

А.М. Степанчук, С.Ю.Тесля, Сунь Ціхао, Д. Є.Чижська

Національний технічний університет України  
“Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського”

### ЗАКОНОМІРНОСТІ ОТРИМАННЯ ПОРОШКІВ СПЛАВУ AL-15Fe З ДИСПЕРСНО ЗМІЦНЕНОЮ СТРУКТУРОЮ МЕТОДОМ МЕХАНІЧНОГО ДИСПЕРГУВАННЯ РОЗПЛАВУ

*Проведені теоретичні дослідження умов отримання порошків сплаву Al-15Fe методом механічного диспергування. Показано, що зі зміною розміру частинок, швидкості енергоносія, температури розплаву суттєво змінюється швидкість охолодження. Встановлено, що отримання оптимальної мікроструктури сплаву Al-15Fe з дисперсно-зміцненою структурою можливо за швидкості охолодження більше  $10^7$  °C/c, яка досягається для частинок середнім розміром менше 100 мкм, швидкості енергоносія близько 200 м/с та температури енергоносія вище 1250 °C. Встановлено, що для частинок отриманим механічним диспергуванням із середнім розміром вище 100 мкм інтерметалеві фази мають розмір 10-12 мкм, а менших - 3-5 мкм, що відповідає вимгам до дисперснозміцненим матеріалам.*

*Ключові слова:* дисперсне зміцнення, інтерметаліди, механічне диспергування розплаву, порошки сплавів алюмінію, порошкова металургія

A.N. Stepanchuk, S.Y. Teslia, Qihao Sun, D. Ye. Chyzhska

### THE PROCESS OF OBTAINING AL-15Fe POWDER WITH DISPERSION STRENGTHENED MICROSTRUCTURE BY CENTRIFUGAL ATOMIZATION

*Theoretical studies of the conditions for obtaining powders of the Al-15Fe alloy by the method of mechanical dispersion have been carried out. It is shown that with a change in the particle size, energy carrier velocity, and melt temperature, the cooling rate changes significantly. It has been established that obtaining the optimal microstructure of the Al-15Fe alloy with a dispersion-reinforced structure is possible at a cooling rate of more than  $10^7$  °C/s, which is achieved for an average size of less than 50 μm, an energy carrier velocity of about 200 m/s, and an energy carrier temperature above 1250 °C. It has been established that for particles obtained by mechanical dispersion with an average size above 100 μm, the intermetallic phases have a size of 10-12 μm, and for particles less than 50 μm - 3-5 μm, which is subjected to extrusion to dispersion-strengthened materials.*

*Keywords:* dispersion strengthening, intermetallic compounds, mechanical dispersion of the melt, powders of aluminum alloys, powder metallurgy

**Постановка проблеми.** Одним з напрямків сучасного матеріалознавства є розробка матеріалів з широким комплексом властивостей, для одночасного використання в ряді галузей промисловості. До найперспективніших методів отримання таких матеріалів відноситься порошкова металургія. Застосування сучасних методів порошкових технологій дозволяють створювати матеріали конструкційного, триботехнічного, спеціального призначень [1]. З точки зору створення матеріалів багатофункціонального призначення особливу увагу слід приділити сплавам алюмінію [2, 3], особливо сплавам алюмінію легованого Si, Mn, Mg, Cu, Ti, Fe тощо. Як відомо [4, 5] в таких сплавах алюміній з легувальними елементами утворює інтерметаліди, які за певних умов структуроутворення під час кристалізації сприяють підвищенню механічних і, як наслідок, експлуатаційних характеристик виробів з них. Особливо цей ефект збільшується коли інтерметалева фаза знаходиться у дисперсному стані. З економічної точки зору та фізичних, механічних і експлуатаційних властивостей виробів з них перспективними є сплави алюмінію леговані залізом [5-6]. На відміну від традиційних ливарних сплавів алюмінію вказаних вище, легування залізом дозволяє зберігати стабільність зміцнюючих фаз за підвищених температур експлуатації у зв'язку з його відносно малою розчинністю в алюмінії [7, 8]. Дані параметри особливо важливі під час використання даних матеріалів як триботехнічних.

