. База данных по теплофизическим свойствам газов и их смесей, используемых в ЯЭУ. URL: <https://gsssd-rosatom.mephi.ru/DB-tp-02/Ar.php>
 28. Литвиненко А.И., Жудра А.П., Белый А.И. Анализ и кинетика процесса термоцентрифужного распыления слитков из плавящихся карбидов вольфрама // Современная электрометаллургия. 2013. № 2. С. 29–35.
 29. Сентюрина Ж.А. Получение сферических порошков из сплавов на основе алюминидов никеля NiAl для аддитивных технологий: Диссертация ... кандидата технических наук. Москва, 2016. 168 с.
 - isostatic pressing. *High Performance Structural Materials*. 2018, pp. 61–67. https://doi.org/10.1007/978-981-13-0104-9_8
 25. Strukov N.N., Belinin D.S., Kuchev P.S., Shchitsyn Yu.D. Regulation of powders particles size during plasma spraying of bar material. *Vestnik Permskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Mashinostroenie, materialovedenie*. 2011, vol. 13, no. 3, pp. 117–121. (In Russ.).
 26. Rudskoi A.I., Sokolov Yu.A., Kopaev V.N. Features of modeling granules obtaining by PREP method. *Nauchno-tekhnicheskie ведомosti Sankt-Peterburgskogo gosudarstvennogo politekhnicheskogo universiteta*. 2015, no. 1 (214), pp. 123–129. (In Russ.). <https://doi.org/10.5862/JEST.214.14>
 27. *State Service of Standard Reference Data in the Field of Atomic Energy Use. Database on Thermophysical Properties of Gases and Their Mixtures used in Nuclear Power Plants*. Available at URL: <https://gsssd-rosatom.mephi.ru/DB-tp-02/Ar.php>. (In Russ.).
 28. Litvinenko A.I., Zhudra A.P., Belyi A.I. Analysis and kinetics of thermal centrifugal spraying of ingots from melted tungsten carbides. *Sovremennaya elektrometallurgiya*. 2013, no. 2, pp. 29–35. (In Russ.).
 29. Sentyurina Zh.A. *Production of spherical powders from nickel aluminide-based alloys NiAl for additive technologies: Cand. Tech. Sci. Diss.* Moscow: 2016, 168 p. (In Russ.).

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Владимир Дмитриевич Католиков, аспирант кафедры металлургии стали, новых производственных технологий и защиты металлов, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»; инженер-технолог, ООО «НПФ «КОМТЕРМ»
ORCID: 0000-0001-7554-1467
E-mail: vdkatolikov@yandex.ru

Александр Евгеньевич Семин, д.т.н., профессор кафедры металлургии и материаловедения, Старооскольский технологический институт им. А.А. Угарова, филиал НИТУ МИСиС
ORCID: 0000-0002-3287-5835
E-mail: asemin2007@yandex.ru

Ольга Александровна Комолова, к.т.н., доцент кафедры металлургии стали, новых производственных технологий и защиты металлов, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»; старший научный сотрудник лаборатории диагностики материалов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН
ORCID: 0000-0001-9517-8263
E-mail: o.a.komolova@gmail.com

Иван Александрович Логачев, к.т.н., ведущий инженер лаборатории гибридных аддитивных технологий, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»
ORCID: 0000-0002-8216-1451
E-mail: ivan@logachev.biz

Роман Евгеньевич Бочерилов, аспирант кафедры энергоэффективных и ресурсосберегающих промышленных технологий, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»
ORCID: 0000-0002-7315-3222
E-mail: Romann961@gmail.com

Владислав Андреевич Лакиза, аспирант кафедры «Обработка металлов давлением», Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»
ORCID: 0000-0001-7788-1318
E-mail: lvladislavl@mail.ru

Vladimir D. Katolikov, Postgraduate of the Chair of Metallurgy of Steel, New Production Technologies and Metal Protection, National University of Science and Technology “MISIS”; Engineer-Technologist, LLC “RPC KOMTERM”
ORCID: 0000-0001-7554-1467
E-mail: vdkatolikov@yandex.ru

Aleksandr E. Semin, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair “Metallurgy and Metallography”, Ugarov Stary Oskol Technological Institute of National University of Science and Technology “MISIS”
ORCID: 0000-0002-3287-5835
E-mail: asemin2007@yandex.ru

Ol'ga A. Komolova, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Metallurgy of Steel, New Production Technologies and Metal Protection, National University of Science and Technology “MISIS”; Senior Researcher of the Laboratory of Materials Diagnostics, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0001-9517-8263
E-mail: o.a.komolova@gmail.com

Ivan A. Logachev, Cand. Sci. (Eng.), Leading Engineer of the Laboratory of Hybrid Additive Technologies, National University of Science and Technology “MISIS”
ORCID: 0000-0002-8216-1451
E-mail: ivan@logachev.biz

Roman E. Bocherikov, Postgraduate of the Chair “Energy-Efficient and Resource-Saving Industrial Technologies”, National University of Science and Technology “MISIS”
ORCID: 0000-0002-7315-3222
E-mail: Romann961@gmail.com

Vladislav A. Lakiza, Postgraduate of the Chair “Metal Forming”, National University of Science and Technology “MISIS”
ORCID: 0000-0001-7788-1318
E-mail: lvladislavl@mail.ru

ВКЛАД АВТОРОВ

CONTRIBUTION OF THE AUTHORS

В. Д. Католиков – формирование основной концепции работы, обобщение результатов исследований, построение математической модели, проведение расчетов, интерпретация результатов исследования, формирование выводов.

А. Е. Семин – научное руководство, постановка цели и задачи работы, обобщение результатов исследования, корректировка выводов.

О. А. Комолова – научное руководство, доработка текста, формулировка выводов.

И. А. Логачев – проведение полупромышленных испытаний.

Р. Е. Бочериков – анализ и обобщение литературных данных.

В. А. Лакиза – сбор и систематизация данных.

V. D. Katolikov – formation of the main concept of the article, generalization of the research results, construction of a mathematical model, calculations, interpretation of the research results, formation of the conclusions.

A. E. Semin – scientific guidance, setting goals and objectives of the work, summarizing the research results, correcting the conclusions.

O. A. Komolova – scientific guidance, revision of the text, formulation of the conclusions.

I. A. Logachev – semi-industrial testing.

R. E. Bocherikov – analysis and generalization of literary data.

V. A. Lakiza – collection and systematization of the data.

Поступила в редакцию 26.04.2022

После доработки 16.06.2022

Принята к публикации 20.06.2022

Received 26.04.2022

Revised 16.06.2022

Accepted 20.06.2022