



РОСАТОМ



НАУКА И ИННОВАЦИИ
управляющая компания

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ «РОСАТОМ»

Исследовательская база получения металлических порошков для аддитивных технологий

АТОМЭКСПО 2015

Н.М. Манцевич

01.06.2015

Москва

Разделы:

- I. Компетенции Госкорпорации «РОСАТОМ»
- II. Разработка технологий получения порошков
- III. Стандартизация
- IV. Оборудование

I. Компетенции Госкорпорации «РОСАТОМ»

Требуемые компетенции для реализации аддитивных технологий:



ГК «Росатом» располагает всем потенциальным комплексом компетенций и является Потребителем.

Составные части аддитивного производства



Интегратор – «Росатом»

Разработка технологий-

Блок по управлению инновациями/АО «Наука и инновации» + институты других дивизионов

Заказчик, серийный изготовитель –

Росатом, ОАК, ОРКК

Основные партнеры по консорциуму:

- ГНЦ РФ АО «Гиредмет»,
- АО «ВНИИХТ»,
- ГНЦ РФ АО НПО «ЦНИИТМАШ»,
- ИМЕТ РАН,
- ФГУП «ГНЦ РФ ТРИНИТИ»,
- ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ»,
- ФГУП «ПО «Старт»
- НИЯУ МИФИ,
- НИТУ «МИСиС».

II. Разработка технологий получения порошков

Skoltech

Skolkovo Institute of Science and Technology

Сколковский Институт Науки и Технологий

ПУБЛИЧНЫЙ АНАЛИТИЧЕСКИЙ ДОКЛАД ПО РАЗВИТИЮ НОВЫХ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

ОКТАБРЬ 2014

«В связи с неразвитостью российского металлургического порошковых для аддитивных машин в основном приходится закупать за рубежом.

Оптовая цена таких порошковых материалов на внешнем рынке примерно такова: чистый титан - €230/кг, сплав Ti-6Al-4V - €200/кг, сплав Co-Cr - €150/кг, сплавы Al - €70-90/кг, Inconel 625 - €75/кг. Российским потребителям они обходятся как минимум вдвое, а как правило втрое дороже.

В целях развития импортозамещающих перспективных технологий в России необходимо налаживать собственное производство установок для аддитивных технологий, наряду с развитием методов для получения сырья (порошков) с необходимыми характеристиками.»

Сегодня: требованиями к порошкам – размеры и форма частиц, однородность химического состава, стоимость.

Принципиальная технологическая схема
Паспортизованные отходы титана
марки ВТ1-00 и ВТ-6



Технология АО «Гиредмет» производства сферических порошков титана и его сплавов



Номенклатура продукции.

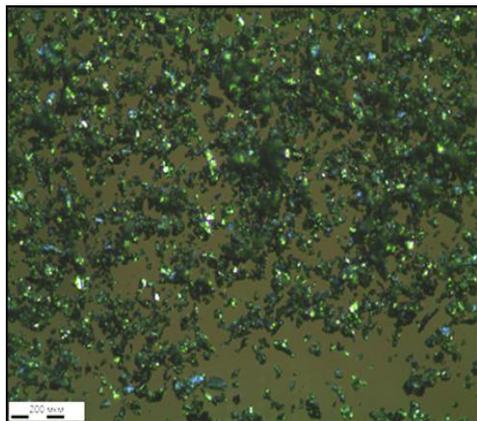
Порошки микрокристаллические: фракция 15-40 мкм, в том числе не менее 97%. Форма частиц порошка околосферическая. Содержание металлических примесей ниже 0,05% масс., содержание примесей внедрения не выше 0,02% масс.

Назначение разрабатываемых технологий.

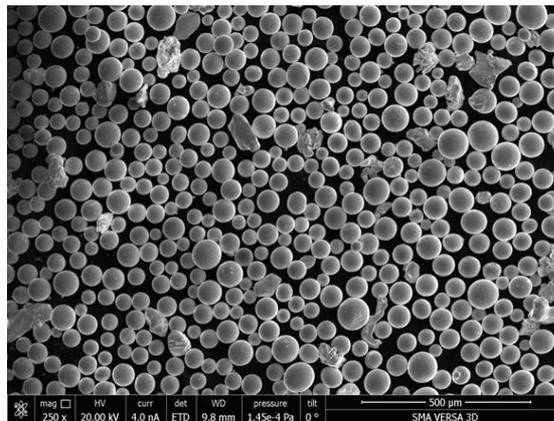
Разрабатываемые экспериментальные технологические процессы получения специальных порошковых материалов ВТ1-00, ВТ-6 с улучшенными потребительскими свойствами предназначены для различных технологий в обеспечение потребностей Госкорпорации «Росатом».

