

УДК 533.924  
 EDN: DLKIZO

PACS: 52.77.-j; 52.80.-s



## Получение сферических частиц металлов на установке с жидким анодом

Ю. С. Барышников, Р. О. Куракин, А. В. Чикиряка, Ф. А. Орлов,  
К. В. Твердохлебов, С. А. Леухин, М. И. Юрченков, С. А. Поняев

*Представлены результаты экспериментальных исследований на установке с жидким анодом при плазменном распылении различных металлов. Исследован процесс плазменного распыления металлического катода, представляющего собой металлическую проволоку или стружку из различных металлов (нержавеющая сталь, железо, оцинкованное железо, титан, вольфрам, никель-хромовый сплав, медь, олово, алюминий, цирконий). Для некоторых материалов получен порошок идеальной сферической формы микрочастиц, что может представлять интерес для различных технологий.*

*Ключевые слова:* жидкий анод, разряд в жидкости, сферические частицы металлов.

DOI: 10.51368/1996-0948-2023-3-18-24

### Введение

Получение сферических металлических частиц является одной из самых популярных

тем в области аддитивных технологий, а также других технических приложений. Существуют различные способы получения порошка из таких частиц с помощью плазмотронов [1], жидкого катода [2, 3], центробежного распыления [4] и др. [5–10], а также имеются обзоры способов его получения [11, 12]. Такие порошки используются в медицинском протезировании, электронике, машиностроении, представляет интерес производство сферических порошков из драгоценных металлов для ювелиров и сплавов с драгоценными металлами для повышения коррозионной стойкости [13]. Из ключевых требований к таким порошкам следует отметить их сферическую форму, при этом диаметр порошка должен составлять десятки микрометров, обычно не менее 10 мкм и не более 150 мкм [14]. Помимо аддитивных технологий, сферические порошки представляют интерес в порошковой металлургии [15], используются в качестве гидрида металла для нейтронной защиты [16], в качестве элементов покрытия устройства (микро-сферические пластины) для диагностики плазмы [17], находят применение для магнитных жидкостей, которые охватывают широкий

---

 Барышников Юлиан Семенович<sup>1</sup>, аспирант.

E-mail: iulianbaryshnikov@yandex.ru

Куракин Роман Олегович<sup>1</sup>, н.с.Чикиряка Андрей Владимирович<sup>1</sup>, н.с.Орлов Филипп Александрович<sup>1</sup>, инженер-исследователь.Твердохлебов Константин Валерьевич<sup>1</sup>, инженер-исследователь.Леухин Сергей Александрович<sup>2</sup>, инженер-исследователь. 2 кат.Юрченков Михаил Игоревич<sup>2</sup>, инженер-исследователь 1 кат.Поняев Сергей Александрович<sup>1</sup>, зав. лаб., к.ф.-м.н.<sup>1</sup> Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе. Россия, 194021, Санкт-Петербург, ул. Политехническая 26.<sup>2</sup> НИИЭФА им. Д. В. Ефремова.

Россия, 196641, Санкт-Петербург, пос. Металлострой, дорога на Металлострой, 3.

Статья поступила в редакцию 11.11.2022

Принята к публикации 23.03.2023

---

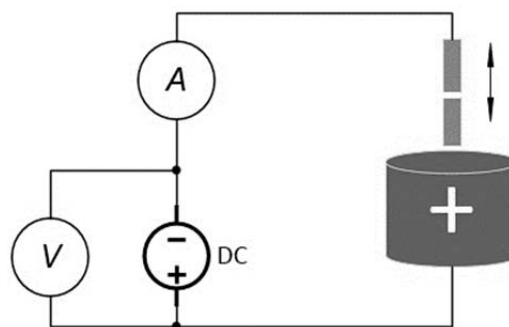
 © Барышников Ю. С., Куракин Р. О., Чикиряка А. В., Орлов Ф. А., Твердохлебов К. В., Леухин С. А., Юрченков М. И., Поняев С. А., 2023

спектр от использования в МРТ-диагностики до магнито-реологической полировки [18]. Для магнитных жидкостей используют сферические частицы оксида железа (и других соединений железа) диаметром от 0,01 до 1000 мкм, а в ряде случаев используют частицы разного диаметра в одном растворе магнитной жидкости. Оксидные соединения металлов из сферических порошков используют для хроматографии [19] в качестве адсорбентов, катализаторов очистки [20, 21], сферическая форма частиц обеспечивает ламинарный поток и позволяет в этом случае качественнее получать необходимые результаты. Данная работа является продолжением исследований, в которых сравнивались результаты экспериментов при электрическом взрыве проводников и при маломощном разряде в жидком аноде с различными металлами [22].

