

УДК 621.74.01, 669.14.018, 669.18, 669.15

# МОДЕЛИРОВАНИЕ УСЛОВИЙ ФОРМИРОВАНИЯ ДЕНДРИТНОЙ СТРУКТУРЫ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА ПРИ ГАЗОВОЙ АТОМИЗАЦИИ

© 2013 г. **В. Ш. Суфияров, В. М. Голод, Е. Л. Гюлиханданов**

Санкт-Петербургский государственный политехнический университет (СПбГПУ)

**В. Ш. Суфияров** – аспирант кафедры исследований структуры и свойств материалов СПбГПУ (195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, д. 29). E-mail: vadim.spbstu@yandex.ru.

**Е. Л. Гюлиханданов** – докт. техн. наук, профессор той же кафедры. Тел.: (812) 552-89-69.

**В. М. Голод** – канд. техн. наук, профессор кафедры физикохимии литейных сплавов и процессов СПбГПУ. Тел.: (812) 552-72-43. E-mail: Cheshire@front.ru.

Представлена модель охлаждения и кристаллизации капли расплава, полученной с помощью технологии газовой атомизации. Оценено влияние технологических параметров этого метода на конечную макро- и микроструктуру. Установлена зависимость междуосных промежутков дендритов от диаметра частиц. Сравнение микроструктуры экспериментально изученных частиц с расчетными данными, полученными на основе представленной модели, показало их хорошую достоверность.

**Ключевые слова:** газовая атомизация, компьютерное моделирование, кристаллизация, дендритная структура.

A model of cooling and crystallization of a melt drop produced by gas atomization is presented. The effect of process parameters of this method on the macro- and microstructure has been estimated. The particle diameter dependence of dendrite inter-axial gaps is established. Comparison of the microstructure of experimentally studied particles with the calculated data shows the good fidelity.

**Key words:** gas atomization, computer simulation, crystallization, dendrite structure.

## ВВЕДЕНИЕ

В последнее время интерес к так называемым технологиям быстрого прототипирования является весьма высоким [1]. Наиболее распространенные из них – селективное лазерное спекание и селективное лазерное плавление, с помощью которых изготавливаются геометрически сложные объекты путем послойного спекания или сплавления порошкового материала лазерным излучением.

Одним из самых продуктивных методов получения порошкового материала для таких технологий является газовая атомизация, в ходе которой струя расплавленного металла разбивается с помощью потока газа, что позволяет получать порошки со сферической формой частиц разного диаметра из практически любого расплава.

Цель данной работы – изучение процессов кристаллизации и определение с помощью компьютерного моделирования факторов, наиболее сильно влияющих на дендритную структуру при газовой атомизации сталей.

## МАТЕМАТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ГАЗОВОЙ АТОМИЗАЦИИ

Рассмотрена модель охлаждения капель расплава при газовой атомизации, с помощью которой анализируются условия неравновесной кристаллизации дендритной структуры сплава, являющегося многокомпонентным твердым раствором на основе железа.

При формировании модели были сделаны следующие допущения:

- капли имеют сферическую форму, диаметр и объем которых являются постоянными;
- механическое взаимодействие и теплообмен между каплями не исследуются;
- рассматривается движение капель в ламинарном газовом потоке по осевой линии рабочей камеры атомизатора;
- зарождение кристаллов протекает объемно, их равноосный рост происходит в условиях неравновесной кристаллизации;
- перепад температур между центром капли и ее поверхностью незначителен.

На протяжении полета капль в атомизаторе происходят их интенсивное охлаждение, полное затвердевание и достижение температуры окружающего газа.

Полное описание модели в условиях равновесной кристаллизации с указанием всех исходных параметров приведено в [2], а в данной работе представлены основные уравнения, описывающие изменение скорости полета в потоке газа и температуры капли, и рассмотрены неравновесные условия кристаллизации.

