

直流电弧热等离子体球化处理 TA1 粉末工艺研究

宋美慧¹, 李岩¹, 张煜¹, 李艳春¹, 张晓臣¹, 安德烈·萨莫欣²,
陈卓³, 韩芳明³

- (1. 黑龙江省科学院 高技术研究院, 黑龙江 哈尔滨 150009)
(2. 俄罗斯科学院 冶金与材料研究所, 俄罗斯 莫斯科 119991)
(3. 航天海鹰(哈尔滨)钛业有限公司, 黑龙江 哈尔滨 150009)

摘要: 采用直流电弧热等离子体对不规则 TA1 粉末进行球化处理。利用金相显微镜、扫描电子显微镜、粒度粒形分析仪、霍尔流速计、斯科特容量计及氧氮分析仪等分析测试手段, 研究球化工艺对粉末组织形貌、粒度分布、球形度、流动性、松装密度及氧含量的影响。结果表明, 球化处理可将不规则形状 TA1 粉末球化为表面附着亚微米颗粒的实心球形; 球形粉末内部组织由等轴状 α 相转变为长条状 α 相。球化处理使 TA1 粉末平均粒径和氧含量降低, 球形度升高。原料粉末粒度越小、等离子体发生器功率越高, 球化后粉末平均粒径越小, 球形度越高; 但会导致球化后粉末中亚微米颗粒含量增加、粉末流动性变差、松装密度降低; 去除亚微米颗粒可以提高粉末流动性, 并进一步降低氧含量。

关键词: 热等离子体球化; 钛合金粉末; 功率; 球形度; 松装密度

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)02-0617-06

球形金属粉末以其球形度高、松装密度大及流动性佳等优点, 广泛应用于金属增材制造^[1]、注射成型^[2]和热喷涂等领域^[3-4]。球形金属粉末的制备方法主要有真空气雾化法^[5-6]、等离子体旋转电极法^[7-8]和等离子体球化处理法^[9-11]等。气雾化法制备的粉末中常含有空心粉和卫星粉, 而等离子体旋转电极法的细粉收得率较低。为弥补上述问题, 采用等离子体球化技术制备球形金属粉末受到关注^[12]。等离子体是气体物质存在的一种状态, 它具有温度高、等离子体炬体积大、能量密度高、传热和冷却速度快等特点^[13]。它既可以作为高温热源对原料进行熔化, 并将其球化^[14-17], 也可以同时参与化学反应, 用于合成各种超细化合物粉末^[18]。因此等离子体是制备成分均匀、球形度高、缺陷少的球形金属粉末的有效途径之一。目前用于金属粉末球化处理的等离子体主要有直流电弧热等离子体(DC arc plasma)^[19]和射频等离子体(radio frequency plasma)^[20,21]2种。

本研究采用直流电弧热等离子体对不规则 TA1 粉末进行球化处理, 研究原料粉末粒径及等离子体发生器功率, 对球化后粉末组织形貌、粒度粒形、球形度、流动性、松装密度及氧含量等的影响。

1 实验

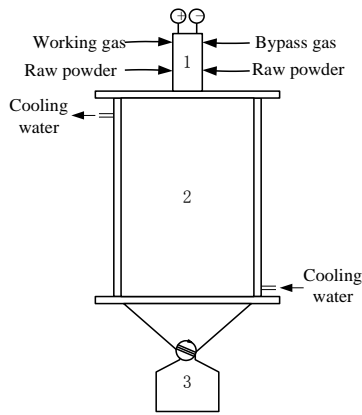
实验原料为氢化脱氢法(HDH)制备的不规则形状 TA1 粉末, 其粒度范围分别是 25~50 和 50~70 μm 。采用直流电弧热等离子体对粉末进行球化处理, 装置如图 1 所示。不规则 TA1 粉末以 0.5 kg/h 的送粉速率, 通过转盘式送粉器进入功率 19~30 kW 的等离子体炬中, 球化为球形粉末后进入粉末收集器内。将球化后的粉末进行收集、清洗、真空烘干去除表面亚微米颗粒。

