

УДК 537.528 : 621.762.3

**О. Н. Сизоненко, Э. И. Тафтай, Н. С. Присташ, А. Д. Зайченко,
А. С. Торпаков, Е. В. Липян, А. А. Жданов**

ОСОБЕННОСТИ ЭЛЕКТРОРАЗРЯДНОЙ ОБРАБОТКИ СМЕСЕЙ НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ Fe И Ti РАЗЛИЧНОГО СОСТАВА

Досліджено вплив високовольтного електричного розряду (ВЕР) на особливості подрібнення, зміни форми та фазового складу сумішей порошків на основі заліза та титану різного масового складу. Встановлено, що ВЕР обробка сумішей порошків залізо–титан незалежно від масового складу у всіх режимах призводить до збільшення кількості дрібно-дисперсних частинок (розміром менш 1 мкм) сферичної форми. Ефективність подрібнення залежить від інтегральної енергії лише у вузькому діапазоні — до ~1 МДж. Показано, що ВЕР-обробка сприяє формуванню карбідів (TiC, Fe₃C), гідридів (TiH) та інтерметаліду Fe₂Ti.

Ключові слова: електричний розряд, порошок нікелю, порошок титану, диспергування, енергія обробки, фазовий склад.

Введение

Одной из важных технологических операций при изготовлении порошковых материалов является подготовка исходных порошковых смесей. Традиционные механические методы измельчения материалов до микро- и наноразмеров имеют существенные недостатки [1]. В частности, механический размол требует длительной обработки, что приводит к внедрению включений, ухудшающих свойства материала. [2].

Известно, что воздействие высоковольтных импульсных электрических разрядов (ВЭР) в жидкости позволяет влиять как на изменение геометрических размеров объекта, так и на структуру материалов [3–7].

Использование в качестве рабочей среды углеводородной жидкости при обработке порошков способствует высокой степени их измельчения без окисления. Синтезируемый при ВЭР в углеводородной жидкости нанокремний может принимать активное участие в реакциях между компонентами порошковых композиций, инициируемых высоковольтным электрическим разрядом, образуя карбиды металлов [5–8].

Цель настоящей работы — исследование влияния ВЭР на особенности измельчения и изменения фазового состава смесей порошков на основе железа и титана различного массового состава.

© Сизоненко Ольга Миколаївна, доктор технічних наук, провідний науковий співробітник Інституту імпульсних процесів і технологій НАН України; Тафтай Едуард Іванович, Присташ Микола Сергійович, Зайченко Андрій Дмитрович, Торпаков Андрій Сергійович, Липян Євгеній Васильович, Жданов Олександр Олександрович — співробітники цього ж інституту.

Объекты и методы исследования

Обработке подвергались суспензии смесей микропорошков 80% Fe–20% Ti и 80% Ti–20% Fe в осветительном керосине, а также при добавке в керосин 3 г/дм³ смеси анионных и неионогенных ПАВ НМК-РХ на некоторых из режимов.

Выбор смесей такого массового состава продиктован тем, что смесь состава 80% Fe–20% Ti после обработки можно отнести к классу порошков карбидосталей, а смесь 80% Ti–20% Fe — к порошкам твердых сплавов.

Исследования выполнялись на экспериментальном стенде, схема которого описана в работе [4]. Ранее было установлено, что цикличность ввода энергии является одним из факторов, влияющим на процесс измельчения порошка. Поэтому для исследований были выбраны режимы, отличающиеся различными значениями интегральной энергии обработки при постоянной запасаемой энергии единичного разряда (табл. 1).

Для оценки воздействия выполнялся компьютерный гранулометрический и рентгеноструктурный анализ порошков до и после ВЭР-обработки [4].

