

УДК 621.793.74

ОСОБЛИВОСТІ МІКРОСТРУКТУРИ ТА ВЛАСТИВОСТІ ПОРОШКІВ АЛЮМІНІДІВ ЗАЛІЗА, ОТРИМАНИХ МЕТОДОМ ПЛАЗМОВО-ДУГОВОЇ СФЕРОЇДИЗАЦІЇ

*Л. І. АДЄСВА, А. Ю. ТУНІК, В. М. КОРЖИК, Д. В. СТРОГОНОВ,
В. А. КОСТІН, О. В. КОНОРЕВА*

Інститут електрозварювання ім. Є. О. Патона НАН України, Київ

Досліджено порошки алюмінідів заліза, отриманих методом плазово-дугового розпилення порошкового струмопровідного дроту зі сталеву оболонкою і алюмінієвим наповнювачем. Випробовувано у середовищі аргону на установці “PLAZAR-50-PL-W”. Встановлено, що на всіх режимах роботи плазмотрона розпилені частки переважно сферичної форми. Кількість несферичних становить 7...12% у порошках фракції –315+200 μm, а в дрібніших – 4...5%. Основними фазами одержаних матеріалів є алюмініди заліза Fe₃Al і FeAl за різних співвідношень. У всіх фракціях порошків кількість металевого складника більша, ніж оксидного. Вміст оксидів зростає зі зменшенням фракції порошку і зниженням сили струму плазмотрона. Під час розпилення за сили струму 220 і 270 А у фракції порошку –200+100 μm зафіксовано більше алюмінідів і найменше оксидів. У дрібніших фракціях вміст алюмінідів становить 70,38...75,68, а оксидів зростає до 29,62 wt%. Мікротвердість металевих часток дорівнює 3,07...4,59 GPa. Оксидні складаються, в основному, з Fe₃O₄ і Fe₂O₃ і володіють вищою мікротвердістю (5,32...8,15 GPa) за всіх режимів розпилення. Одержані порошки можна рекомендувати для 3D виробництва за прямого енергетичного наплавлення, до якого відносять лазерні (DMD – Direct Metal Deposition), а також для виготовлення точних заготовок з мінімальним припуском на механічну обробку за допомогою методів компактування у гранульній металургії – гарячого ізостатичного пресування (HIP – Hot Isostatic Pressing).

Ключові слова: *плазово-дугове розпилення, дротові матеріали, інтерметалідні фази, мікроструктура, мікротвердість.*

Iron aluminide powders obtained by the method of plasma-arc spraying of a flux-cored conductive wire with a steel shell and an aluminium filler were investigated. The experiments were carried out in an argon environment on the “PLAZAR-50-PL-W” installation. It was established that at all operation modes of the plasma torch, the sputtered particles are mostly spherical in shape. The number of particles of non-spherical shape is 7...12% in powders of the –315+200 μm fraction and in smaller fractions it is equal to 4...5%. The main phases of the obtained materials are Fe₃Al and FeAl iron aluminides in various ratios. In all powder fractions the amount of the metal component is greater than of the oxide component. The number of oxides increases with a decrease in the powder fraction and a decrease in the plasma torch current. Under spraying at a current of 220 and 270 A in the powder fraction –200 + 100 μm, a larger amount of aluminides 83.88 and 86.30 and the lowest content of oxides up to 10...18% was recorded. In smaller powder fractions the content of aluminides is 70.38...75.68, and the amount of the oxide component increases to 29.62 wt%. The microhardness of metal particles is 3.07...4.59 GPa. Oxide particles consist mainly of Fe₃O₄ and Fe₂O₃ iron oxides and have a higher microhardness of 5.32...8.15 GPa under all spraying modes. The obtained powders can be recommended in 3D production for the direct energy deposition method, which includes laser deposition

processes (DMD – Direct Metal Deposition). These materials can be used in the production of precise workpieces with a minimum allowance for mechanical processing using compaction methods in granular metallurgy – hot isostatic pressing (HIP).

Keywords: *plasma-arc spraying, wire materials, intermetallic phases, microstructure, microhardness.*

Вступ. Серед перспективних інтерметалідних конструкційних матеріалів, які володіють унікальним комплексом фізико-механічних і експлуатаційних властивостей, особливе місце займають матеріали на основі алюмінідів заліза, які більш легкі і значно дешевші, ніж більшість жароміцних сталей та сплавів. У низці досліджень зауважили виняткові властивості інтерметалідів заліза Fe_3Al і $FeAl$. Зокрема, високу тривкість до окиснення і корозії в агресивних середовищах, низькі теплопровідність і питому вагу, тривкість до зношування [1–3]. Однак їх не часто застосовують у промисловості через відсутність простої і недорогої технології виробництва. Методом плазово-дугового розпилення (ПДР) дротяних матеріалів вдається отримувати високоякісні сферичні порошки з полішеними технологічними властивостями, придатними для 3D друку металевих виробів складної форми та гранульної металургії. Адитивні технології надзвичайно перспективні, коли необхідно зменшити енергетичні і матеріальні витрати під час створення найрізноманітніших видів продукції складної конфігурації [4–9]. Щоб одержати якісну продукцію, металеві порошки повинні вирізнятися сферичністю, правильним розподілом часток за розміром, сипучістю, низьким вмістом домішок, відсутністю пор та інших дефектів. При цьому частки повинні мати стабільний фазовий і хімічний склад [9–11]. ПДР можна зменшити пористість порошків, збільшити щільність та підвищити чистоту матеріалу. Його перевагами є простота регулювання складу наповнювачів порошкових дротів (ПД), отримання необхідного хімічного і фазового складу порошку, ефективність і надійність використання обладнання [12–18].