利用 Carl Zeiss-Axio Vert.A 1 金相显微镜及 S-4700 型扫描电子显微镜, 观察 TA1 粉末球化前后的微观组织。其中粉末横截面试样磨抛后用 Kroll 试剂进行腐蚀处理, 时间 20 s。采用 Malvern Morphologi 4 粒度粒形仪和 Malvern Zetasizer Nano series 粒度仪分析粉末粒度分布及球形度。在 XPert3 Powder 型 X 射线衍射仪上进行粉末晶体衍射分析。根据 ISO 3923/2 和 ISO 4490-1978, 采用斯科特容量计和霍尔流速计测定球化后 TA1 粉末松装密度及流动性。利用 LECO O-N 736 联测仪测定球化前后 TA1 粉末中氧元素质量分数。

收稿日期: 2022-02-23

基金项目: 黑龙江省“百千万”工程科技重大专项(2020ZX10A03); 黑龙江省重点研发计划(GA21A104)

作者简介: 宋美慧, 女, 1981 年生, 博士, 研究员, 黑龙江省科学院高技术研究院, 黑龙江 哈尔滨 150009, 电话: 0451-87195854, E-mail: smh1980@126.com



1-plasma torch generator, 2-reaction chamber,
3-powder collector

图 1 直流电弧热等离子体球化装置
Fig.1 DC arc plasma spheroidizing device

2 结果与分析

2.1 球化处理对 TA1 粉末组织形貌的影响

2.1.1 球化处理对 TA1 粉末形貌的影响

图 2 为球化并清洗后 TA1 粉末与原料粉末形貌。由图可见，球化处理使 TA1 粉末由不规则形状，变成粒径均匀、表面光滑，并且不含卫星粉的球形粉末。但是 50~70 μm 粉末球化后，仍存在少量不规则粉末。这是因为当原料粉末粒径过大时，球化处理过程中，会存在部分大颗粒受热不均匀，不能被等离子体炬完全熔化的现象，导致球化效果不佳。

图 3 为球化处理前后 TA1 粉末横截面组织。对比可见，球化后粉末为实心球体，不存在空心及微孔等缺陷；其组织由初始等轴状 α 相(图 3a)转变为长条状 α 相(图 3b)。不规则 TA1 粉末在等离子体炬加热下熔化，受重力作用进入冷却气体中急速凝固，由于表面张力作用形成球形粉末。快速凝固过程中，其组织来不及粗化长大成等轴状 α 相，凝固过程就已结束，导致组织为条状 α 相。另一方面，凝固过程中的热应力也导致凝固时更易形成条状 α 相。

对比球化前后粉末 XRD 图谱(图 4)，发现球化后粉末衍射峰向高角度发生微量偏移。说明球化处理时，液态 TA1 快速凝固过程中受到热应力作用，晶面间距变小，导致衍射峰向高角度移动。热应力是导致钛合金形成条状 α 相的主要诱因之一。

2.1.2 原料粒度对 TA1 粉末形貌的影响

图 5 为球化后未清洗时 TA1 粉末的形貌。由图可见，球化粉末表面附着一层亚微米颗粒，并且原料粒

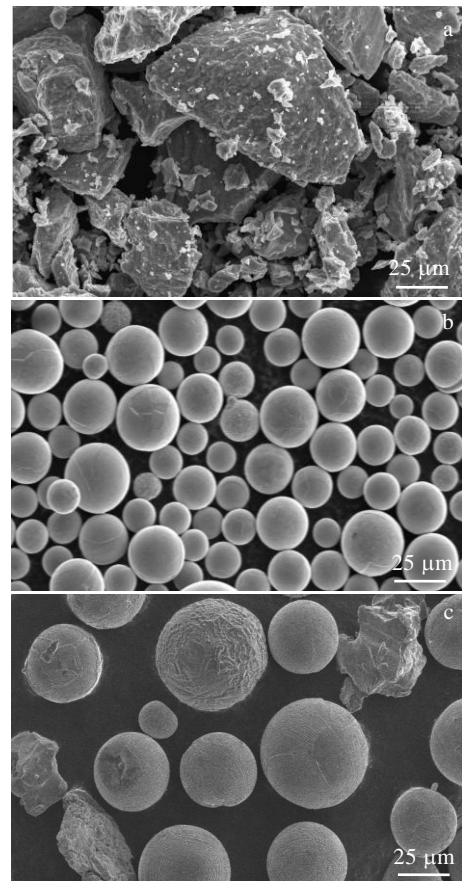


图 2 TA1 粉末球化处理前后形貌

Fig.2 TA1 powder morphologies before (a) and after (b, c) spheroidization: (a) 25-50 μm; (b) 25-50 μm; (c) 50-70 μm