Таблица 1

Режимы исследования

Номер режима	Рабочая среда	Запасаемая энергия	Интегральная энергия обработки
		кДж	МДж
1	Исходная смесь 80%Fe–20%Ti		
2	Керосин + НМК-РХ	1	1
3	Керосин	1	1
4	Керосин	1	2
5	Керосин	1	3
6	Керосин	1	4
7	Исходная смесь 80%Ti–20%Fe		
8	Керосин	1	1
9	Керосин	1	2
10	Керосин	1	4
11	Керосин + НМК-РХ	1	1

Результаты экспериментальных исследований

Исходные компоненты имели различный гранулометрический состав. Размеры частиц исходного порошка Ti находились в пределах от 10 до 170 мкм, что привело к бимодальности распределения порошка состава 80% Ti–20% Fe по диаметру, в то время, как кривая распределения исходного порошка 20% Ti–80% Fe имеет форму, близкую к нормальному, так как исходные размеры порошка Fe лежат в диапазоне от 15 до 70 мкм (рис. 1).

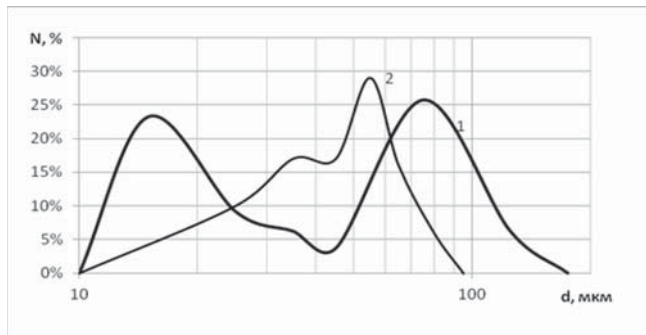
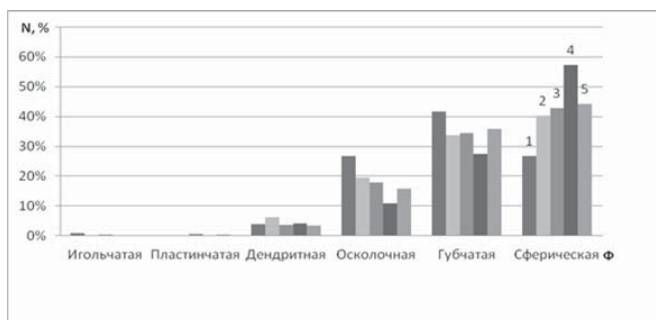


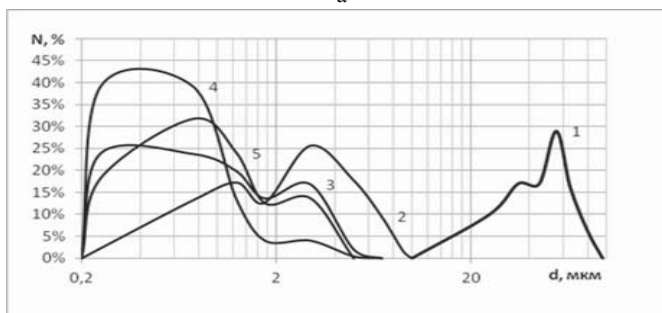
Рис. 1. Распределение микропорошков исходных смесей по диаметру: 1 — исходный микропорошок состава 80% Ti–20% Fe; 2 — исходный микропорошок состава 80%Fe–20%Ti

ВЭР-обработка порошковых смесей приводит к значительным изменениям морфологии частиц порошка и их размеров. Как видно из кривых распределения порошков смеси 80% Fe–20% Ti, уже после обработки с суммарной энергией 1 МДж размеры частиц порошка не превышают 10 мкм. Увеличение суммарной энергии обработки приводит к росту доли частиц менее 2 мкм, от 15% в режиме № 3 до 40% в режиме № 5 (при суммарной энергии обработки 3 МДж).