**Методика исследований**

В данной работе изучалось плазменное распыление металлов с использованием жидкого анода. Жидкий анод представлял собой раствор воды с NaCl при подаче энергии от источника постоянного тока Mastech NY30002E или УИП-1 (рис. 1). Сферический порошок осаждался в жидкости на фильтровальную подложку. Анализ и фотографирование порошка проводили с помощью оптического микроскопа (Altami MET 5 с камерой Altami USB 3150R6 1/2CMOS) с последующей обработкой изображений в программе Altami Studio 3.5, также химический анализ и фотографирование частиц выполнялось на скани-

рующем электронном микроскопе Phenom ProX.

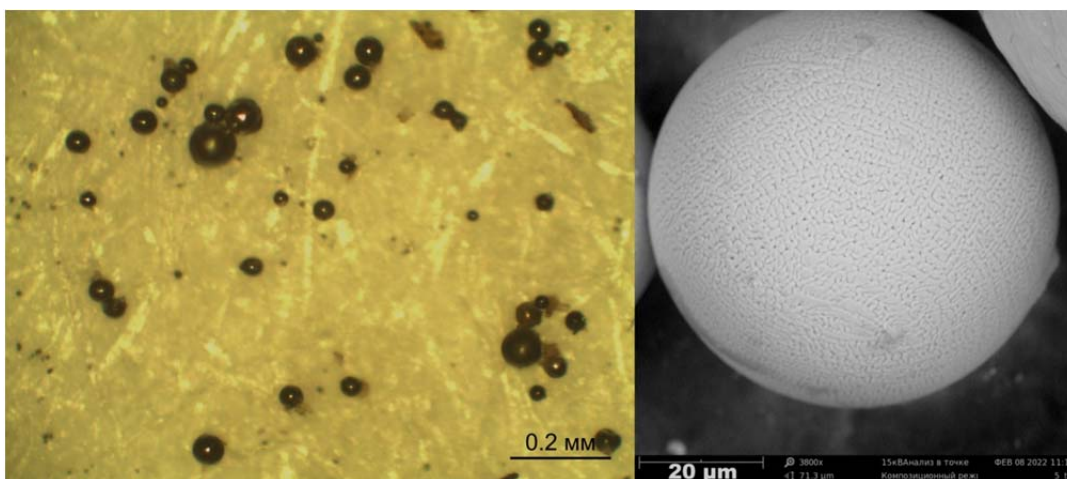


*Рис. 1. Электрическая схема установки с жидким анодом для получения сферического порошка*

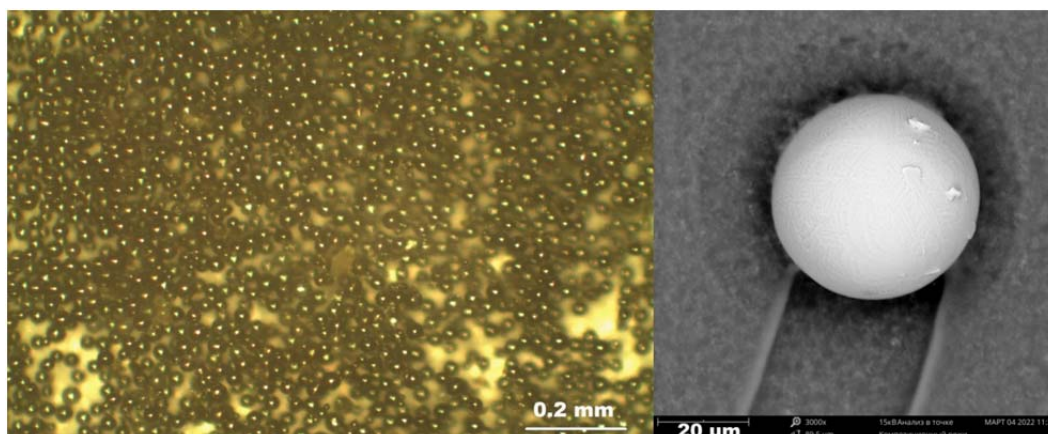
Был проведен рентгеноструктурный анализ порошка материалов на рентгеновском дифрактометре ДРОН-8Н. На лазерном анализаторе частиц Микросайзер 201 были проведены измерения распределения по диаметрам частиц в полученных порошках.