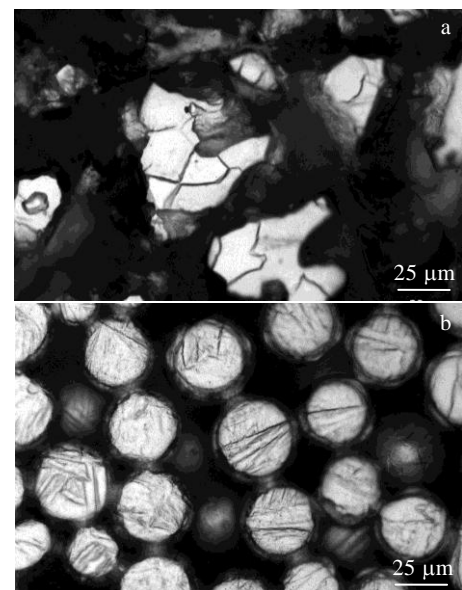


图 3 球化处理前后 25~50 μm TA1 粉末横截面形貌

Fig.3 Cross section morphologies of 25-50 μm TA1 powder before (a) and after (b) spheroidization

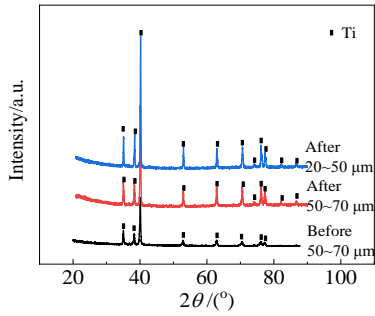


图 4 球化前后 TA1 粉末 XRD 图谱

Fig.4 XRD patterns of TA1 powder before and after spheroidization

径越小，球化后形成的亚微米颗粒数量越多。对其进行粒度分析表明，亚微米颗粒 D_{50} 为 196.8 nm。相同工艺条件下，原料粉末粒度越小，其中所含的细小颗粒越多。一般情况下，粒径过小的粉末，在受到等离子体炬加热时，直接气化，冷却过程中极易形成亚微米颗粒，吸附于较大粒径粉末表面。亚微米颗粒的存在，将影响粉末的松装密度、流动性和氧含量等性能指标。

2.2 球化处理对 TA1 粉末粒度粒形的影响

2.2.1 原料粒度对球化后 TA1 粉末粒度分布的影响

图 6 为 TA1 粉末球化前后粒度分布。由图可见，球化后粉末粒径明显降低；并且原料粒度越小，粒径降幅越大。球化处理使 25~50 μm 粉末 D_{50} 由 48.9 μm

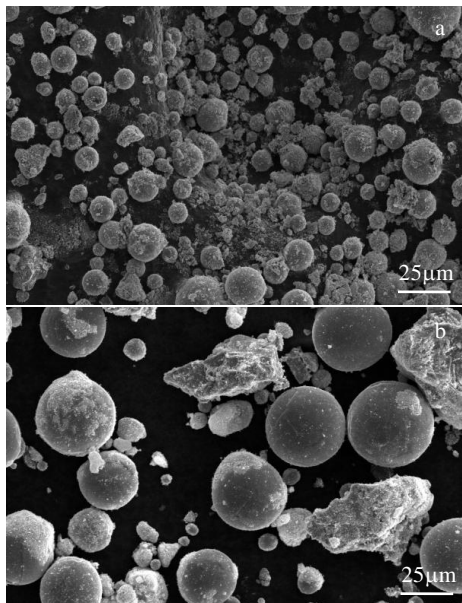


图 5 表面附着亚微米颗粒的未清洗球形 TA1 粉末

Fig.5 Uncleaned spherical TA1 powder with submicron particle on the surface: (a) 25-50 μm and (b) 50-70 μm

下降到 37.7 μm ，降幅 22.9%；使 50~70 μm 粉末 D_{50} 由 54.0 μm 减小到 51.6 μm ，降幅 4.4%。但是对于 25~50 μm 原料粉末，由于球化后产生部分亚微米颗粒，导致粒度分布曲线变宽；去除亚微米颗粒后粒度分布曲线变窄，粒度分布更加均匀集中。