Однак отримання сплавів Al-Fe методами лиття досить ускладнено, оскільки під час кристалізації інтерметаліди  $Al_xFe_y$ , що утворюються в даній системі згідно діаграми Al-Fe [8] є твердими але крихкими [5] і знаходяться у вигляді крупних кристалів. Останнє може значно знижувати міцність таких сплавів [9].

**Аналіз останніх досліджень та публікацій.** Отримання виробів зі сплавів Al-Fe з підвищеними характеристиками міцності і, як наслідок, експлуатаційними характеристиками можливо шляхом використання технології порошкової металургії з використанням вихідних порошків з структурою в якій би фазова складова з інтерметалідів з находилась би у дисперсному стані (менше 5 мкм), що забезпечує дисперсне зміцнення матеріалу [7, 9], за умови спадкування такої структури під час спікання пресовок з таких порошків.

Одним з варіантів отримання таких порошків, є механічне легування або розмелювання литих сплавів [3, 7]. Основним недоліком цих методів є високі енергоємність та мала продуктивність. Альтернативним варіантом отримання порошків сплавів Al-Fe може бути отримання їх диспергуванням розплаву сплаву. У цьому випадку відповідно до робіт [7, 8, 10, 11] під час отримання порошків відбувається формування їх мікроструктури з дисперсними включеннями фаз інтерметалідів з розміром меншим за 5 мкм. При цьому такі структури утворюються за швидкостей охолодження продуктів диспергування більшими за  $1 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C/s}$ . Але в цих роботах, та інших літературних даних, обмежено висвітлюється фізико-хімічна сутність впливу теплофізичних факторів на формування властивостей порошків і тому числі їх заданої структури. Останнє обмежує можливості визначення умов отримання порошків з наперед заданими властивостями.

**Постановка проблеми дослідження.** Виходячи з викладеного, теоретичне та експериментальне з вивчення умов отримання порошків з сплавів Al-Fe з заданими властивостями та структурою для отримання матеріалів і порошкових виробів з них багатофункціонального призначення є актуальним завданням.

**Мета дослідження.** Метою роботи було теоретичне та експериментальне дослідження впливу теплофізичних характеристик розплавів та технологічних параметрів механічного диспергування розплаву Al-15Fe з метою встановлення оптимальних умов отримання порошків із заданими мікроструктурою та властивостями.

**Викладення основного матеріалу.** В роботі вивчався вплив діаметру вихідних крапель: 100, 150, 200,  $250 \times 10^{-6}$  м, швидкості енергоносія 75, 100, 150, 200 м/с та температури розплаву 1200, 1250, 1300, 1350  $^\circ\text{C}$ .

Механічне диспергування розплаву Al-15Fe здійснювалось відповідно до методики описаної в роботах [12] на установці Полет. Як вихідні матеріали для отримання порошків використовували скрап електротехнічного алюмінію з вмістом алюмінію не менше 99,9 %, та скрап заліза з вмістом домішок не більше 0,15 %. Вихідні компоненти плавилась в індукційній печі за 1300  $^\circ\text{C}$ , з ізотермічною витримкою 30 хв з метою гомогенізації розплаву. Підготований розплав через металоприймач подається в камеру розпилення, де за рахунок ударної дії лопатей (полет) відбувається руйнування струменю розплаву на окремі краплини розплаву з яких формуються частинки порошку. Швидкість обертання лопатей повинна забезпечувати необхідну початкову швидкість краплинам. В зону розпилення подається струмінь води для охолодження лопатей та продуктів диспергування. За рахунок наявності води утворюється парогазова суміш в середовищі якої охолоджуються продукти диспергування. Початкова швидкість частинок в першому наближенні прийнято за лінійну швидкість обертання лопатей.