Как свидетельствует гистограмма распределения частиц смеси 80% Fe–20% Ti по фактору формы (рис. 2), после ВЭР-обработки уменьшается количество частиц осколочной и губчатой формы и возрастает количество частиц сферической формы. Наибольшее (около 60%) количество частиц сферической формы было получено после обработки в режиме № 5 с интегральной энергией обработки 3 МДж. Увеличение количества частиц сферической формы с увеличением интегральной энергии воздействия при ВЭР, по всей видимости, связано с тем, что большее количество частиц попадает в околоплазменную зону, где происходит их испарение с последующей конденсацией. Средний



а



б

Рис. 2. Результаты ВЭР обработки смеси порошков состава 80% Fe–20% Ti:

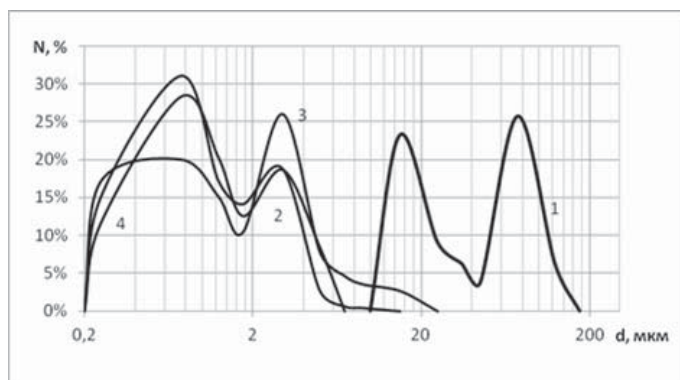
а — распределение частиц по форме, б — распределение частиц по диаметру;

1 — исходная смесь; 2 — режим № 3; 3 — режим № 4; 4 — режим № 5; 5 — режим № 6

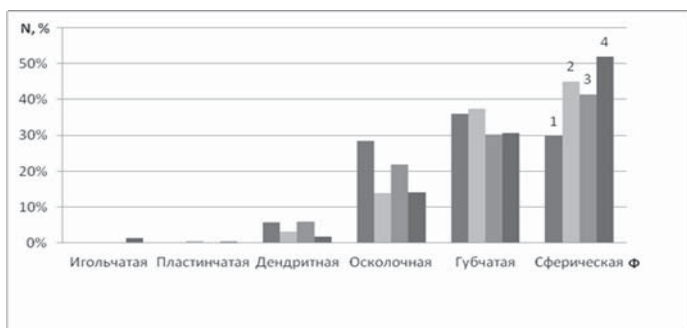
диаметр частиц микропорошка в данном режиме составил 0,76 мкм. Также было установлено, что при увеличении интегральной энергии обработки до 4 МДж (режим № 6) количество частиц сферической формы уменьшается до 40%. Такой результат вызвал удивление, поэтому частицы исследовали на электронном микроскопе и анализ показал, что частицы представляют собой конгломераты более мелких частиц.

Изменение массового состава обрабатываемой смеси с 80% Fe–20% Ti на 80% Ti–20% Fe влияет на начальное распределение частиц по размерам, так как 80% частиц Ti имеет размер от 10 до 170 мкм. Как показали полученные результаты, после обработки с суммарной энергией в 1 МДж (режим № 8) размеры частиц смеси состава 80% Ti–20% Fe не превышают 20 мкм (рис. 3). Увеличение суммарной энергии обработки, так же, как и в случае со смесью состава 80% Fe–20% Ti, приводит к смещению кривых в область меньших диаметров. Так, в режиме с суммарной энергией 1 МДж (№ 8) присутствует около 20% частиц менее 2 мкм, а в режимах с суммарной энергией 2 МДж (№ 9) и 4 МДж (№ 10) — около 30%.

Как показывают гистограммы распределения микропорошка по фактору формы (рис. 3), обработка во всех режимах приводит к увеличению частиц сферической формы.



а



б

Рис. 3. Результаты ВЭР обработки смеси порошков состава 80% Ti–20% Fe:

а — распределение частиц по диаметру, б — распределение частиц по форме, 1 — исходная смесь; 2 — режим № 8; 3 — режим № 9; 4 — режим № 10

На рис. 4 показана зависимость значения среднего диаметра частиц микропорошка в исследуемых пробах в зависимости от интегральной энергии обработки. Эта зависимость показывает, что несмотря на различия массового и гранулометрического состава в композициях порошков на основе железа и

титана, ефективність измельчення залежить від інтегральної енергії лише в узкому діапазоні ~ 1 МДж, а подальше підвищення інтегральної енергії перестає приводити до помітного збільшення дисперсності мікропорошка. Відсутність відмінностей в результатах обробки сумішей передположително пов'язано з особливостями руйнування матеріалів вод дієюм ВЭР в вуглеводородній рідині. Так, суміш титана, що складається з більш великих початкових частинок, измельчается значительно ефективнее из-за охрупчивания вследствие поглощения водорода, который выделяется при разложении углеводородной жидкости плазменным каналом. Титан, насыщенный водородом, имеет высокую хрупкость и процесс измельчения проходит эффективнее. Избыток водорода в титане может быть устранен последующим отжигом в безвоздушном пространстве.