2.2.2 原料粒度对球化后 TA1 粉末球形度的影响

表 1 列举出 TA1 粉末球化前后的球形度。由表可见，球化处理使粉末的球形度升高；原料粒径越小，球化后粉末球形度越高。去除亚微米颗粒可以使球形度进一步提高，最高可达 95.5%。对比图 7 粉末粒形可见，对于 50~70 μm 粉末，由于球化后仍存在部分不规则粉末，导致粉末球形度较低。

2.2.3 等离子体发生器功率对 TA1 粉末粒度粒形的影响

图 8 为球化后 TA1 粉末粒径和球形度随等离子体发生器功率变化曲线。由图可见，随着等离子体发生器功

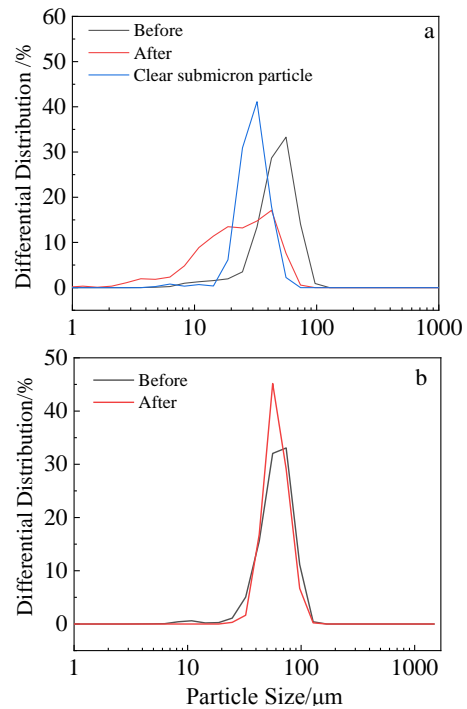


图 6 球化处理对 TA1 粉末粒度的影响

Fig.6 Effect of spheroidization on particle size of TA1 powder: (a) 25-50 μm and (b) 50-70 μm

表 1 球化处理对 TA1 粉末球形度的影响

Table 1 Effect of spheroidizing treatment on sphericity (%)

Sample	Before	After	Clear submicron particle
25-50 μm powder	85.5	95.2	95.5
50-70 μm powder	87.1	92.7	92.7

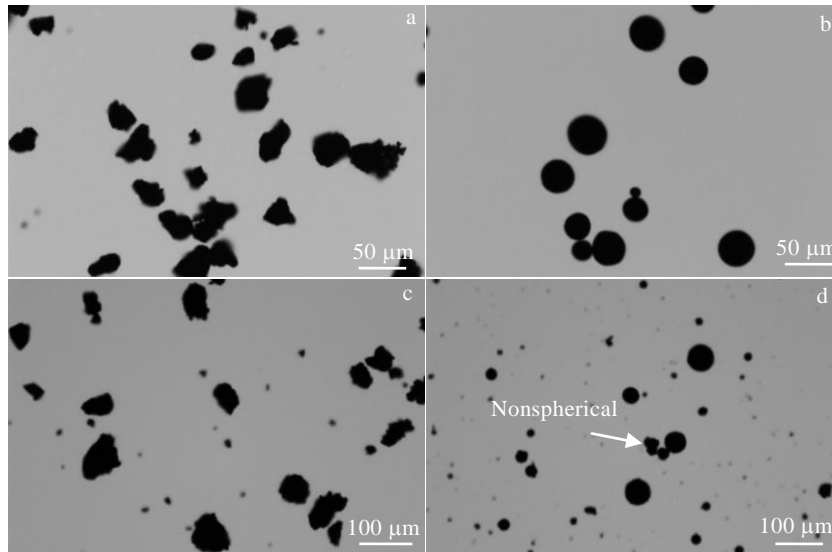


图 7 不同粒径 TA1 粉末球化前后粒形

Fig.7 TA1 powder particle shape before (a, c) and after (b, d) spheroidization: (a) 25-50 μm; (b) 25-50 μm; (c) 50-70 μm; (d) 50-70 μm