Мета дослідження – вивчити вплив технологічних параметрів ПДР струмопровідного дроту-анода системи $Fe-Al$ на гранулометричний склад і морфологію отримуваних часток під час їх тверднення і сфероїдизації в аргоні.

Матеріали і методи випробувань. Для напилювання використовували ПД, який складався з оболонки зі сталі AISI 1008 завтовшки 0,4 mm та наповнювача з порошку алюмінію (MA4). Коефіцієнт наповнення становив 25...27 vol%. Склад дроту відповідав формулі інтерметаліду Fe_3Al [19, 20].

Зразки порошків отримували, розпилюючи струмопровідний ПД на обладнанні, розробленому в Інституті електрозварювання ім. Є. О. Патона. Технологія полягала у плавленні струмопровідного дроту-анода, який вводили у зону високошвидкісного плазового струменя, та подальшому подрібненні крапель розплаву, що зривалися з торця дроту. Дуга горить між неплавким вольфрамовим катодом і струмопровідним дротом-анодом, який подають за зрізом сопла плазмотрона. Плазموутворювальний газ, що надходить у робочу камеру, нагрівається електричною дугою і витікає зі сопла у вигляді плазового струменя. Аргонна плазма плавить та розпилює матеріал дроту. Супутній газ перешкоджає розширенню плазового струменя внаслідок зменшення кута його розкриття, через що збільшується газодинамічний натиск на торець дроту і вдається отримувати оптимальний фракційний склад порошку.

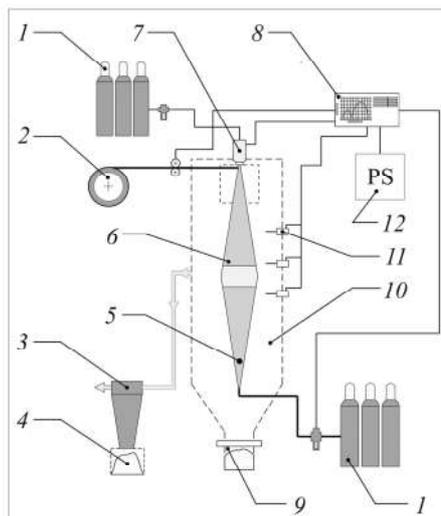
ПД розпилювали в камері об'ємом $0,49\text{ m}^3$ з контрольованою атмосферою аргону за такою процедурою. З її низу через форсунку зі системою отворів діаметром 1 mm подавали впродовж 20 min аргон зі швидкістю 25 l/min, щоб витіснити повітря і створити умови для розпилення ПД у контрольованій атмосфері. Конструкція камери розпилення передбачає створення протипотоку газу, який зменшує швидкість часток та збільшує інтенсивність їх теплообміну зі середови-

щем (рис. 1). Так вдається запобігати виникненню конгломератів часток і контролювати властивості одержуваних порошків [10, 11].

Як зустрічний газ використовували аргон з початковою температурою 25°C та витратами 4,0...10,0 м³/h. Сопло для формування зустрічного потоку – циліндр Ø80 mm зі системою отворів 1 mm на виході з нього, що забезпечує ламінарне витікання газу в робочу камеру установки та сприяє збільшенню площі взаємодії зустрічного потоку газу і розпилюваних часток. При цьому значно підвищується вихід дрібної фракції, що сприяє різкому зростанню швидкостей охолодження і формуванню в частках порошків сплавів нанокристалічної та аморфної структур [14].

Рис. 1. Технологічна схема ПДР у камері з використанням потоку газу: 1 – система подачі газу; 2 – система подачі дроту; 3 – циклон; 4 – порошок; 5 – зустрічний потік газу; 6 – плазмовий струмінь; 7 – плазмотрон; 8 – сенсорна панель оператора; 9 – збірник порошку; 10 – реактор камери розпилення; 11 – система давачів; 12 – джерело живлення (PS).

Fig. 1. Technological scheme of the plasma-arc spray (PAS) process in the chamber using counter flow of gas: 1 – gas supply system; 2 – wire feed system; 3 – cyclone; 4 – powder; 5 – gas counterflow; 6 – plasma jet; 7 – plasma torch; 8 – operator sensor panel; 9 – powder collector; 10 – reactor of spraying chamber; 11 – sensor system; 12 – power supply (PS).



Технологічні параметри процесу такі: сила струму 180...270 А, робоча напруга дуги 70±10 V, витрата плазмоутворювального газу 2 м³/h, супутнього – 30 м³/h, швидкість подачі ПД 11,5±1,5 м/мін, відстань між катодом і анодом 10 mm, зазор між соплом та кільцевим електродом 2 mm, довжина заглиблення катода 1 mm. Плазмоутворювальним, супутнім та зустрічним газом був аргон вищого гатунку (ISO 14175-2008). Прийнятні режими розпилювання визначали за досягнення плазмовим струменем мінімального кута розкриття та стабільності процесу.

Гранулометричний склад лабораторних партій порошків встановлювали методом ситового аналізу згідно з методикою ISO 2591-1:1988 на лабораторному віброгрохоті “Analizzette 3 Spartan” (Німеччина) з комплектом сит з розмірами отворів 25...500 μm, маса проби – не менше 100 g порошку [17, 21, 22].