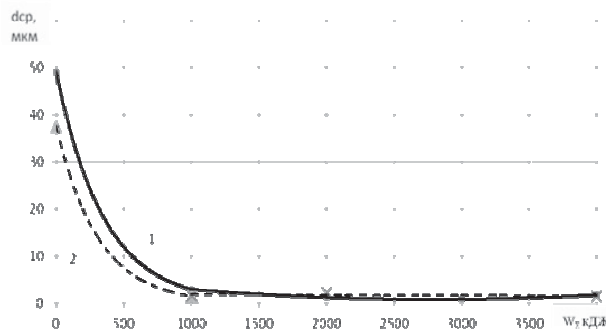


Рис. 4. Залежність середнього діаметра частинок мікропорошка після ВЭР-обробки від інтегральної енергії: 1 — 80% Fe–20% Ti; 2 — 80% Ti–20% Fe

Як було сказано вище, при інтегральній енергії в 1 МДж відбувається измельчення основної маси порошка. Криві порівняння розподілу сумішей при даному режимі представлені на рис. 5. Аналіз кривих показав, що обробка суміші 80% Ti–20% Fe дозволила досягти переходу більш ніж 30% частинок в область менше 2 мкм, що, як уже було описано вище, пов'язано з хрупкістю частинок порошка титана, який насичений водородом. Частинки більш ніж 2 мкм в суміші утворені за рахунок налипання частинок порошка заліза на частинки титана. Суміш 20%Ti–80%Fe після обробки містить більший відсоток частинок більш ніж 2 мкм, що пов'язано з схильністю частинок порошка заліза до утворення конгломератів в процесі ВЭР-обробки, що підтверджується електронними мікрофотографіями (рис. 6)

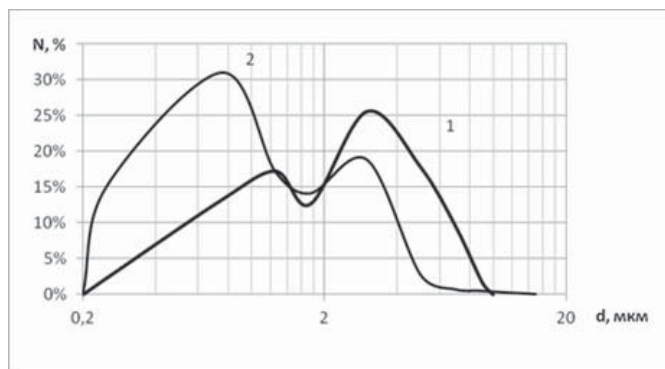


Рис. 5. Криві розподілу частинок сумішей різного масового складу за діаметром після обробки з інтегральною енергією 1 МДж: 1 — 80% Fe–20% Ti; 2 — 80% Ti–20% Fe

