

УДК 621.373.5: 621.3.011.72: 621.762

ВЛИЯНИЕ ДЛИТЕЛЬНОСТИ РАЗРЯДНЫХ ИМПУЛЬСОВ В СЛОЕ ГРАНУЛ ЖЕЛЕЗА НА РАЗМЕРЫ И СТРУКТУРНО- ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ ЕГО ЭЛЕКТРОЭРОЗИОННЫХ ЧАСТИЦ

С.Н. Захарченко

Кандидат технических наук, доцент*

Контактный тел.:(044) 454-24-94

E-mail: snzakhar@bk.ru

И.П. Кондратенко

Доктор технических наук, профессор*

А.Е. Перекосяк

Кандидат физико-математических наук, доцент**

В.П. Залуцкий**

В.В. Козырский

Доктор технических наук

Директор Учебно-научного Института энергетики и автоматизации***

К.Г. Лопатко

Кандидат технических наук, доцент***

*Отдел электромагнитных систем

Институт электродинамики Национальной академии наук Украины

пр. Победы, 56, г. Киев, Украина, 03680

**Отдел строения и свойств твердых растворов

Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова

Национальной академии наук Украины

бул. акад. Вернадского, 36, г. Киев, Украина, 03680

***Кафедра технологии конструкционных

материалов и материаловедения

Национальный университет природопользования и

биоресурсов Украины

ул. Героев обороны, 15, г. Киев, Украина, 03041

В статті наведено результати досліджень впливу тривалості розрядних імпульсів квазітрапецієподібної форми, а також умов зберігання водних дисперсій частинок заліза, які отримані об'ємним електроерозійним диспергуванням його гранул у воді на їх гранулометричні характеристики та структурно-фазовий стан

Ключові слова: розрядні імпульси, об'ємне електроерозійне диспергування, електроерозійні частинки, структурно-фазовий стан, дисперсність

В статье приведены результаты исследований влияния длительности разрядных импульсов квазітрапецидальной формы, а также условий хранения дисперсий частиц железа, получаемых объемным электроэрозионным диспергированием его гранул в воде, на их гранулометрические характеристики и структурно-фазовое состояние

Ключевые слова: разрядные импульсы, объемное электроэрозионное диспергирование, электроэрозионные частицы, структурно-фазовое состояние, дисперсность

1. Введение

Распределение по дисперсности, структурно-фазовое состояние и химический состав частиц металлов и сплавов, образующихся при электроэрозионном диспергировании слоев их гранул в жидкости, зависят от физических свойств исходных металлов, физико-

химических свойств окружающей их среды и параметров разрядных импульсов. Регулирование амплитуды, длительности, частоты, а также изменение формы импульсов напряжения на слое гранул и тока в нем, позволяют адаптировать процесс объемной электроэрозионной обработки гранулированных токопроводящих сред для технологий производства дисперсных

порошков многокомпонентных сплавов [1], обеззараживания и комплексной очистки водных потоков [2, 3], а также для получения устойчивых к седиментации ультрадисперсных гидрозолей биологически активных металлов [4].

Последняя из указанных областей применения метода активно развивается в настоящее время и представляет интерес не только с точки зрения актуальности использования новых экологически чистых препаратов в растениеводстве, животноводстве, ветеринарии и медицине [5], но также из-за необходимости решения сложных научно-технических задач на стыке электротехники, физики, коллоидной химии и биологии. В настоящей работе уделим внимание одному из аспектов дальнейшего развития теории разрядно-импульсных систем получения ультрадисперсных золь металлов – установлению корреляции между длительностью разрядных импульсов и дисперсностью, а также структурно-фазовым состоянием и химическим составом на примере электроэрозионных частиц железа, полученных в воде.