Застосовували комплексні методики досліджень вихідних дротів та отриманих порошкових матеріалів [18, 23–29]. Методом металографічного аналізу вивчали мікроструктуру розпилюваних часток порошку (мікроскоп “Неофот-32”). Рентгеноструктурний фазовий аналіз (РСФА) виконували в монохроматизованому CuK_α -випромінюванні, покрокове сканування – в інтервалі кутів $10 \leq 2\theta \leq 120$, час експозиції 3...9 s (дифрактометр ДРОН-М1). Для дюриметричного аналізу використовували твердомір М-400 фірми “LECO” за навантаження на індентор 0,496 N. Варіаційні криві будували за результатами не менше 100 вимірів. Морфологію часток порошку вивчали на растровому електронному мікроскопі JSM-840 (фірми “JEOL”, Японія) зі системою мікроаналізу Link-860/500 (“Link Analytical”, Англія). Досліджували структуру та визначали її елементний склад методом рентгеноспектрального мікроаналізу (РСМА) з допомогою аналітичного комплексу JAMP-9500F, оснащеного енергодисперсійним спектрометром OXFORD EDS INCA

Energy 350. За результатами енергодисперсійного аналізу діаметр зонда становить 1 μm , а за даними ОЖЕ-дослідження – 3 nm. Зображення структури отримували у вторинних електронах (SEI) при $U = 20 \text{ kV}$. Склад реактиву (wt%) для виявлення мікроструктури зразків такий [19]: 20 – HF + 20 HCl + 30 HNO₃ + 30 H₂O. Температура травлення ~ 40°C.

Диференційний термічний аналіз (ДТА) виконували на установці ВДТА-8М. Досліджували ПД системи Fe–Al в однакових умовах нагріву та охолодження ($T_{\text{max}} = 1600^\circ\text{C}$, $V = 80^\circ\text{C}/\text{min}$), щоб визначити фазові перетворення, що протікають у твердому стані. Нагрівали і охолоджували зразки двічі. Первинна термограма відповідала нагріву (охолодженню) вихідного зразка, а повторна – його нагріву після розплавлення в тиглі (отримання виливка). Випробовували в середовищі гелію за надмірного тиску 0,08 GPa. За кривими ДТА визначали температурні і теплові ефекти фазових перетворень. Виливки досліджували методами металографії, дюрометрії, а також РСФА і РСМА.

Результати та їх обговорення. Для моделювання процесів термодинамічної взаємодії між компонентами дроту під час ПДР методом ДТА досліджували структурно-фазові перетворення, що відбуваються за нагрівання в ПД з алюмінієвим наповнювачем (рис. 2).

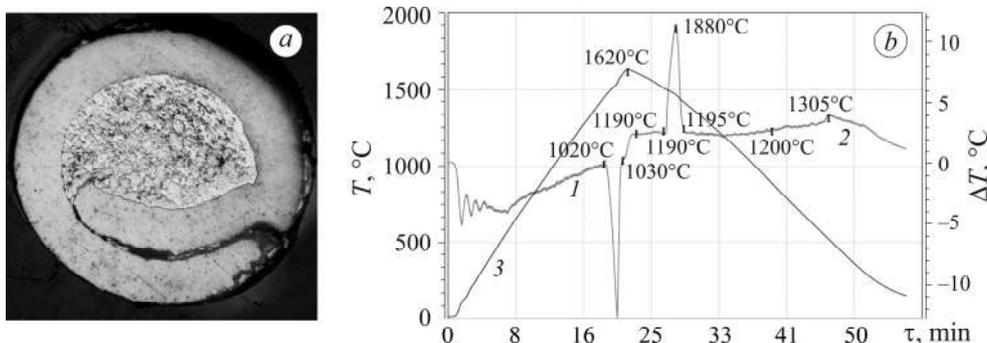


Рис. 2. Макроструктура поперечного перетину (а) та термограми ДТА (b) нагріву (1) і охолодження (2) порошкового дроту системи Fe–Al; 3 – нагрів-охолодження еталона.

Fig. 2. Macrostructure of the cross-section (a) and differential thermal analysis (DTA) thermograms (b) of heating (1) and cooling (2) of the Fe–Al flux-cored wire; 3 – heating-cooling of the standard.

Термограми ДТА другого нагріву (крива 1) і охолодження (крива 2) точніше відповідають фізичним процесам у ПД складу 86 Fe + 14 Al (wt%) під час розплавлювання. На термограмі нагріву виливка спостерігали ендотермічний ефект, який починається від температури 1020°C. Це свідчить про те, що вже під час першого нагріву сталеві оболонка і алюмінієвий наповнювач дроту повністю взаємодіють. Під час охолодження зразок також кристалізується одностадійно. Протікає екзотермічна реакція в інтервалі 1190...1880°C з утворенням переважної кількості матриці виливка.

Під час дослідження мікроструктури виливка методом ДТА в нетравленому стані виявили невелику пористість у світлій матриці. Після травлення тут зафіксували невелику кількість продовгуватих світло-сірих включень, довжина яких не перевищувала 32 μm , а ширина становила 6 μm (рис. 3a, b). За даними РСФА та РСМА матриця виливка ДТА – це алюмінід заліза Fe₃Al, а включення – алюмінід заліза Fe₃AlC_{0,5}, збагачений вуглецем. Крім того, іноді в дрібних порах матриці виливка присутні частки α -заліза (99,68 mass% Fe; 0,27 Al; 0,05 Si). Мікротвердість матриці $2,53 \pm 0,12 \text{ GPa}$, а включень $2,85 \pm 0,56 \text{ GPa}$. (рис. 3c).