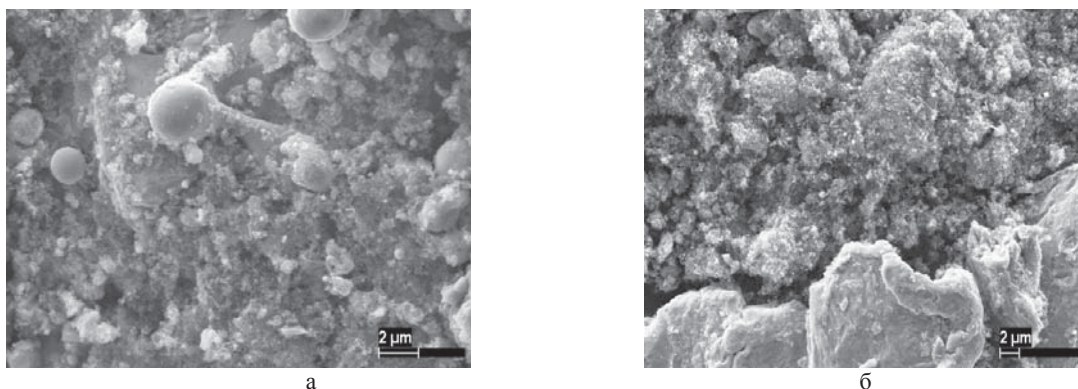


Рис. 6. Электронные микрофотографии порошковых смесей после обработки с интегральной энергией 1 МДж: а – порошковая смесь 80% Fe–20% Ti; б – порошковая смесь 80% Ti–20% Fe

Добавка в керосин 3 г/дм^3 НМК-РХ оказывает значительное влияние на интенсификацию процесса диспергирования порошковых смесей исследуемых составов (рис. 7), что приводит к количественным изменениям значения более мелкой фракции после обработки. Так, в смеси 80% Fe–20% Ti после обработки с интегральной энергией 1 МДж более 20% частиц имеют размер около 1 мкм, а в смеси 80% Ti–20% Fe более 40% частиц измельчились до размеров менее 1 мкм.

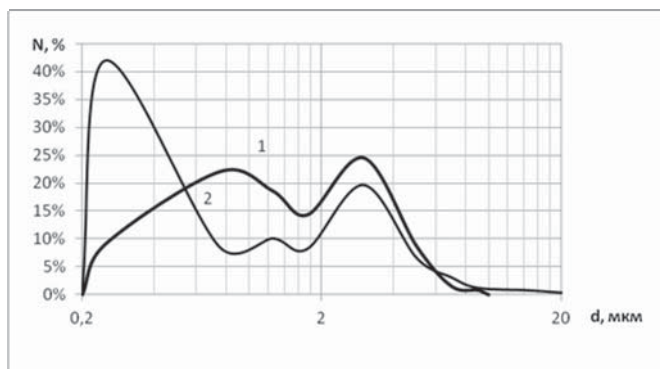


Рис. 7. Кривые распределения частиц смесей различного массового состава по диаметру после обработки в керосине с интегральной энергией 1 МДж и добавкой ПАВ: 1 — 80% Fe–20% Ti; 2 — 80% Ti–20% Fe

Анализ фазового состава порошковых смесей после ЭР обработки показал, что они имеют одинаковый качественный состав: помимо α -Ti и α -Fe в них присутствуют карбиды (TiC, Fe₃C), гидриды (TiH) и интерметаллид Fe₂Ti. Но следует отметить, что в смеси состава 80% Ti–20% Fe после обработки с суммарной энергией 4МДж не выявлено железо, которое полностью прореагировало и перешло в карбид.

Выводы

Изменение массового состава обрабатываемых смесей с 80% Fe–20% Ti на 80% Ti–20% Fe влияет на начальное распределение частиц по размерам, при этом после ВЭР-обработки смеси состава 80% Ti–20% Fe с суммарной энергией в 1 МДж размеры частиц не превышают 20 мкм при исходных размерах частиц титана от 10 до 170 мкм, а размеры частиц смеси состава 80% Fe–

20% Ti — не превышают 10 мкм, при исходном размере частиц железа от 10 до 70 мкм.

ВЭР-обработка смесей порошков железо-титан различного массового состава во всех режимах приводит к увеличению количества частиц сферической формы.

Эффективность измельчения смесей порошков железо-титан независимо от состава зависит от интегральной энергии лишь в узком диапазоне до ~1 МДж, а дальнейшее повышение интегральной энергии перестает приводить к весоному увеличению дисперсности микропорошка.

Добавка ПАВ в среду обработки приводит к интенсификации процесса обработки: так, после обработки с интегральной энергией 1МДж с добавкой НМК-РХ в смеси состава 80%Ti–20%Fe — более 40%, а в смеси состава 80%Fe–20%Ti более 20% частиц измельчились до размеров менее 1мкм.

