

## STRUCTURE AND PROPERTIES OF NANOSCALE AND MESOSCOPIC MATERIALS

PACS numbers: 52.80.Wq, 61.43.Gt, 61.46.Df, 62.23.St, 81.07.Bc, 81.07.Wx, 81.40.Cd

### Електроискровое диспергирование металлических материалов. III. Влияние технологических факторов на размеры, форму и структурное состояние высокодисперсных частиц

А. Е. Перекос, А. И. Устинов\*, С. Н. Захарченко\*\*, О. Ф. Бойцов,  
В. З. Войнаш, В. П. Залудский

*Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины,  
бульв. Академика Вернадского, 36,  
03142 Киев, Украина*

*\*Институт электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины,  
ул. Казимира Малевича, 11,  
03150 Киев, Украина,*

*\*\*Институт электродинамики НАН Украины,  
просп. Победы, 56,  
03057 Киев, Украина*

С использованием методов рентгеноструктурного анализа, электронной и оптической микроскопий изучено влияние технологических факторов на размеры, форму и структурное состояние высокодисперсных частиц железа и меди, полученных электроискровым диспергированием в этаноле. Установлено, что электроэрозионные порошки состоят из первичных высокодисперсных частиц, сформировавшихся кристаллизацией расплав-

---

Corresponding author: Anatoliy Omelyanovych Perekos  
E-mail: [perekos@imp.kiev.ua](mailto:perekos@imp.kiev.ua)

*G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine,  
36 Academician Vernadsky Blvd., UA-03142 Kyiv, Ukraine*

*\*E. O. Paton Electric Welding Institute, N.A.S. of Ukraine,  
11 Kazymyr Malevych Str., UA-03150 Kyiv, Ukraine*

*\*\*Institute of Electrodynamics, N.A.S. of Ukraine,  
56 Peremohy Ave., UA-03057 Kyiv, Ukraine*

Citation: A. O. Perekos, A. I. Ustinov, S. M. Zakharchenko, O. F. Boytsov, V. Z. Voynash, and V. P. Zalutskyi, Electrosark Dispersion of Metal Materials. III. Influence of Processing Factors on the Sizes, the Form, and a Structural State of Superfine Particles, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **41**, No. 1: 101–120 (2019) (in Russian).  
DOI: [10.15407/mfint.41.01.0101](https://doi.org/10.15407/mfint.41.01.0101)

ленных металлических капель или конденсацией металлического пара, а также из объединений первичных частиц за счёт их слипания (агломерации) или сплавления (агрегации). Конечный размер агломератов и агрегатов зависит от концентрации частиц в рабочей жидкости, скорости их осаждения и других факторов. Показано, что средний размер кристаллитов и плотность дислокаций в высокодисперсных частицах зависит от длительности процесса диспергирования.

**Ключевые слова:** электроискровое диспергирование, высокодисперсные частицы металлов, электронная микроскопия, оптическая гранулометрия, рентгеноструктурный анализ.

Із застосуванням метод рентгеноструктурної аналізи, електронної й оптичної мікроскопії вивчено вплив технологічних чинників на розміри, форму та структурний стан високодисперсних частинок заліза та міді, одержаних електроіскряним диспергуванням в етанолі. Встановлено, що електроерозійні порошки складаються із первинних високодисперсних частинок, які сформувалися при кристалізації розтоплених металевих крапель чи при конденсації металевої пари, а також із об'єднань первинних частинок за рахунок їх злипання (агломерації) або стоплення (агрегації). Кінцеві розміри агломератів і агрегатів залежать від концентрації частинок і швидкості їх седиментації та інших чинників. Показано, що середній розмір кристалітів і густина дислокацій у високодисперсних частинках залежать від тривалості процесу диспергування.

**Ключові слова:** електроіскряне диспергування, високодисперсні частинки металів, електронна мікроскопія, оптична гранулометрія, рентгеноструктурна аналіза.