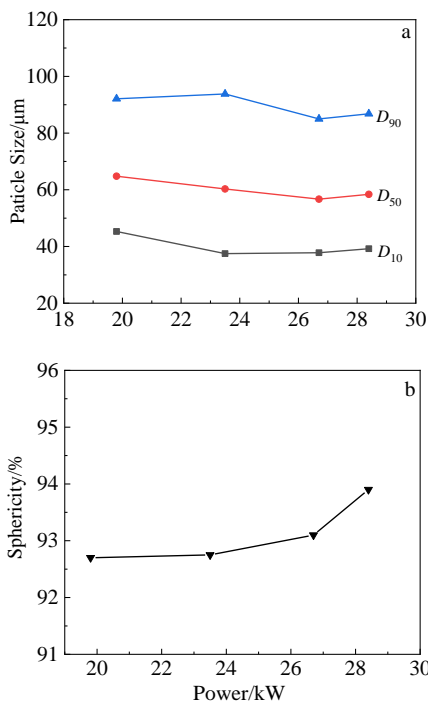


图 8 功率对 50~70 μm TA1 粉末球化后粒径球形度的影响

Fig.8 Effect of plasma on particle size (a) and sphericity (b) of spheroidized 50-70 μm TA1 powder

率升高，粉末粒径减小，球形度升高。球化处理时等离子体发生器功率越高，等离子体炬温度越高，原料粉末熔化越完全，球化过程越充分，粉末 D_{50} 和 D_{90} 越小。但是由于功率不断升高，会使粉末中的亚微米颗粒含量增加，并吸附在球形粉末表面，最终导致 D_{10} 有所增大。

2.3 球化处理对 TA1 粉末性能的影响

2.3.1 等离子体发生器功率对亚微米颗粒含量的影响

图 9 是亚微米颗粒含量随等离子体发生器功率变化情况。由图可见，随着功率升高，20~50 μm 粉末球化后形成的亚微米颗粒含量不断增加，最多可达 5%。而对于 50~70 μm 粉末，由于最初所含小颗粒数量远低于 20~50 μm 原料粉末，使得球化形成的亚微米颗粒含量受功率的影响不大。

2.3.2 等离子体发生器功率对 TA1 粉末性能的影响

图 10 为球化后 TA1 粉末流动性随等离子体发生器功率变化情况。由图可见，对于 20~50 μm 的钛粉，随着等离子体发生器功率从 16.5 kW 升高到 26.1 kW，球化后粉末中亚微米颗粒不断增大，导致流动性逐渐变差；当功率高于 23 kW 时，粉末失去流动性；去除亚微米颗粒后，粉末流动性受功率影响减弱，最终趋于稳

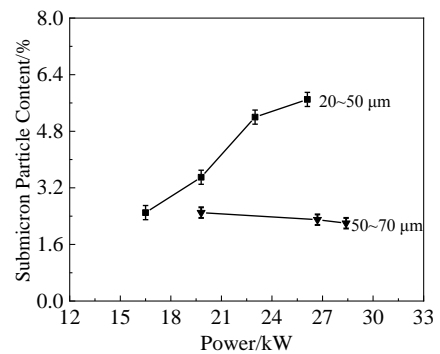


图 9 功率对亚微米颗粒含量的影响

Fig.9 Effect of plasma power on the content of submicron particle

定。而对于 50~70 μm 的粉末，由于功率对亚微米颗粒含量影响不大，所以功率越高，粉末流动性越好。

球化后粉末松装密度随等离子体发生器功率变化情况如图 11 所示。由图可见，20~50 μm 原料钛粉球化时，由于功率升高导致亚微米颗粒含量增加，最终使球化后粉末的松装密度随着功率升高而降低。去除亚微米颗粒后，2 种粒径粉末的松装密度受功率影响均不明显。

2.4 球化处理对粉末氧含量的影响

表 2 列出不同粒径 TA1 粉末球化处理前后的氧含

量。由表可见，初始粉末中氧含量维持在 0.499%~0.581% 的水平上；球化处理可以降低粉末的氧含量，其中 25~50 μm 粉末球化后氧含量降幅 32.01%；50~70 μm 降幅 61.32%。去除亚微米颗粒后，氧含量进一步降低；但对于 50~70 μm 粉末再次降幅不大。球化处理时，原料粉末含有的氧会在高温等离子体炬中与熔化的金属形成细小氧化物，并随着尾气排放掉，使球化后粉末的氧含量降低。

