

4. Filimonov V.D.; Trusova M.E.; Postnikov P.S.; Krasnokutskaya E. A. Unusually Stable, Versatile, and Pure Arenediazonium Tosylates: Their Preparation, Structures, and Synthetic Applicability // Organic Letters. – 2008. – V. 18. – P. 3961–3964.

ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ ТОНКОДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ДИСПЕРГИРОВАНИИ ТВЕРДОГО СПЛАВА ВК6 ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНЫМ МЕТОДОМ

С.П. Журавков¹, к.х.н., с.н.с.

Г.Л. Лобанова¹, к.х.н., вед. проф. консультант

Ф.Е. Сапрыкин¹, инженер

А.И. Поболь², н.с.

Г.Г. Горанский², к.т.н.

¹*Томский политехнический университет, 634050, г.Томск, пр.Ленина 2а,*

²*Физико-технический институт НАН Беларуси*

тел.(3822)-606-266

E-mail: saprikin_filipp@mail.ru

Вольфрамсодержащие отходы инструментальных производств представляют высокую практическую ценность. Проблема переработки этих отходов решается двумя концептуальными подходами: проведением технологических операций с целью получения условно чистого вольфрама (к примеру, для использования в качестве легирующего материала) и переработкой с последующей модификацией для повторного использования твердосплавного материала по его прямому назначению (инструмент и упрочняющие покрытия). Выбор технологической схемы переработки вольфрамсодержащих отходов твердых сплавов определяется степенью комплексного использования входящих в них ценных компонентов, требованиями экологии и рыночным спросом на ту или иную конечную вольфрамовую продукцию [1]. В свою очередь, методы переработки по применяемым источникам энергии условно можно разделить на химико-металлургические, электро-химические, механические и электроимпульсные [2].

Эффективными вариантами получения нанодисперсных металлических порошков являются электроимпульсные способы: электрический взрыв проводника в газовой атмосфере и электроискровое диспергирование металлических гранул в воде или другой жидкости. Оба указанных метода являются энергоэффективными и энергосберегающими. Однако только электроискровое диспергирование позволяет перерабатывать металлические отходы в тонкодисперсные порошки при напряжениях до 1000 вольт и в жидкой среде, что существенно упрощает технологический процесс.

Цель работы – изучение физико-химических процессов, протекающих при электроискровом диспергировании дроблёной стружки из сплава ВК-6 в воде, получение исходных данных для разработки электроискровой технологии производства тонкодисперсных порошков с заданными свойствами.

Методика эксперимента. Для получения тонкодисперсных порошков твердого сплава ВК6 использована установка по электроимпульсному диспергированию

металлов. Продолжительность одной стадии диспергирования 10 мин. После завершения каждой стадии диспергирования выключали установку. Слой образовавшейся суспензии над дисперсной металлической загрузкой декантировали, твёрдые продукты разделяли на фракции седиментацией или отстаивали для сгущения. Затем в реактор заливали следующую порцию рабочей жидкости для проведения процесса диспергирования. Включали установку и повторяли процесс диспергирования.

Влажные осадки сушили в вакуумном сушильном шкафу ШСВ вначале при температуре не более 40 °С, а затем до постоянного веса при 100 °С. Полученные порошки исследовали путём измерения величины удельной поверхности, распределения частиц по размерам, изучения фазового состава и морфологии.

Величину удельной поверхности полученных из ВК6 порошков определяли по тепловой десорбции азота с помощью анализатора удельной поверхности и пористости «Сорбтометр М» (ЗАО «Катакон»).

Распределение частиц по размерам определяли с помощью дисковой центрифуги CPS Disk Centrifuge DC24000 (CPS Instruments, США) в этиловом спирте.

Исследование фазового состава и структурных параметров образца проводили на дифрактометре Наноцентра ТПУ Shimadzu XRD-7000 на CuK α -излучении. Анализ фазового состава проведён с использованием баз данных PCPDFWIN.

Анализ размеров ОКР и внутренних упругих напряжений ($\Delta d/d$) проведён с использованием программы полнопрофильного анализа – программа POWDERCELL 2.4.