Influence of processing factors on sizes, the form, and the structure of the fine-grained iron and copper particles obtained by electrospark dispersion in ethanol is studied by methods of x-ray analysis, electron microscopy, and optical granulometry. As revealed, electrospark powders consist of initial superfine particles formed by crystallization of molten-metal drops or condensation of metal vapour as well as of joining of primary particles because of agglomeration or aggregation. The final sizes of agglomerates and aggregates depend on particles' concentration in a work liquid, particle precipitation rate and other factors. As shown, average particle size of crystallites and dislocations' density in superfine particles depend on duration of dispersion process.

**Key words:** electrospark dispersion, superfine particles of metals, electron microscopy, optical granulometry, x-ray analysis.

*(Получено 6 декабря 2017 г.)*

## 1. ВВЕДЕНИЕ

Искровая эрозия, вероятно, является наиболее универсальной технологией для получения высокодисперсных порошков [1, 2]. Её используют для получения многих типов материалов: чистых метал-

лов, сплавов, композитов, полупроводников. Искроэрозионные частицы могут иметь размер от нескольких нанометров до сотен микрон. В этой технологии не используются тигли; поэтому не существует ограничений, которые накладываются температурой плавления. Высокая скорость охлаждения способствует получению аморфных или нанокристаллических частиц. С помощью этой технологии возможно получение чистых порошков с большой удельной площадью активной поверхности, которые обладают чрезвычайно высокой химической активностью. Базовый технологический аппарат достаточно прост, а процесс электроискрового диспергирования металлических гранул реализуется при умеренной электрической мощности и сравнительно низких удельных энергозатратах.

Электроискровой метод получения порошков имеет значительные преимущества перед другими методами: электрическим взрывом проводников, механическими, химическими, газотермическим и др. Кратковременное ( $10\text{--}100$  мкс) возникновение сверхвысоких температур (до  $10^4$  К) в микроплазменном канале искры позволяет получать порошки сплавов и композитов даже тогда, когда температуры плавления их компонент существенно отличаются. Большие скорости охлаждения ( $10^6\text{--}10^9$  К/с) малоразмерных ( $0,01\text{--}100$  мкм) искровых порошков в жидкости приводят к значительной модификации их структуры. Порошки могут быть кристаллическими и аморфными, иметь структурные дефекты и высокую удельную энергоёмкость. Это может значительно уменьшать температурные интервалы процессов рекристаллизации и спекания, фазовых превращений и твердофазных реакций и др. Поэтому материалы, при изготовлении которых используют электроэрозионные порошки, могут иметь чрезвычайно высокие эксплуатационные свойства. Кроме того, технология получения таких порошков характеризуется безотходностью, одностадийностью, замкнутым циклом и экологической чистотой.

Структурное состояние, фазовый состав и дисперсность электроэрозионных порошков зависят от многих технологических и физико-химических факторов: энергии, длительности и частоты следования разрядных импульсов, химического состава, структуры и конструкции электродов, физико-химических свойств и химического состава диэлектрической жидкости, геометрических параметров технологического аппарата диспергирования и др. [1–25].

Из научной литературы известен ряд работ, посвящённых изучению размеров, формы и внутреннего строения частиц порошков, получаемых методом электроискрового диспергирования (ЭИД) [2, 5, 6, 15, 18, 26–34]. Полученные в этих работах результаты показали, что в продуктах электроэрозии содержатся частицы, имеющие, в основном, сферическую (или близкую к ней) форму. Но в некото-

рых случаях наблюдаются частицы, форма которых отличается от сферической. Некоторые из них имеют участки поверхности, характерные для частиц, получаемых механическим разрушением, в то время как другие участки поверхности этих же частиц имеют поверхность с гладкими плавными очертаниями. Ко второй группе частиц, форма которых отличается от сферической, принадлежат частицы, имеющие разветвлённую гладкую поверхность, на которой не видны следы механического разрушения. Отдельную группу составляют очень мелкие частицы, которые могут иметь как сферическую, так и отличную от неё неправильную форму. Эти частицы, как правило, расположены на поверхности более крупных частиц или образуют рыхлые конгломераты различной формы, имеющие очень шероховатую разветвлённую поверхность.