Таким чином, під час термодинамічної взаємодії компонентів дроту за нагріву

в інертному середовищі до температури $\sim 1600^{\circ}\text{C}$ утворюється переважно алюмінід заліза Fe_3Al , що дає можливість прогнозувати появу аналогічної фази в розпилених порошках.



Рис. 3. Мікроструктура різних ділянок виливка за даними ДТА:
a – збільшення у 1000 разів; *b* – у 4000; *c* – у 12000 (стрілка вказує на фазу $\alpha\text{-Fe}$).

Fig. 3. Microstructure of different areas according to the DTA data:
a – $\times 1000$; *b* – $\times 4000$; *c* – $\times 12000$ (arrow marks $\alpha\text{-Fe}$ phase).

Вивчали також вплив технологічних параметрів ПДР, зокрема сили струму плазматрона (180; 220 та 270 А), на фазову взаємодію компонентів в умовах плавлення дроту (рис. 4). На його торцях виявили нахилену зону нагріву, характерну для плазово-дугової технології, та зону відриву розплавлених крапель металу.

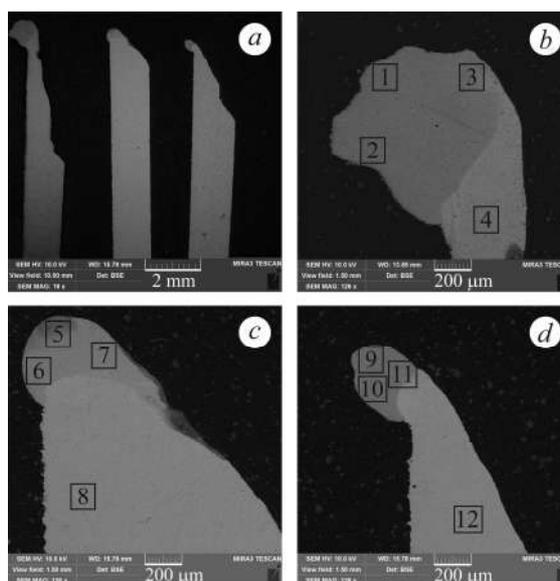


Рис. 4. Загальний вигляд (*a*) і структура торців дроту системи Fe-Al після різкого обриву дуги під час ПДР за різної сили струму плазматрона: *b* – 180 А; *c* – 220; *d* – 270 (табл. 1).

Fig. 4. A general view (*a*) and the structure of the ends of the Fe-Al wire after a sharp interruption of the arc in the plasma arc spraying (PAS) process at different plasmatron current:
b – 180 А; *c* – 220; *d* – 270 (Tabl. 1).

Методом РСМА встановили хімічний склад розплавлених зон на торці дроту за різних режимів розпилювання. Виявили, що за сили струму плазматрона 180 А інтегральний хімічний склад зони (краплі) відповідає формулі алюмініду заліза Fe_3Al , а її мікротвердістю становить $2,72 \pm 0,22$ GPa. За сили струму 220 А – це суміш фаз $\text{Fe}_3\text{Al} + \text{FeAl}$ з мікротвердістю $3,90 \pm 0,91$ GPa. За найбільшої сили струму плазматрона 270 А її склад змінюється і відповідає формулі алюмініду заліза FeAl , а мікротвердість становить $5,20 \pm 0,19$ GPa (рис. 4; табл. 1).

Слід зауважити, що з підвищенням струму процеси розплавлення і металургійної взаємодії наповнювача з металеву оболонкою пришвидшуються. Тому збільшується частка алюмінію на торці дроту (рис. 4*b–d*). Також слід зауважити, що розмір розплавленої зони на торці дроту з підвищенням сили струму від 180 до 270 А зменшується у 4,25 рази, а середній вміст алюмінію і заліза змінюється від 25 і 75 до 48 і 52 (at.%), відповідно. Отже, змінюючи технологічні параметри розпилення ПД, можна впливати не тільки на хімічний склад крапель, що відриваються від торця дроту, а й розпилюваних матеріалів. Але середовище, в якому кристалізуються порошки, змінює їх фазовий і хімічний склад.

Таблиця 1. Хімічний склад ділянок поздовжнього перетину дроту (див. рис. 4)

Сила струму, А	Ділянки (рис. 4)		Вміст елементів, at.%			
			Al	Fe	Si	O
180	Зона розплаву	1	23,51	76,49	–	–
		2	24,51	75,49	–	–
		3	25,85	74,15	–	–
	Сталева оболонка	4	–	100,0	–	–
220	Зона розплаву	5	66,63	29,10	–	4,26
		6	33,80	66,20	–	–
		7	30,53	69,47	–	–
	Сталева оболонка	8	–	99,26	0,74	–
270	Зона розплаву	9	49,31	50,69	–	–
		10	46,86	53,14	–	–
		11	47,86	52,14	–	–
	Сталева оболонка	12	–	99,28	0,72	–

За результатами аналізу гранулометричного складу порошків, що утворюються під час розпилення ПД Fe–Al, можна зробити висновок, що незалежно від процесу розміри гранул коливаються від 25 до 315 μm . За сили струму 180 та 220 А їх розміри становлять 144 та 132 μm , відповідно, а за 270 А – дорівнюють 115 μm , тобто зі збільшенням сили струму розміри розпилюваних часток зменшуються.