Исследование морфологии тонкодисперсных порошков сплава ВК6 проводили методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с помощью растрового электронного микроскопа марки LEO1455VP фирмы «Carl Zeiss» и сканирующем электронном микроскопе JEOL 6000.

Результаты экспериментов и их обсуждение. Под действием импульсов электрической энергии между частицами стружки (рис. 1 а), находящимися в межэлектродном промежутке, возникает множество микроразрядов, вызывающих эрозию гранул. В виду малых зазоров между контактирующими с каналом разряда частицами основная энергия расходуется на нагрев металла в зонах анодного и катодного пятен на поверхности этих частиц, вызывая локальный нагрев металла до температур плавления и кипения. В результате происходит плавление, испарение и разбрызгивание (диспергирование) расплавленного металла. На поверхности подвергнувшейся эрозии частицы металла образуются лунка.

Фракционный состав дробленой стружки представлен в таблице 1, а морфология исходного материала на рисунке 1 а.

Таблица 1. Распределение исходного материала по крупности.

Фракционный состав, мм	Содержание, мас. %
+1	54
-1+0,5	26,4
-0,5	19,1

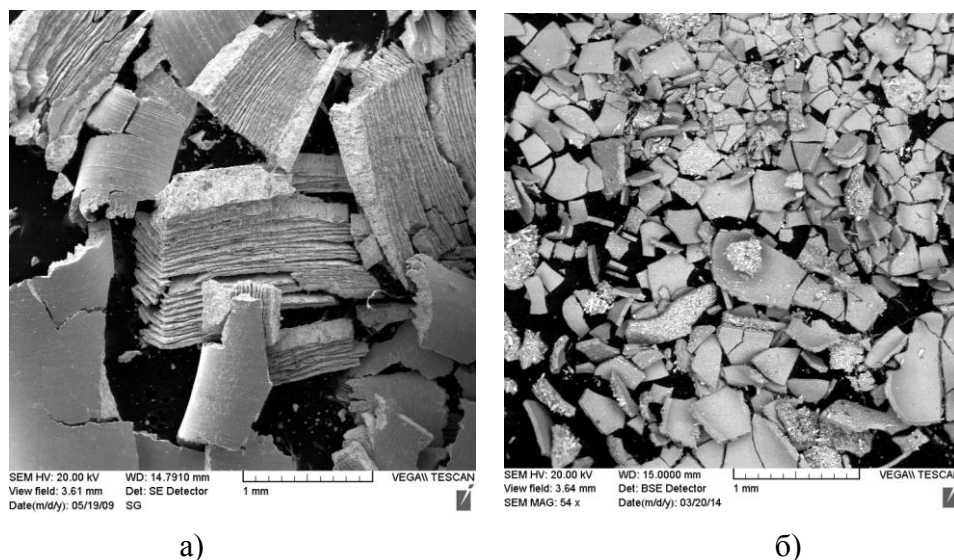


Рис.1. РЭМ-изображение: а) морфология исходного материала – стружки; б) морфология продукта ЭИД стружки после высушивания

Первые эксперименты по ЭИД стружки из ВК6 показали, что продукты переработки после высушивания, вероятно из-за наличия тонкодисперсных частиц, обладающих большой свободной энергией, обусловленной высокой площадью удельной поверхности, образуют конгломераты (рис. 1 б), разрушаемые при истирании. Это обстоятельство в дальнейшем нами было учтено в технологическом процессе переработки. Водные суспензии продуктов переработки сгущали, затем заливали этиловым спиртом и хранили в виде пасты. В таком состоянии продукты электроэрозионного дробления способны сохранять свою дисперсность до момента проведения последующей технологической операции.

На рисунке 2 а приведены микрофотография образца порошка, полученного из сплава ВК6, снятая на растровом электронном микроскопе, а на рисунке 2 б – микрофотография снятая на сканирующем электронном микроскопе.