Принято считать, что частицы, имеющие плавные гладкие очертания (как сферические, так и неправильной формы), формируются из жидкого состояния, т.е. из капель расплавленного материала диспергируемых гранул [2, 13, 30]. Частицы неправильной формы с разветвлённой, но гладкой поверхностью также могут формироваться из жидких капель, которые в процессе дальнейшего диспергирования подверглись механическому воздействию (например, в результате воздействия ударных волн, возникающих в жидкости при искровых разрядах, а также от соударения с другими частицами или с поверхностью электродов и т.д.). Наличие в продуктах эрозии крупных конгломератов неправильной формы, которые состоят из мельчайших сферических частиц и образуют колонии рыхлой пористой массы, можно объяснить, скорее всего, формированием мелких частиц из паровой фазы и их последующей коагуляцией [2, 13, 26]. Наконец, наличие в продуктах эрозии крупных частиц неправильной формы со следами хрупкого разрушения обычно объясняют механическим разрушением поверхности электродов или гранул за счёт термических напряжений и соударений частиц с поверхностью электродов и между собой [2, 30, 31].

Вместе с тем, многие вопросы, касающиеся агрегатного состояния продуктов ЭИД, количественного соотношения в них парообразной, жидкой и осколочной компонент, химического состава, внутреннего строения частиц и механизмов их формирования до сих пор остаются невыясненными. В предыдущих наших работах [35, 36] было исследовано влияние на распределение по размерам частиц, получаемых методом ЭИД, скорости потока рабочей жидкости, длительности процесса диспергирования и некоторых других технологических факторов. Было показано, что содержание мелкой и крупной фракций порошков, полученных методом объёмного электроискрового диспергирования, зависит от скорости потока рабочей жидкости, её вязкости и теплопроводности. Показано, что с ростом скорости потока рабочей жидкости дисперсность по-

рошков увеличивается. Изменяются также и другие характеристики распределения частиц по размерам.

В ряде случаев зависимость размеров субмикронной фракции искроэрозионных частиц от скорости потока рабочей жидкости имеет вид ступенчатой функции. Предполагается, что изменения гранулометрического состава порошков вследствие их коагуляции и агломерации обусловлены процессами, которые происходят в активной зоне реактора при их получении. Установлено также, что распределение частиц по размерам зависит от химического состава рабочей жидкости, материала электродов, длительности процесса диспергирования, концентрации частиц в рабочей жидкости, механической обработки порошков и др. Так, например, механическое перемешивание и ультразвуковая обработка рабочей жидкости в процессе получения, а также последующая механическая обработка порошков приводили к увеличению их дисперсности.

Увеличение дисперсности порошков происходило также при уменьшении концентрации частиц в рабочей жидкости. По результатам этих исследований был сделан вывод о том, что изменение гранулометрического состава порошков, получаемых методом ЭИД, определяется процессами агрегации и агломерации частиц в рабочей жидкости, а также другими факторами, которые оказывают влияние на эти процессы. На основании этих данных можно предположить, что характеристики порошков будут зависеть от длительности процесса диспергирования. Для проверки данного предположения в настоящей работе было изучено влияние технологических факторов (длительности процесса диспергирования) на размеры, форму и структурное состояние высокодисперсных частиц (ВДЧ), полученных методом ЭИД в этиловом спирте.

## **2. МЕТОДИКИ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ И ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ**

Порошки получали в режиме одноканального искрового разряда на лабораторной установке, собранной на базе станка 4В721 для электроэрозионной обработки материалов с одним вибрирующим электродом. Начальное напряжение между электродами составляло величину  $U_0 = 160$  В, ёмкость рабочего конденсатора составляла  $C = 5$  мкФ, действующее значение разрядного тока было  $I = 2$  А. В качестве рабочей жидкости использовали этиловый спирт.