*) Работы выполняются при финансировании Минобрнауки РФ: соглашение №14.582.21.0004 от 03.10.2014

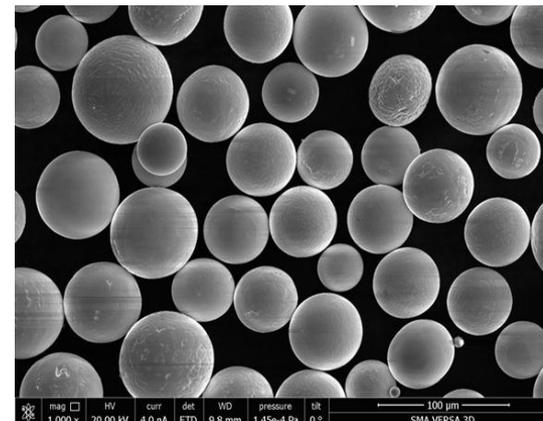
В АО «Гиредмет» получены сферические порошки титана крупностью ~20-40 мкм для 3D-печати.



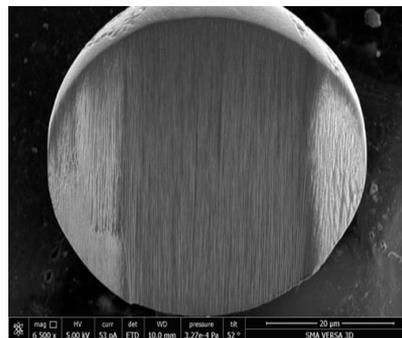
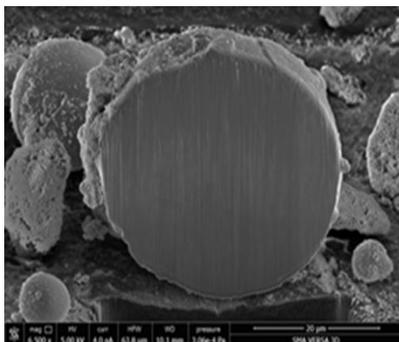
До сфероидизации



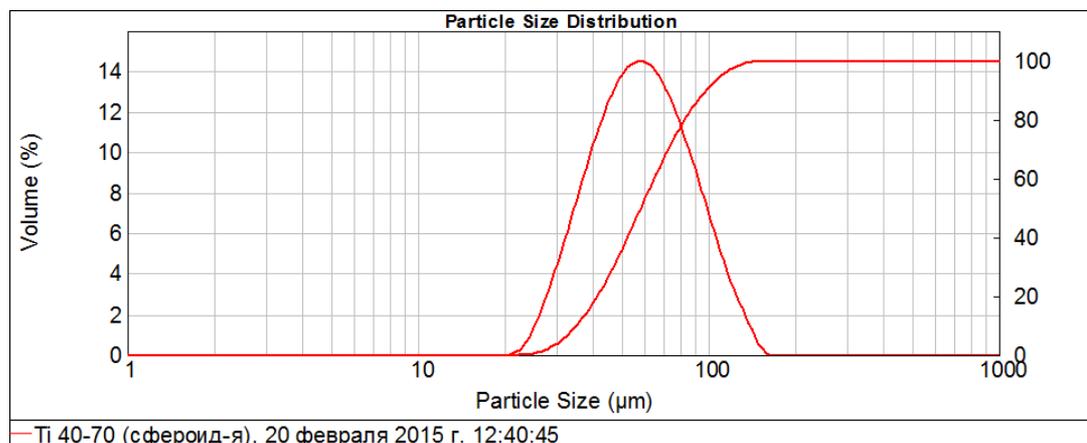
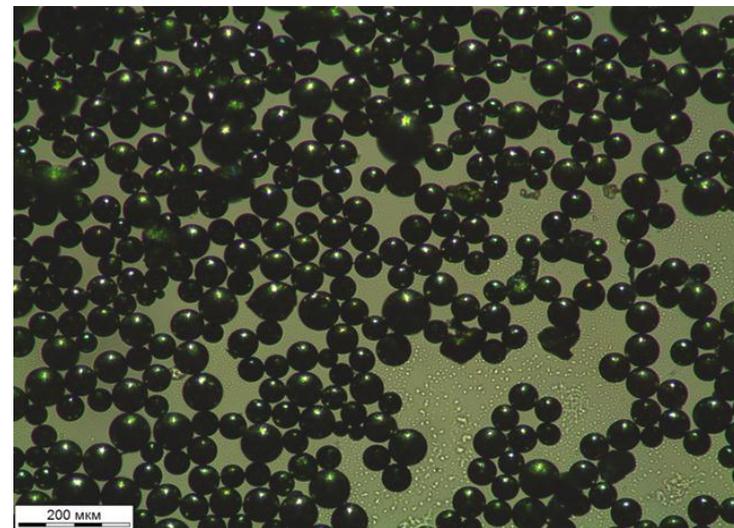
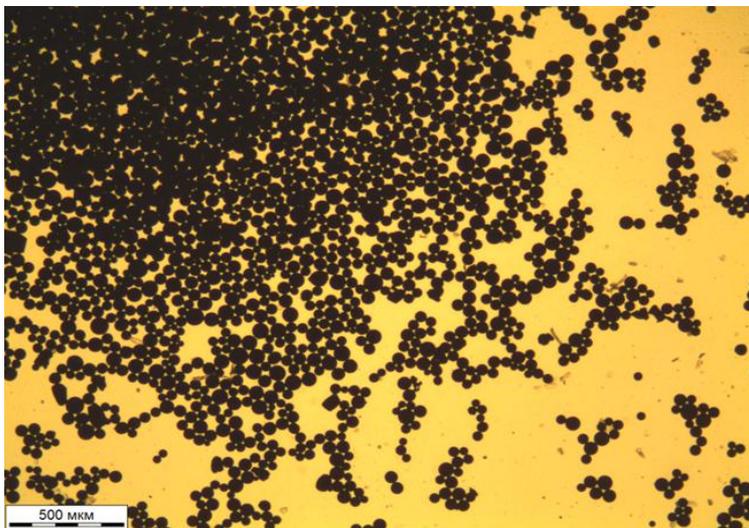
После сфероидизации



Послойное ионное травление показало отсутствие пор в частицах порошка



Технология АО «Гиредмет» может использоваться для получения порошков титана и его сплавов крупностью менее 10 мкм. Для поиска режимов необходимы технические характеристики порошков.