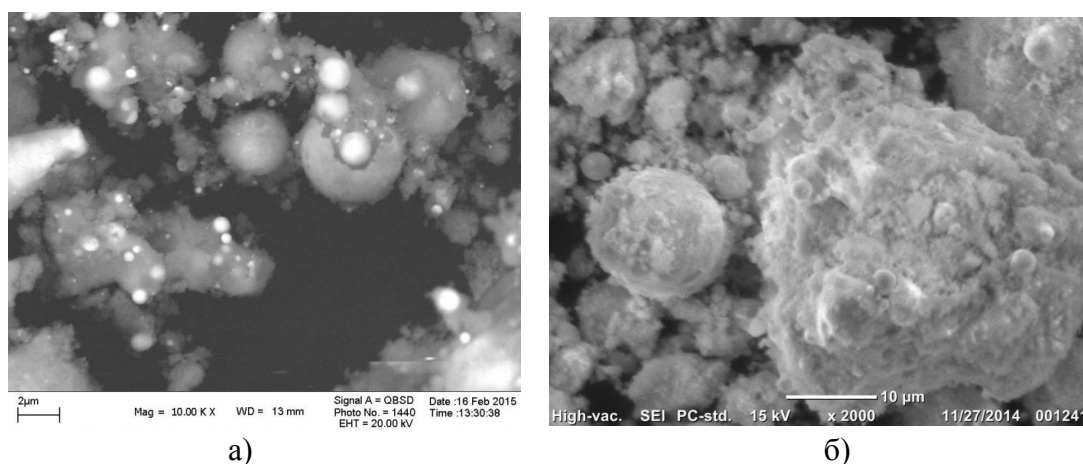


Рис. 2. Порошок, полученный из сплава ВК6: а) РЭМ-изображение; б) СЭМ-изображение

Согласно изображениям, представленным на рисунке 2 форма частиц преимущественно сферическая, присутствуют как крупные (до 20 мкм) частицы, образующиеся в результате плавления и разбрызгивания металла, так и мелкие (50-100 нм), происхождение которых, вероятно, связано с испарением металла в области микроразрядов и последующей конденсацией паров. Вокруг сферических частиц видны бесформенные объемные волокнистые образования, которые, вероятнее всего, состоят из продуктов взаимодействия металлов как друг с другом, так и с водой. Данные микроскопии (рис. 2) вполне согласуются с экспериментальными данными по исследованию распределения частиц по размерам в этанольных суспензиях, состоящих из тонкодисперсных порошков ВК6, полученными с помощью дисковой центрифуги.

На рисунке 3 а приведены кривые распределения частиц по размерам, а на рисунке 3 б – зависимость массовой доли частиц от их диаметра. Размер частиц порошка находится преимущественно в диапазоне от 50 до 200 нм, максимальное количество частиц, входящих в состав исследуемой суспензии, имеют диаметр около 70 нм.

