Е. В. Агеева, А. Ю. Алтухов, А. В. Щербаков

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ,
ПОЛУЧЕННЫХ ЭЛЕКТРОДИСПЕРГИРОВАНИЕМ
НИХРОМОВЫХ МЕТАЛЛООТХОДОВ***

Юго-Западный государственный университет»

e-mail: ageeva-ev@yandex.ru

Представлены результаты проведенных экспериментальных исследований, направленных на изучение структуры и свойств электроэрозионных нихромовых порошков, полученных в воде дистиллированной. Показана высокая эффективность применения технологии электродиспергирования, которая обеспечивает при низких затратах электроэнергии получение пригодных к промышленному применению новых нихромовых порошковых материалов.

Ключевые слова: нихромовые сплавы, отходы, электроэрозионное диспергирование, вода, порошок, структура, свойства.

E. V. Ageeva, A. Y. Altukhov, A. V. Shcherbakov

**STRUCTURE AND PROPERTIES OF POWDER MATERIALS OBTAINED
BY ELECTRODISPERSION OF NICHROME METAL WASTE**

South-West State University

The results of experimental studies aimed at studying the structure and properties of electroerosive nichrome powders obtained in distilled water are presented. The high efficiency of the application of the electrodispersion technology, which provides, at low energy costs, the production of new nichrome powder materials suitable for industrial use, is shown.

Keywords: nichrome alloys, waste, electroerosive dispersion, water, powder, structure, properties.

Введение

Анализ исследовательских работ в области нихромовых сплавов показывает, что большинство из них связано с вопросом экономии со-

держащихся в них хрома и никеля в связи с дефицитом, дороговизной и непрерывным расширением области применения [1–12].

В настоящее время одним из наиболее пер-

спективных методов переработки хромосодержащих отходов в порошок является метод ЭЭД. Этот метод начинает успешно конкурировать с другими способами получения порошков, в том числе и нанопорошков. Основные достоинства электроэрозионного диспергирования заключаются в хорошей управляемости, низкой энергоемкости, экологичности процесса. Однако практическое использование порошков, полученных данным методом, ограничено ввиду отсутствия сведений о физико-механических и химических свойствах данных порошков [13–17].

Для разработки технологий повторного использования электроэрозионных нихромовых порошков и оценки эффективности их использования требуется проведение комплексных теоретических и экспериментальных исследований.

Целью работы являлось исследование состава, структуры и свойств нихромовых порошковых материалов, полученных электродиспергированием отходов сплава X15H60 в воде дистиллированной.

Материалы и методы проведения исследований

Для выполнения намеченных исследований в качестве диспергируемого материалы были выбраны отходы сплава X15H60.

Отходы перерабатывали на установке электродиспергирования (патент на изобретение РФ № 2449859). Отходы загружали в реактор, заполненный рабочей жидкостью – водой дистиллированной.

При проведении экспериментов по диспергированию отходов сплава X15H60 расстояние между электродами в реакторе изменялось, напряжение на электродах изменяли от 0 до 200 В; частоту следования импульсов – от 0 до 200 Гц; емкость рабочего накопителя – от 2,5 до 65 мкФ.

При электродиспергировании отходов импульсное напряжение генератора импульсов прикладывалось к электродам и далее к кускам отходов (в качестве электродов также куски отходов сплава). При достижении напряжения определенной величины происходил электрический пробой рабочей жидкости, находящейся в межэлектродном пространстве с образованием канала разряда. Благодаря высокой концентрации тепловой энергии материал в точке разряда плавился и испарялся, рабочая жидкость испарялась и окружала канал разряда газооб-

разными продуктами распада (газовым пузырем). В результате развивающихся в канале разряда и газовом пузыре значительных динамических сил капли расплавленного материала выбрасывались за пределы зоны разряда в рабочую жидкость, окружающую электроды, и застывали в ней, образуя сферические частицы порошка сплава.

При решении поставленных задач использовались современные методы испытаний и исследований, в том числе:

- гранулометрический состав определяли на лазерном анализаторе размеров частиц Analysette 22 NanoTec;

- определение формы и морфологии поверхности частиц порошков проводили на электронно-ионном сканирующем (растровом) микроскопе с полевой эмиссией электронов Nova NanoSEM 450;

- рентгеноспектральный микроанализ (PCMA) проводили с помощью энерго-дисперсионного анализатора рентгеновского излучения фирмы EDAX, встроенного в растровый электронный микроскоп Nova NanoSEM 450;

- рентгеноструктурный анализ проводили на рентгеновском дифрактометре Rigaku Ultima IV.

Результаты исследований

На рис. 1 показано распределение по размерам частиц порошка, полученного электродиспергированием отходов сплава X15H60.

