

В.Ф. Гайдуков, канд. техн. наук,
Н.В. Нечипорук, канд. техн. наук,
В.В. Кручина, канд. техн. наук,
А.Д. Говоренко

ИССЛЕДОВАНИЕ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОРОШКОВ, ОБРАЗУЮЩИХСЯ ПРИ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОМ ДИСПЕРГИРОВАНИИ

Для повышения качества, надежности и экономичности изделий машиностроения при снижении их материалоемкости разрабатываются высокоэффективные методы повышения прочностных свойств, коррозионной стойкости, теплостойкости, износостойкости сплавов. Применение порошков отдельных материалов позволяет решить частично или полностью ряд перечисленных выше вопросов, а также придавать специфические свойства инструменту и материалам, применяемым для изделий авиационной и космической техники, которые недостижимы при использовании традиционных способов изготовления изделий.

Под действием электрического импульса искрового разряда в жидкости (воде) на микроучастках контактируемых поверхностей возникает аномально высокая плотность тока, в результате чего происходит локальный нагрев этих участков до высоких температур. Перегретый материал выбрасывается в виде пара или расплавленных микрочастиц. В зависимости от скорости химического взаимодействия микрокапель расплава с окружающей водой получают либо чистый порошок металлов, либо продукты взаимодействия растворов с водой: гидроксиды металлов и их окислы [1 - 3].

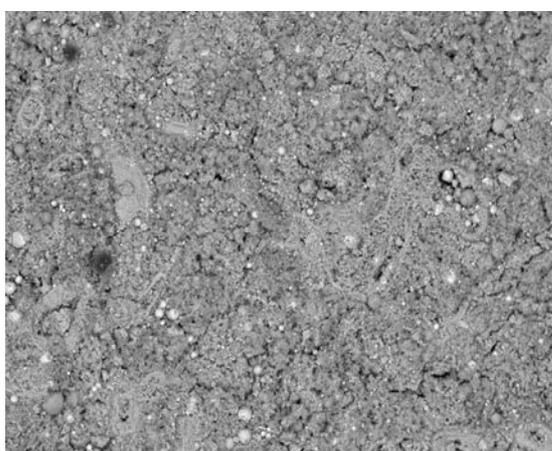
Было показано, что энергозатраты на электроразрядное диспергирование металла составляет менее 4...10 кВт·ч/кг в зависимости от применяемого материала (сталь 20, Д16, Вт95).

Поскольку интегральная величина сорбирующего эффекта микрочастиц в процессе очистки воды возрастает с увеличением их активной поверхности представляет интерес определить состав продуктов диспергирования по их крупности.

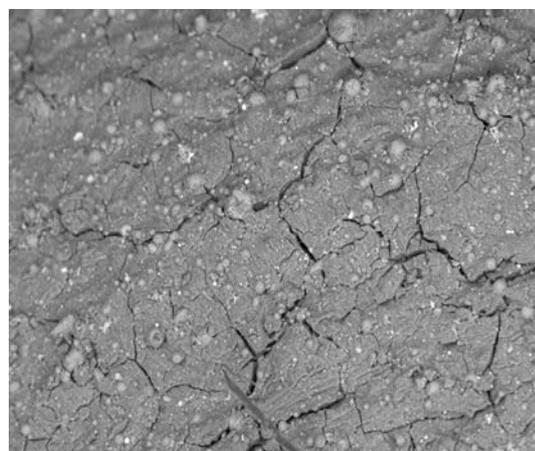
Определение гранулометрического состава частиц проводили на лазерном 16-канальном измерителе частиц МАЛЬВЕРН-3600Е [4]. Кроме того, проводился морфологический анализ изображений (форма частиц и их распределение по размерам). Исследование порошков проводилось с помощью растрового электронного микроскопа РЭМ-106 с автоматизированной записью изображения на компьютере. Количественную обработку изображения в предположении, что частицы

имеют в основном сферическую форму, проводили с помощью программного пакета «Сфера».