10-50 мкм
40% масс.

Распределение частиц

Технология АО «ВНИИХТ» производства порошков



Задачи и реализуемые мероприятия:

Разработка высокорентабельной технологии получения порошков стали 12Х18Н10Т методом металлотермического восстановления хлоридов металлов в расплаве солей, пригодных для использования в аддитивных технологиях:

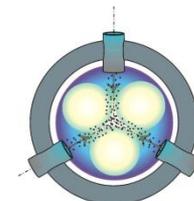
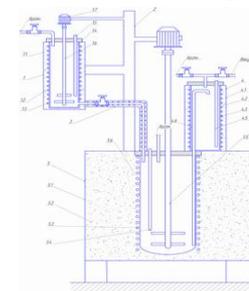
- переоснащение экспериментальной установки для получения порошков сталей методом металлотермического восстановления их хлоридов в расплаве солей обеспечивающая возможность нарабатывать опытные партии порошка стали 12Х18Н10Т с размером частиц в интервале 20-40 мкм.
- изготовление трёханодной плазменной установки для сфероидизации порошков нержавеющей стали 12Х18Н10Т.
- наработка опытных партий порошков стали 12Х18Н10Т с размером частиц сферической формы в интервале 20-40 мкм.
- проведение исследовательских испытаний наработанных партий порошков и процессов их получения.
- разработка и выпуск ТУ на порошков стали 12Х18Н10Т, пригодные для использования в аддитивных технологиях.

*) Работы выполняются при финансировании Минобрнауки РФ: соглашение №14.582.21.0004 от 03.10.2014



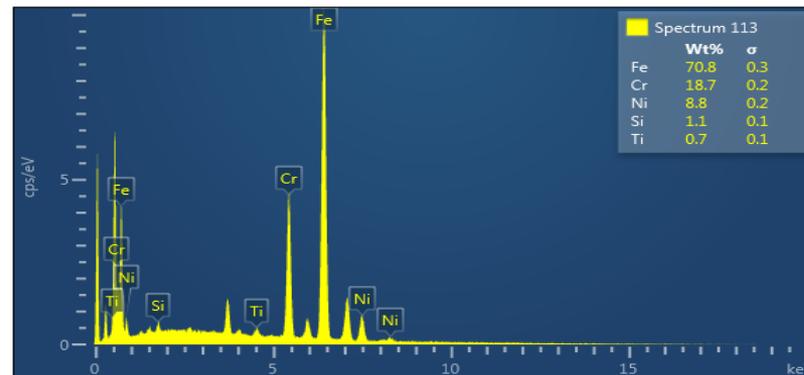
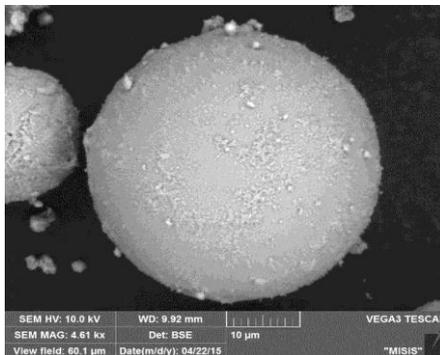
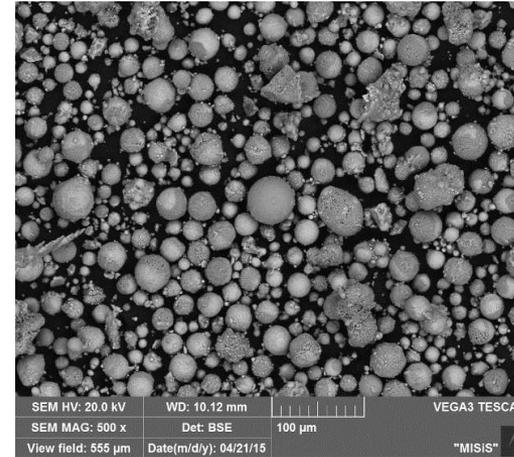
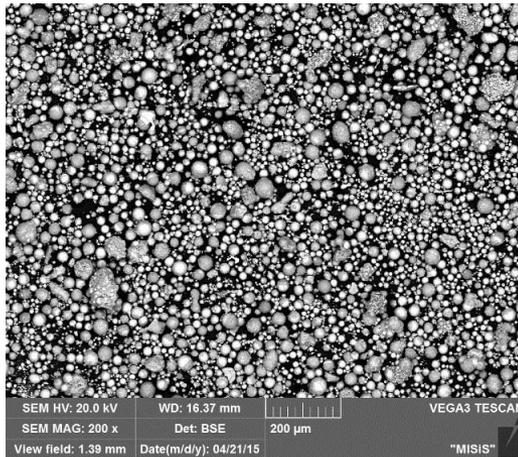
Порошки:

Высокий уровень гомогенности порошков достигается благодаря тому, что хлориды металлов равномерно распределены в расплаве и их восстановление происходит одновременно



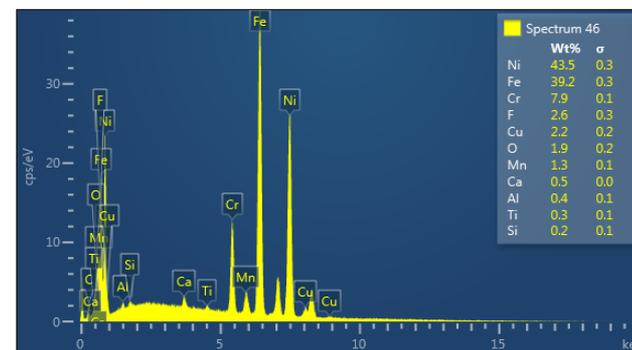
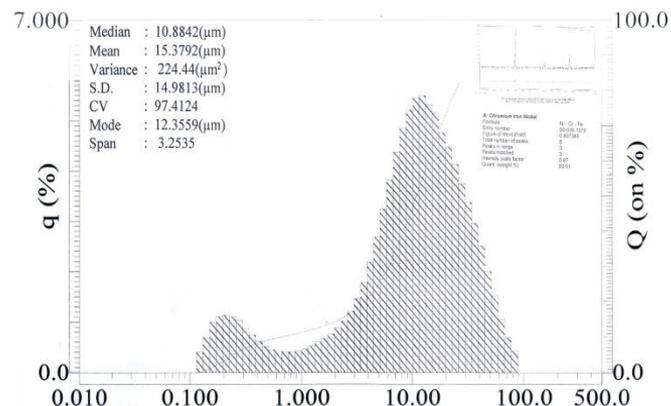
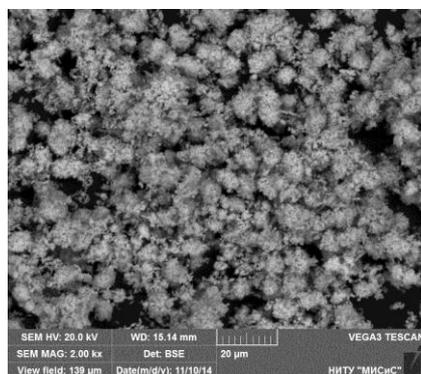
Ввод порошка под срез сопла в область разряжения
Подача порошка осуществляется в центр потока.

- АО «ВНИИХТ» получены образцы порошка стали 12Х18Н10Т для 3D-печати
- Размер ~ 20-40 мкм
- Оптимизируются режимы сфероидизации порошка стали 12Х18Н10Т в плазме

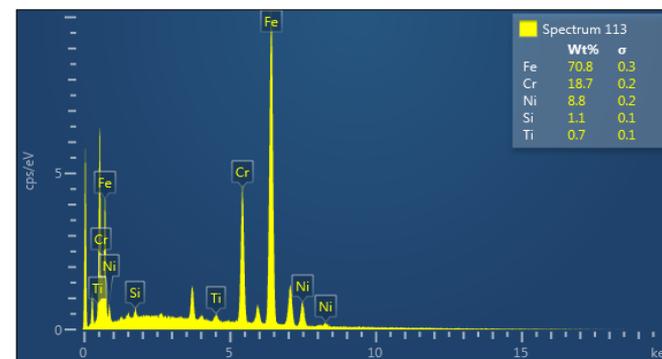
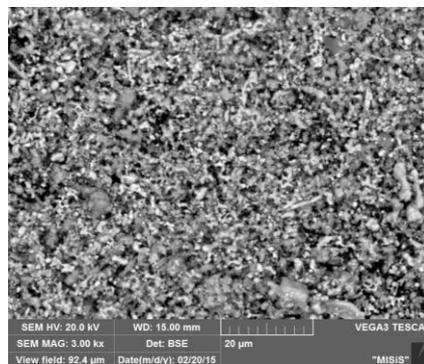
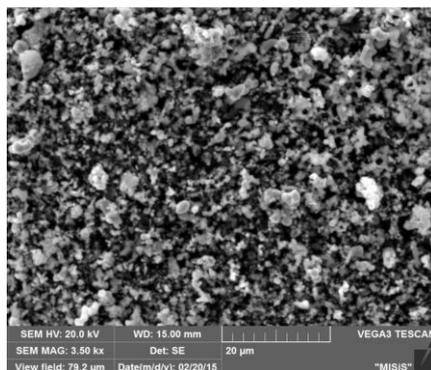


В 2014 году АО «ВНИИХТ» найдены режимы получения порошка стали 12Х18Н10Т крупностью 1-20 мкм, в котором доля частиц размером 1-10 мкм составляла 80-85%.

Порошок №1. Октябрь 2014 г.