Дослідження впливу параметрів розпилювання, теплофізичних характеристик розплаву на швидкість охолодження продуктів диспергування і відповідно на формування структури порошків здійснювали відповідно до теоретичних уявлень щодо отримання порошків розпиленням [11]. Вихідні тепло-фізичні параметри для сплаву Al-15Fe та середовища розпилення наведено в таблицях 1 - 2.

Швидкістю охолодження продуктів диспергування розплаву відповідно до роботи [13] розраховували за формулою:

$$V_{\text{ох}} = \frac{dT}{dt} = \frac{6}{\gamma_p c_p d} \alpha_k (t_{\text{п}} - t_c),$$

де  $\gamma_p$  – густина розплаву;  $c_p$  – теплоємність розплаву;  $d$  – приведений діаметр каплі розплаву;  $\alpha_k$  – коефіцієнт тепловіддачі конвекцією;  $t_p$  – початкова температура розплаву;  $t_c$  – температура середовища.

Табл. 1

## Фізичні властивості розплавів Al, Fe, Al-15Fe

Матеріал	Густина розплаву, кг/м <sup>3</sup>	Теплоємність розплаву, Дж/(кг×К)	Динамічна в'язкість розплаву, мПа×с	Поверхневий натяг, Н/м	Теплота кристалізації, Дж/кг
Al	2400	1176,7	1,3	0,75	390000
Fe	6800	640	0,3	1,65	247000
Al-15 мас. % Fe (адит.)	2650	1045,22	0,8	0,81	358837

Таблиця 2

## Характеристика середовища розпилення

Густина води, кг/м <sup>3</sup>	Теплота пароутворення ккал/кг	Теплоємність, Дж/(кг×К)	Теплопровідність	Кінетична в'язкість, м <sup>2</sup> /с	Поверхневий натяг, Н/м
993	530	4200	0,531	$8,9 \times 10^{-4}$	$7 \times 10^{-4}$

Коефіцієнт тепловіддачі конвекцією у випадку охолодження продуктів диспергування в присутності паро-газової суміші описується формулою Кутателадзе [14]:

$$\alpha_{\text{кон}} = \xi P^{0,4} q_n^{0,7},$$

де  $\xi$  – коефіцієнт характеру кипіння води (приймають 2,6);  $P$  – тиск газового середовища, атм;  $q_n$  – теплове навантаження.

Прямого вимірювання тиску який створює енергоносії в роботі не визначалось через високу складність даних вимірювань, запропоновано використовувати формулу переходу від швидкості до тиску газу відповідно до формули [15]:

$$P = 0,5 \times \rho V^2$$

де  $\rho$  – густина газу парогазової суміші (993, кг/м<sup>3</sup>);  $V$  – швидкість газу (у нашому випадку відносна швидкість – лінійна швидкість Полети), м/с.

Теплове навантаження яке виникає у випадку охолодження частинок порошоків в парогазовій суміші [14]:

$$q_n = 10^3 K \beta_v \sqrt{\sigma_v \gamma_n^2 (\gamma_v - \gamma_n)}$$

де  $K$  – коефіцієнт для випадку пари = 0,16;  $\beta_v$  – теплота пароутворення;  $\sigma_v$  – поверхневий натяг води;  $\gamma_n$  – густина пару;  $\gamma_m$  – густина розплаву.

Результати теоретичного аналізу наведено на рисунку 1 – 2.