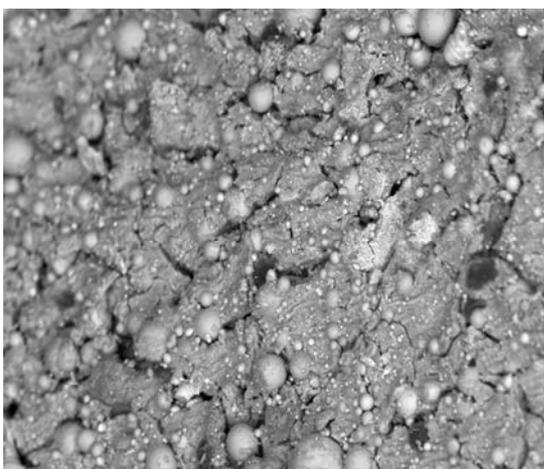
Порошковая суспензия (порошок с эпоксидной смолой) выливалась на полиэтиленовую подкладку, просушивалась, ее поверхность тщательно полировалась. Полученные образцы (не менее трех выборок из каждой пробы) исследовались на микроскопе РЭМ-106. Типичные фотографии электронно-микроскопического изображения порошков при энергии разряда $W=5$ Дж приведены для Вт 95 (рис. 1, а), стали 20 (рис. 1, б), Д16 (рис. 1, в). Изображение среза композита приведено на рис. 1, г. Средний размер частиц, получаемый на лазерном измерителе и путем обработки металлографических изображений, совпадает в пределах ошибки (не хуже 10 %).



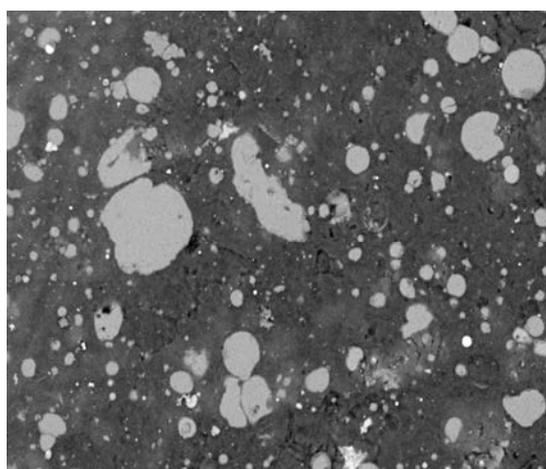
а



б



в



г

Рисунок. 1 – Фотографии электронно-микроскопического изображения порошков

Результаты анализа частиц исследуемых материалов при энергии разряда $W=5$ Дж, увязывающие размеры частиц в мкм с их процентным содержанием в пробных объемах приведены в табл. 1.

Таблица 1 - Диапазон крупности частиц по результатам измерений на 16-канальном счетчике МАЛЬВЕРН-3600 Е

Металл	Общее число частиц	Размер частиц d, мкм						
		2,4-3,03	3,03-3,82	3,82-4,81	4,81-6,06	6,06-7,64	7,64-9,6	9,6-12,1
Д 16	52160	0	0	0,1	0,5	3,5	12,7	22,2
Сталь 20	73376	0	0	0,2	01,8	7	20,3	34,1
Вт 95	126930	0,3	1,1	2,1	4,3	12,3	22,6	25,7

Продолжение табл.1

Размер частиц d, мкм								
12,1-15,3	15,3-19,25	19,25-24,25	24,25-30,5	30,5-38,5	38,5-48,5	48,5-61,1	61,1-71,1	71,1-97,0
20,7	16,1	11,4	6,2	3,2	1,7	0,9	0,3	0
20,5	7,4	3,6	2,3	1,4	0,5	0,2	0	0
17,5	9,2	3,1	0,8	0,5	0,1	0	0	0

Графическое представление усредненных результатов в виде гистограммы распределения приведены соответственно на рис. 2 (а, б, в).