Решение газодинамической задачи движения капли в потоке газа базируется на уравнении [3]

$$\rho_d V_d \frac{d\vartheta_d(\tau)}{d\tau} = V_d(\rho_d - \rho_g)g + \frac{1}{2} \rho_g F_d C_d |\vartheta_{отн}|(\vartheta_{отн}), \quad (1)$$

где  $d$ ,  $\vartheta_d$ ,  $V_d$ ,  $\rho_d$ ,  $F_d$  – диаметр, скорость, объем, плотность и наибольшая площадь поперечного сечения капли соответственно;  $\rho_g$ ,  $\mu_g$  – плотность и динамическая вязкость газа при температуре  $T_g$ ;  $\vartheta_g$  – осевая скорость потока газа;  $g$  – ускорение свободного падения;  $\vartheta_{отн} = \vartheta_g - \vartheta_d$  – скорость движения потока газа относительно капли расплава;  $C_d$  – коэффициент аэродинамического сопротивления, который для сферических частиц рассчитывали по выражению [3, 4]

$$C_d = 0,28 + \frac{6}{Re} + \frac{21}{\sqrt{Re}}, \quad Re = \frac{|\vartheta_{отн}| \rho_g d}{\mu_g}.$$

Изучаемый в работе расплав имеет высокую температуру плавления, поэтому капли охлаждаются не только за счет конвективного теплообмена с окружающим потоком газа, но и посредством излучения. Уравнение баланса энергии для капли в газовом потоке имеет вид

$$-V_d \rho_d (c_d \frac{dT_d}{d\tau} - L \frac{df_s}{d\tau}) = h S_d (T_d - T_g) + \sigma \epsilon S_d (T_d^4 - T_g^4). \quad (2)$$

Здесь  $T_d$  – температура капли расплава;  $c_d$  – его удельная теплоемкость при температуре  $T_d$ ;  $\tau$  – время полета капли в потоке газа;  $S_d$  – площадь поверхности капли;  $\sigma$  – постоянная Стефана–Больцмана;  $\epsilon$  – степень черноты поверхности;  $L$  – скрытая теплота кристаллизации;  $f_s$  – доля выделившейся твердой фазы;  $h$  – коэффициент конвективной теплоотдачи, определяемый по соотношению [5]

$$h = (K_g/d)(2 + 0,6Re^{1/2}Pr^{1/3}), \quad Pr = C_g \mu_g / (\rho_g K_g),$$

где  $K_g$  – коэффициент теплопроводности газа.

Изменение доли твердой фазы рассчитывали по уравнению Колмогорова для условий объемного возникновения гетерогенных центров кристаллизации и их равномерного роста во всех направлениях [6]:

$$df_s/d\tau = 4\pi(1 - f_s)N_z \vartheta_z(\tau) R_z^2(\tau). \quad (4)$$

Здесь  $N_z$ ,  $R_z$  – объемная плотность и размер сферических центров кристаллизации;  $\vartheta_z$  – линейная скорость роста зародышей, которая может быть описана в зависимости от переохлаждения ( $\Delta T_d$ ) уравнением [6]

$$\vartheta_z(\tau) = k_\vartheta \Delta T_d(\tau),$$

где  $k_\vartheta$  – коэффициент скорости роста зародышей. Величина  $\Delta T_d$  оценивается соотношением

$$\Delta T_d = T_l - T_d,$$

в котором температуру ликвидуса остаточной жидкой фазы ( $T_l$ ) с учетом перераспределения легирующих компонентов между фазами в процессе кристаллизации вычисляли по формуле

$$T_l = T_{l,0} - \sum p_i (C_{l,i} - C_{0,i}),$$

где  $T_{l,0}$  – температура ликвидуса расплава исходного состава;  $p_i$  – наклон поверхности ликвидуса для  $i$ -го компонента сплава по диаграмме состояния;  $C_{0,i}$ ,  $C_{l,i}$  – начальная и текущая концентрации  $i$ -го компонента в жидкой фазе.

Перераспределение компонентов между жидкой и твердой фазами при неравновесных условиях кристаллизации рассчитывали по уравнению [7]

$$\frac{dC_{l,i}}{df_s} = \frac{C_{l,i}(1 - k_i)}{1 - f_s[1 - 2\alpha_i/(2\alpha_i + 1)k_i]}, \quad (5)$$

где  $k_i$  – коэффициент распределения  $i$ -го компонента, определяемый по диаграмме состояния;  $\alpha_i = (8D_i^S/\lambda_2^2)\tau_3$  – безразмерное время диффузии;  $D_i^S$  – коэффициент диффузии в твердой фазе;  $\tau_3$  – локальная продолжительность затвердевания;  $\lambda_2$  – расстояние между дендритными осями 2-го порядка.