Відповідно до отриманих даних швидкість охолодження збільшується зі збільшенням швидкості частинок та зменшенням середнього розміру крапель. Дані залежності узгоджуються з відомими моделями та теоріями тепло-масообміну та критеріальними рівняннями процесів диспергування розплаву газами і рідинами [10–12]. Також відмічається ріст швидкості охолодження зі збільшенням початкової температури розплаву. Відповідно отримання дисперсних фаз інтерметалідів можливе за високих швидкостей охолодження, які досягаються для порошоків розміром менше 50 мкм, швидкості енергоносія більше 200 м/с та температури розплаву на рівні 1300 °С. Для експериментальної перевірки висновків зроблених унаслідок теоретичних розрахунків в роботі були отримані порошки за викладеною вище методикою за умов, які б забезпечували швидкість охолодження продуктів диспергування розплаву більшу за  $1 \times 10^5$  °С/с. Температура вихідного розплаву складала 2250 °С, швидкість обертання лопатей 2800 об/хв., діаметр струменя розплаву складав 8 мм, що забезпечувало його диспергування на краплини з середнім розміром біля 150 мкм.

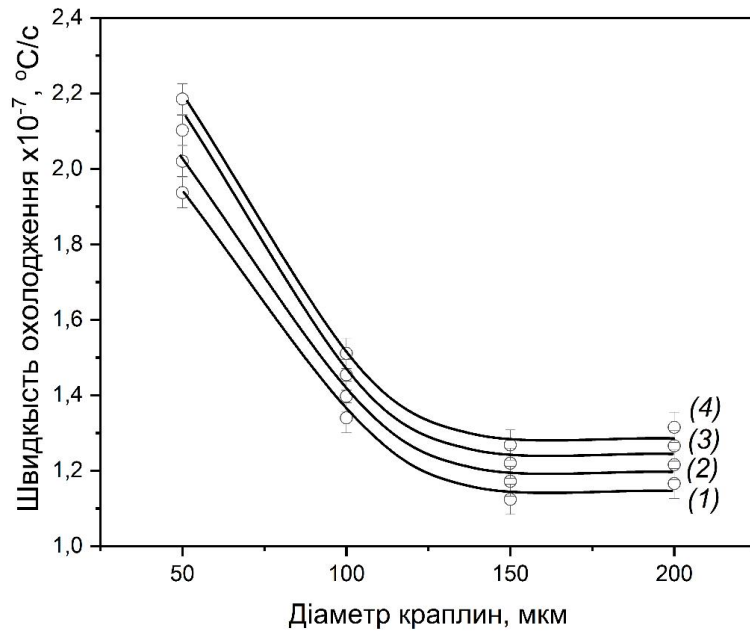


Рис. 1. Зміна швидкості охолодження крапель в залежності від їх розміру за температури розплаву :1 – 1200 °С; 2– 1250 °С; 3 – 1300 °С; 4 – 1350 °С

