

УДК 621.762

## АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ ТЕПЛОТВОДА ПРИ ВТОРИЧНОМ ДИСПЕРГИРОВАНИИ КАПЕЛЬНОЙ ФАЗЫ РАСПЛАВА НА СТРУКТУРУ И МИКРОТВЕРДОСТЬ ПОЛУЧАЕМЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ

Д. Л. СТАСЕНКО<sup>+</sup>, И. Н. СТЕПАНКИН

УО «Гомельский государственный технический университет им. П. О. Сухого», пр. Октября, 48, 246746, г. Гомель, Беларусь.

*Представлены результаты исследований особенностей теплоотвода конвекцией при получении металлических порошков в процессе вторичного диспергирования капельной фазы расплава. Выполнен анализ влияния конвективного теплоотвода на размеры получаемых частиц, их структуру и микротвердость.*

### Введение

Известно, что при получении металлических порошков в процессе вторичного диспергирования капельной фазы расплава температура перегрева влияет на микроструктуру получаемых частиц [1, 2]. Важным преимуществом диспергирования жидкой капельной фазы на вращающийся диск является более широкий диапазон скоростей подачи струи расплава, по сравнению с распылением вращающейся заготовки или диспергированием струи расплава вращающимся диском.

Анализ влияния параметров центробежного распыления на свойства порошкового материала и исследования метода получения металлических порошков центробежным распылением показывают [1–5], что механизм дробления расплавленного металла во многом подобен механизму дробления жидкостей. Процесс каплеобразования на вращающемся диске подвержен влиянию рабочих параметров и физических констант жидкого металла.

При центробежном распылении возможна реализация различных режимов диспергирования, но при любом режиме конечный продукт будет иметь форму отличную от сферической. Под действием поверхностного натяжения форма будет стремиться к форме шара, но при движении в камере распыления фрагмент расплава охлаждается и кристаллизуется. В общем случае форма получаемых частиц будет зависеть от ряда факторов, таких как соотношение сил поверхностного натяжения, вязкого трения, инерции и времени охлаждения до начала кристаллизации.

Цель данной работы – исследование особенностей получения металлических порошков в процессе вторичного диспергирования капельной фазы расплава, анализ закономерностей конвективного теплоотвода в процессе формообразования частиц, а также их структуры и микротвердости.

### Методика исследований

В качестве исходного материала для диспергирования были выбраны бронза (Бр.ОФ10-1), сплав на основе железа  $Fe_{93,7}-V_{3,3}-Si_{2,1}-C_{0,9}$ , нержавеющая сталь (12X18H10). Гранулы распыляемого сплава загружались в кварцевый тигель, имеющий отверстие. Плавление выполнялось токами высокой частоты. Слив струи расплава осуществлялся принудительно под действием давления инертного газа, подаваемого в полость тигля, после полного расплавления сплава. На первом этапе диспергирование выполнялось газоструйным ультразвуковым устройством [6] с центробежным кристаллизатором, что приводит к потере части теплоты расплава. На второй стадии теплота перегрева и большая часть теплоты кристаллизации металла еще до отделения его от центробежного кристаллизатора теряется вследствие теплопередачи поверхности кристаллизатора. Окончательное охлаждение происходит вследствие высокой скорости отрыва, связанной со скоростью кристаллизации частиц, при движении в камере охлаждения, температура стенок которой поддерживается постоянной и равной 20 °С.

<sup>+</sup> Автор, с которым следует вести переписку.

Температура расплава фиксировалась с помощью прецизионного пирометра «Крок-2» при вакуумной переплавке шихты в кварцевом тигле с капиллярным отверстием 0,1 мм при избыточном давлении аргона 0,01 МПа. Изучение микроструктуры проводили на оптическом микроскопе «Neophot-2». Микротвердость исследуемых образцов измеряли на микротвердомере MKV-D при нагрузке 100 г. Размер получаемых изделий определялся путем рассева на наборе микропрецизионных сит.

### Результаты исследований и их обсуждение

Под действием силы поверхностного натяжения форма расплавленных частиц будет стремиться к наиболее устойчивому энергетическому состоянию, характерному для шара, поэтому необходимо знать количество теплоты, отдаваемое каплей расплава с момента ее дробления центробежным кристаллизатором.

