

Хранение и сушка металлических порошков

Руководство по группам сплавов

Русский перевод Metal Powder Storage & Drying Guidelines. В исходном документе указана Jiangsu Vilory Advanced Materials Co., Ltd (VMP).

Численные значения и утверждения оригинала сохранены в переводе. Прежде чем использовать их как производственный регламент, подтвердите применимость к конкретной марке, партии и оборудованию у поставщика. Замечания к отдельным положениям приведены в конце документа.

1 Общие сведения

Металлические порошки для аддитивного производства чувствительны к воздействию окружающей среды. Неправильное хранение приводит к окислению, поглощению влаги, образованию агломератов частиц и, в конечном счёте, к ухудшению качества печати: пористости, дефектам несплавления и нестабильности механических свойств. Ниже рекомендации разделены по группам сплавов с учётом различий в химической активности и механизмах ухудшения свойств.

2 Рекомендации по хранению по группам сплавов

RH означает относительную влажность воздуха; ppm означает миллионные доли; мбар является единицей давления. Обозначения марок сохранены как в оригинале.



Закрытые банки в шкафу и на стеллаже. Иллюстрация ИИ по образцу владельца.

2.1 Титановые порошки

TC4, TA1, TA15, Ti64 ELI, T70X

Титановые порошки обладают чрезвычайно высокой реакционной способностью: они легко поглощают кислород, азот и водород при температуре окружающей среды. Окисление вызывает охрупчивание вследствие внедрения примесей: прочность увеличивается, а пластичность резко снижается. Загрязнение влагой приводит к поглощению водорода и образованию пор при печати.

Параметр	Требование	Обоснование
Атмосфера	Аргон $\geq 99,999\%$	Предотвращает поглощение O/N/H; загрязнение азотом вызывает нитридные включения.
Остаточный O ₂ в упаковке	< 500 ppm	Выше этого порога ускоряется рост оксидного слоя.
Влажность воздуха	$< 30\%$ RH	Снижает адсорбцию влаги на поверхности порошка.
Температура хранения	15-30 °C	Исключает температурные циклы, вызывающие конденсацию.
Тара	Герметичные пакеты с алюминиевым барьерным слоем или стальные барабаны с продувкой аргоном	Двойной барьер от проникновения влаги и O ₂ .
Срок в закрытой упаковке	12 месяцев с даты упаковки	При сохранении целостности упаковки.
После вскрытия	Использовать в течение 72 часов; после каждого использования повторно продувать аргоном	На воздухе порошок быстро теряет свойства.

2.2 Никелевые и кобальтовые жаропрочные сплавы

IN718, IN625, НХ, GH4099, CoCrMo, CoCrW

Никелевые и кобальтовые сплавы менее активны, чем титан, но чувствительны к загрязнению серой и фосфором, которые вызывают охрупчивание границ зёрен при повышенных температурах. Влага вносит водород, повышающий склонность к горячим трещинам при LPBF, лазерном сплавлении в порошковом слое.

Параметр	Требование	Обоснование
Атмосфера	Аргон или азот $\geq 99,99\%$	Предотвращает поверхностное окисление и поглощение S/P из воздуха.
Влажность воздуха	$< 40\% \text{ RH}$	Снижает поглощение водорода, связанное с влагой.
Температура хранения	15-30 °C	Стабильная; особых температурных требований нет.
Длительное хранение	Вакуумная упаковка $< 10^{-1}$ мбар	Рекомендуется при хранении более 6 месяцев; препятствует постепенному окислению.
Тара	Герметичная тара из HDPE или пакеты с алюминиевым барьерным слоем	Барьер от влаги; HDPE, полиэтилен высокой плотности, исключает загрязнение при контакте с металлом.
Срок в закрытой упаковке	18 месяцев	Более длительная стабильность, чем у Ti, благодаря меньшей активности.
После вскрытия	Повторно герметизировать с осушителем; использовать в течение 1 недели	Изменения идут медленнее, чем у Ti, но накопление влаги всё равно вредно.

2.3 Алюминиевые порошки

AlSi10Mg, A60X, 6061, AlSi7Mg

Алюминиевые порошки имеют низкую плотность, около $2,7 \text{ г/см}^3$, большую площадь поверхности относительно объёма и естественно образующийся оксидный слой Al_2O_3 . Они склонны к агломерации вследствие электростатического заряда и образования влажностных мостиков между частицами. Чувствительность к тепловому расширению делает колебания температуры нежелательными.