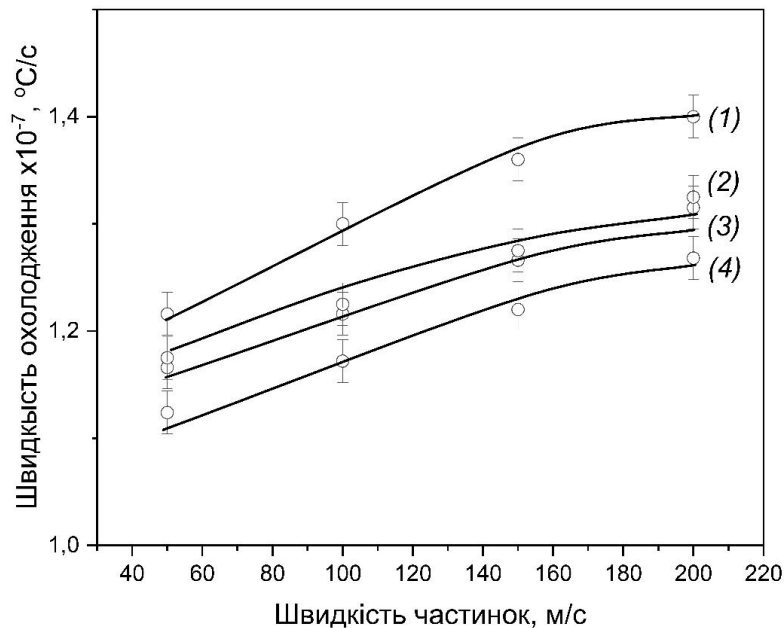
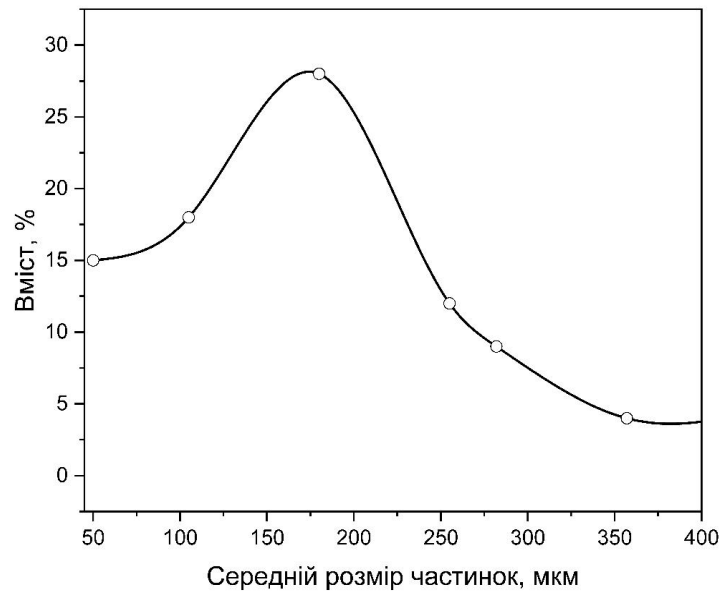


Рис. 2. Залежність швидкості охолодження від швидкості та розміру крапель: 1 – 50 мкм; – 100 мкм; 3 – 150 мкм; 4 – 200 мкм

Проводилось дослідження властивостей отриманих порошків. Вивчався їх гранулометричний склад, топографія, структура та фазовий склад, мікротвердість. Результати вивчення гранулометричного складу отриманого порошку наведено на рисунку 3. Середній розмір частинок порошків складає близько 150 мкм, що повністю відповідає вимогам щодо технологічних параметрів порошків для виготовлення деталей триботехнічного та конструкційного призначення.



**Рис. 3. Гранулометричний склад порошку Al-15Fe отриманого механічним диспергуванням розплаву**

Мікроструктура порошку (рис. 4) гетерофазна та складається зі світлої фази інтерметалідів  $Al_{13}Fe_4$  та  $Al_6Fe$ , та матричної фази на основі твердого розчину  $\alpha-Al$ , що корелює з даними локального хімічного аналізу (рис. 4 з, табл. 3). В залежності від розміру частинок, відповідно до запропонованої модельної гіпотези в умовах реального експерименту зберігається кореляція між розміром частинок та розміром структурних складових. Зі зменшення розміру частинок розмір інтерметалідної фази зменшується від 10-15 мкм для частинок порошків з розміром більше 250 мкм до 1-3 мкм для частинок порошків розміром менше 100 мкм. Останнє узгоджується з уявленнями про вплив швидкості охолодження на формування структури матеріалів. Як показали наші розрахунки зі зменшенням розміру частинок швидкість їх охолодження збільшується (рис. 1) і, як наслідок, відбувається формування більш дрібнозернистої структури.

Швидкість охолодження також впливає на фазовий склад матеріалу порошків за рахунок зміни механізмів, які лежать в основі процесу їх кристалізації фаз з розплаву. За швидкостей охолодження які перевищують  $10^5$  °C/c відбувається зміщення концентраційного поля на діаграмі стану, та утворюються проміжних метастабільних фаз інтерметалідів. Даний ефект виникає за рахунок підвищення розчинності атомів заліза в матриці алюмінію від 0,068 мас. % до 1 мас. % під час швидкого охолодження [6]. На фронті кристалізації інтерметалідних зерен виникає дефіцит атомів заліза, що відповідно призводить до утворення проміжних метастабільних сполук. Наявність в структурі метастабільного інтерметаліду  $Al_6Fe$  з точки зору механічних властивостей є бажаним та необхідним, оскільки за рахунок низької крихкості можливо отримати вищі показники зміцнення на відміну від матеріалу, який вміщує переважно фазу  $Al_{13}Fe_4$  ( $Al_3Fe_4$ ) [10].