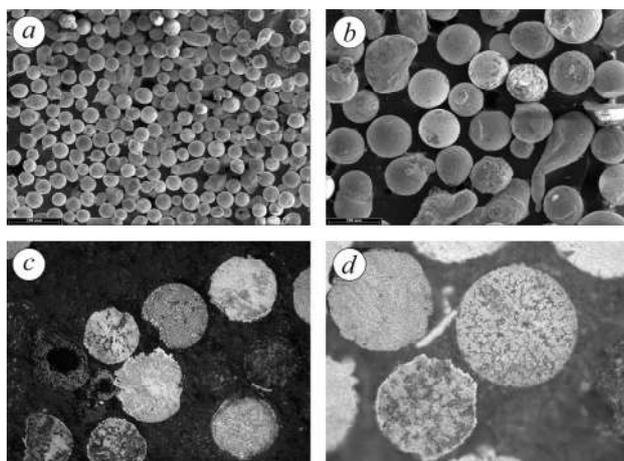


Рис. 5. Зовнішній вигляд типових часток (*a, b*) і їх мікроструктури (*c, d*), що отримані ПДР у середовищі аргону за сили струму плазматрона 220 А (фракція –200+100).

Fig. 5. An external view of typical particles (*a, b*) and their microstructures (*c, d*) obtained by PAS in an argon environment at a plasmatron current of 220 A (fraction –200+100).

Виявили, що за всіх досліджених режимів розпилення (сили струму 180...270 А) частки порошку переважно сферичної форми з коефіцієнтом сферичності не мен-

ше 0,85 (рис 5а, b). Іноді округлі і гантелеподібні, а їх кількість змінюється залежно від фракції порошку та сили струму плазмотрона. Зокрема, зі зменшенням фракції порошку збільшується кількість сферичних часток. Найбільшу кількість несферичних (7...12%) зафіксували за всіх режимів розпилення у фракції порошку –315+200. У фракціях –200+100 і –100+75 їх кількість зменшується і становить 5 і 4%, відповідно.

Металографічним методом досліджували шліфи порошоків до і після хімічного травлення. В нетравленому стані металеві частки мають характерний блиск, без внутрішніх дефектів. Іноді в частках дрібних фракцій є дисперсні оксидні включення. Деякі з них вкриті повністю або частково оболонкою товщиною 5...14 μm , яка дещо зменшується зі збільшенням сили струму плазмотрона. Поряд з металевими зафіксували оксидні частки сірого кольору і невеликі ділянки темно-сірого з внутрішніми порожнинами і порами. Кількість оксидів зростає зі зменшенням сили струму плазмотрона і фракції порошку.

Після хімічного травлення у литій структурі металевих часток виявили дрібні світлі дендрити алюмінідів заліза з прошарками фази $\alpha\text{-Fe}$ між ними темного кольору (рис. 5с, d). Мікротвердість деяких з них становила до 3.ГПа, а твердіших – 5...7 ГПа, що свідчить про їх різний фазовий склад. За сили струму плазмотрона 270 А середня мікротвердість фракцій порошку 3,34... 4,59 ГПа, а зі зменшенням до 220 А і знаходилась в інтервалі 3,07...4,47 ГПа. Порівняно з енерговитратнішими режимами середня мікротвердість часток різних фракцій за сили струму 180 А нижча і становить 3,17...3,97 ГПа. Найвищу мікротвердість оксидні частки (5,32...8,15 ГПа) мають за сили струму плазмотрона 270 А (табл. 2).

Таблиця 2. Параметри порошоків, отриманих методом ПДР у середовищі аргону

Сила струму, А	Фракція, μm	Фазовий склад, wt%	Твердість часток, ГПа	
			металевих	оксидних
270	–300+200	75,9 (Fe_3Al , FeAl); 24,07 $\alpha\text{-Fe}$; домішки – Fe_3O_4	3,34	7,77
	–200+100	86,30 (Fe_3Al , FeAl); 7,09 Fe_3O_4 ; 6,61 $\alpha\text{-Fe}$	4,59	8,15
	–100+75	53,96 FeAl ; 21,72 Fe_3Al ; 19,72 Fe_3O_4 ; 4,60 FeO ; домішки – $\alpha\text{-Fe}$	4,35	5,92
220	–300+200	85,2 (Fe_3Al , FeAl); 7,8 $\alpha\text{-Fe}$; 7,0 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	3,07	4,88
	–200+100	83,88 (Fe_3Al , FeAl); 5,94 $\alpha\text{-Fe}$; 10,18 Fe_3O_4	4,47	7,30
	–100+75	14,59 FeAl ; 55,79 Fe_3Al ; 24,24 Fe_3O_4 5,38 Fe_2O_3 ; домішки – $\alpha\text{-Fe}$	4,46	6,92
180	–300+200	48,7 (Fe_3Al , FeAl) 42,2 $\alpha\text{-Fe}$; 9,1 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	3,17	5,40
	–200+100	35,79 (Fe_3Al , FeAl); 38,61 $\alpha\text{-Fe}$; 17,50 Fe_3O_4 , 8,11 $\sigma\text{-Al}_3\text{O}_4$; домішки – FeO	3,97	6,64
	–100+75	61,54 (Fe_3Al , FeAl); 9,64 $\alpha\text{-Fe}$; 26,79 Fe_2O_3 ; 2,02 Fe_3O_4	3,96	5,32