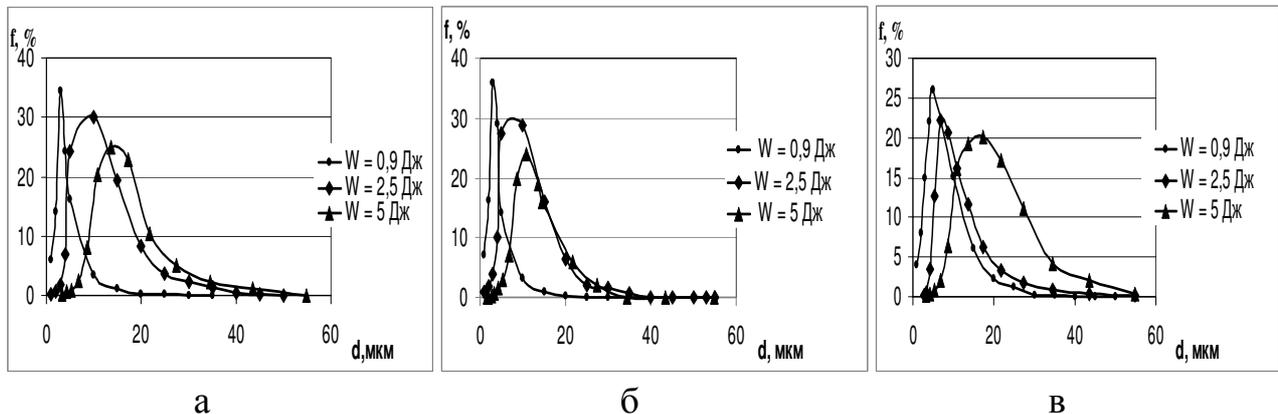


Рисунок 2 – Распределение частиц по размерам от подводимой энергии: а – сталь 20; б – Вт95; в – Д16

Общие особенности полученных результатов для всех металлов состоят в следующем.

1. Гистограммы распределения представляют собой функции, смещенные в область частиц высокой степенью дисперсности.

2. Относительное содержание крупнодисперсных фракций оказывается малым у всех материалов.

3. С увеличением энергии разряда наблюдается увеличение содержания крупнодисперсных фракций и уменьшение мелкодисперсных фракций.

Из приведенных данных следует, что при прочих равных условиях характер диспергирования металла зависит от его свойств. Наибольшее содержание мелкодисперсных фракций наблюдается у титана, затем у стали и алюминия. Закономерно смещается и верхняя граница размеров частиц, которая оказывается наибольшей у алюминия и наименьшей у титана. Приведенные результаты показывают, что с ростом температуры плавления материала средний диаметр диспергируемых частиц уменьшается.

Средний размер частиц вычисляли по формуле для среднестатистического значения по формуле

$$d_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^{16} d_i \cdot p_i}{\sum_{i=1}^{16} p_i}, \quad (1)$$

где d_i - средний размер частиц в i -м разряде;

p_i - доля частиц размера d_i в i -м разряде;

i - номер разряда.

При энергии разряда $W = 5$ Дж для титановых частиц $d_{cp} = 12,9$ мкм, для стальных частиц $d_{cp} = 15,6$ мкм, для алюминиевых – $d_{cp} = 18,3$ мкм; при энергии разряда $W = 2,5$ Дж для титановых частиц $d_{cp} = 6,47$ мкм, для стальных частиц $d_{cp} = 7,02$ мкм, для алюминиевых – $d_{cp} = 10,1$ мкм; при энергии разряда $W = 0,9$ Дж для титановых частиц $d_{cp} = 5,1$ мкм, для стальных частиц $d_{cp} = 5,44$ мкм, для алюминиевых – $d_{cp} = 6,6$ мкм.

Определив средний размер частиц и принимая их сферическими, можно найти активную поверхность диспергированных частиц. Вычислим площадь этой поверхности для суспензии, полученной при диспергировании стали в воде ($W = 5$ Дж). Объем одной частицы

$$V_{1ч} = \frac{4}{3} \pi r^3 = \frac{4}{3} \pi \cdot 7,8^3 \cdot 10^{-12} \approx 2 \cdot 10^{-9} \text{ см}^3.$$

Поверхность одной частицы

$$S_{1ч} = 4\pi r^2 = 4\pi \cdot 7,8^2 \cdot 10^{-8} = 7,64 \cdot 10^{-6} \text{ см}^2.$$