У нашому випадку (рис. 5) спостерігається утворення як стабільної так і метастабільної фази, що узгоджується з мікроструктурними дослідженнями. Отримані модельні розрахунки швидкості охолодження, вказують на закономірне формування фази  $Al_6Fe$  в об'ємі порошків.

В роботі також була досліджена інтегральна мікротвердість отриманих порошків залежно від їх розміру. Як видно з таблиці 4 зі зменшенням розміру частинок їх мікротвердість збільшується. Останнє може бути зумовлене зменшенням у цьому випадку розміру частинок інтерметалевої фази в структурі порошку і, тим самим, більшим проявом ефекту дисперсного зміцнення матеріалу.

**Висновки.** Проведені модельні дослідження показали, що отримання дрібнодисперсної фази інтерметалідів в структурі матеріалу порошку отриманого диспергуванням розплаву можливе під час швидкості охолодження продуктів диспергування більше  $10^7$  °C/c. Останнє можливе за початкової швидкості частинок розплаву більше 200 м/с та початковій температурі розплаву на рівні 1300 °C.

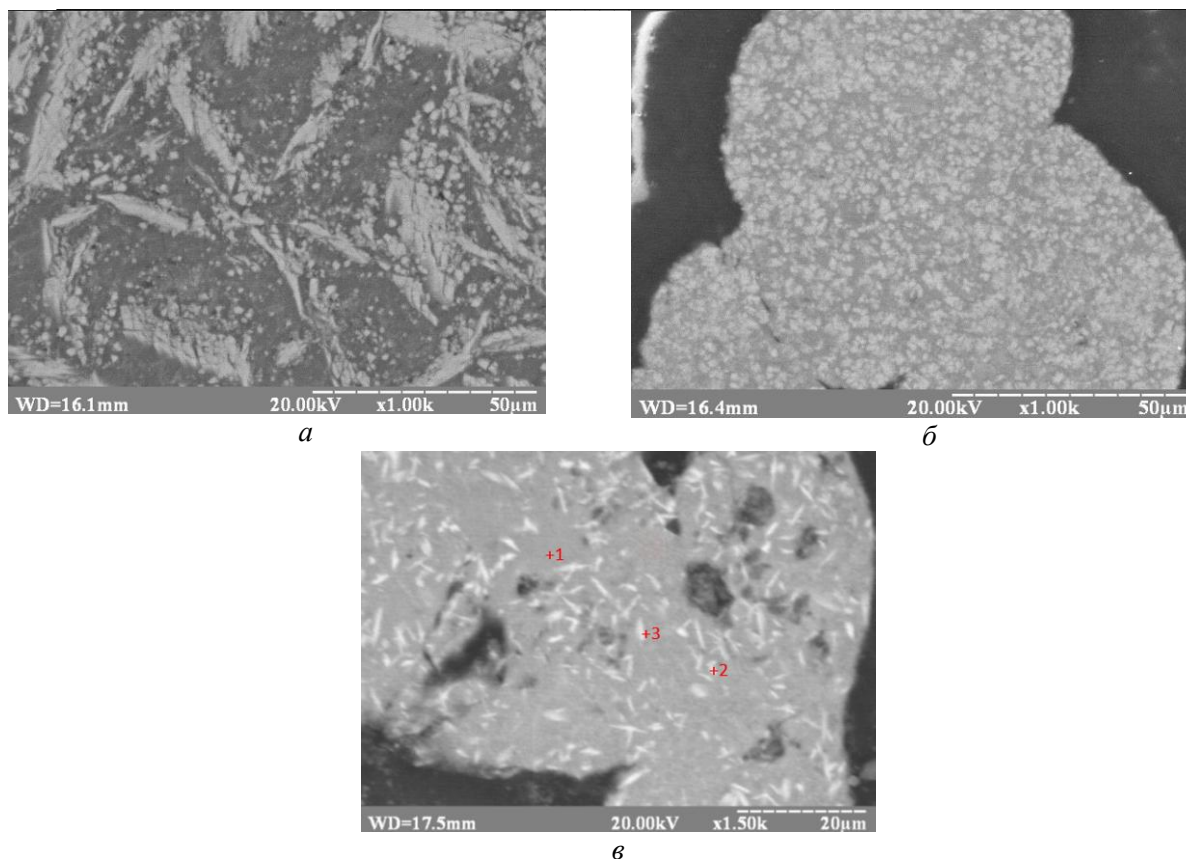


Рис. 4. Мікроструктура порошків сплаву Al-15Fe для різного розміру частинок: (а) 250 мкм; (б) 100 мкм та локальний хімічний аналіз порошку (в)

Таблиця 3

Локальний хімічний аналіз порошків Al-15Fe