2. Методика исследований, используемые материалы и оборудование

При исследовании с применением оптической микроскопии влияния амплитуды напряжения и длительности разрядных импульсов тиристорных генераторов с емкостным накопителем электрической энергии, зарядным и разрядным коммутаторами [6] на размеры электроэрозионных частиц Fe и Ti-Zr-Ni, получаемых в этаноле, было замечено, что они имеют тенденцию к уменьшению с сокращением длительности импульсов и, в некоторых случаях, с ростом амплитуды их напряжения. В данных генераторах основным способом регулирования длительности разрядных импульсов является изменение емкости рабочего конденсатора. Однако, при таком регулировании меняется и добротность выходной цепи генератора, что влечет за собой изменение формы импульсов тока, а при вариациях емкости в значительных пределах – также и характера переходного процесса. Данная особенность не позволяет провести чистый опыт с использованием таких генераторов, выделив лишь длительность разрядного импульса в качестве варьируемого параметра при постоянстве остальных. Кроме того, на практике уменьшение емкости рабочего конденсатора до 3 мкФ в условиях проведения опытов на оборудовании, описанном в [6], вызывало прекращение искрений в слое гранул. Минимальная длительность импульсов такого генератора, при которой еще наблюдались искрения, составляла 7 мкс. При исследовании режимов получения субмикронных электроэрозионных частиц представляет интерес сокращение длительности импульсов до субмикросекундного диапазона.

Применение шунтирующей нагрузку резистивно-тиристорной либо индуктивно-тиристорной цепочки [7], включаемой с некоторым запаздыванием относительно момента коммутации разрядной цепи, позволяет ограничить длительность импульсов, которая в данном случае определяется временем включения тиристора и постоянной времени переходного процесса шунтирующей цепочки. Время включения современ-

ных силовых быстродействующих тиристоров составляет от 3,2 мкс [8]. Заметим, что, если сумма времен регулируемой задержки включения и непосредственно включения шунтирующей цепочки меньше длительности фронта нарастания тока нагрузки, то амплитуда последнего уменьшается по сравнению со случаем, когда такая цепочка отсутствует.

С целью исключения описанных выше особенностей, в данной работе мы использовали макет известного генератора на базе последовательного широтно-импульсного преобразователя с понижением напряжения [9], упрощенная схема силовой части которого представлена на рис. 1. Принцип его работы заключается в периодической коммутации емкостного накопителя (C на рис. 1) на разрядную камеру (РК) посредством быстродействующего полностью управляемого биполярного транзистора с изолированным затвором (VT) через токоограничивающий дроссель L .

Посредством подбора значений индуктивности $L = 4, 6$ или 8 мкГн для различных длительностей разрядных импульсов $\tau_p = 0,5, 1$ и 5 мкс мы добивались, чтобы постоянная времени переходного процесса нарастания тока в нагрузке при замыкании транзистора VT была меньше длительности его открытого состояния, а значение тока в конце импульса не превышало 48 А, что существенно меньше значения предельно допустимого импульсного тока коллектора VT . При этом постоянная времени разряда конденсатора $C=220 \text{ мкФ}$ превышала длительность открытого состояния транзистора в сотни раз. В таких условиях формы напряжения на нагрузке и тока в ней были близки к трапецидальным, а зависимость энергии импульса E_p от его длительности – близка к линейной. При запираании транзистора VT ток дросселя L , обусловленный запасенной в нем энергией на интервале открытого состояния VT , замыкался через диод $VD5$.