При движении в камере охлаждения капля теряет тепловую энергию. Можно предположить, что деформация фрагмента прекращается с началом его кристаллизации. Форма распыляемых частиц в общем случае зависит от соотношения таких параметров времени, как период колебаний фрагмента  $\tau_{\text{кол}}$ , постоянной времени затухания колебаний  $\tau_{\text{зат}}$ , времени охлаждения капель до начала кристаллизации  $\tau_{\text{охл}}$ , полного времени выделения теплоты перегрева и кристаллизации частиц  $\tau_{\text{кр}}$ , времени движения частицы  $\tau_{\text{дв}}$ .

Впервые анализ процесса формообразования частиц при центробежном распылении струи расплава представлен в работе [7].

Предполагается, что фрагмент совершает колебания около эквивалентного шара. В этом случае, постоянная времени колебаний описывается зависимостью:

$$\tau_{\text{кол}} = (\omega_0^2 - \psi^2)^{-1/2}, \quad (1)$$

где  $\omega_0$  – частота собственных колебаний сферической капли расплава;  $\psi$  – коэффициент затухания колебаний.

Продолжительность охлаждения расплава до начала процесса кристаллизации определяется как время, требуемое для выделения частицей теплоты перегрева  $Q_{\text{пер}}$ .

Потери частицей тепловой энергии за бесконечно малое время  $\Delta t$ , составляют:

$$Q_{\text{т}} = \pi d_c^2 [\alpha_i (T_i - T_r) + \epsilon C_0 (T_i^4 - T_{\text{ст}}^4)] \Delta t, \quad (2)$$

где  $T_i$  – температура частицы в момент времени  $\Delta t$ ;  $T_r$  – температура газа;  $\alpha_i$  – коэффициент теплоотдачи;  $\epsilon$  – степень черноты;  $C_0$  – универсальная постоянная Стефана–Больцмана;  $T_{\text{ст}}$  – температура стенки камеры;  $d_c$  – средний диаметр частицы расплава.

Из условия теплового баланса на стадии отвода тепла перегрева:

$$Q_r - \sum_{i=1}^n Q_{\text{т}} = 0, \quad (3)$$

можно определить время охлаждения частиц до начала кристаллизации:

$$\tau_{\text{охл}} = \sum_{i=1}^n \Delta t_i. \quad (4)$$

При расчетах  $\Delta t$ , необходимо учитывать то обстоятельство, что значение коэффициента теплоотдачи  $\alpha_i$ , в уравнении (2) изменяется во времени. Мгновенное значение  $\alpha_i$ , в процессе движения частиц можно рассчитать по известной формуле [8]:

$$\alpha_i = \frac{\text{Nu}_i \lambda_r}{d_c}, \quad (5)$$

где  $\lambda_r$  – коэффициент теплопроводности среды;  $\text{Nu} = 2 + 0,6 \text{Pr}^{1/3} \text{Re}^{0,5}$  – число Нуссельта;  $\text{Pr} = (\mu_r C_{p_r}) / \lambda_r$  – число Прандтля;  $C_{p_r}$  – удельная теплоемкость среды;  $\text{Re}$  – число Рейнольдса. При определении числа  $\text{Re}$ , авторами [3] используется зависимость:

$$\text{Re}_i = \frac{\pi d_c \rho_r [(V_{rx} + V_{ry})^2 + V_{rz}^2]^{0,5}}{2\mu_r}, \quad (6)$$

где  $V_{rx}$ ,  $V_{ry}$  – горизонтальная и вертикальная компоненты скорости частицы по координатам;  $V_{rz}$  – скорость встречного потока газа;  $\rho_r$  – плотность среды;  $\mu_r$  – вязкость среды. При значениях  $V_{rz} \neq 0$  выражение (6) позволяет оценивать условия движения и теплообмена частиц при противотоке газа в камере распыления.

Время полной кристаллизации определяется как сумма времени, необходимого для выделения частицей теплоты перегрева и времени кристаллизации расплава:

$$\tau_{\text{кр}} = \tau_{\text{охл}} + \sum_{i=1}^k \Delta t_{\text{кр}}, \quad (7)$$

Скорость охлаждения частицы в жидком или твердом состоянии находится из условия равенства изменения энтальпии  $d(\Delta H)$  и теплоты, которая отводится от сферической частицы конвекцией и излучением  $dQ_{\text{т}}$ . Последняя находится дифференцированием уравнения (2) по времени.

Изменение энтальпии определяется из выражения:

$$d(\Delta H) = C_{p_r} m_c dT_i, \quad (8)$$

где  $C_{p_r}$  – удельная теплоемкость газа;  $m_c$  – масса частицы;  $dT_i$  – изменение температуры частицы.