**Исходные данные для моделирования.** В качестве базового сплава для расчета принята сталь X12CrMoV, для которой в работе [8] приведены результаты экспериментального исследования

**Таблица 1.** Химический состав и параметры равновесной диаграммы состояния исследуемой стали

Показатель	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo
Содержание элементов, мас.%	0,20	0,47	0,24	11,59	0,39	0,98
Коэффициент распределения	0,14	0,75	0,64	0,89	0,86	0,67
Тангенс угла наклона поверхности ликвидуса, К/мас.%	92,6	4,0	22,9	1,45	5,13	3,1

порошков, полученных газовой атомизацией ( $\lambda_2 = 54,4 \vartheta_{\text{охл}}^{-0,33}$ ). Ее химический состав, а также связанные с диаграммой состояния параметры, вычисленные с помощью термодинамического моделирования с использованием программного комплекса POLYTherm [9], приведены в табл. 1. В качестве рабочего газа для сравнительного расчета использовали азот, аргон и гелий, характеристики которых взяты из работ [5, 10].

Кристаллизационные параметры оценивали по данным [8]: объемную плотность зародышей изменяли в пределах  $N_z = 9 \cdot 10^{14} \div 3 \cdot 10^{17} \text{ м}^{-3}$ , константу скорости их роста –  $k_g = (0,6 \div 21,0) \cdot 10^{-3} \text{ м}/(\text{К} \cdot \text{с})$ .

**Результаты моделирования.** Представленные ниже зависимости получены при следующих базовых параметрах модели (в отсутствие других примечаний на рисунках и подписях к ним):

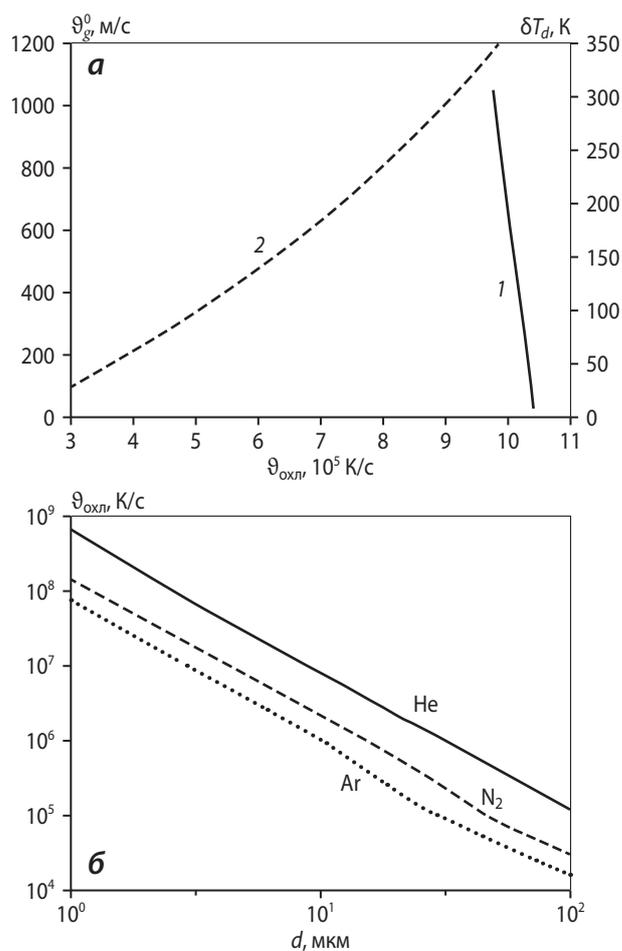
- начальная температура расплава 1750 °С;
- начальная скорость газа 1200 м/с;
- объемная плотность зародышей в расплаве  $7,5 \cdot 10^{16} \text{ м}^{-3}$ ;
- константа скорости роста зародышей  $2,1 \cdot 10^{-2} \text{ м}/(\text{К} \cdot \text{с})$ ;
- диаметр капли расплава 50 мкм;
- используемый газ – гелий.

Большое значение для получения требуемых свойств структуры затвердевшего металла имеют параметры, характеризующие изменение температуры в интервале кристаллизации, в частности – средняя скорость охлаждения в интервале кристаллизации ( $\vartheta_{\text{охл}}$ ), которая согласно ряду исследований [8, 11–13] определяет размеры промежутков между вторичными ветвями дендритов [14].