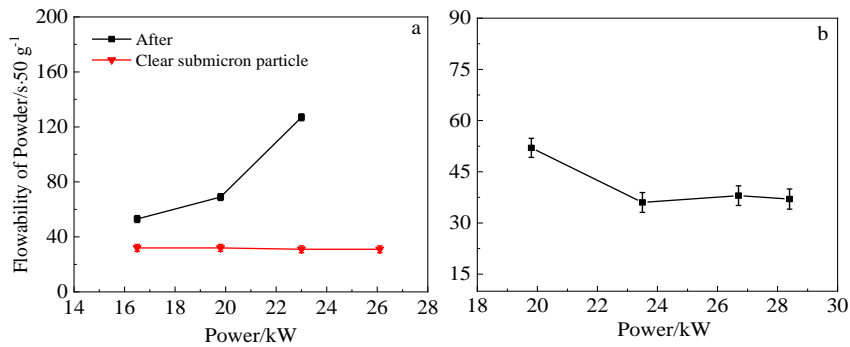


图 10 功率对 TA1 粉末流动性的影响

Fig.10 Effect of plasma power on TA1 powder flowability: (a) 20-50 μm and (b) 50-70 μm

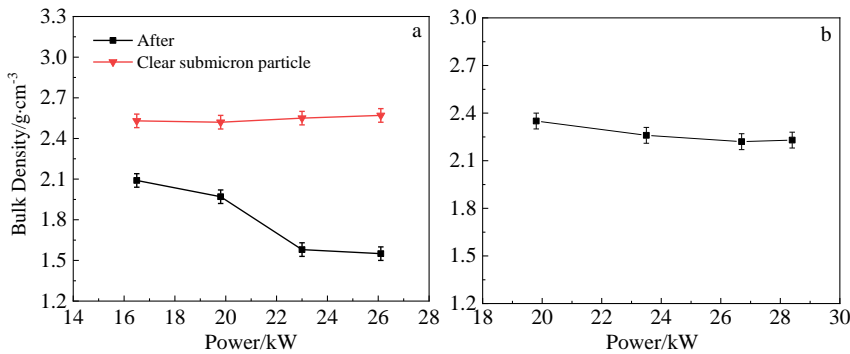


图 11 功率对 TA1 粉末松装密度的影响

Fig.11 Effect of plasma power on bulk density of TA1 powder: (a) 20-50 μm and (b) 50-70 μm

表 2 球化处理对 TA1 粉末氧含量的影响

Table 2 Effect of spheroidization on oxygen content of powder (%)

Sample	Before	After	Clear submicron particle
25-50 μm powder	0.581	0.395	0.200
50-70 μm powder	0.499	0.193	0.190

3 结论

1) 不规则 TA1 粉末经直流电弧热等离子体球化后，形成粒径均匀、表面光滑的实心球形粉末。球化后粉末组织由等轴状 α 相转变为长条状 α 相。

2) TA1 粉末经直流电弧热等离子体球化处理后，球形粉末表面附着一层亚微米颗粒。原料粒径越小，等离子体发生器功率越高，粉末中亚微米颗粒含量越多，粉末的松装密度减小、流动性越差。去除亚微米颗粒可以提高粉末流动性。

3) 直流电弧热等离子体球化处理，使 TA1 粉末平均粒径减小，球形度升高。原料粉末粒度越小，等离子体发生器功率越高，球化后粉末粒径降幅越大，球形度越高，流动性越好。

4) 直流电弧热等离子体球化处理可以降低 TA1 粉末的氧含量，其中 25~50 μm 粉末球化后氧含量降幅 32.01%；50~70 μm 粉末球化后氧含量降幅 61.32%。去除