Удельный объем 1 г стали

$$V_{уд} = \frac{1}{\rho} = \frac{1}{7,86} = 0,127 \text{ см}^3/\text{г}.$$

Число частиц в 1 г стали

$$n = \frac{V_{уд}}{V_{1ч}} = \frac{0,127}{2 \cdot 10^{-9}} = 6,35 \cdot 10^{-7} \text{ частиц}.$$

Полная поверхность n сферических частиц диаметром 15,6 мкм в 1 г стали

$$S = S_{1ч} \cdot n = 7,64 \cdot 10^{-6} \cdot 6,35 \cdot 10^7 = 486 \text{ см}^2.$$

Если за 1 час работы установки диспергируется 200 г металла, то число N частиц в суспензии

$$N_{полн} = 6,36 \cdot 10^7 \cdot 200 = 1272 \cdot 10^7 \text{ частиц}.$$

Активная поверхность всех диспергированных частиц составляет

$$S_{полн} = 486 \cdot 200 = 9,72 \cdot 10^4 \text{ см}^2.$$

Можно принять, что динамика охлаждения частиц в воде подчиняется экспоненциальному закону [5]. Скорость охлаждения продуктов электроимпульсного диспергирования лимитируется конвективной теплоотдачей с поверхности частиц и определяется размерами жидких капель, теплофизическими свойствами материала капель, коэффициентом теплоотдачи на границе со средой, плотностью среды охлаждения. В работе [6] высказано предположение, что скорость охлаждения достигает величины порядка 10^7 К/с. При охлаждении капля идет интенсивное окисление и изменение зернистости кристаллической структуры материала. Глубина окисленного слоя частиц составляет примерно $\frac{1}{3} R$ [6]. Объем окисленного слоя металла в расчете на одну частицу составляет:

$$V_{о.с} = \frac{4}{3} \pi (7,8^3 - 5,2^3) \cdot 10^{-12} = 1,4 \cdot 10^{-9} \text{ см}^3.$$

Объем металла, перешедшего в окислы и гидроксиды, $V_{o.c} = 1,4 \cdot 10^{-9} \cdot 6,35 \cdot 10^7 \cdot 200 = 17,8 \text{ см}^3$, т.е. масса металла, перешедшего в окислы и гидроксиды,

$$M_o = 17,8 \cdot 7,86 = 139,9 \text{ г.}$$

Аналогичные вычисления для энергии разряда $W = 2,5$ Дж дают $S_{\text{полн}} = 798 \text{ см}^2$ и $M_o = 148,55$ г; для энергии разряда $W = 0,9$ Дж $S_{\text{полн}} = 705 \text{ см}^2$ и $M_o = 143$ г.

В работе [1] получено, что кристаллическая структура порошков, полученных электроимпульсным диспергированием, характеризуется мелкозернистостью. Характерный размер кристаллического зерна для железных порошков – около 0,5 мкм (фракция 3 - 60 мкм), для титановых – около 0,1 мкм (фракция 1 - 70 мкм), для алюминиевых – около 0,6.

В табл. 2 приведены фазовый состав и размер зерен, характерных для кристаллической структуры порошков, исследуемых материалов.

Таблица 2 - Фазовый состав и размер зерен кристаллической структуры диспергируемых материалов

Металл	Фазовый состав		Размер частиц, мкм	Размер зерен, мкм		Форма частиц
	Окисел	Содержание, %		До диспергирования	После диспергирования	
Д16	Al(OH) ₃		0,2-0,5			Глобулы
	α-Al ₂ O ₃	99,5	1-4			Кристалл
	β-Al ₂ O ₃	98-99	1-4			Кристалл
Вт95	α-Ti	50	1-70	0,2-1,0	0,04-0,1	Сферическая
	TiO	35	1-70	0,2-1,0	0,04-0,1	Осколочная
	TiO ₂	15	1-70	0,2-1,0	0,04-0,1	
Сталь20	A-Fe	35	3-60		0,2-0,5	Сферическая
	FeO	10	3-60		0,2-0,5	Губчатая
	Fe ₃ O ₄	55	3-60		0,2-0,5	

Представляет интерес сравнение размеров сферических капель, образующихся при распылении расплава стали струей воды с размерами капель, полученных в наших исследованиях. В работе [7] приведена зависимость, связывающая критическую скорость струи

жидкости с максимальным диаметром образующейся стальной капли, в виде

$$W_{кр} = 7,7 \frac{\sigma^{3/4}}{d_k^{1/4}}, \quad (2)$$

где $W_{кр}$ - критическая скорость струи воды, м/с;

d_k - максимальный диаметр капли расплава, м;

σ - коэффициент поверхностного натяжения расплава при температуре жидкого расплава, Н/м.