Условие  $d(\Delta H) = dQ_{\text{т}}$  выполняется при условии  $\text{Ni} < 0,1$ , где  $\text{Ni}$  – критерий Хинзе–Мильборна,

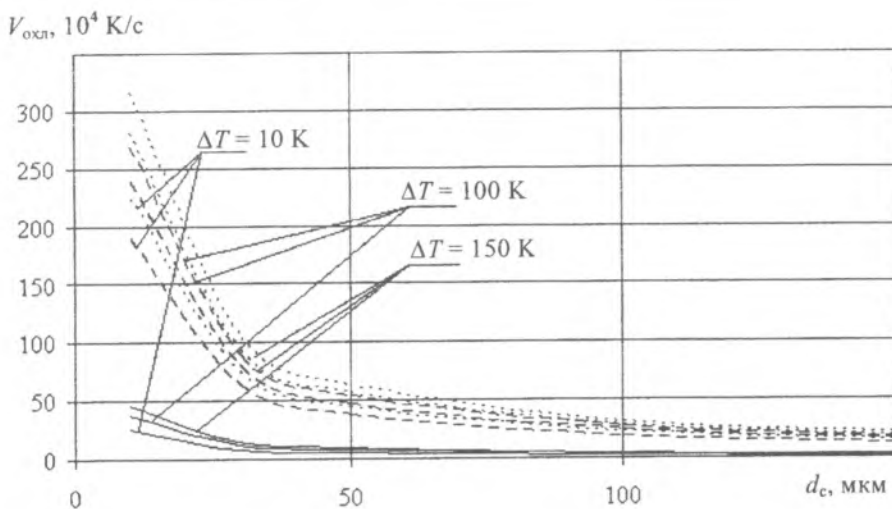


Рис. 1. Зависимость скорости охлаждения частицы в зависимости от ее диаметра при различных значениях температуры перегрева расплава  $\Delta T$ : — бронза (Бр.ОФ10-1); ---  $\text{Fe}_{93,7}\text{-B}_{3,3}\text{-Si}_{2,1}\text{-C}_{0,9}$ ; ..... нержавеющая сталь (12X18H10)

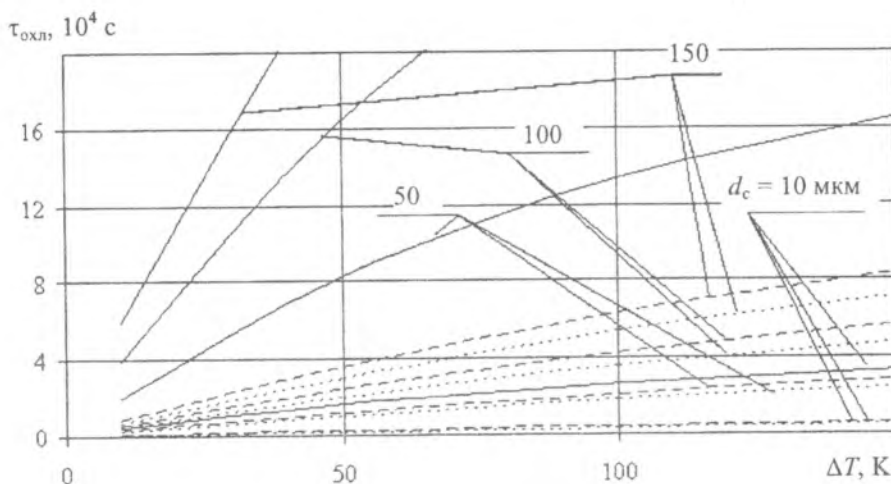


Рис. 2. Изменение времени охлаждения частицы в зависимости от температуры перегрева расплава при различных значениях диаметра частиц  $d_c$ : — бронза (Бр.ОФ10-1); ---  $\text{Fe}_{93,7}\text{-B}_{3,3}\text{-Si}_{2,1}\text{-C}_{0,9}$ ; ..... нержавеющая сталь (12X18H10)

который определяет механизм дробления жидкого металла под влиянием центробежной силы.

Это позволяет определить скорость охлаждения частицы [9]:

$$V_{\text{охл}} = \frac{dT_i}{dt} = \frac{6\alpha(T_i - T_r) + 6\epsilon C_0(T_i^4 - T_{\text{ст}}^4)}{C_p \rho_l d_c}, \quad (9)$$

где  $\rho_l$  — плотность материала расплава.