Рис. 1. Распределение по размерам частиц порошка X15H60 в воде дистиллированной:
1 – интегральная кривая; 2 – гистограмма

Экспериментально установлено, что удельная площадь поверхности $6084,36 \text{ см}^2/\text{см}^3$; средний размер частиц $30,79$; коэффициент элонгации (удлинения) частиц размером $30,65 \text{ мкм}$ составляет $1,73$.

В табл. 1 приведены результаты исследования распределения по размерам микрочастиц.

Таблица 1

Результаты исследования распределения по размерам микрочастиц

Параметр частиц	Размер, мкм
D10 (10 % частиц)	39,463
D20 (20 % частиц)	45,641
D30 (30 % частиц)	50,929
D40 (40 % частиц)	55,862
D50 (50 % частиц)	61,156
D60 (60 % частиц)	67,051
D70 (70 % частиц)	74,524
D80 (80 % частиц)	86,635
D90 (90 % частиц)	149,852
D95 (95 % частиц)	188,215
d[4,3] Объемный средний диаметр	74,86
d[3,2] Средний диаметр по площади поверхности	38,64
d[3,0] Средний диаметр по отношению к объему	3,25
d[2,0] Средний диаметр по отношению к площади	0,94
d[1,0] Средний диаметр по отношению к длине	0,48

Параметр D50 означает, что частиц с размером меньше или равно 61,156 мкм в порошке содержится 50,0 % от общего объема.

С целью изучения формы и морфологии частиц порошков, полученных методом ЭЭД из отходов X15H60, были сделаны снимки на растровом электронном микроскопе Nova NanoSEM 450, которые представлены ниже (рис. 2).

Форма частиц порошка обусловлена тем, в каком виде материал выбрасывается из лунки в процессе ЭЭД. Обычно в порошке преобладают частицы, полученные кристаллизацией расплавленного материала (жидкая фаза). Они

имеют правильную сферическую или эллиптическую форму.

Рис. 2. Снимок порошка X15H60 в воде дистиллированной

Частицы, образующиеся при кристаллизации кипящего материала (паровая фаза), имеют, как правило, неправильную форму, размер на порядок меньше частиц, образующихся из жидкой фазы, и обычно агломерируются друг с другом и на поверхности других частиц.

С целью выявления распределения элементов по поверхности частиц порошков, с помощью энерго-дисперсионного анализатора рентгеновского излучения фирмы EDAX, встроенного в растровый электронный микроскоп Nova NanoSEM 450, был проведен рентгеноспектральный микроанализ, результаты которого представлены ниже (рис. 3).

В табл. 2 приведены результаты исследования рентгеноспектрального микроанализа порошков.

Экспериментально установлено, что порошки, полученные методом ЭЭД из отходов X15H60, на поверхности содержат большую часть железа, хрома, кислорода и углерода.

Свойства частиц порошка, от которых зависит область их применения, во многом определяются их структурой. Для исследования структуры частиц полученных порошков был проведен их рентгеноструктурный анализ на рентгеновском дифрактометре Rigaku Ultima IV.

Результаты рентгеноструктурного анализа порошков, полученных методом ЭЭД из отходов X15H60, представлены ниже (рис. 4).

Рис. 3. Элементный состав порошка X15H60

Таблица 2

Рентгеноспектральный микроанализ порошка X15H60

Элемент	Массовая доля, %	Атомарная доля, %
C	7,48	21,91
O	11,46	25,19
Mg	0,09	0,13
Al	0,38	0,49
Si	2,94	3,69
P	0,08	0,09
S	0,23	0,25
Cl	0,74	0,74
K	0,35	0,31
Cl	0,55	0,48
Ti	0,25	0,19
Cr	14,35	9,70
Mn	1,17	0,75
Fe	21,07	13,27
Ni	28,64	17,16
Cu	10,22	5,66
Итого	100,00	100,00

Рис. 4. Рентгенограмма порошка X15H60 в воде дистиллированной

На экспериментальной рентгенограмме присутствуют сильные рефлексы, соответствующие фазе Cr_2O_3 и фазе Ni.