Взаимодействие струи воды с раствором можно идентифицировать со взаимодействием вылетающих из лунки брызг металла с неподвижной водой. Из этого выражения можно определить диаметр капель, диспергируемых с поверхности эрозионных лунок при температуре металла в лунке $T = 1550$ К:

$$d_k^{1/4} = \frac{7,7 \cdot \sigma^{3/4}}{W_{кр}}. \quad (3)$$

Известно, что скорость вылета капель расплавленного металла из лунки под действием газо- и электродинамических сил, действующих при подводном импульсном разряде, составляет 100...500 м/с, а коэффициент поверхностного натяжения стали при $T = 1550$ К равен $\sigma = 1,85$ Н/м [8].

При подстановке этих величин в выражение (3) получим $d_{к. max} = 145$ мкм, $d_{к. min} = 0,356$ мкм.

Полученные величины хорошо согласуются с гранулометрическим составом капель, полученным выше.

Выводы

1. Электроимпульсный способ очистки промышленных стоков создает одновременно условия для получения ультрадисперсных порошков.
2. Имеется оптимальное значение энергии, вводимой в разрядный промежуток при котором адсорбирующая поверхность порошка максимальна.

3. Количество металла, переходящее в активный коагулянт достигает 75% исходного металла.
4. При повышении температуры плавления металла средний диаметр диспергированных частиц смещается в сторону мелкодисперсной фракции.

Список использованных источников

1. Намитоков К.К. Электроэрозионные явления / К.К. Намитоков. – М. : Энергия, 1978. – 456 с.
2. Зингерман А.С. Физические основы технологии электроэрозионной обработки металлов / А.С. Зингерман // Новые методы электрической обработки металлов. – М., 1955. – С. 5 – 22.
3. Золотых Б.Н. Основные вопросы теории электрической эрозии в импульсном разряде в жидкой диэлектрической среде: автореф. дис. ... д-ра техн. наук: спец. 200 «Машиностроение и оборудование электронной техники» / Б.Н. Золотых; М., 1968. – 51 с.
4. Получение порошковых материалов электроимпульсным методом / В.В. Кручина, В.Ф. Гайдуков, С.А. Стрельникова, Ю.В. Левченко // XI Междунар. молодеж. науч.-практ. конф. «Человек и Космос» : тез. докл. – Днепропетровск, 2008. – С. 416.
5. Полубеев Ю.С. Расчет скорости охлаждения частиц сферической формы // Металлические порошковые материалы, их обработка и свойства / Ю.С. Полубеев, Г.Г. Дмитриев, Л.П. Фоминский. – М., 1985. – С. 7 – 11.
6. Асанов У.А. О некоторых особенностях кристаллизации фаз, образующихся в плазме искрового разряда / У.А. Асанов // Изв. АН Киргизской ССР. – 1979. – № 3. – С. 59 – 62.
7. Силаев А.Ф. Диспергирование жидких металлов и сплавов / А.Ф. Силаев, Б.Д. Фишман. – М. : Металлургия, 1983. – 144 с.
8. Намитоков К.К. Некоторые вопросы физики процесса электрической эрозии металлов при низковольтных импульсных разрядах / К.К. Намитоков // Электроискровая обработка металлов. – М., 1963. – С. 56 – 68.

*Поступила в редакцию 19.11.2010 г.
Рецензент: д-р техн. наук, проф. В.Н. Кобрин,
Национальный аэрокосмический университет
им. Н.Е. Жуковского «ХАИ», г. Харьков*