Из полученного выражения (9) видно, что скорость охлаждения капель расплава зависит от многих факторов, таких как геометрические размеры капель расплава, коэффициент теплоотвода конвекцией, температуры расплава, свойств распыляемого материала и др., что иллюстрируется полученными аналитическими зависимостями, представленными на рис. 1 и 2, и подтвержденными экспериментально для порошков  $\text{Fe}_{93,7}\text{-B}_{3,3}\text{-Si}_{2,1}\text{-C}_{0,9}$  диаметром 40, 50 и 63 мкм.

Как показали исследования, состав фаз и структура сплавов в виде порошка соответствовали диаграммам их состояния и технологическим

параметрам получения. Повышение скорости охлаждения до  $10^4$  К/с ведет к существенному изменению структуры, а при скорости охлаждения  $4 \cdot 10^5 - 8 \cdot 10^5$  К/с на мелких фракциях меньше 50 мкм наблюдается образование метастабильной структуры. Микротвердость в исследованных сплавах монотонно возрастает по мере увеличения скорости охлаждения, что подтверждается результатами ее измерения на порошках различных размеров (рис. 4).

На рис. 3 представлена микроструктура порошка сплава на основе железа различного гранулометрического состава.

Высокая скорость охлаждения металлических расплавов приводит к существенному изменению структуры (рис. 3) и физико-механических свойств получаемых изделий (рис. 4). Это связано с влиянием скорости охлаждения на процесс формирования твердой фазы при кристаллизации. Большая скорость охлаждения расплава ведет к образованию в твердой фазе различного рода закалочных эффектов, приводящих к пересыщению

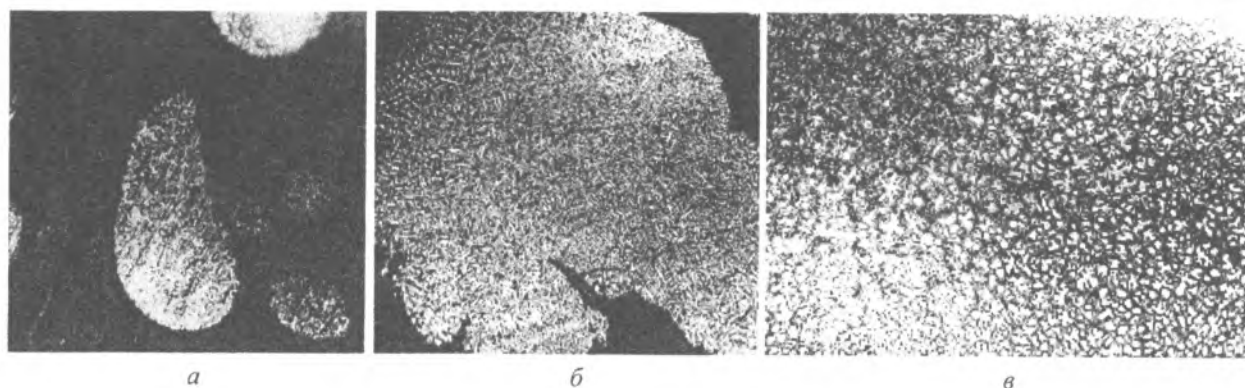


Рис. 3. Микроструктура порошка из сплава  $Fe_{93.7}-B_{3.3}-Si_{2.1}-C_{0.9}$ ,  $\times 400$ : а – фракция +20– 50 мкм, б – +200–315 мкм, в – +315–400 мкм

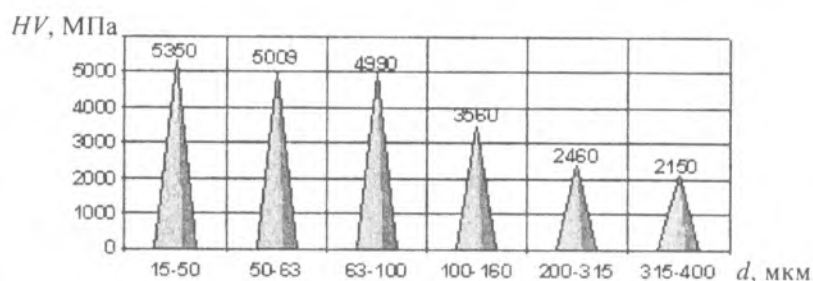


Рис. 4. Зависимость микротвердости порошка сплава  $Fe_{93.7}-B_{3.3}-Si_{2.1}-C_{0.9}$  от размера частиц

твердого раствора вторичными элементами относительно равновесной диаграммы состояния сплава, и появлению метастабильных фаз. Структура кристаллов сильно измельчается и фрагментируется (рис. 3).