**Результаты и их обсуждение**

Установлено, что при плазменном испарении катода (железо, нержавеющая сталь, оцинкованное железо, титан) в установке с жидким анодом при токе 0,5–1,7 А, напряжении 170–400 В, происходило образование гранул порошка сферической формы примерно от 10 до 208 мкм, причем большая часть фракций полученных гранул по количеству попадает в диапазон до 150 мкм (рис. 2, рис. 3).



*Рис. 2. Сферические частицы полученные из железного катода*



**Рис. 3. Сферические частицы полученные из титанового катода**

Для циркония, меди, вольфрама, нихрома, алюминия сферичность частиц была не совсем идеальной, либо только часть полученных частиц была сферической формы (рис. 4), либо сферичность вообще не получалась.



**Рис. 4. Сферические и несферические частицы полученные из циркониевого катода**

Согласно химическому анализу, проведенному с помощью электронного микроско-

па, полученные частицы по химическому составу представляли собой оксиды. Учитывая различное образование сферических или частично сферических частиц в зависимости от металла катода, но примерно при одинаковых условиях тока и напряжения, можно сделать вывод, что на получение сферического порошка с жидким анодом влияет теплопроводность и температура плавления металла. При низкой теплопроводности металла и близкой температурой плавления, например, как в пределах температуры плавления титана и нержавеющей стали, при описанных электрических параметрах был получен идеально сферический порошок, а, например, из алюминия и меди, где теплопроводность в несколько раз больше, чем у железа и титана, порошок при том же напряжении и плотности тока, что и в опыте с железом и титаном оказался частично сферическим. Не получались идеально сферической формы частицы в случае с циркониевым катодом, когда температура плавления была выше чем у титана и железа, а теплопроводность сопоставима с титаном (табл. 1).

**Таблица 1**

**Таблица полученных при одинаковых параметрах электрического разряда на установке с жидким анодом сферических, несферических или частично сферических металлических частиц с данными об их теплопроводности и температуре плавления**

Материал катода	Теплопроводность, Вт/м·К	Температура плавления, К	Геометрическая форма частиц
Ti	21,9	1933	Идеально сферическая
Fe	80,4	1808	Идеально сферическая
12x18н10т	16,1	1693	Идеально сферическая
Cu	384	1356	Частично сферическая
Al	237	993,5	Частично сферическая
Zr	22.6	2125	Частично сферическая
W	173	3695	Несферическая

При фазоструктурном анализе на дифрактометре ДРОН-8Н порошка полученного при распылении катода из титана на жидком аноде, была получена рентгенограмма  $TiO_2$ .

Химический анализ, проведенный на сканирующем электронном микроскопе Phenom ProX показал следующие данные (табл. 2, табл. 3, табл. 4).

**Таблица 2**

*Химический состав частицы порошка, при распылении железного катода на установке с жидким анодом*

Символ элемента	Атомная концентрация	Массовая концентрация
Fe	42,5	72,1
O	57,5	27,9

**Таблица 3**

*Химический состав частицы порошка, при распылении титанового катода на установке с жидким анодом*

Символ элемента	Атомная концентрация	Массовая концентрация
Ti	15,36	35,89
O	83,04	64,11

**Таблица 4**

*Химический состав частицы порошка, при распылении циркониевого катода на установке с жидким анодом*

Символ элемента	Атомная концентрация	Массовая концентрация
Zr	33,02	72,93
O	66,98	27,07

Исходя из полученных массовых концентраций получаем простейшие формулы веществ:  $FeO$ ,  $TiO_5$ ,  $ZrO_2$ .