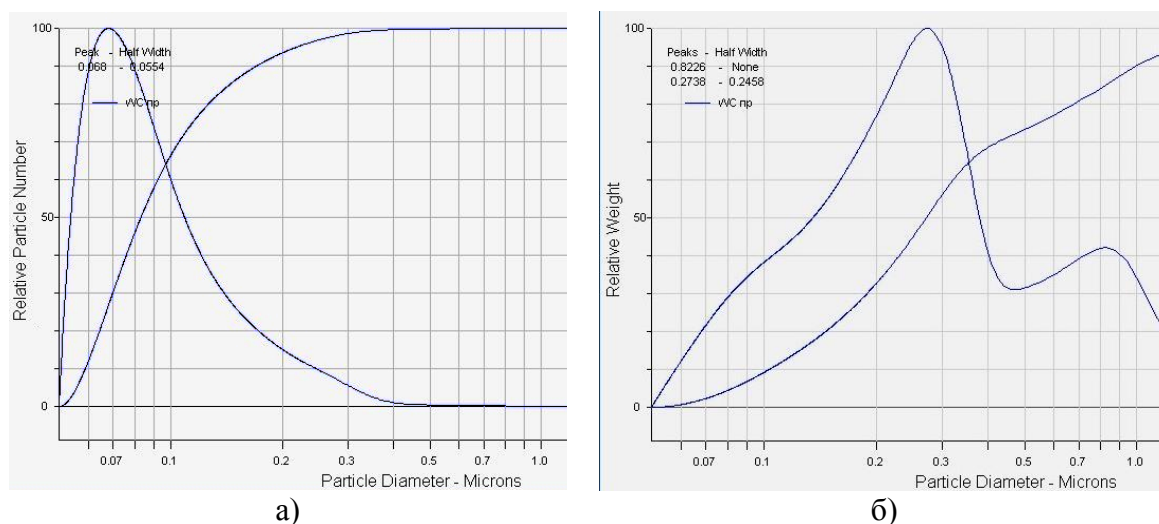


Рис. 3. а) кривые распределения частиц по размерам; б) зависимость массовой доли частиц от их диаметра

Кривая распределения частиц по массам (рис. 3 б) имеет два явно выраженных максимума – первый для частиц (или агломератов) диаметром в интервале 270-280 нм, а второй для частиц (или агломератов) диаметром в интервале 820-830 нм.

В таблице 2 приведены данные по величине удельной поверхности продуктов электроэрозионного измельчения стружки ВК6. Для сравнения приведено значение величины удельной поверхности фракции менее 63 мкм, отсеянной из исходной пробы дробленой стружки сплава ВК6 М (механическое измельчение).

Таким образом, величина удельной поверхности порошков сплава ВК 6, приготовленных электроискровым методом более, чем в сто раз превышает эту величину для фракции 63 мкм, полученной механическим измельчением.

Согласно данным рентгенофазового анализа, продукты диспергирования состоят как минимум из пяти компонентов $W_2C_{0,8}$, Co, WC, Co_3W_3C , W, что свидетельствует о неоднородном распределении элементов и их соединений в сплаве.

Таблица 2. Величина удельной поверхности порошков, полученных электроэрозионным измельчением стружки сплава ВК 6.

№ п/п	Образец	Условия измельчения	d, см ² /г
1	ВК 6 М	Фракция – 63 мкм из исходной пробы	0,13
2	ВК 6 ЭИД 1	400 имп/с. Лёгкая фракция седиментационного разделения порошка	36,99
3	ВК 6 ЭИД 2	400 имп/с. Тяжелая фракция седиментационного разделения порошка	10,8
4	ВК 6 ЭИД 3	600 имп/с. Валовая проба	12,9
5	ВК 6 ЭИД 4	800 имп/с. Валовая проба	13,8

Выводы

1. Установлено, что методом электроискрового диспергирования можно получать тонкодисперсные порошки твердых сплавов с преимущественным размером частиц в диапазоне от 50 до 200 нм.

2. Результаты рентгенофазового анализа продуктов диспергирования твердого сплава соответствуют составу исходного материала.

Список литературы:

1. Курчки Э.У. Современное состояние и перспективы развития электрохимической переработки вольфрамсодержащих отходов твердых сплавов // Ученые записки Крымского инженерно-педагогического университета. – 2006. – № 6. – С. 50–56.

2. Агеев Е.В. Исследование физико-технологических свойств порошков, полученных электроэрозионным диспергированием твердого сплава // Фундаментальные исследования. - 2011 - № 12. – Ч. 2 –С. 336–340.

СТРУКТУРА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ, ПОДВЕРГНУТОЙ КРУЧЕНИЮ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ

В.А. Москвина¹, студент гр. 4Б21

Е.Г. Астафурова², д.ф.-м.н., доцент

¹*Томский политехнический университет, 634050, г.Томск, пр.Ленина, 30,*

²*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634055, г.Томск,*

пр.Академический, 2/4

тел. (952)-895-98-84

E-mail: valya_moskvina@mail.ru

Улучшение комплекса физико-механических характеристик конструкционных сталей это одна из основных задач современного материаловедения, и её традиционно решают с использованием методов термомеханической обработки, легированием, дисперсионным твердением, созданием градиентных структур и покрытий и др. В последние десятилетия активно развивается подход, связанный с достижением в