Точка	Хімічний склад, мас. %		
	Al	Fe	O
1	97,8	1	1,2
2	74,59	25,21	0,2
3	65,01	34	0,99

Таблиця 4

Результати вимірювання мікротвердості за навантаження  $P=0,098$  Н

Розмір частинок, мкм	189	168	147	139
Мікротвердість, МПа	667	686	774	902

За рахунок зміни технологічних параметрів отримання можливо змінювати фазовий склад та мікроструктуру сплавів, що створює потенційних інженерний інтерес щодо створення матеріалів багатofункціонального призначення.

Встановлено, що під час механічного диспергування розплаву Al-15 мас. % Fe утворюється дрібнодисперсна структура з вмістом дисперсних фаз інтерметалідів  $Al_{13}Fe_4$  та  $Al_6Fe$ . За рахунок високої швидкості охолодження має місце утворення в структурі порошків метастабільної фази  $Al_6Fe$ , яка є додатковим дисперсно зміцнюючим компонентом сплаву.

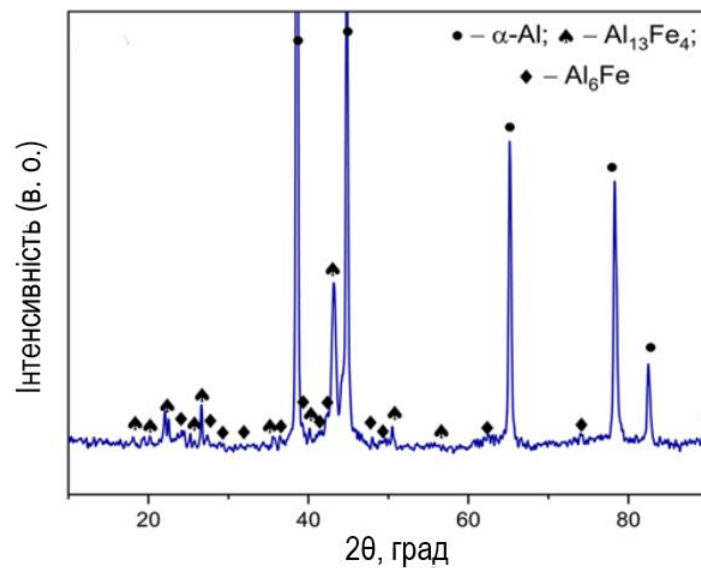


Рис. 5. Дифрактограма порошку сплаву Al-15Fe отриманого механічним диспергуванням розплаву

Розміри інтерметалевих фаз залежить від розміру частинок, та зменшуються зі зменшенням їх розміру від 7-9 мкм до 1-3 мкм. У подальшому доцільним є проведення досліджень по компактуванню отриманих порошків з метою визначення умов, які забезпечують спадковість структури порошків в отриманих виробках.