Зависимости, представленные на рис. 1, а, показывают, что изменение величины  $\vartheta_g^0$  от 100 до 1200 м/с может в несколько раз увеличить среднюю скорость охлаждения в интервале кристаллизации, а изменение начального перегрева расплава ( $\delta T_d$ ) относительно равновесной температуры ликвидуса в пределах 10–310 К слабо влияет на данный параметр.

Уменьшение диаметра охлаждаемой капли (со 100 до 1 мкм) приводит к значительному росту средней скорости охлаждения в интервале кристаллизации (см. рис. 1, б). Это влияние с хорошей степенью достоверности ( $R^2 = 0,99$ ) аппроксимируется с помощью степенных зависимостей  $\vartheta_{\text{охл}} = f(d)$ , К/с ( $d$  – диаметр капли, мкм):

$$\begin{aligned} \vartheta_{\text{охл}} &= 7,5 \cdot 10^7 d^{-1,89} \text{ для Ar,} \\ \vartheta_{\text{охл}} &= 6,3 \cdot 10^8 d^{-1,87} \text{ для He,} \\ \vartheta_{\text{охл}} &= 1,5 \cdot 10^8 d^{-1,86} \text{ для N}_2. \end{aligned} \quad (6)$$



**Рис. 1.** Изменение средней скорости охлаждения в интервале кристаллизации в зависимости от начального перегрева расплава (кр. 1) и скорости потока газа (кр. 2,  $d = 50$  мкм) (а), а также от диаметра капли и типа газа (б)

Достижимые при газовой атомизации условия охлаждения реально обеспечивают  $\vartheta_{\text{охл}} = 10^4 \div 10^8$  К/с, что позволяет получить значительное переохлаждение расплава ( $\Delta T_d$  до 200 К) и за счет этого добиться интенсивного измельчения дендритной структуры.

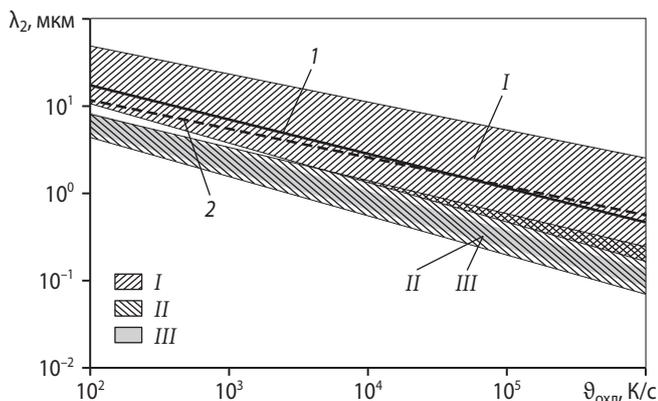
Из представленных на рис. 1 данных следует, что фактором, наиболее сильно влияющим на среднюю скорость охлаждения в интервале кристаллизации при получении порошков с помощью газовой атомизации, является размер капель. Тип и начальная скорость рабочего газа также могут существенно изменить структурные характеристики получаемых порошков, а влияние перегрева расплава значительно меньше.

**Прогнозирование дендритной микроструктуры сплавов.** Среднюю скорость охлаждения, вычисляемую по результатам моделирования, можно использовать для определения расстояний между вторичными ветвями дендритов с помощью полуэмпирической формулы, получившей подтверждение для широкого круга сплавов и условий охлаждения [8, 12, 13]:

$$\lambda_2 = a \vartheta_{\text{охл}}^{-b}, \quad (7)$$

где  $a$  и  $b$  – коэффициенты, зависящие от характеристик изучаемого сплава. В работе [13] приведены сводные данные о значениях  $a$  и  $b$  для различных сталей, условно разделенных по степени легирования на 3 группы (рис. 2).