Порошок №2. Февраль 2015 г.



В АО «ВНИИМ» разработан способ получения мелкодисперсных порошков сложнолегированных сплавов, включающий:

- центробежное распыление расплава из вращающегося гарниссажного тигля с получением порошка чешуйчатой формы с размерами: толщина 10-30 мкм, длина 10-15 мм, ширина – 1,5-2 мм;
- измельчение порошка до размера 40-100 мкм дроблением в инертной атмосфере в высокоэнергетических шаровых мельницах;
- овализация порошка методами плазменной или термической пролетной сфероидизации.

Анализ структуры металлического порошка ЭП-450 (+70-100 мкм):

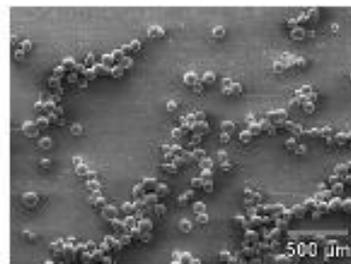
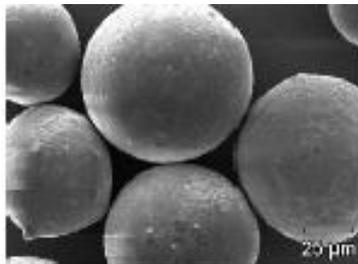
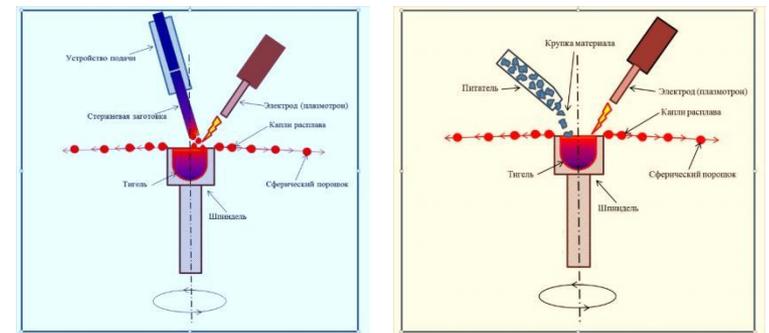
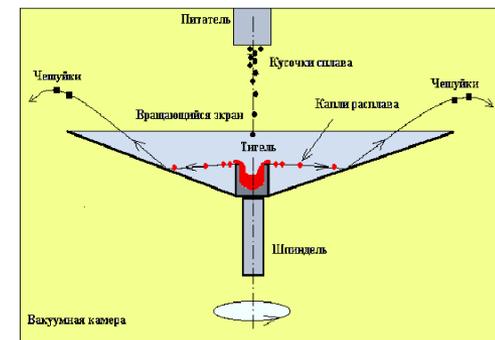


Схема процесса: варианты

Получение сферического порошка



Получение чешуйчатого порошка

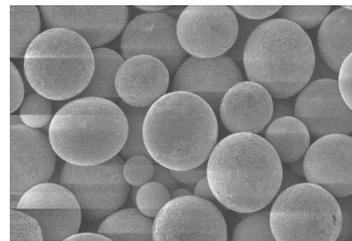


СОСТОЯНИЕ РАЗРАБОТОК

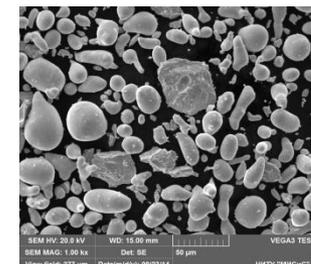
- Разработаны технологические схемы получения мелкодисперсных порошков и созданы макетные образцы основного технологического оборудования для изготовления однородных по составу сферических порошков из сложнолегированных и химически активных материалов.
- Экспериментально проверены ключевые элементы технологии с выпуском экспериментальных партий.
- Исследованы свойства порошков.



Порошок непосредственно после распыления

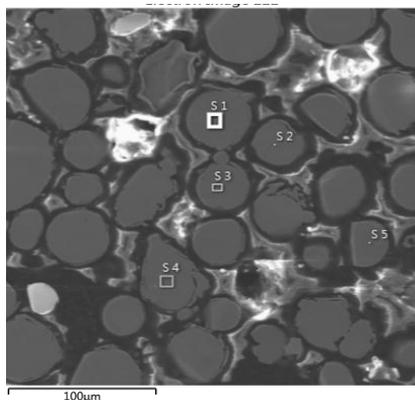
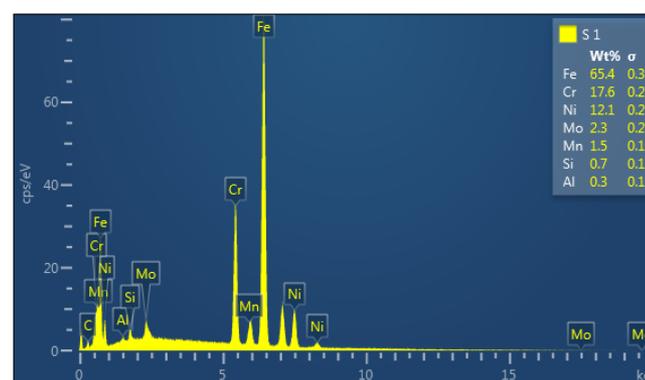
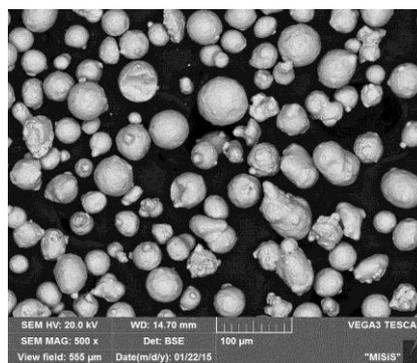
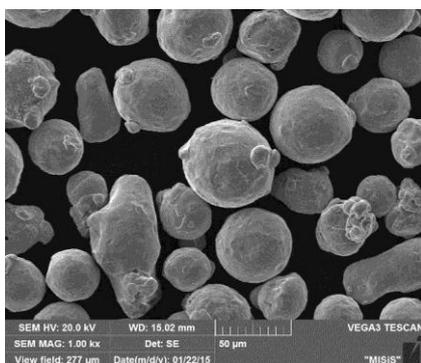