На лазерном анализаторе частиц Микросайзер 201, были проведены измерения распределения по размерам частиц в полученных порошках  $FeO$  и  $TiO_2$ , данные представлены в (табл. 5).

Для табличных значений выбран промежуток от 11,2 до 208 мкм, такой промежуток выбран, так как он является наибольшим (пиковым) по процентному содержанию частиц.

**Таблица 5**

*Процентное распределения частиц для промежутка от 11,2 до 208 мкм для  $FeO$  и  $TiO_2$*

Диаметр, мкм	Процентное соотношение для $FeO$ , %	Процентное соотношение для $TiO_2$ , %
11,2–13,4	1,70	1,54
13,4–16,1	0,14	0,5
16,1–19,3	0,16	0,27
19,3–23,2	2,55	2,42
23,2–27,9	2,49	3,33
27,9–33,4	0,58	2,9
33,4–40,2	1,17	4,03
33,4–40,2	5,56	7,67
40,2–48,2	11,20	11,9
48,2–57,9	15,00	14,4
57,9–69,5	15,70	14,4
69,5–83,4	13,70	12,3
83,4–100	10,30	9,12
100–120	6,78	5,94
120–144	3,83	3,35
144–173	1,81	1,59
173–208	1,70	1,54

## Выводы

В проводимых экспериментах получен металлический порошок, обладающий необходимыми для аддитивных технологий геометрическими параметрами сферичности и являющийся новым методом возможного удешевления процесса его получения. Также этот способ получения сферического порошка может представлять интерес и для других технологий. Выведена зависимость получения сферичности при исследуемых энергиях разряда в зависимости от температуры плавления и теплопроводности материала. Получено процентное распределение диаметров получаемых сферических частиц и их химический состав в исследуемом методе. В дальнейшем планируется расширение научно-исследовательских работ с использованием других химических составов токопроводящих жидких анодов, их влияние на химический состав и структуру получаемых гранул порошка,