Распределение искроэрозионных частиц по размерам определяли с помощью оптического микроскопа Neophot-2. Статистическую обработку изображений, полученных в цифровом формате, проводили с помощью стандартной программы анализа изображений материаловедческого комплекса SIAMS. Определение характеристик

микроструктуры частиц порошков было выполнено рентгенодифракционным методом в режиме  $\theta$ – $2\theta$  с использованием дифрактометра ДРОН-4 в излучении  $\text{CoK}_\alpha$ .

Средний размер кристаллитов и величину микроискажений определяли на основании анализа профилей дифракционных линий. Предварительно каждая из дифракционных линий обрабатывалась с помощью программы обработки спектров PeakFit для выделения компонент  $K_{\alpha 1}$  и  $K_{\alpha 2}$ . При этом предполагалось, что профили этих компонент описываются функцией Фокта (Voigt). На основании максимально точной подгонки экспериментального профиля (коэффициент корреляции не ниже 0,99) определяли интегральную ширину компонент, которую затем использовали для построения зависимости Вильямсона–Холла (Williamson–Hall) [37] на базе 5 дифракционных линий.

Согласно Вильямсону–Холлу ширина дифракционных линий в зависимости от размера кристаллитов  $D$  и величины микроискажений  $\varepsilon$  определяется соотношением

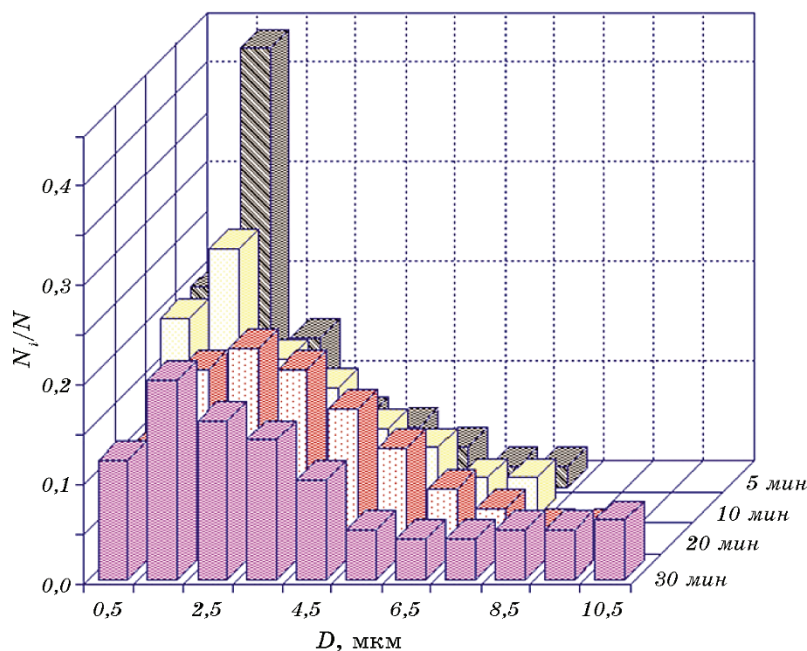
$$\beta_f \frac{2 \cos \theta}{\lambda} = \varepsilon \frac{2 \sin \theta}{\lambda} + \frac{1}{D},$$

где  $\beta_f$  — интегральная ширина физического (т.е., обусловленного размером и кристаллической структурой) профиля линии,  $\theta$  — брэгговский угол,  $\lambda$  — длина волны рентгеновского излучения. В том случае, если уширение дифракционных пиков определяется только размером кристаллитов и микроискажениями решётки, соотношение Вильямсона–Холла в координатах  $\beta \cos \theta / \lambda = f(2 \sin \theta / \lambda)$  должно представлять собой прямую линию, тангенс угла наклона которой определяет величину микроискажений решётки, а значение, при котором эта зависимость пересекает ось ординат, обратно пропорционально среднему размеру кристаллитов.