За результатами РСФА (табл. 2) встановили, що фазовий склад порошоків, отриманих методом ПДР у середовищі аргону, досить стабільний. Вони містять алюмініди заліза Fe_3Al або суміш Fe_3Al та FeAl , $\alpha\text{-залізо}$ та оксидні фази заліза Fe_3O_4 , Fe_2O_3 , FeO і алюмінію Al_3O_4 . Кількість алюмінідів заліза складно визначити, оскільки, на рентгенограмах максимумами фаз Fe_3Al і FeAl збігаються. Серед усіх до-

сліджених порошків найбільшу кількість алюмінідів (83,88...86,30 wt%) і найменшу оксидів (7,09...10,18 wt%) мають порошки фракції –200+ 100, розпилені за сили струму плазмотрона 270 і 220 А. Вміст фази α -Fe в них не перевищує 6,61 mass%. Кількість оксидів збільшується зі зменшенням розміру часток. Найбільший їх вміст (24,32...29,62 wt%) зафіксували за усіх режимів розпилення в найдрібніших фракціях порошку, в крупніших (–315+200 і –200+100) – за сили струму плазмотрона 180 А (9,1 і 25,6 wt%), відповідно. При цьому на рентгенограмах також зареєстрували оксид алюмінію Al_3O_4 . Кількість фази α -Fe в порошках, отриманих за різних режимів розпилення, знижується зі зменшенням розміру часток. Найбільший вміст її зафіксували в порошках усіх фракцій (42,2...9,64 wt%), розпилені за сили струму плазмотрона 180 А.

Наявність оксидних фаз у порошку, отриманому під час плазмово-дугового розпилення порошкового дроту Fe–Al у контрольованій аргонівій атмосфері, свідчить про хімічну взаємодію розпиленіх часток з киснем повітря за їх руху в розплавленому стані та за твердіння в середині камери. Це можна пояснити недостатнім ступенем витіснення повітря з неї за використовуваною методикою. В подальшому для ефективнішого витіснення повітря з камери рекомендовано застосовувати спеціалізоване вакуумне обладнання.

Через наявність в металевих частках порошків оболонок необхідно дослідити хімічний склад ділянок всередині них і на периферії. Методом РСМА вивчали хімічний склад локальних зон на шліфах порошку фракції –200+100, отриманих під час розпилення ПД Fe–Al за струму 270 А (табл. 3).

Таблиця 3. Хімічний склад локальних зон часток порошку

Частки	Досліджувана зона	Хімічний склад локальних зон, wt%	
		Al	Fe
1	Оболонка, край	7,04	92,96
	Зона біля краю	7,02	92,98
	Центр	7,14	92,86
	Вся частинка	7,19	92,81
2	Оболонка, край	25,09	74,91
	Зона біля краю	24,62	75,38
	Центр	24,94	75,06
	Вся частинка	25,03	74,97
3	Оболонка, край	39,71	60,29
	Зона біля краю	39,51	60,49
	Центр	40,40	59,60
	Вся частинка	40,01	59,99

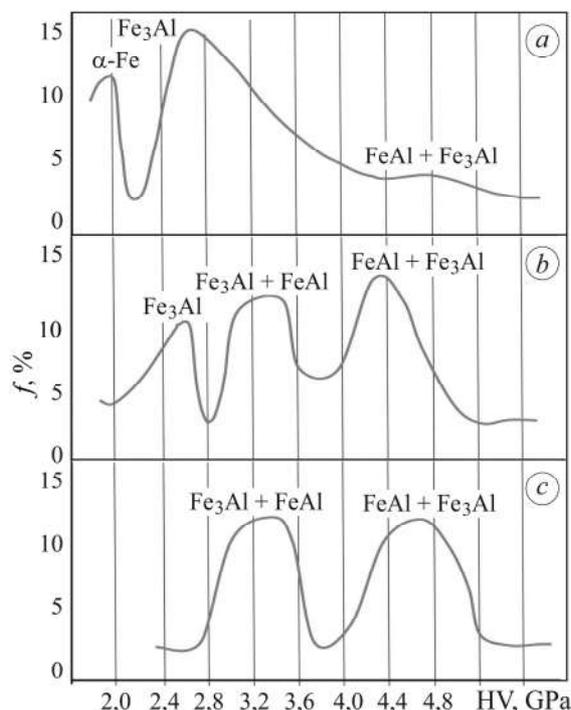
Встановили, що за хімічним складом частки порошку – результат взаємодії компонентів дроту з плазмою і між собою. Перша частинка – це фаза α -Fe, легований алюмінієм, друга – алюмінід заліза Fe_3Al , третя, імовірно, – суміш алюмінідів заліза Fe_3Al і $FeAl$. Такий фазовий склад дослідженої фракції підтверджують результати РСФА. Оболонка часток за вмістом основних елементів не відрізняється від центральної зони, але можливе насичення їх поверхні легкими елементами з газового середовища.

У розпилених порошках зареєстрували алюмініди заліза Fe_3Al та FeAl [20] (рис. 6).

Аналіз верифікаційних кривих вказує на присутність двох алюмінідів заліза, а також фази $\alpha\text{-Fe}$, найбільша кількість якої в крупних металевих частках. Під час ПДР в аргоні основним структурним складником часток є суміш алюмінідів Fe_3Al , FeAl у різних співвідношеннях. Відповідно вірогідність утворення алюмініду Fe_3Al зростає зі зменшенням швидкості охолодження [15, 20–22]. Цим пояснюють його велику кількість у крупних фракціях +200–300 порошку та їх високу мікротвердість. У дрібніших (+100–200 і +75–100) більше фази FeAl , що вказує на підвищену мікротвердість часток.