Области, соответствующие быстрорежущим (III) и нержавеющей (II) сталям, практически сов-



**Рис. 2.** Изменение расстояний между ветвями дендритов 2-го порядка в зависимости от локальной скорости охлаждения для сталей различного класса. Обл. I – легированные стали, II – нержавеющей, III – быстрорежущие. Линия 1 отвечает средним значениям  $\lambda_2$  для легированных сталей, 2 – для исследуемой марки X12CrMoV

падают. Для легированных сталей разброс значений  $\lambda_2$  в области I является наиболее широким, а сама она находится выше обл. II и III, поскольку увеличение уровня легирования стали вызывает уменьшение  $\lambda_2$  при равных  $\vartheta_{\text{охл}}$ . Линия 1 отвечает средним значениям  $\lambda_2$  для легированных сталей ( $a = 106$  мкм,  $b = 0,39$ ) [10]. Штриховая линия 2, построенная для исследуемой стали, полностью находится в области I легированных сталей и близка к осредненной линии I в интервале  $\vartheta_{\text{охл}} = 10^4 \div 10^6$  К/с.

Увеличение скорости охлаждения приводит к уменьшению относительных различий для междоосных расстояний дендритов разных типов сталей. Поэтому использование модели атомизации расплава, представленной формулами (1)–(5) для оценки достигаемых значений  $\vartheta_{\text{охл}}$ , позволяет прогнозировать микроструктуру широкого круга сплавов на основе железа, получаемых с помощью рассматриваемой технологии, опираясь на обобщенные данные для исследованных легированных сталей [8, 13]. Совмещение полученных на основе компьютерного моделирования зависимостей  $\vartheta_{\text{охл}} = f(d)$  (6) с уравнением (7) дает возможность определить зависимость расстояний между дендритными осями 2-го порядка от диаметра капли в интервале от 1 до 100 мкм при использовании различных типов газа (табл. 2) обобщенным соотношением вида

$$\lambda_2 = md^n. \quad (8)$$

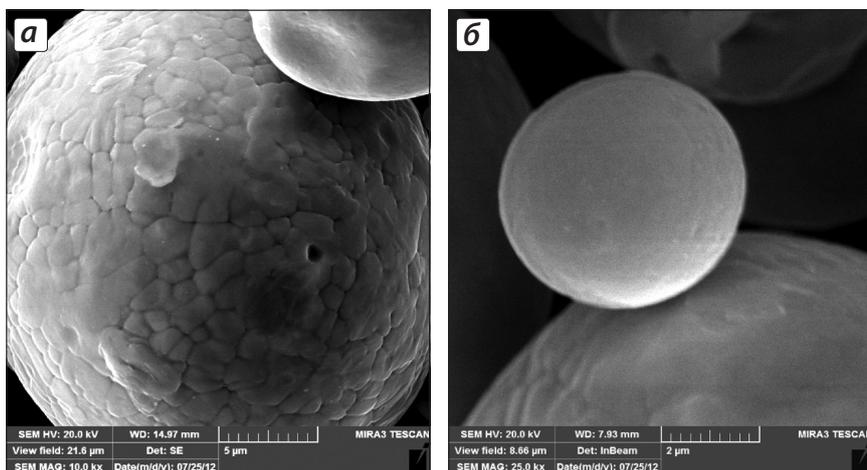
**Исследование микроструктуры порошков стали,** полученных газовой атомизацией в аргоне, проводили с помощью оптического микроскопа Leica-DMI5000 при увеличениях  $50\times - 1000\times$  и сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) TESCAN Mira-3M.

Ввиду того, что затвердевание порошков с помощью газовой атомизации происходит бестигельным способом, поверхность крупных частиц является неровной (рис. 3, а) и отображает литую структуру материала на СЭМ-изображениях без какого-либо травления, в то время как поверхность мелких

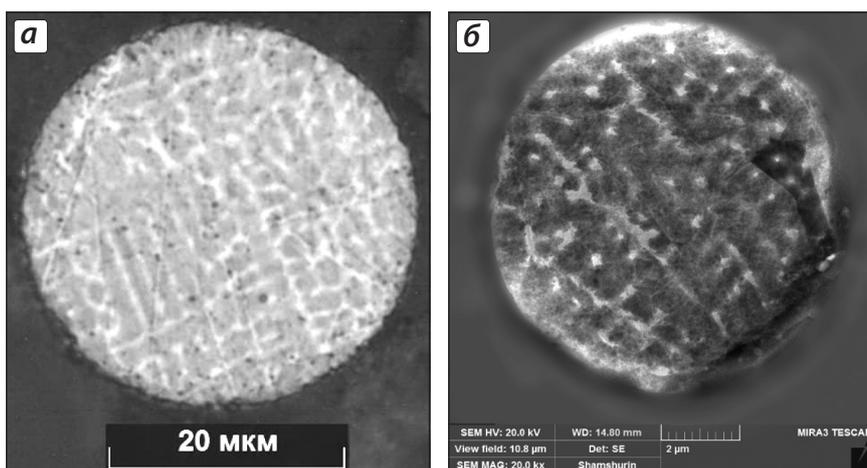
**Таблица 2.** Коэффициенты  $m$  и  $n$  в уравнении (8)