другие варианты ввода энергии (увеличение или уменьшение электрических параметров, чем изученные) других металлов, геометрий электродов, создание вариантов конструкции исследовательской установки по увеличению производительности метода.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Ерёмин С. А., Аникин В. Н., Кузнецов Д. В., Леонтьев И. А., Степанов Ю. Д., Дубинин В. З., Колесникова А. М., Яшинов Ю. М. / Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2019. № 3. С. 4–12. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2019-3-4-12>.
2. Kashapov R. N., Kashapov L. N., Kashapov N. F., Sergeev P. V. / J. Phys.: Conf. Ser. 2021. Vol. 1923. P. 012025. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1923/1/012025>.
3. Gaisin Al., Kayumov R., Kuputdinova A. / Plasma-liquid production of metal powder for 3d printing applications Proceedings of the X International Conference «PLASMAPHYSICS AND PLASMA TECHNOLOGY» (PPPT-10). – Minsk, September 12–16, 2022. P. 402–405.
4. Zenina M. V. / Technology of light alloys. 2015. № 3. P. 32–38.
5. Zhen D., Yongge C., Chaoyang M. / Rare metal materials and engineering. 2017. Vol. 46. P. 333–338. [https://doi.org/10.1016/S1875-5372\(17\)30090-5](https://doi.org/10.1016/S1875-5372(17)30090-5).
6. Yuming W., Junjie H., Yanwei S. / Rare metal materials and engineering. 2013. Vol. 42. P. 1810–1813. [https://doi.org/10.1016/S1875-5372\(14\)60010-2](https://doi.org/10.1016/S1875-5372(14)60010-2).
7. Qijun L., Lin Z., Dongbin W. / Results in Physics. 2017. Vol. 7. P. 1289–1298.
8. Shijie S., Zhuang M., Yanbo L. / Ceram. Int. 2019. Vol. 45 (1). P. 1258–1264. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.10.008>.
9. Shekhovtsov V. V., Volokitin G. G., Kondratyuk A. A., Vitske R. E. / IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 2016. Vol. 156. P. 012043. DOI: 10.1088/1757-899X/156/1/012043.
10. Аришинов К. И., Бобровский В. В., Янусов В. А. / Получение сфероидизированного порошка  $Al_2O_3$  с использованием импульсного АИГ+3ND лазера: материалы международного симпозиума «Перспективные материалы и технологии». – Минск, 2021. С. 84.
11. Rodionov A. I., Efimochkin I. Yu., Buyakina A. A., Letnikov M. N. / Aviation materials and technologies. 2016. № 1. P. 60–64.
12. Голубева К. Р. Методы сфероидизации металлических порошков: тексты докладов участников Международной молодёжной научной конференции «XXIV Туполевские чтения (школа молодых ученых)» в 6 т. 2019. С. 566–569.
13. Bissett H., van der Walt I. J. / Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy. 2017. Vol. 117 (10). P. 975–980.
14. Vock S., Klöden B., Kirchner A. et al. / Prog. Addit. Manuf. 2019. № 4. P. 383–397.
15. Андриевский Р. А. Порошковое материаловедение. – М.: Металлургия, 1991.
16. Rudskikh V. V., Volkova T. S., Levchenkova O. N., Zharkov A. Yu., Svetlakov S. V. / Hydrogenation of titanium shot under reduced hydrogen pressure, Collection of abstracts of the Fifth International Conference and the Ninth International School of Young Scientists and Specialists. A. A. Kurdyumov, Sarov, RFNC-VNIIEF, 2014. P. 166–169.
17. Davydenko V. I., Ivanov A. A., Vaisen G. Experimental methods of plasma diagnostics. Lectures for students of the Faculty of Physics. Part 1. – Novosibirsk: NGU, 1999.
18. Беляев Е. С. Магнитореологические жидкости: технологии создания и применение / Под ред. А. С. Плехова. – Нижегород. гос. техн. ун-т им. Р. Е. Алексеева, 2017.
19. Jin Ge, Liang Zhao, Yan-Ping Shi / Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies. 2007. Vol. 31. № 2. P. 151–160.
20. Morozov R. et al. / Journal of Non-Crystalline Solids. 2018. Vol. 497. P. 71–81.
21. Sheikina M. S., Vishnevsky T. A., Maltseva N. V. / Development of a spherical catalyst for low-temperature air purification from CO, Innovative materials and technologies: materials Intern. sci.-tech. conf. young scientists. – Minsk: BSTU, 2022. P. 371–374.
22. Baryshnikov Yu. S., Kurakin R. O., Tverdohlebov K. V., Chikiryaka A. V., Orlov P. A., Poniaev S. A. / High Temperature Material Processes: An International Quarterly of High-Temperature Plasma Processes. 2023. Vol. 27 (3). P. 89–94. <https://doi.org/10.1615/HighTempMatProc.2022046579>.

## Obtaining spherical metal particles in a liquid anode setup

*Yu. S. Baryshnikov<sup>1</sup>, R. O. Kurakin<sup>1</sup>, A. V. Chikiryaka<sup>1</sup>, F. A. Orlov<sup>1</sup>,  
K. V. Tverdokhlebov<sup>1</sup>, S. A. Leukhin<sup>2</sup>, M. I. Yurchenkov<sup>2</sup> and S. A. Ponyaev<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> Ioffe Institute  
26 Polytekhnicheskaya st., St. Petersburg, 194021, Russia

<sup>2</sup> JSC “NIIIEFA”  
3 road to Metallostroy, pos. Metallostroy, St. Petersburg, 196641, Russia  
E-mail: iulianbaryshnikov@ya.ru

*Received 11.11.2022; accepted 23.03.2023*

***This paper presents the results of experimental studies on a facility with a liquid anode for plasma sputtering of various metals. The process of plasma sputtering of a metal cathode, which is a metal wire or shavings from various metals (stainless steel, iron, galvanized iron, titanium, tungsten, nickel-chromium alloy, copper, tin, aluminum, zirconium), has been studied. For some materials, a powder of an ideal spherical shape has been obtained, which may be of interest for various technologies, including additive ones.***

*Keywords:* liquid anode, liquid discharge, spherical metal particles.