Рис. 6. Верифікаційні криві розподілу мікротвердості в частках (f), отриманих ПДР за сили струму 180 А: а – фракція +200–315; б – +100–200; с – +75–100.

Fig. 6. Verification curves of the microhardness distribution in the parts (f), obtained by PAS at a current force of 180 A: а – fraction +200–315; б – +100–200; с – +75–100.



ВИСНОВКИ

У результаті дослідження порошків, отриманих ПДР порошкового струмопровідного дроту зі сталеву оболонкою і алюмінієвим наповнювачем у середовищі аргону встановили таке. На всіх режимах плазмотрона (сили струму 180; 220 і 270 А) розпилені частки переважно сферичної форми. Кількість несферичних зростає зі збільшенням розміру часток і становить 7...12% у порошках фракції –350+200, а в дрібніших дорівнює 4...5%. У результаті ПДР відбулися процеси взаємодії між компонентами струмопровідного порошкового дроту і плазмовим середовищем. Основними фазами отриманих матеріалів є алюмініди заліза Fe_3Al і FeAl у різних співвідношеннях. У всіх фракціях порошків вміст металевого складника вищий, ніж оксидного. Кількість оксидів зростає зі зменшенням фракції порошку і зниженням сили струму плазмотрона. Внаслідок ПДР за сили струму 220 і 270 А у фракції порошку –200+100 зафіксовано більше алюмінідів (83,88 і 86,30) і найменше оксидів (до 10,18 wt%). У дрібних порошках (–100+75) вміст алюмінідів становить 70,38...75,68, а оксидів – до 29,62 wt%. У литій структурі металевих часток переважають світлі дендрити алюмінідів заліза з незначними прошарками α -заліза темного кольору між ними. Вміст основних елементів в частках по перетину шліфа стабільний. Мікротвердість металевих часток 3,07... 4,59 GPa. Оксидні містять, в основному, сполуки Fe_3O_4 і Fe_2O_3 і мають вищу мік-

ротвердість (5,32...8,15 GPa). Фракції порошоків +100–200 можна рекомендувати для 3D виробництва для прямого енергетичного наплавлення, до якого відносять лазерне (DMD – Direct Metal Deposition). З порошоків такої фракції також можна виготовляти точні заготовки з мінімальним припуском на механічну обробку методами компактування у гранульній металургії (HIP – Hot Isostatic Pressing).

1. *Исследование структуры и свойств плазменных покрытий на основе Fe–Al* / И. А. Селиверстов, Г. Н. Троцан, И. В. Смирнов, С. Р. Селиверстова // *Наук. вісник Херсонськ. держ. морської академії.* – 2014. – **10**, № 1. – С. 249–256.
2. *Sikka V. K., Viswanathan S., and McKaamey C. G.* Development and commercialization status of Fe₃Al-based intermetallic alloys // *Int. Symposium on Structural Intermetallics, Champion, PA (United States), 26–30 Sept. 1993.* – P. 26–30.
3. *Lilly A. C., Deevi S. C., and Gibbs Z. P.* Electrical properties of iron aluminides // *Mater. Sci. and Eng. A.* – 1998. – **258**, № 1–2. – P. 42–49. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00915-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00915-0)
4. *Intergranular corrosion characteristics of high-efficiency wire laser additive manufactured Inconel 625 alloys* / W. Zhang, Y. Xu, Y. Shi, Y. Gu, and K. Volodymyr // *Corr. Sci.* – 2022. – **205**. – Article number 110422. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2022.110422>
5. *Corrosion resistance of 316 stainless steel in a simulated pressurized water reactor improved by laser cladding with chromium* / Y. Gu, Y. Xu, Y. Shi, C. Feng, and K. Volodymyr // *Surf. and Coat. Technol.* – 2022. – **441**. – Article number 128534. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128534>
6. *Comparing features in metallurgical interaction when applying different techniques of arc and plasma surfacing of steel wire on titanium* / V. Korzhyk, V. Khaskin, A. Grynyuk, O. Ganushchak, V. Shcheretskiy, S. Peleshenko, O. Konoreva, O. Demianov, N. Fialko, V. Kvasnytskyi // *Eastern-European J. of Enterprise Technol.* – 2021. – **4**, № 12 (112). – P. 6–17. <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2021.240154>
7. *Kostin V. A. and Hryhorenko H. M.* Additive materials for producing thin-wall cylindrical shells // *Metallofizika i Noveishie Tekhnologii.* – 2021. – **43**, № 8. – P. 1089–1103. <https://doi.org/10.15407/mfint.43.08.1089>
8. *Korner C.* Additive manufacturing of metallic components by selective electron beam melting: Review // *Int. Mater. Rev.* – 2016. – **61**, № 5. – P. 361–377. <https://doi.org/10.1080/09506608.2016.1176289>
9. *Matviichuk V., Nesterenkov V., and Berdnikova O.* Determining the influence of technological parameters of the electronbeam surfacing process on quality indicators // *Eastern-European J. of Enterprise Technol.* – 2022. – **1**, № 12 (115). – P. 21–30. <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2022.253473>
10. *Optimization of EI961 steel spheroidization process for subsequent use in additive manufacturing: Effect of plasma treatment on the properties of EI961 powder* / N. Ozerskoi, A. Silin, N. Razumov, and A. Popovich // *Rev. on Adv. Mater. Sci.* – 2021. – **60**, № 1. – P. 936–945. <https://doi.org/10.1515/rams-2021-0078>
11. *Atomization process for metal powder* / S. Lagutkin, L. Achelis, S. Sheikhaliev, V. Uhlenwinkel, and V. Srivastava // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2004. – **383**, № 1. – P. 1–6. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.02.059>
12. *Mechanical properties of arc coatings sprayed with cored wires with different charge compositions* / M. Student, V. Gvozdetsky, T. Stupnytsky, O. Student, P. Maruschak, O. Prentkovskis, and P. Skackauskas // *Coatings.* – 2022. – **12**, № 7. – 925 p.
13. *Optimization of the chromium content of powder wires of the Fe–Cr–C and Fe–Cr–B systems according to the corrosion resistance of electric-arc coatings* / T. R. Stupnytskyi, M. M. Student, H. V. Pokhmurs'ka, and V. M. Hvozdets'kyi // *Materials Science.* – 2016. – **52**, № 2. – P. 165–172. DOI: 10.1007/s11003-016-9939-8
14. *Korzhyk V. N.* Theoretical analysis of the conditions required for rendering metallic alloys amorphous during gas-thermal spraying. III. Transformations in the amorphous layer during the growth process of the coating // *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics.* – 1992. – **11**, № 31. – P. 943–948.
15. *Temperature conditions of particle-substrate systems in a gas-thermal deposition process* / N. M. Fialko, V. G. Prokopov, N. O. Meranova, V. N. Korzhik, and G. P. Sherenkovskaya // *Fizika i Khimiya Obrabotki Materialov.* – 1994. – **2**. – P. 59–67.