Для выделения физического профиля из экспериментальных рентгенодифракционных линий в той же геометрии съёмки регистрировали дифракционные линии от порошкового эталона  $\text{SiO}_2$ . Если экспериментальный профиль и аппаратурная функция описываются функцией Фокта, ширину физического профиля можно вычислить из соотношения Холдера–Вагнера [38]:  $\beta_f = \sqrt{\beta_{\text{exp}}^2 - \beta_{\text{exp}} \beta_a}$ , где  $\beta_{\text{exp}}$ ,  $\beta_a$  — интегральные ширины экспериментального профиля и профиля аппаратурной функции соответственно.

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В качестве материалов для диспергирования были выбраны гранулы чистого железа и меди. На рисунках 1 и 2 представлены распре-

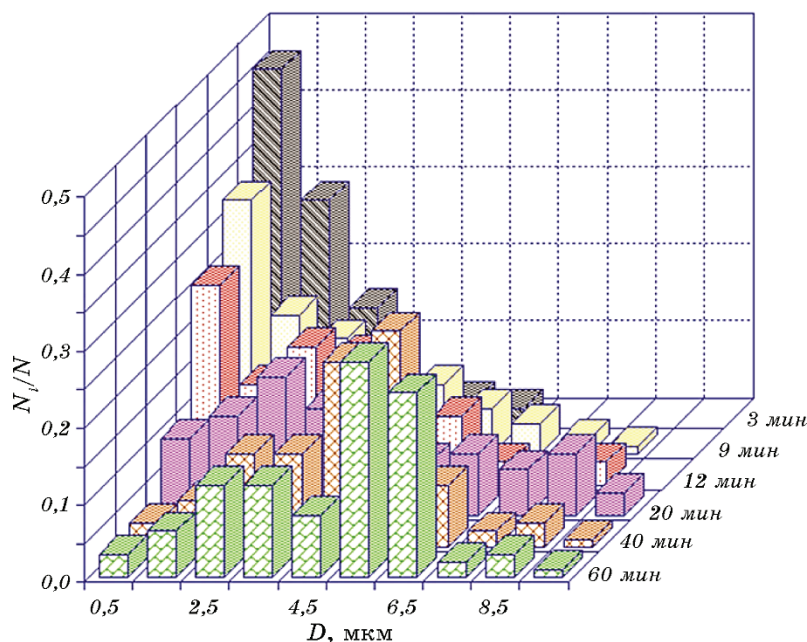


**Рис. 1.** Распределение частиц по размерам в порошках железа, полученных в этиловом спирте при различных значениях длительности диспергирования (указаны справа).

**Fig. 1.** Size distribution of particles of iron powder produced in ethanol at different dispersion time (signed right).

деления по размерам частиц порошков этих металлов. На рисунке 3 показано изменение величины среднего размера частиц порошков в зависимости от длительности процесса диспергирования. Видно, что увеличение длительности диспергирования от  $t = 5$  мин до  $t = 60$  мин, приводит к увеличению среднего размера  $D$  частиц порошков железа от 2,6 мкм до 4,5 мкм соответственно. Средний размер частиц медных порошков изменялся от 1,4 мкм при  $t = 3$  мин до 5 мкм при  $t = 60$  мин. Следует специально отметить, что для обоих металлов характерно явление «насыщения» в изменении размера частиц с увеличением длительности диспергирования, о чём свидетельствует наличие «палочки» на зависимости  $D(t)$  при больших значениях длительности процесса диспергирования.

Исследование субструктуры порошков, полученных при различных значениях длительности диспергирования, показало, что характер изменения размеров кристаллитов в частицах при изменении длительности процесса диспергирования является противоположным тому, который наблюдается для изменения среднего размера частиц. На рисунке 4 показаны в качестве примера зависимо-



**Рис. 2.** Распределение частиц по размерам в порошках меди, полученных в этиловом спирте при различных значениях длительности диспергирования (указаны справа).

**Fig. 2.** Size distribution of particles of copper powder produced in ethanol at different dispersion time (signed right).

сти Вильямсона–Холла, построенные для порошков меди, полученных при одних и тех же режимах, но при разных длительностях диспергирования.