Сферический порошок



Зарубежный аналог: порошок сталь 316L

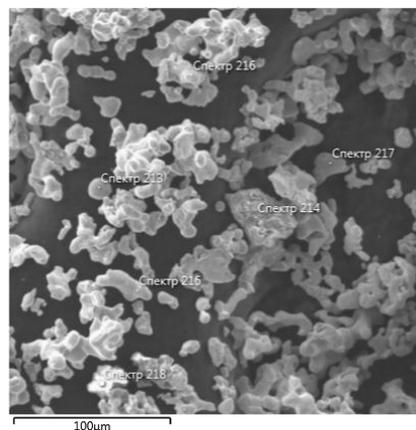
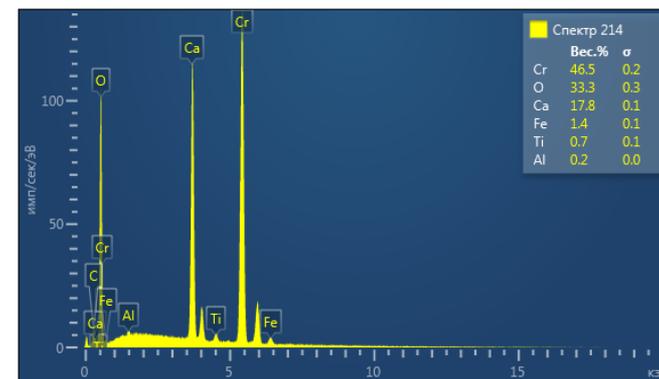
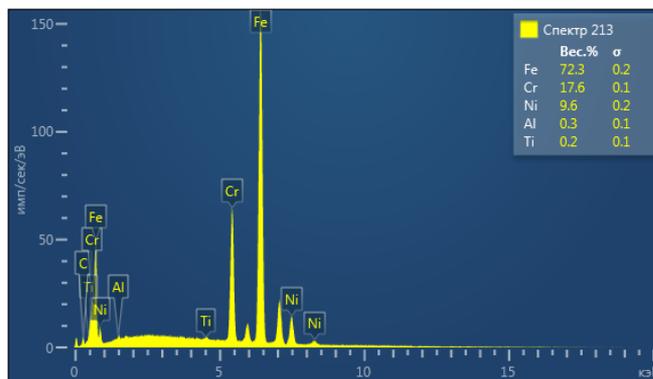
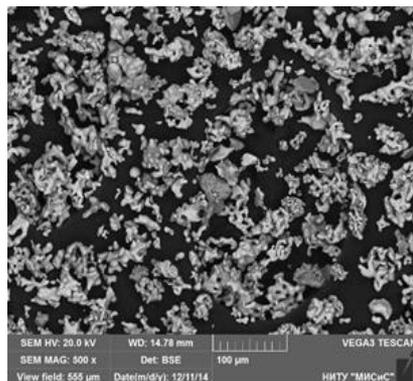
Средняя рыночная цена порошков стали импортного производства: **90 евро / кг**



| Номер-спектра | Массовая-доля-элементов, % | | | | | | Сумма |
|---------------|----------------------------|-------|------|-------|-------|------|-------|
| | Si | Cr | Mn | Fe | Ni | Mo | |
| S-1 | 1.37 | 16.73 | 1.86 | 65.27 | 12.21 | 2.55 | 100 |
| S-2 | 1.4 | 17.65 | 1.85 | 65.2 | 11.11 | 2.78 | 100 |
| S-3 | 1.09 | 17.1 | 1.69 | 65.88 | 11.37 | 2.86 | 100 |
| S-4 | 1.23 | 16.9 | 1.68 | 65.75 | 12.08 | 2.37 | 100 |
| S-5 | 1.5 | 17.41 | 1.71 | 63.62 | 13.01 | 2.75 | 100 |

Фотографии порошка получены на электронном сканирующем микроскопе TESCAN VEGA LMH