Таблица 3

Максимумы рентгенограммы порошка X15H60

2 θ , (градус)	Высота (Гц)	Интенсивность W (градус)	Размер (ангстрем)	Наименование фазы
35,51(17)	500(46)	2,6(10)	38(2)	Дихромат никеля (III)(1,0,3)
43,314(5)	4924(143)	0,12(3)	869(41)	Никель (1,1,1)
43,69(2)	4387(135)	0,4(4)	375(52)	Дихромат никеля (III)(2,2,0)
43,907(4)	17414(269)	0,46(9)	373(34)	Никель (1,1,1)
50,491(10)	1551(80)	0,21(11)	631(111)	Никель (2,0,0)
51,155(9)	5532(152)	0,53(5)	305(29)	Никель (2,0,0)
74,9(3)	768(57)	2(3)	89(18)	Медь (2,2,0) Дихромат никеля (III) (3,0,5)
75,22(2)	2421(100)	0,61(13)	305(51)	Никель (2,2,0)
91,44(3)	2124(94)	1,3(3)	188(24)	Никель (3,1,1)

Фазовый состав порошка, полученного методом ЭЭД, определяется природой рабочей жидкости. Диспергирование отходов в кислородсодержащей жидкости (дистиллированной воде) способствует образованию оксидов.

Выводы

1. На основании проведенных экспериментальных исследований, направленных на изучение структуры и свойств электроэрозионных нихромовых порошков, полученных в воде дистиллированной, показана высокая эффективность применения технологии электродиспергирования, которая обеспечивает при низких затратах электроэнергии получение пригодных к промышленному применению новых порошковых материалов.

2. Отмечено, что порошковые материалы, полученные электроэрозией отходов сплава X15H60 в воде дистиллированной, имеют следующие характеристики:

- в основном сферическую и эллиптическую форму со средним размером частиц 30,79 мкм;
- основными элементами в сплавах являются O, Fe, Ni и Cr;
- основные фазы Ni и Cr_2O_3 ;

- объемный средний диаметр частиц составляет 74,86 мкм; средний диаметр по площади поверхности – 38,64 мкм; средний диаметр по отношению к объему – 3,25; средний диаметр по отношению к площади – 0,94 мкм; средний диаметр по отношению к длине – 0,48 мкм.

3. Проведенные исследования позволяют разработать технологические рекомендации по дальнейшему применению электроэрозионных нихромовых порошков.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Минько, Н. И. Защита изделий из нихромовых сплавов от высокотемпературной коррозии (обзор) / Н. И. Минько, Е. А. Лазарева // Стекло и керамика. 2018. № 6. С. 19–23.
2. Лазарева, Е. А. Теоретические и технологические основы формирования ситаллового покрытия и его композиции с нихромовым сплавом / Е. А. Лазарева, Н. И. Минько // Известия высших учебных заведений. Северо-Кавказский регион. Технические науки. 2020. № 4 (208). С. 72–78.
3. Минько, Н. И. Опыт промышленной апробация жаростойкого ситаллового покрытия для высокотемпературной антикоррозионной защиты нихромовых сплавов / Н. И. Минько, Е. А. Лазарева // Стекло и керамика. 2019. № 11. С. 29–34.
4. Лазарева, Е. А. Критерии выбора стекломатриц жаростойких ситалловых покрытий для изделий из нихромовых сплавов / Е. А. Лазарева // Известия высших учебных заведений. Северо-Кавказский регион. Технические науки. 2018. № 3 (199). С. 140–146.
5. Железняк, Л. М. Совершенствование волоочильного инструмента в производстве нихромовых и ферронихромовых полос с учетом особенностей сплавов / Л. М. Железняк, Е. В. Кузьмина, Ю. А. Ежов // Металлург. 2017. № 7. С. 86–89.
6. Тарарина, М. О. Создание жаростойких стеклокристаллических покрытий для нихромовых сплавов на основе системы $\text{R}_2\text{O}-\text{RO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{TiO}_2$ с применением техногенного сырья / М. О. Тарарина, Ю. С. Мамаева, Е. А. Лазарева // Научный вестник Московского государственного горного университета. 2011. № 10. С. 111–121.
7. Bayramov, P. K. Obtaining finely dispersed powders of metals and their compounds by electrospark dispersion of metals: monograph / P. K. Bayramov. – M: Publishing house MISiS, 2012. – 80 p.
8. Ageev E. V., Latypov R. A. Fabrication and investigation of carbide billets from powders prepared by electroerosive dispersion of tungsten-containing wastes // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. 2014. T. 55. No. 6. С. 577–580.
9. Latypov R. A., Latypova G. R., Ageev E. V., Altukhov A. Y., Ageeva E. V. Elemental composition of the powder particles produced by electric discharge dispersion of the wastes of a VK8 hard alloy // Russian metallurgy (Metally). 2017. T. 2017. № 12. С. 1083–1085.
10. Latypov R. A., Latypova G. R., Ageev E. V., Altukhov A. Y., Ageeva E. V. Properties of the coatings fabricated by plasma-jet hard-facing by dispersed mechanical engineering wastes // Russian metallurgy (Metally). 2018. T. 2018. № 6. С. 573–575.