ВЭР-обработка смесей порошков железо-титан исследуемого массового состава способствует формированию карбидов (TiC, Fe₃C), гидридов (TiH) и интерметаллидов Fe₂Ti.

Работа выполнена при частичной поддержке Гранта № 05-08-12 НАН Украины согласно результатам конкурса НАН Украины – РФФИ 2012 года.

Изучено влияние высоковольтного электрического разряда (ВЭР) на особенности измельчения, изменения формы и фазового состава смесей порошков на основе железа и титана различного массового состава. Установлено, что ВЭР-обработка смесей порошков железо-титан независимо от массового состава во всех режимах приводит к увеличению количества мелкодисперсных частиц (размером менее 1 мкм) сферической формы. Эффективность измельчения зависит от интегральной энергии лишь в узком диапазоне — до ~1 МДж. Показано, что ВЭР-обработка способствует формированию карбидов (TiC, Fe₃C), гидридов (TiH) и интерметаллида Fe₂Ti.

Ключевые слова: электрический разряд, порошок, диспергирование, энергия обработки, фазовый состав.

The influence of high voltage electric discharge (HED) on the peculiarities of grinding, shape and phase composition change of powder mixtures, based on iron and titanium of different mass composition, is studied. It is found out, that HED processing of Fe–Ti powders in all modes independently from mass compositions leads to the increase in quantity of fine particles (sized less than 1 μm) of spherical shape. The effectiveness of grinding depends on integral energy only in narrow range up to ~1 MJ. It is shown, that HED processing contributes to forming of carbides (TiC, Fe₃C), hydrides (TiH) and intermetallics Fe₂Ti.

Keywords: electric discharge, powder, dispersion, processing energy, phase composition.

1. Stiglich J. J. Synthesis of Nano WC-Co for Tools and Dies, Tungsten / J. J. Stiglich, C. C. Yu, T. S. Sudrshan // Refract. Met. 3-1995, Proc. Int. Conf, 3 1995 (Pub. 1996), 229–236. Edited by Bose, Animesh; Dowding, R. J. Metal Powder Industries Federation: Princeton, N. J.

2. *Bolokang S.* Production and Characterization of Nano-size (V, W)C Powder by Mechanical Alloying / S. Bolokang, D. Billing, C. Banganyi, S. Luycx // The Proceedings of International Conference on Powder Metallurgy and Particulate Materials "PowderMet-2007" (13–16 May 2007, Denver, Colorado, USA). – Denver, 2007. – V0907-4.
3. *Курец В. И.* Электроимпульсная дезинтеграция материалов / В. И. Курец, А. Ф. Усов, В. А. Цукерман. – Апатиты: Изд. Кольского научн. центра РАН, 2002. – 324 с.
4. *Сизоненко О. Н.* Влияние высоковольтного электрического разряда на изменение композиции поверхности дисперсных порошков 60 Fe–50 TiC и свойств спеченных материалов / О. Н. Сизоненко и др. // Вест. НТУ "Харьков. политехн. ин-т"; сб. науч. тр.: Техника и электрофизика высоких напряжений. –2009. – № 39. – С. 177–184.
5. *Патент 55934 Україна*, МПК (2011) B02 C 19/00. Спосіб одержання тонкодисперсних металевих порошків / О. М. Сизоненко, Е. І. Тафтай, О. І. Райченко, Г. А. Баглюк, А. С. Торпаков, Є. В. Липян, А. Д. Зайченко (Україна). – № u201008713; Заявл. 12.07.2010; Опубл. 27.12.2010, Бюл. № 24.
6. *Наугольных К. А.* Электрические разряды в воде / К. А. Наугольных, Н. А. Рой. – М.: Наука, 1971. – 155 с.
7. *Кривицкий Е. В.* Динамика электровзрыва в жидкости. – К.: Наук. думка, 1986. – 208 с.
8. *Deves R.* Electrical Discharge Machining and Surface Alloying. The Process, Parameters and State of Play / R. Deves, D. Aspimvall, J. Simao, H.G. Lee // Mater. Word. – 2003. – Vol. 11, No. 5 – P. 16–18.