DOI: 10.51368/1996-0948-2023-3-18-24

### REFERENCES

1. Eremin S. A., Anikin V. N., Kuznetsov D. V., Leontiev I. A., Stepanov Yu. D., Dubinin V. Z., Kolesnikova A. M. and Yashnov Yu. M., Powder metallurgy and functional coatings, № 3, 4–12 (2019), <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2019-3-4-12>.
2. Kashapov R. N., Kashapov L. N., Kashapov N. F. and Sergeev P. V., J. Phys.: Conf. Ser. **1923**, 012025 (2021), <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1923/1/012025>.
3. Gaisin Al., Kayumov R. and Kuputdinova A. Proc. X International Conference «PLASMAPHYSICS AND PLASMA TECHNOLOGY» (PPPT-10). Minsk, September 12–16, 2022, pp. 402–405.
4. Zenina M. V., Technology of light alloys, № 3, 32–38 (2015).
5. Zhen D., Yongge C. and Chaoyang M., Rare metal materials and engineering **46**, 333–338 (2017), [https://doi.org/10.1016/S1875-5372\(17\)30090-5](https://doi.org/10.1016/S1875-5372(17)30090-5).
6. Yuming W., Junjie H. and Yanwei S., Rare metal materials and engineering **42**, 1810–1813 (2013), [https://doi.org/10.1016/S1875-5372\(14\)60010-2](https://doi.org/10.1016/S1875-5372(14)60010-2).
7. Qijun L., Lin Z. and Dongbin W., Results in Physics **7**, 1289–1298 (2017).
8. Shijie S., Zhuang M. and Yanbo L., Ceram. Int. **45** (1), 1258–1264 (2019), <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.10.008>.
9. Shekhovtsov V. V., Volokitin G. G., Kondratyuk A. A. and Vitske R. E., IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. **156**, 012043 (2016), <https://doi.org/10.1088/1757-899X/156/1/012043>.
10. Arshinov K. I., Bobrovsky V. V. and Yanusov V. A., Proc. international symposium PERSPECTIVE MATERIALS AND TECHNOLOGIES. Minsk, 2021, p. 84.
11. Rodionov A. I., Efimochkin I. Yu., Buyakina A. A. and Letnikov M. N., Aviation materials and technologies, № 1, 60–64 (2016).
12. Golubeva K. R., Proc. XXIV Tupolev readings (school of young scientists). Texts of reports of the participants of the International Youth Scientific Conference, in 6 volumes, 2019, pp. 566–569.

13. Bissett H., van der Walt I. J., *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy* **117** (10), 975–980 (2017).
14. Vock S., Klöden B., Kirchner A. et al., *Prog. Addit. Manuf.*, № 4, 383–397 (2019).
15. Andrievsky R. A., *Poroshkovoe materialovedenie*, Moscow, Metallurgiya, 1991 [in Russian].
16. Rudskikh V. V., Volkova T. S., Levchenkova O. N., Zharkov A. Yu. and Svetlakov S. V., *Collection of abstracts of the Fifth International Conference and the Ninth International School of Young Scientists and Specialists*. A. A. Kurdyumov, Sarov, RFNC-VNIIEF, pp. 166–169 (2014).
17. Davydenko V. I., Ivanov A. A. and Vaisen G., *Experimental methods of plasma diagnostics. Lectures for students of the Faculty of Physics. Part 1*, Novosibirsk, NGU, 1999.
18. Belyaev E. S. et al., *Magnetorheological fluids: technologies of creation and application*. ed. A. S. Plekhov, Nizhny Novgorod. State tech. un-t R. E. Alekseeva, 2017.
19. Jin Ge, Liang Zhao and Yan-Ping Shi, *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies*, № 31:2, 151–160 (2007).
20. Morozov R. et al., *Journal of Non-Crystalline Solids* **497**, 71–81 (2018).
21. Sheikina M. S., Vishnevsky T. A. and Maltseva N. V., *Innovative materials and technologies: Materials Intern. sci.-tech. conf. young scientists*, Minsk: BSTU, pp. 371–374 (2022).
22. Baryshnikov Yu. S., Kurakin R. O., Tverdohlebov K. V., Chikiryaka A. V., Orlov P. A. and Poniaev S. A., *High Temperature Material Processes: An International Quarterly of High-Technology Plasma Processes* **27** (3), 89–94 (2023), <https://doi.org/10.1615/HighTempMatProc.2022046579>.