Порошок стали: «Полема» (Тула)



| состояние объекта | Массовая доля элементов, % | | | | | | | ост. (Ti, Al) |
|-------------------|----------------------------|------|------|------|------|-----|-----|---------------|
| | σ | Fe | Ni | Cr | O | Ca | Si | |
| порошок | частицы-1 типа | 3,4 | 0,5 | 54,5 | 32,2 | 9,1 | - | 0,3 |
| | частицы-2 типа | 70,3 | 10,1 | 19,4 | 1,2 | 0,1 | - | 0,1 |
| шлиф | частицы-1 типа | 0,9 | - | 60,3 | 32,0 | 6,5 | 0,3 | - |
| | частицы-2 типа | 70,6 | 9,5 | 19,9 | - | - | - | - |

Фотографии порошка получены на электронном сканирующем микроскопе TESCAN VEGA LMH

III. Стандартизация

Стандартизация в области аддитивных технологий

Создание технического комитета по стандартизации в области аддитивных технологий при Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

Цикл стандартизации в области аддитивных технологий

Разработка плана стандартизации в области аддитивных технологий на 2015 – 2017 гг.



План стандартизации в области аддитивных технологий на 2015 – 2017 гг.

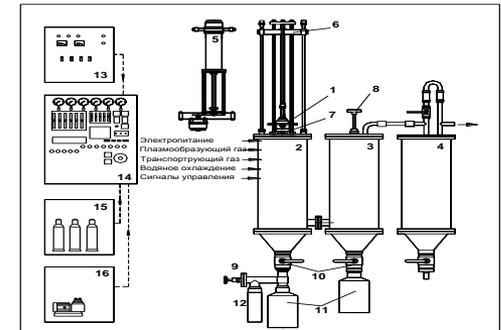
| №п/п | Наименование нормативно-технического документа | Вид нормативно-технического документа |
|------|--|---------------------------------------|
| 1. | Сложнопрофильные ответственные изделия специального назначения, полученные методом лазерного селективного плавления из порошкового материала ВТ-6. Общие требования. | Технические условия |
| 2. | Технологические процессы для прецизионного производства ответственных сложнопрофильных изделий специального назначения. Общие требования. | Технические условия |
| 3. | Оборудование для прецизионного производства ответственных сложнопрофильных изделий специального назначения. Общие требования. | Технические условия |
| 4. | Технологические процессы и оборудование для прецизионного производства ответственных сложнопрофильных изделий специального назначения. Методы контроля и испытаний. | Технические условия |
| 5. | Прецизионное производство ответственных сложнопрофильных изделий специального назначения. Термины и определения | Предварительный нац. стандарт |
| 6. | Материалы для прецизионного производства ответственных сложнопрофильных изделий специального назначения. Общие требования. | Предварительный нац. стандарт |
| 7. | Технологические процессы для прецизионного производства ответственных сложнопрофильных изделий специального назначения. Общие требования. | Предварительный нац. стандарт |
| 8. | Оборудование для прецизионного производства ответственных сложнопрофильных изделий специального назначения. Общие требования. | Предварительный нац. стандарт |
| 9. | Технологические процессы и оборудование для прецизионного производства ответственных сложнопрофильных изделий специального назначения. Методы контроля и испытаний. | Предварительный нац. стандарт |
| 10. | Сложнопрофильные ответственные изделия специального назначения, полученные методом лазерного селективного плавления из порошкового материала ВТ-6. Общие требования. | Предварительный нац. стандарт |

IV. Оборудование

Лабораторная установка гидридного способа получения порошков металлов крупностью 5-200 мкм



Лабораторная установка для сфероидизации порошков

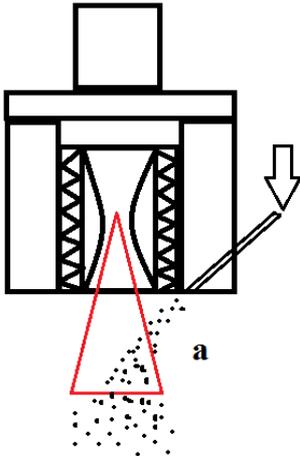
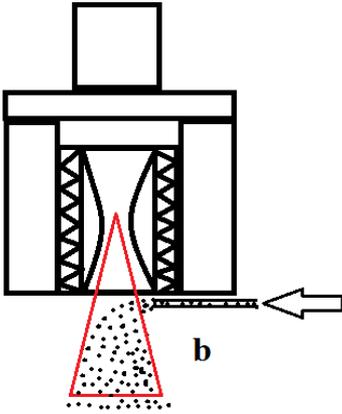
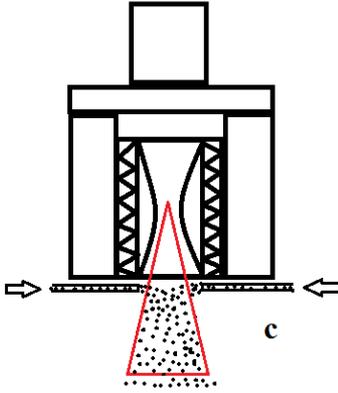
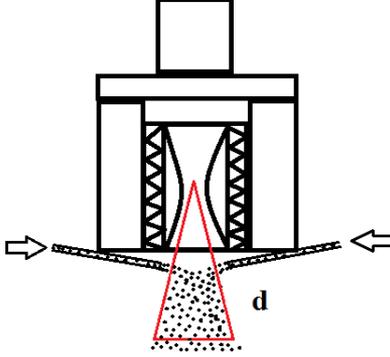


1. Плазматрон. 2. Реактор. 3. Аппарат фильтрации. 4. Очиститель отходящих газов. 5. Дозатор сырья. 6. Система удаления порошка из рабочей зоны. 7. Система очистки присопловой зоны. 8. Система очистки фильтра. 9. Система выгрузки порошка. 10. Кран выгрузки. 11. Сборник продукта. 12. Сборник спеков. 13. Источник питания плазматрона. 14. Стенд КИП. 15. Система газообеспечения. 16. Система водообеспечения.