亚微米颗粒可进一步降低 25~50 μm 粉末球化后氧含量。

参考文献 References

- [1] Higashi Masaya, Ozaki Tomomichi. *Materials Characterization*[J], 2021, 172: 110 888
- [2] Mohamed Aziz Ben Trad, Vincent Demers, Louis Dufresne. *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2019, 28(9): 5551
- [3] Zhang Qinglei(张庆磊), Hao Zhenhua(郝振华), Li Jing(李静) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(8): 2895
- [4] Chesnokov A E, Smirnov A V, Batraev I S. *Journal of Surface Investigation*[J], 2019, 13(4): 628
- [5] Brika Salah Eddine, Brailovski Vladimir. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*[J], 2020, 4(4): 107
- [6] Zheng Mingyue(郑明月), Zhang Shaoming(张少明), Hu Qiang(胡强) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(6): 1819
- [7] Li Yanchun, Song Meihui, Zhang Xiaochen *et al. Materials Science Forum*[J], 2020, 993: 79
- [8] Zhao Shaoyang(赵少阳), Yin Jingou(殷京瓿), Shen Lei(沈垒) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(6): 1679
- [9] Zhao Chong, Ma Chaoyang, Wen Zicheng *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2019, 48(2): 446
- [10] Fu Zhenhua, Hao Zhenhua, Che Yusi *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2021, 858: 158 313
- [11] Wei Wenhui, Wang Linzhi, Chen Tian *et al. Advanced Powder Technology*[J], 2017, 28(9): 2431
- [12] Qu Xuanhui(曲选辉), Sheng Yanwei(盛艳伟), Guo Zhimeng(郭志猛) *et al. Materials China*(中国材料进展)[J], 2011, 30(7): 10
- [13] Ye Kai(叶凯), Liang Feng(梁风), Yao Yaochun(姚耀春) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2020, 30(9): 2011
- [14] Anuchkin S N, Samokhin A V. *Russian Metallurgy (Metally)*[J], 2019, 1: 63
- [15] Shi Qi, Zhang Yawei, Tan Chong *et al. Intermetallics*[J], 2021, 136: 107 273
- [16] Hu Ke(胡可), Qiu Zhentao(邱振涛), Yang Xinyu(杨新宇) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(2): 608
- [17] Hao Zhenhua, Hou Xuchu, Zhang Qinglei *et al. Powder Technology*[J], 2021, 387: 88
- [18] Vodopyanov Alexander V, Samokhin Andrey V, Alexeev Nikolay V *et al. Vacuum*[J], 2017, 145: 340
- [19] Igor Polozov, Nikolay Razumov, Tagir Makhmutov *et al. Materials Letters*[J], 2019, 256(C): 126 615
- [20] Mao Xinhua(毛新华), Liu Xin(刘辛), Lei Chao(雷超) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(6): 2076
- [21] Chen Wenbo(陈文波), Chen Lunjiang(陈伦江), Liu Chuandong(刘川东) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(3): 859

Study on the Process of TA1 Powder Spheroidization by DC Arc Thermal Plasma

Song Meihui¹, Li Yan¹, Zhang Yu¹, Li Yanchun¹, Zhang Xiaochen¹, Samokhin Andrey², Chen Zhuo³, Han Fangming³

(1. Institute of Advanced Technology, Heilongjiang Academy of Sciences, Harbin 150009, China)

(2. Institute of Metallurgy and Materials, Russian Academy of Sciences, Moscow 119991, Russia)

(3. Aerospace Haiying (Harbin) Titanium Co., Ltd, Harbin 150009, China)

Abstract: In this work, the irregular pure titanium powder was spheroidized by DC arc thermal plasma. Metallographic microscope, scanning electron microscope, particle size analyzer, Hall flowmeter, Scott volumeter and oxygen-nitrogen analyzer were used to study the particle size of raw material powder and the power of plasma generator in the process of spheroidization, and the effects on the microstructure, particle size, sphericity, fluidity, bulk density and oxygen content of the spheroidized powder. The results show that the irregular TA1 powder is spheroidized into solid spherical powder with uniform particle size after thermal plasma spheroidization. The surface is coated with a layer of submicron particle. After spheroidization, the internal structure of the powder changes from the initial equiaxed α phase to the long strip α phase. The average particle size and oxygen content of TA1 powder decrease and the sphericity increase by thermal plasma spheroidization. The smaller the particle size of raw powder and the greater the power of plasma generator, the smaller the average particle size of spheroidized powder and the higher the sphericity. Too small particle size of raw material powder and too high power of plasma generator will lead to the increase of nano-particle content in the powder after spheroidization, the deterioration of powder fluidity and the decrease of bulk density. Removing submicron particle can improve the fluidity of powder.

Key words: thermal plasma spheroidization; titanium alloy powder; power; sphericity; loose density

Corresponding author: Song Meihui, Ph. D., Researcher, Institute of Advanced Technology, Heilongjiang Academy of Sciences, Harbin 150009, P. R. China, Tel: 0086-451-87195854, E-mail: smh1980@126.com