Параметр	Требование	Обоснование
Атмосфера	Аргон или сухой азот	Предотвращает дальнейшее окисление; слой Al_2O_3 уже есть, но избыток O ухудшает текучесть.
Влажность воздуха	< 30% RH	Влага вызывает образование мостиков и агломерацию частиц.
Температура хранения	10-30 °C, стабильная	Расширение и сжатие при температурных циклах способствуют холодной сварке и слёживанию.
Тара	Герметичная электропроводящая упаковка, антистатические пакеты	Рассеивает статический заряд и предотвращает электростатическую агломерацию.
Обращение	Бережное; избегать вибрации и ударов	Частицы с низкой плотностью легко уплотняются в нетекучие слежавшиеся массы.
Срок в закрытой упаковке	12 месяцев	Оксидный слой обеспечивает некоторую естественную пассивацию.
После вскрытия	Использовать в течение 48 часов; повторно герметизировать с осушителем	Гигроскопичен; быстро поглощает влагу при RH выше 30%.

2.4 Стальные порошки и порошки на основе железа

316L, 17-4PH, 18Ni300, Corrax, 4Cr13, F30C

Порошки нержавеющей и инструментальной сталей наиболее неприхотливы при хранении, но требуют контроля влаги для предотвращения ржавления, особенно мартенситные марки 17-4PH и 4Cr13. Мартенситно-старееющие стали 18Ni300 и Corrax более чувствительны из-за содержания никеля.

Параметр	Требование	Обоснование
Атмосфера	Аргон или сухой азот	Предотвращает ржавление и поверхностное окисление частиц Fe.
Влажность воздуха	< 50% RH	Общий контроль влаги; для мартенситных марок желательно < 40%.
Температура хранения	15-35 °C	Широкий допустимый диапазон; особой температурной чувствительности нет.
Тара	Герметичные барабаны из HDPE или металла с пакетом осушителя	Экономичный барьер от влаги.
Срок в закрытой упаковке	24 месяца	Самый длительный срок среди групп порошков для аддитивного производства.
После вскрытия	Повторно герметизировать со свежим осушителем; использовать в течение 2 недель	Влага накапливается постепенно; проверять наличие ржавых пятен.

2.5 Медные порошки

CuCrZr, чистая Cu

Медные порошки легко окисляются с образованием тёмного поверхностного слоя CuO/Cu₂O, ухудшающего поглощение лазерного излучения и теплопроводность. CuCrZr дополнительно чувствителен к окислению Cr, которое ослабляет эффект дисперсионного твердения.

Параметр	Требование	Обоснование
Атмосфера	Аргон $\geq 99,999\%$; избегать азота	Cu не реагирует с N ₂ , но N ₂ не предотвращает окисление; предпочтителен аргон.
Влажность воздуха	< 30% RH	Влага ускоряет окисление Cu, гальванический эффект.
Температура хранения	10-28 °C	Избегать повышенных температур, ускоряющих окисление.
Тара	Вакуумные пакеты с алюминиевым барьерным слоем	Критичен кислородный барьер; HDPE недостаточен.
Срок в закрытой упаковке	6 месяцев	Самый короткий срок; медленное окисление продолжается даже в аргоне.
После вскрытия	Использовать в течение 24 часов	Быстрое окисление на воздухе; переход цвета от розового к коричневому указывает на ухудшение состояния.

3 Рекомендации по сушке

При подозрении на загрязнение влагой, например при плохой текучести, слёживании или повышенном содержании O/N, сушку необходимо проводить в строго контролируемых условиях. Способ и параметры существенно различаются для разных групп сплавов. Слишком интенсивная сушка может быть столь же вредной, как сама влага.

3.1 Вакуумная сушка

Рекомендуется для Ti, Ni и Cu

Вакуумная сушка удаляет адсорбированную влагу без введения реакционноспособных газов. Это предпочтительный метод для сплавов, чувствительных к кислороду.

Группа	Температура	Время	Давление	Примечание
Титановые	80-100 °C	4-6 ч	$< 10^{-1}$ мбар	Не превышать 120 °C: ускоряется поглощение примесей O/N даже в вакууме.
Никелевые и кобальтовые	100-120 °C	4-8 ч	$< 10^{-1}$ мбар	Выше допустимая температура; 8 ч для порошка, хранившегося более 12 месяцев.
Медные	60-80 °C	2-4 ч	$< 10^{-1}$ мбар	Пониженная температура предотвращает ускоренное окисление свежей поверхности Cu после удаления влаги.
Стальные	100-150 °C	2-4 ч	< 1 мбар	Наиболее широкий диапазон; более высокая температура допустима для сушки в целях предотвращения ржавления.
Алюминиевые	50-70 °C	2-4 ч	$< 10^{-1}$ мбар	Низкая температура критична: выше 80 °C в вакууме Al подвергается холодной сварке с необратимой агломерацией.

3.2 Сушка потоком инертного газа

Альтернатива для чувствительных к нагреву порошков

Для алюминиевых порошков и мелких фракций титана с $D_{10} < 20$ мкм мягкая сушка потоком аргона при окружающей или немного повышенной температуре позволяет избежать риска холодной сварки при вакуумной сушке.