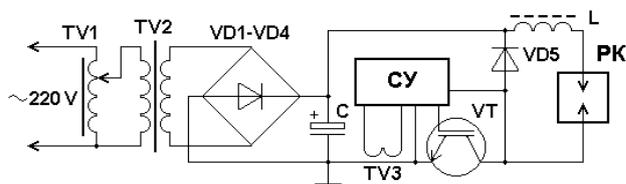


Рис. 1. Схема силовой части широтно-импульсного преобразователя

Конденсатор C заряжался от сети через однофазный мостовой выпрямитель $VD1-VD4$, согласующий трансформатор $TV2$ и регулирующий автотрансформатор $TV1$ до напряжения $U_C = 20 - 300 \text{ В}$. Система управления (CU) обеспечивала подачу на затвор VT управляющих импульсов заданной длительности и частоты $f=1 \text{ кГц}$. Если ток эмиттера, контролируемый с помощью высокочастотного трансформатора тока $TV3$, превышал установленное пороговое значение 48 А, система управления запирала транзистор VT . Изменения во времени напряжения на нагрузке и тока в ней контролировались цифровым осциллографом Tektronix TDS 1012. При этом записывались средние по серии импульсов значения их амплитуд U_m и I_m соответственно.

Энергия одного импульса с учетом формы напряжения и тока, близкой к прямоугольной вычислялась:

$$E_p = \int_0^{\tau_p} u(t) \cdot i(t) dt \approx U_m \cdot I_m \cdot \tau_p, \quad (1)$$

где: $u(t)$ и $i(t)$ – зависимости от времени мгновенных значений напряжения на нагрузке и тока в ней соответственно.

С учетом принятых допущений из (1) следует, что средняя за время протекания тока в нагрузке мощность импульса приближенно может быть определена:

$$P_p = E_p / \tau_p \approx U_m \cdot I_m. \quad (2)$$

В дальнейшем при определении энергии и средней мощности импульсов квазипрямоугольной формы мы применяли упрощенные формулы (1) и (2) соответственно.

В экспериментах использовались гранулы низколегированной стали квазисферической формы диаметром $d \leq 2$ мм. С целью предварительной очистки поверхности гранул от окислов, перед проведением экспериментов их погружали в 5% раствор КОН на 30 минут, после чего тщательно промывали дистиллированной водой. Длина слоя гранул в разрядной камере из оргстекла между стальными вертикальными электродами составляла $l=56$ мм, ширина $b=60$ мм, а высота $h=12$ мм. В качестве рабочей жидкости использовалась дистиллированная вода в режиме без протока. Полученные таким образом электроэрозионные частицы железа высушивались и изучались.

Нами были получены три партии взвесей электроэрозионных частиц железа в дистилляте при длительностях разрядных импульсов 0,5 мкс – образец №1 в табл. 1, 1 мкс – образец №2 и 5 мкс – образец №3, исследования параметров которых начались спустя 5 суток с момента их получения. Все это время частицы находились в воде. Часть полученных взвесей (образцы №4 и №5) были подвергнуты повторным анализам спустя еще 30 суток, т.е. 35 суток с момента получения. Параметры разрядных импульсов и время пребывания электроэрозионных частиц железа исследуемых образцов представлены в табл. 1. Отметим, что седиментация полученной таким образом дисперсной фазы происходила в течение часа с момента получения взвесей.

Таблица 1

Параметры разрядных импульсов при получении и условия хранения электроэрозионных частиц железа исследуемых образцов

№ образца	Время пребывания частиц в воде, суток	Параметры импульсов				
		τ_p , мкс	U_m , В	I_m , А	P_p , кВт	E_p , мДж
1	5	0,5	280	37	10,4	5,2
2	5	1	270	43	11,6	11,6
3	5	5	265	45	11,9	59,6
4	35	1	270	43	11,6	11,6
5	35	5	265	45	11,9	59,6

Гранулометрические и рентгеноспектральные исследования частиц проводились на сканирующем

электронном микроскопе CamScan-4 при напряжении 100 кВ с рентгеновской приставкой для энергодисперсионного микроанализа INCA-200. Структурно-фазовое состояние и химический состав электроэрозионных частиц исследовались с помощью рентгеноструктурного анализа на дифрактометре ДРОН-3.0 с использованием кобальтового излучения.