16. *Formation of microstructure of plasma-arc coatings obtained using powder wires with steel skin and $B_4C + (Cr, Fe)_7C_3 + Al$ filler / G. M. Hryhorenko, L. I. Adeeva, A. Yu. Tunik, M. V. Karpets, V. N. Korzhyk, M. V. Kindrachuk, and O. V. Tisov // Metallofizika i Noveishie Tekhnologii. – 2020. – **42**, № 9. – P. 1265–1282. <https://doi.org/10.15407/mfint.42.09.1265>*
17. *Plasma arc coatings produced from powder-cored wires with steel sheaths / G. M. Grigorenko, L. I. Adeeva, A. Y. Tunik, V. N. Korzhik, and M. V. Karpets // Powder Metallurgy and Metal. Ceramics. – 2020. – **59**, № 5–6. – P. 318–329. <http://doi.org/10.1007/s11106-020-00165-2>*
18. *Structurization of coatings in the plasma arc spraying process using $B_4C + (CR, FE)_7C_3$ -cored wires / G. M. Grigorenko, L. I. Adeeva, A. Yu. Tunik, V. N. Korzhik, L. K. Doroshenko, Ye. P. Titkov, and A. A. Chaika // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2019. – **58**, №5–6. – P. 312–322. <http://doi.org/10.1007/s11106-019-00080-1>*
19. *Stoloff N. S. Iron aluminides: present status and future prospects // Mater. Sci. and Eng. – 1998. – **A258**. – P. 1–14. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00909-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00909-5)*
20. *Zamanzade M., Barnoush A., and Motz C. A review on the properties of iron aluminide intermetallics // Crystals. – 2016. – **6**, № 1. – P. 1–29. DOI:10.3390/cryst6010010*
21. *ISO 2591-1:1988. Test sieving – Part 1: Methods using test sieves of woven wire cloth and perforated metal plate. – 1988. – 13 p. <https://doi.org/10.15407/tpwj2008.06.01>*
22. *Практическая металлография / Р. И. Малинина, Е. С. Малютина, В. Ю. Новиков, В. В. Оленин, Ю. А. Скаков, В. Л. Столяров. – М.: Интермет инжиниринг, 2002. – 234 с.*
23. *Minimizing defects and controlling the morphology of laser welded aluminum alloys using power modulation-based laser beam oscillation / J. Han, Y. Shi, G. Zhang, K. Volodymyr, W.-Y. Le // J. of Manufacturing Proc. – 2022. – **83**. – P. 49–59. <http://doi.org/10.1016/j.jmapro.2022.08.031>*
24. *Беккерей М., Клемм Х. Способы металлографического травления. – М.: Металлургия, 1988. – 392 с.*
25. *Stress-assisted corrosion behaviour of Hastelloy N in FLiNaK molten salt environment / Y. Gu, W. Zhang, Y. Xu, Y. Shi, and K. Volodymyr // Materials Degradation. – 2022. – **6**, № 1. – Article number 90. <http://doi.org/10.1038/s41529-022-00300-x>*
26. *Correlation between the microstructure and corrosion behaviour of copper/316 L stainless-steel dissimilar-metal welded joints / Y. Xu, X. Hou, Y. Shi, C. Feng, and K. Volodymyr // Corr. Sci. – 2021. – **191**. – Article number 109729. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2021.109729>*
27. *Ковтунов А. И., Мямин С. В. Интерметаллидные сплавы: электронное уч. пос. – Тольятти: Изд-во ТГУ, 2018. – 78 с. URI: <http://hdl.handle.net/123456789/8816>*
28. *A review of recent developments in Fe_3Al -based alloys / C. G. McKamey, J. H. DeVan, P. F. Tortorelli, and V. K. Sikka // J. Mater. Res. – 1991. – **6**, № 8. – P. 1779–1805.*
29. *Park J. W. and Moon I. G. Age hardening behavior of a hypo-stoichiometric Fe_3Al intermetallic compound // Mater. Sci. and Eng. – 1992. – **152**, № 1–2. – P. 341.*

Одержано 14.02.2024