Алюминиевые порошки: 40-60 °C, 6-8 часов в потоке аргона 2-5 л/мин; толщина слоя порошка менее 2 см.

Мелкие титановые порошки < 20 мкм: 60-80 °C, 4-6 часов в потоке аргона; контролировать O_2 на выходе и прекращать сушку после стабилизации показаний O_2 .

Общее правило: сушка инертным газом идёт медленнее, но мягче. Она предпочтительна, если вакуум создаёт риск спекания частиц или холодной сварки.

3.3 Проверка результата сушки

Сравнить массу до и после сушки: снижение содержания влаги для влажного порошка должно составлять не менее 0,05% по массе.

Проверить текучесть после сушки на расходомере Холла: показатель должен вернуться к спецификации, для большинства марок аддитивных порошков менее 30 с/50 г.

Провести анализ кислорода и азота: содержание O после сушки не должно увеличиваться; рост указывает на слишком высокую температуру сушки.

Визуальный контроль: цвет не должен изменяться; потемнение указывает на окисление при сушке.

4 Краткая сводка

Группа	Атмосфера	RH	Хранение	В закрытой таре	После вскрытия	Сушка в вакууме
Титан	Ar; O ₂ < 500 ppm	< 30%	15-30 °C	12 мес.	72 ч	80-100 °C
Никель и кобальт	Ar или N ₂	< 40%	15-30 °C	18 мес.	1 неделя	100-120 °C
Алюминий	Ar или сухой N ₂	< 30%	10-30 °C	12 мес.	48 ч	50-70 °C
Сталь и железо	Ar или N ₂	< 50%	15-35 °C	24 мес.	2 недели	100-150 °C
Медь	Только Ar	< 30%	10-28 °C	6 мес.	24 ч	60-80 °C

5 Распространённые ошибки

Вскрытие тары в условиях высокой влажности. Всегда открывайте тару в зоне контролируемой влажностью, по возможности менее 30% RH. Вскрытие холодной тары в тёплом влажном помещении вызывает немедленную конденсацию на поверхности порошка. Даже однократное воздействие может испортить партию.

Чрезмерная сушка титанового или алюминиевого порошка. Сушка Ti выше 120 °C или Al выше 80 °C может привести к необратимым повреждениям: поглощению примесей O/N для Ti и холодной сварке либо спеканию частиц Al. Исходная текучесть не восстановится.

Использование азота для медного порошка. N₂ не реагирует с Cu напрямую, но не препятствует окислению. Медь в азоте всё равно со временем темнеет. Эффективную защиту обеспечивает только аргон.

Размещение тяжёлой тары поверх барабанов с порошком. Особенно алюминиевый порошок уплотняется под длительной нагрузкой с образованием нетекучих слежавшихся масс. Храните алюминиевые порошки на отдельных полках, без штабелирования барабанов.

Отсутствие замены осушителя после вскрытия. Пакет осушителя в герметичной таре насыщается при первом контакте с окружающим воздухом. Перед повторной герметизацией его необходимо заменить свежим: насыщенный осушитель не обеспечивает защиты.

Предположение, что все сплавы выдерживают один цикл сушки. Режим 150 °C / 4 ч, проверенный для 316L, уничтожит партию алюминиевого порошка. Всегда подбирайте режим под группу сплава, без исключений.

Технические замечания к переводу

Этот раздел добавлен при подготовке русской версии и не является частью исходного руководства.

1. Это перевод предоставленного файла, а не подтверждение перечисленных режимов для всех порошков указанных групп. В оригинале нет даты редакции, ссылок на испытания и привязки численных режимов к конкретным партиям. Сроки 24-72 часа после вскрытия и сроки 6-24 месяца в герметичной упаковке требуют подтверждения поставщика.
2. Утверждение об обязательном ухудшении поглощения лазерного излучения при окислении меди нельзя обобщать. В работе Fundamental investigation on the impact of Cu powder oxidation states on processability by powder bed Fusion-Laser Beam/Metal показано увеличение поглощения при контролируемом окислении в условиях эксперимента. Это не рекомендация самостоятельно окислять порошок. Источник:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0264127525018155>
3. Порог < 30 с/50 г не является универсальным критерием ASTM B213. Метод применим к порошкам, самостоятельно проходящим через воронку Холла; некоторые мелкие порошки через неё не текут. Сравнивайте результат с согласованной спецификацией конкретного материала. Источник: <https://store.astm.org/b0213-20.html>
4. Категорические положения о холодной сварке Al выше 80 °C, поглощении O/N/H титаном при комнатной температуре, безусловном превосходстве аргона над азотом для меди, мгновенном насыщении осушителя и завершении сушки по стабилизации O₂ нуждаются в дополнительном техническом обосновании. Не используйте их как самостоятельные критерии допуска партии.

Контакты VMPowder

office@vmpowder.ru
+7 (495) 191-75-73
vmpowder.ru