3. Результаты гранулометрического и рентгеноспектрального анализа

Микрофотографии высушенных электроэрозионных частиц железа и их агломератов образцов №1 – №3 табл. 1, полученных с помощью сканирующего электронного микроскопа CamScan-4 при увеличении в 5000 раз, представлены на рис. 2 – рис. 4 соответственно. Из рисунков видно, что полученные в описанных режимах электроэрозионные частицы полидисперсны. Самые крупные из них имеют размеры до 3 мкм. Наблюдается также ультрадисперсная фракция с размерами, не превышающими доли микрометра. На всех фотографиях видны агломераты, центрами которых являются более крупные частицы. Вероятно, из-за наличия таких центров агрегации полученные частицы быстро коагулируют и седиментируют. Сравнивая между собой фотографии рис. 2 – рис. 4, можно сказать, что по мере сокращения длительности импульсов от 5 до 0,5 мкс, наблюдается тенденция уменьшения размеров отдельных частиц, но не их агрегатов.

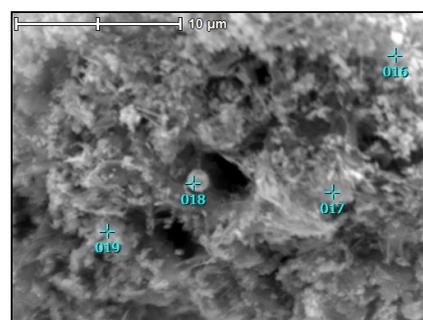


Рис. 2. Фотография под электронным микроскопом образца №1

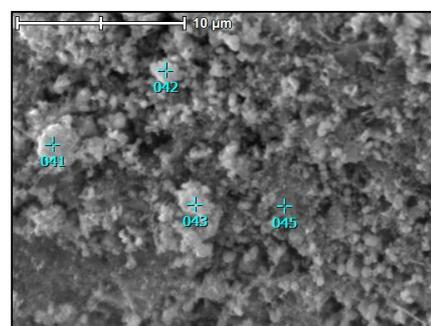


Рис. 3. Фотография под электронным микроскопом образца №2

Результаты рентгеноспектрального элементного анализа зон рис. 2 – рис. 4, полученные с помощью приставки INCA-200 к электронному микроскопу, приведены на рис. 5 – рис. 7 соответственно. Цифра в правом

верхнем углу спектральных характеристик вторичных электронов соответствует обозначению зон образцов на рис. 2 – рис. 4. По оси абсцисс отложена относительная энергия вторичных электронов, а по оси ординат – интенсивность их излучения. Характерные пики спектра излучения химических элементов обозначены их символами.

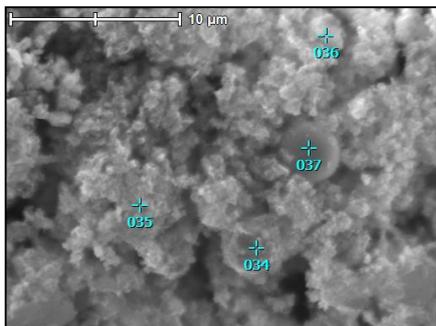


Рис. 4. Фотография под электронным микроскопом образца №3

Весовой процентный состав химических элементов соответствующих зон рис. 2 – рис. 4 по данным рентгеноспектрального анализа (рис. 5 – рис. 7) приведен в табл. 2.

Как видно из рис. 2 – рис. 4 и табл. 2, сокращение длительности импульсов в указанном диапазоне способствует не только уменьшению размеров электроэрозионных частиц, но и уменьшению доли железа в них при одновременном увеличении доли кислорода, т.е. такие частицы более склонны к окислению.