Использованные конструктивные схемы процесса:

1. Струйное течение с радиальным вводом сырья под углом 45-90 град.
2. Канальное течение с горячими и холодными стенками с радиальным вводом сырья
3. Подача порошка на сфероидизацию - 5 г/мин.

Схема и параметры ввода материала в плазменную струю

| | | | |
|--|--|---|---|
|  <p>a</p> |  <p>b</p> |  <p>c</p> |  <p>d</p> |
| <p>Радиальный ввод сырья через одно отверстие (45°) под срез сопла плазмотрона</p> | <p>Радиальный ввод сырья через одно отверстие (90°) под срез сопла плазмотрона</p> | <p>Радиальный ввод сырья через два отверстия (90°) под срез сопла плазмотрона</p> | <p>Радиальный ввод сырья через два отверстия ($\approx 85^\circ$) под срез сопла плазмотрона</p> |
| <p>Транспортирующий газ Ar, расход от 0,3 - 0,8 м³/ч</p> | | | |
| <p>Диаметр отверстия в трубке подачи сырья - 3мм</p> | | | |
| <p>Скорость газо-дисперсного потока ≈ 80 м/с</p> | | | |
| <p>Расход сырья 1 - 7 г/мин</p> | | | |

Экспериментальная установка для получения порошков сталей методом металлотермического восстановления их хлоридов в расплаве солей

Трёханодная плазменная установка для сфероидизации порошков



Участок дробления шлака в «сухом» боксе



Печь восстановления



Трёханодный плазмотрон



Питатель порошка



Печь трубчатая горизонтальная (блок восстановления)



Лабораторная установка восстановления хлоридов металлов



Шкаф системы управления и газоподготовки



Пульт управления



*) Работы выполняются при финансировании Минобрнауки РФ: соглашение №14.582.21.0004 от 03.10.2014



Принцип реализации: формирование малых объемов металла из постоянно присутствующей во вращающемся тигле ванны расплава с затвердевание распыленных капель в виде порошка со сферической или чешуйчатой формой частиц

Имеющееся аппаратное оформление: серия установок центробежного распыления, позволяющих использовать исходный материал в виде крупки или стержней практически произвольного размера

Аналитико-сертификационный центр (ЦКП) АО «Гиредмет»

Основные направления деятельности

Атомная промышленность

Электроника

Нанотехнологии и наноматериалы

Химическая промышленность

Автомобильная промышленность

Металлургия

Энергетика

Охрана окружающей среды

Основные функции центра – определение химического состава (основных компонентов, легирующих элементов и примесей) в цветных, редких, драгоценных металлах, высокочистых веществах, их соединениях, сплавах и исходных продуктах. Аналитические возможности центра – определение концентраций от 100 % до 10^{-9} % в любых композициях неорганических веществ и материалов. Универсальный эффект достигается применением комплекса взаимодополняющих методов и приборов – масс-спектрометрических, атомно-эмиссионных, атомно-абсорбционных, рентгеновских, физико-химических и других.

ЦКП «Гиредмет» аккредитован в международной системе ИЛАК и национальной системе Росаккредитации, является членом международных аналитических организаций Еврахим и СИТАК; сертификаты химического состава Центра признаются во всем мире.



ЦКП АО «Гиредмет» и НИТУ «МИСиС» располагают уникальным комплексом аналитических приборов и оборудования, позволяющим решать сложные научные и аналитические задачи: масс-спектрометрами (искровыми, с индуктивно-связанной плазмой, с тлеющим разрядом), рентгенофлуоресцентными спектрометрами с волновой и энергетической дисперсией (мобильными и стационарными), атомно-эмиссионными спектрометрами с индуктивно-связанной плазмой, атомно-абсорбционными спектрометрами, рентгеновскими дифрактометрами, оборудованием для пробоподготовки, структурных исследований и механических испытаний.

Определение химического состава



Структурные исследования



Световая микроскопия.
Микроскоп Neophot-30 с
системой для фото- и
видеосъемки образца



Электронный сканирующий микроскоп TESCAN
VEGA LMH с катодом LaB_6 и системой
рентгеновского энергодисперсионного
микроанализа Oxford Instruments

В части **сырьевого обеспечения порошковыми материалами** задачи:

- 1) Разработка технологии производства и регенерации порошков специальных сплавов для полиметаллических изделий (титановые сплавы, стали).
- 2) Создание участков опытного масштабируемого производства порошков.
- 3) Сертификация порошков (изготовление стандартных образцов), ТУ и стандарты на расширенный сортамент металлических порошков.



Спасибо за внимание !