Тип газа	Исследуемая сталь		Легированная сталь*	
	$m$ , мкм	$n$	$m$ , мкм	$n$
Ar	0,137	0,62	0,090	0,74
N <sub>2</sub>	0,109	0,61	0,069	0,73
He	0,068	0,62	0,039	0,73

\* Осредненная зависимость.

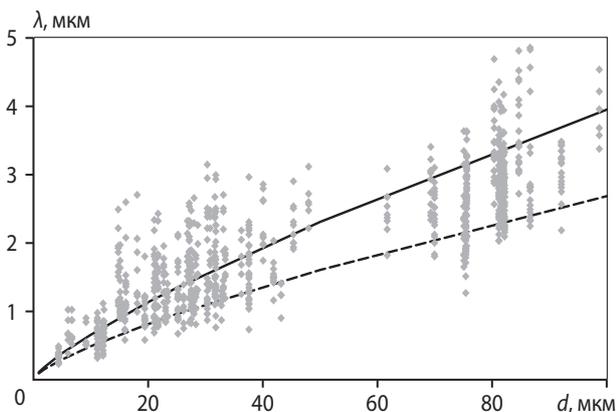


**Рис. 3.** СЭМ-изображения поверхности крупных (а) и мелких (б) частиц порошков стали, полученных при помощи газовой атомизации



**Рис. 4.** Дендритная микроструктура порошков стали X12CrMoV, полученная с использованием оптического микроскопа (а) и СЭМ (б) Травление проведено с помощью реактива, содержащего, г: 1 ÷ 2 NH<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>H, 0,5 ÷ 1,0 NH<sub>4</sub>FHF и 3 K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, разведенных в 100 мл дистиллированной воды

( $d < 5$  мкм) частиц является гладкой (рис. 3, б). Типичная дендритная микроструктура порошков стали X12CrMoV представлена на рис. 4.



**Рис. 5.** Изменение междоусных промежутков вторичных ветвей дендритов в зависимости от диаметра частиц Точки – эксперимент, сплошная и штриховая кривые – расчет по уравнению  $\lambda_2 = 0,09d^{0,74}$  для средней линии легированных сталей при начальной скорости газа  $\vartheta_g^0 = 100$  и  $1200$  м/с соответственно

Для исследованных образцов были измерены расстояния между ветвями дендритов, образующие широкую область разброса соответственно различным условиям теплообмена в потоке газа.

На рис. 5 сопоставлены расчетные зависимости для крайних значений начальной скорости газа, представляющих разные условия затвердевания при атомизации. Значение  $\vartheta_g^0 = 1200$  м/с соответствует наиболее быстрым частицам осевой зоны газового потока, а  $\vartheta_g^0 = 100$  м/с – частицам, отклоняющимся от осевой траектории. Сравнение экспериментальных данных с расчетными (см. табл. 2), приведенное на рис. 5, показывает их хорошее соответствие.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Рассмотренная модель охлаждения капли расплава, полученной с помощью технологии газовой атомизации, учитывает изменение скорости капли и окружающего ее потока газа и позволяет анали-

зирать изменения температуры, доли твердой фазы и состава жидкой фазы во время полета частицы в ходе ее кристаллизации. Исследованные в работе зависимости скоростей потока газа и капли, их относительной скорости, а также полученные значения интенсивности охлаждения при изменении диаметра капель и типа газа, перегрева расплава и начальной скорости потока использованы для оценки влияния технологических параметров газовой атомизации на конечную микроструктуру.