Таблица 2

Весовой процентный состав химических элементов в образцах

№ образца	№ зоны	Химические элементы, вес. %					
		C	O	Si	Ca	Cr	Fe
1	16	2,46	7,02	0,5	0,48	1,07	88,47
	17	1,93	4,69	0,46	0,3	1	91,62
	18	1,23	3,99	0,32	0,31	1,06	93,09
	19	0,98	2,46	0,26	0,58	1,56	94,16
2	41	1,74	4,29	0,46	0,29	1,37	91,84
	42	0,42	4,52	0,45	–	0,71	93,9
	43	1,67	3,54	0,33	0,27	0,85	93,34
	45	0,4	2,16	0,38	–	0,8	96,26
3	34	0,63	0,96	0,33	–	0,91	97,16
	35	2,02	6,38	0,78	0,62	0,66	89,53
	36	2,75	6,59	0,64	0,83	0,64	88,55
	37	0,21	1,34	–	–	0,78	97,67

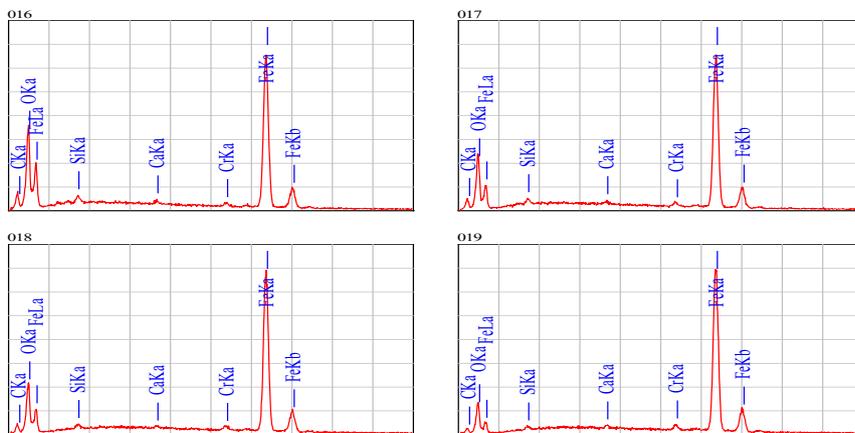


Рис. 5. Результаты рентгеноспектрального элементного анализа зон на рис. 2

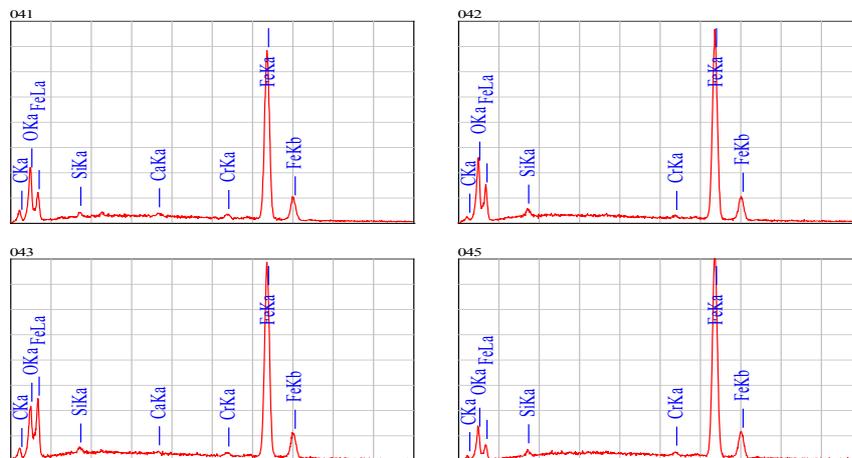


Рис. 6. Результаты рентгеноспектрального элементного анализа зон на рис. 3

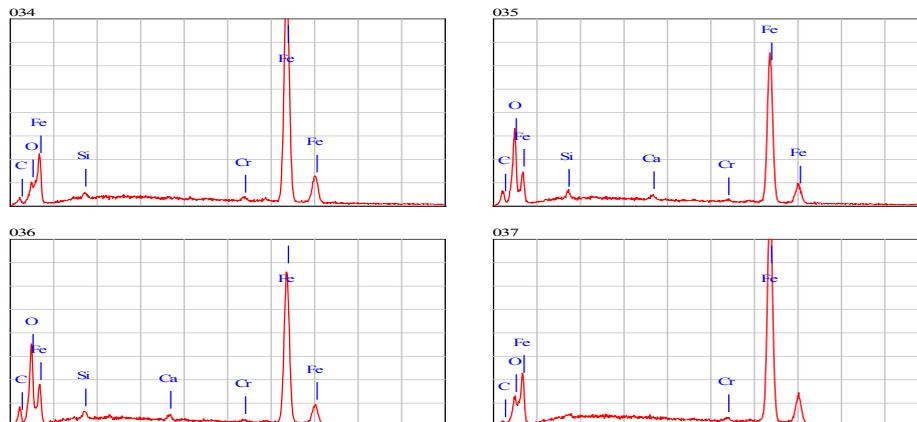


Рис. 7. Результаты рентгеноспектрального элементного анализа зон на рис. 4

4. Результаты рентгеноструктурного анализа

Дифрактограммы образцов 1 – 5 (см. табл. 1) представлены на рис. 8 – рис. 12 соответственно. Как следует из дифрактограмм, доля оксидов, которые в основном представлены соединением Fe_3O_4 , в более мелких частицах, полученных при малых длительностях разрядных импульсов, выше, чем в более крупных. В составе наиболее мелких частиц (образец №1, рис. 8), а также частиц, длительное время находившихся в воде (образец №4, рис. 11), присутствует также оксид двухвалентного железа FeO . Ни в одном из образцов не обнаружена высокотемпературная γ -фаза железа, которая свидетельствует о высоких скоростях охлаждения частиц в воде на этапе их формирования. В то же время равновесная α -фаза железа преобладает в более крупных частицах (образец №3, рис. 10). Фазовый состав и размер D областей когерентного рассеяния (ОКР) электроэрозионных частиц железа по данным дифрактограмм рис. 8 – рис. 12 приведен в табл. 3.

Как следует из табл. 3, при сокращении длительности разрядных импульсов с 5 до 0,5 мкс, наблюдается тенденция уменьшения размеров областей когерентного рассеяния, как металлического ядра (с 54 до 33 нм), так и оксидной оболочки (со 120 до 48 нм) электроэрозионных частиц железа. Продолжительное пребывание таких частиц в воде приводит к практически полному (97%) их окислению, что косвенным образом опровергает гипотезу образования устойчивых к коррозии аморфных фаз на поверхности частиц железа, полученных в описанных условиях.

Таблица 3

Фазовый состав и размер областей когерентного рассеяния электроэрозионных частиц железа

№ образца	Фазовый состав электроэрозионных частиц					
	α -Fe		Fe_3O_4		FeO	
	$D_{ОКР}$, нм	вес. %	$D_{ОКР}$, нм	вес. %	$D_{ОКР}$, нм	вес. %
1	33	22	48	74	–	4
2	54	40	59	60	–	–
3	54	85	120	15	–	–
4	–	3	–	–	–	97
5	54	89	34	11	–	–