#### Література

1. Степанчук А.Н. Технология порошковой металлургии / А.Н. Степанчук, И.И. Билык, П.А. Бойко // К. : "Вища школа", 1989. – 415 с.
2. Roik, T., Gavrish, O., Oliynik, V., & Vitsiuk, I. (2018). Analysis of the properties of antifriction composites based on aluminum alloy's grinding waste. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 4(12 (94)), 16–22. <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2018.140984>
3. Вплив температури спікання на формування структури та властивостей порошкового алюмініду заліза Fe<sub>3</sub>Al / О. І.Толочин, О. О.Толочина, Г. А. Баглюк [та ін.] // Порошкова металургія. – 2020. – Вип. 03/04. – с. 42-54.
4. Whang S. H. High Temperature Aluminides and Intermetallics / S. H. Whang, D. P. Pope, C. T. Liu // Proceedings of the Second International ASM Conference on High Temperature Aluminides and Intermetallics, September 16-19, 1991, San Diego, CA, USA. – 746 p.
5. Хэтч Дж. Е. Алюминий: свойства и физическое металловедение / Е. Дж. Хэтч. – М. : Металлургия, 1989. - 425 с.
6. Nayak, S. K., Murty, B., & Pabi, S. K. (2008). Structure of nanocomposites of Al-Fe alloys prepared by mechanical alloying and rapid solidification processing. *Bulletin of Materials Science*, 31(3), 449–454. <https://doi.org/10.1007/s12034-008-0070-9>
7. Teslia, S., & Stepanchuk, A. (2022). Microstructural evolution of Al–15Fe alloy produced by mechanical milling and centrifugal atomization. *Intermetallics*, 149, 107671. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2022.107671>
8. Henein, H., Buchoud, V., Schmidt, R.-R., Watt, C., Malakov, D., Gandin, C.-A., ... Uhlenwinkel, V. (2010). Droplet Solidification of Impulse Atomized Al-0.61Fe and Al-1.9Fe. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 49(3), 275–292. doi:10.1179/cmqr.2010.49.3.275

9. Effect of minor lanthanum on the microstructures, tensile and electrical properties of Al Fe alloys / Jiang, Hongxiang, Li, Shixin, Zheng, Qiuju [et. al] // Materials & design. – 2020. – Vol. 195. – 108991 p.
10. Ничипоренко О. С. Распыленные металлические порошки /О. С. Ничипоренко, Ю. И. Найда, А. Б. Медведовский. – Киев: Наук.думка, 980. –238 с.
11. Степанчук А.М. Теоретичні та технологічні основи отримання порошків металів, сплавів та тугоплавких сполук: Підручник /А.М. Степанчук. – Київ: НТУУ"КПІ", 2006. – С. 226–316
12. Найда Ю. И. Изучение условий охлаждения распыленных металлических порошков и расчет габаритов распылительной камеры.//Найда Ю.И., Медведовский А.Б., Дилюк Л.М., Митров Э.Г. – Порошковая металлургия, 1974, № 7, с. 6-10
13. Forming mechanism of equilibrium and non-equilibrium metallurgical phases in dissimilar aluminum/steel (Al-Fe) joints / Shun- Li Shang, Hui Sun , Bo Pan [et.al] // Scientifics reports. – 2021. – Vol. 11. – 15 p.
14. Кутателадзе С. С. Теплопередача при конденсации и кипении. – М. : Госэнергоиздат., 1960. – 287 с.
15. Bairstow L. The Measurement of Fluid Velocity and Pressure / L.Bairstow // Nature. – 1925. – Vol. 15. – 152 p.

**Рецензент:** Мініцький Анатолій В'ячеславович, д. т. н., проф., КПІ ім. Ігоря Сікорського, НН ІМЗ ім. Є. О. Патона, каф. ВТМ та ПМ