По результатам исследования литой структуры частиц определена экспериментальная зависимость междуосных промежутков дендритов от диаметра частиц. Предложен подход, позволяющий оценить параметры дендритной структуры порошков на основании компьютерного анализа условий их получения. Проведенное сравнение микроструктуры экспериментально изученных образцов с расчетом, выполненным на основе моделирования условий кристаллизации частиц при газовой атомизации, показало их хорошую достоверность.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Rapid Prototyping Journal. Emerald Group Publishing, 1995–2012.
2. Суфияров В. Ш., Голод В. М., Гюлиханов Е. Л. // Сб. 9-й Всерос. науч.-практ. конф. «Литейное производство сегодня и завтра». СПб.: Изд-во СПбГПУ, 2012. С. 466.
3. Ashgriz N. Handbook of atomization and sprays. Theory and applications. Springer Sci. Business Media, 2011.
4. Юркинский В. П., Сладков И. Б., Зайцев В. А. Теплотехника. Теплоассоциация: Учеб. пос. СПб.: Изд-во: СПбГПУ, 2007.
5. Wiskel J., Henein H., Maire E. // Can. Met. Quart. 2002. Vol. 41, № 1. P. 97.
6. Баландин Г. Ф. Формирование кристаллического строения отливок. М.: Машиностроение, 1973.
7. Голод В. М., Савельев К. Д. Вычислительная термодинамика в материаловедении. СПб. Изд-во: СПбГПУ, 2010.
8. Pryds N. H., Pedersen A. S. // Metall. Mater. Trans. 2002. Vol. 33A. P. 3755.
9. Голод В. М., Савельев К. Д., Басин А. С. Моделирование и компьютерный анализ кристаллизации многокомпонентных сплавов на основе железа. СПб.: Изд-во: СПбГПУ, 2008.
10. Henein H. et al. // Can. Met. Quart. 2010. Vol. 49, № 3. P. 275.
11. Lavernia E. J., Srivatsan T. S. // J. Mater. Sci. 2010. Vol. 45. P. 287.
12. Lavernia E. J., Ayers J., Srivatsan T. S. // Int. Mat. Rev. 1992. Vol. 37. P. 1.
13. Volkova O., Heller H-P., Janke D. // ISIJ Int. 2003. Vol. 43, № 11. P. 1724.

УДК 621.762

## ЛАЗЕРНАЯ ОБРАБОТКА СПЕЧЕННОЙ ПОРОШКОВОЙ СТАЛИ СПН14А7М5

© 2013 г. **А. В. Маранц, Ж. А. Сентюринна, И. А. Ядройцева, В. К. Нарва, И. Ю. Смуров**

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва  
University of Lyon, National Engineering School of Saint-Etienne, France

**А. В. Маранц** – аспирант кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий МИСиС (119049, г. Москва, В-49, Ленинский пр-т, 4). E-mail: marants.alexandr@gmail.com.

**Ж. А. Сентюринна** – магистрант той же кафедры. E-mail: sentyurina\_misis@mail.ru.

**В. К. Нарва** – канд. техн. наук, профессор той же кафедры. Тел.: (495) 638-46-42. E-mail: zeinalova@rambler.ru.

**И. Ю. Смуров** – канд. физ.-мат. наук, директор лаборатории DIP1 Национальной школы инженерии Сент-Этьенна (ENISE) (74, rue des Acieries, 42000, Saint-Etienne, France). E-mail: smurov@enise.fr.

**И. А. Ядройцева** – канд. техн. наук, науч. сотр. той же лаборатории. E-mail: ina.yadroitsava@enise.fr.

Определено влияние пористости на распределение тепла в материале при лазерной обработке на примере спеченной стали СПН14А7М5 путем математического моделирования и подтверждения расчетных результатов экспериментальными. Изучено воздействие лазерной обработки на микроструктуру и свойства спеченной стали СПН14А7М5 и определены оптимальные режимы этого процесса.

**Ключевые слова:** лазер, порошковая металлургия, пористость, лазерная обработка, сталь, теплопроводность, микроструктура, зерна, мощность, скорость сканирования.

Taken sintered SPN14A7M5 steel as an example and using the mathematic simulation, the effect of porosity on the heat distribution in material during laser processing has been found. The calculated results have been verified by the experimental data. The effect of laser processing on the microstructure and properties of sintered SPN14A7M5 steel has been studied and the optimum conditions of the process have been found.

**Key words:** laser, powder metallurgy, porosity, laser processing, steel, thermal conduction, microstructure, grains, power, scanning rate.