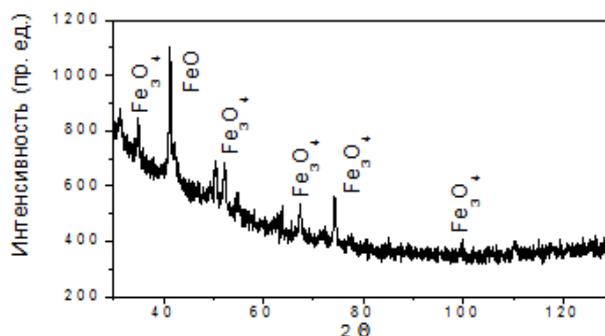


Рис. 8. Дифрактограмма образца №1

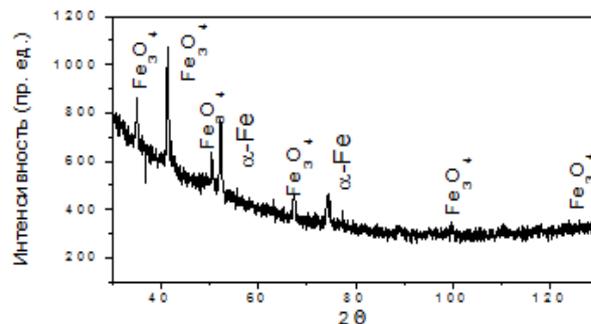


Рис. 9. Дифрактограмма образца №2

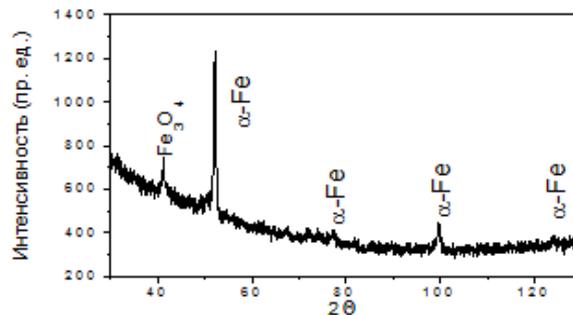


Рис. 10. Дифрактограмма образца №3

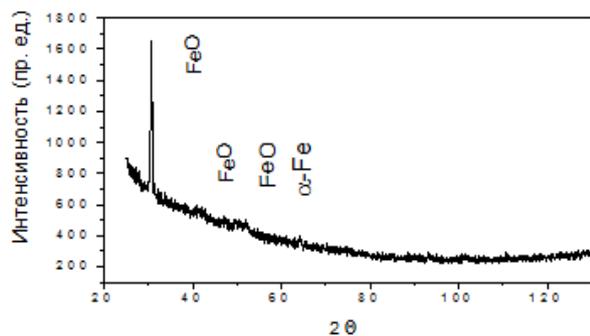


Рис. 11. Дифрактограмма образца №4

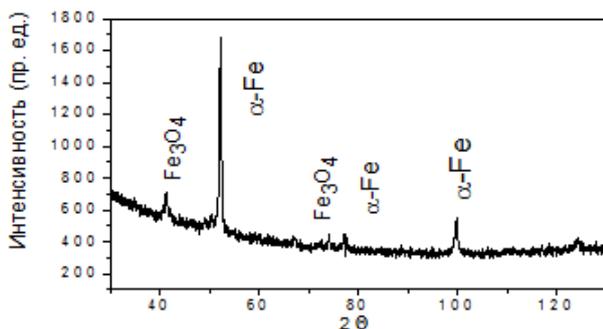


Рис. 12. Дифрактограмма образца №5

5. Выводы

1. Генераторы электрических импульсов с емкостным накопителем энергии и полностью управляемым включенным последовательно с нагрузкой коммутатором способны обеспечивать импульсы напряжения квазипрямоугольной формы, что позволяет добиваться постоянных значений средней за время импульса мощности при изменении их длительности более чем в 10 раз. Это, в свою очередь, позволяет реализовать регулирование энергии таких импульсов при изменении их длительности по закону, близкому к линейному.

2. Использование разрядных импульсов микросекундного и субмикросекундного диапазонов при объемном электроэрозионном диспергировании гранул железа обеспечивает получение полидисперсных частиц с размерами до 3 мкм, водные дисперсии которых не обладают агрегативной и седиментационной устойчивостью в описанных условиях.

3. Сокращение длительности разрядных импульсов с 5 до 0,5 мкс приводит к уменьшению размеров областей когерентного рассеяния, как металлического ядра (с 54 до 33 нм), так и окисной оболочки (со 120 до 48 нм) электроэрозионных частиц железа, в то же время доля оксидов в них возрастает с 15 до 78 %.

4. Полученные в указанных условиях электроэрозионные частицы железа в воде не обладают длительной химической стойкостью к окислению.