### Заключение

Приведенный качественный анализ влияния термических процессов вторичного диспергирования капель расплава при получении порошков показал, что охлаждение расплава конвекцией оказывают существенное влияние на геометрические размеры, форму и качество получаемых порошков. Экспериментально установлено, что увеличение скорости охлаждения капель расплава обуславливает уменьшение их размера, значительное измельчение дендритной структуры и на частицах размером 20–40 мкм приводит к возникновению метастабильных структур. Экспериментально показано, что измельчение микроструктуры приводит к повышению микротвердости почти в 2,5 раза и существенно улучшает технологические характеристики частиц.

### Обозначения

$\tau_{\text{кол}}$  – период колебаний фрагмента;  $\tau_{\text{зат}}$  – постоянная времени затухания колебаний;  $\tau_{\text{охл}}$  – время охлаждения капель до начала кристаллизации;  $\tau_{\text{кр}}$  – полное времени выделения теплоты перегрева и кристаллизации частиц;  $\tau_{\text{дв}}$  – время движения частицы;  $\omega_0$  – частота собственных колебаний

сферической капли расплава;  $\psi$  – коэффициент затухания колебаний;  $T_i$  – температура частицы в момент времени  $\Delta t_i$ ;  $T_r$  – температура газа;  $\alpha_i$  – коэффициент теплоотдачи;  $\epsilon$  – степень черноты;  $C_0$  – универсальная постоянная Стефана-Больцмана;  $T_{\text{ст}}$  – температура стенки камеры;  $\alpha_r$  – коэффициента теплоотдачи;  $\lambda_r$  – коэффициент теплопроводности среды;  $Nu$  – число Нуссельта;  $Pr$  – число Прандтля;  $Cp_r$  – удельная теплоемкость среды;  $Re$  – число Рейнольдса;  $V_{rx}$ ,  $V_{ry}$  – горизонтальная и вертикальная компонента скорости частицы по координатам;  $V_r$  – скорость встречного потока газа;  $\rho_r$  – плотность газовой среды;  $\mu_r$  – вязкость среды;  $m_c$  – масса частицы;  $\rho_l$  – плотность материала расплава;  $dT_i$  – изменение температуры частицы,  $d_c$  – средний диаметр частицы расплава.

### Литература

1. Shepard A. F., Henne A. L. / J. Amer. Chem. Soc., 1961. – 53,5 p. 1948.
2. Walton, W. H. The production of sprays and mists of uniform drop size by means of spinning disc. type sprayers / W. H. Walton, W. C. Prewett // The Proc. Phys. Soc. – 1949. – Vol. 62. – P. 341–350.
3. Hinze, J. O. Atomization of liquids by means of a rotating cup / J. O. Hinze, H. Milborn // J. Appl. Mech. – 1950. – 17. – P. 145–153.
4. Friedman, S. J. Centrifugal disk atomization / S. J. Friedman, F. A. Gluckert, W. R. Marshall // Chem. Eng. Progr. – 1952. – Vol. 48. – P. 181–191.
5. Fraser, B. P. Liquid atomization and the drop size of sprays / B. P. Fraser, P. Eiseklam // Transact. Ins. Chem. Eng. – 1956. – Vol. 34 – P. 294 – 319.

6. Патент РБ № 4297. Устройство для получения металлических порошков / Стасенко Д. Л., Верещагин М. Н., Вечер Р. И. – Выдан 22.10.2001 г.
7. Адам, Н. К. Физика и химия поверхностей / Н. К. Адам / Перевод с 3-го англ. изд. Д. М. Толстого под ред. А. С. Ахматова. – Москва, 1947 – С. 538.
8. Дерягин, Б. В. Физика и химия нанесения тонких слоев на движущуюся подложку / Б. В. Дерягин. – Москва: Изд. АН СССР, 1959. – С. 210.
9. Верещагин, М. Н. Анализ условий аморфизации металлических сплавов при газотермическом напылении / М. Н. Верещагин, Р. И. Вечер, Д. Л. Стасенко // Современные проблемы машиноведения: Материалы международной научно-технической конференции. – Гомель: ГПИ, 1996. – С. 84–86.

---

Stasenko D. L. and Stepankin I. N.

**Analysis of process of heat removal of drop phase of molten metal at secondary powdering.**

Results of researches of habits of heat removal are presented by convection at reception of metal powders during a secondary dispersion of a drop phase of molten metal. It is analyzed effect of the convective heat removal on final sizes of gained corpuscles, their structure and microhardness.

*Поступила в редакцию 25.04.2008.*

© Д. Л. Стасенко, И. Н. Степанкин, 2008.