Литература

1. Kolbasov G.Ya., Ustinov A.I., Shcherba A.A., Perekos A.Ye., Danilov M.O., Vyunova N.V., Zakharchenko S.N., Hossbah G. Application of volumetric electric-spark dispersion for the fabrication of Ti-Zr-Ni hydrogen storage alloys // Journal of Power Sources. – 2005. – № 150. – no. 276-281.
2. Гончарук, В.В. Дезинфицирующее действие объёмного электроискрового разряда в воде [Текст] / В.В. Гончарук, А.А. Щерба, С.Н. Захарченко, О.С. Савлук, Н.Г. Потапченко, Н. В. Косинова // Химия и технология воды.– 1999, №3.– Т. 21.– С.328 – 336.
3. Шидловский, А.К. Перспективы применения искроэрозионной коагуляции в системах водоподготовки тепловых сетей [Текст] / А.К. Шидловский, А.А. Щерба, С.Н. Захарченко // Энергетика и электрификация. №12, – 2002.– С. 34 – 40.
4. Щерба, А.А. Применение объёмного электроискрового диспергирования для получения седиментационно устойчивых гиедрозелей биологически активных металлов [Текст] / А.А. Щерба, С.Н. Захарченко, К.Г. Лопатько, Е.Г. Афтандиянц // Пр. Ін-ту електродинаміки НАН України: Зб. наук. пр. – Київ: ІЕД НАНУ. – 2009. – №22. – С. 74-79.
5. Лопатько, К.Г. Застосування наночастинок металів – екологічно безпечна технологія вирошування пшениці озимої [Текст] / К.Г. Лопатько, Є.Г. Афтандіянц, О.В. Зазимко, С.М. Каленська, Л.М. Гончар, В.В. Трач, С.М. Захарченко // Науковий вісник Національного університету біоресурсів і природокористування України. – Київ: НУБіПУ. – 2011. – Вип. 158. – С. 119-125.
6. Щерба, А.А. Регулирование динамических параметров технологических систем объёмной электроискровой обработки гетерогенных токопроводящих сред [Текст] / А.А. Щерба, А.Д. Подольцев, С.Н. Захарченко // Праці Ін-ту електродинаміки НАНУ. Електротехніка' 2001. – Київ: Вид. Ін-ту електродинаміки НАНУ, – 2001. – С. 3 – 16.
7. Шидловский, А.К. Энергетические процессы в электрических цепях разрядноимпульсных установок с емкостным накопителем энергии при ограничении длительности его разряда на электроискровую нагрузку и ненулевых условиях его заряда [Текст] / А.К. Шидловский, Н.И. Супруновская // Технічна електродинаміка. – 2010. – №1. – С. 42–48.
8. Тиристоры: Справочник [Текст] / О.П. Григорьев, В.Я. Замятин, Б.В. Кондратьев, С.Л. Пожидаев. – М.: Радио и связь, 1990. – 272 с.
9. Руденко, В.С. Преобразовательная техника. [Текст] / В.С. Руденко, В.И. Сенько, И.М. Чиженко. – К.: Вища школа, 1983. – 431 с.

Abstract

The article represents the results of studies of the effect of the duration of discharge pulses of quasi trapezoidal form, as well as storage conditions of dispersions of iron particles produced by voluminous electroerosion disintegration of its granules in the water, on their granulometric characteristics and structural-phase state. Having used the results of the scanning electron beam microscopy, X-ray and X-ray elemental analysis it was determined that the decrease in the duration of discharge pulses reduced the sizes of electroerosion particles Fe and increased the proportion of oxides in their composition. To carry out the research we used a scanning electron microscope CamScan-4 with X-ray attachment for energy dispersive microanalysis INCA-200, and a diffractometer DRON-3.0 with cobalt radiation. The principal possibility of obtaining of submicron electroerosion particles Fe at reducing the duration of discharge pulses to one microsecond or less was shown

Keywords: *discharge pulses, voluminous electroerosion disintegration, electroerosion particles, structural-phase condition, dispersion, coherent scattering areas*