Очевидно, что в нашем случае значения  $\beta^* = \beta \cos \theta / \lambda$ , определённые для линий (111), (200), (220), (311) и (222), не укладываются на прямую линию. Поэтому значения  $D$  и  $\epsilon$  были определены в рамках экстраполяции значений  $\beta^*$  прямой линией, исходя из пересечения которой с осью ординат, определялся средний размер кристаллитов  $D$ , а из наклона этих прямых — величина микроискажений решётки  $\epsilon$ . Полученные таким образом зависимости  $D(t)$  и  $\epsilon(t)$  показаны на рис. 5. Из представленных на этом рисунке кривых следует, что с возрастанием длительности диспергирования средний размер кристаллитов и величина микроискажений в частицах порошков меди уменьшаются. Аналогичные результаты были получены также для порошков железа.

Полученные результаты свидетельствуют, что при увеличении длительности ЭИД средние размеры частиц порошков и характеристики их микроструктуры изменяются. Причиной таких измене-



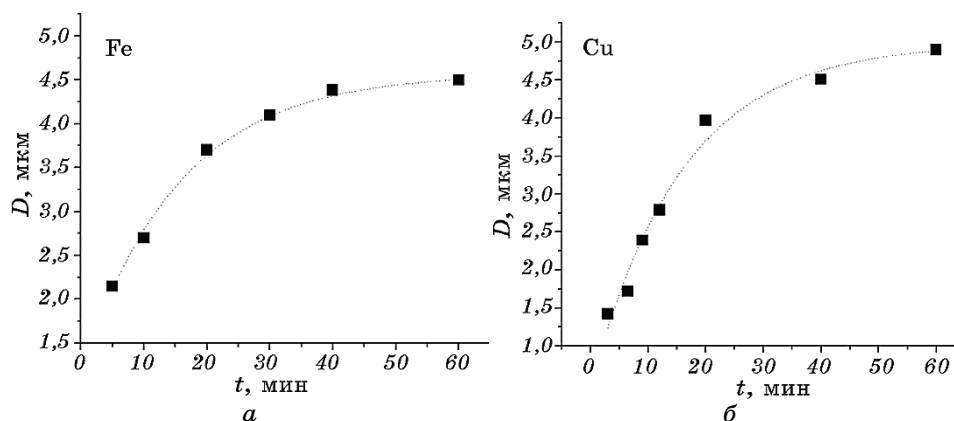


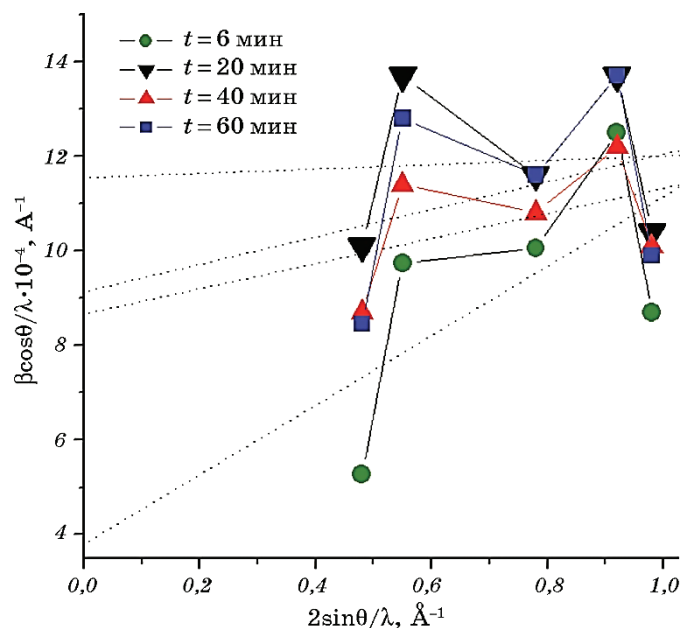
Рис. 3. Зависимость среднего размера  $D$  частиц порошка железа (а) и меди (б) от длительности диспергирования  $t$ .

Fig. 3. Dependence of average size  $D$  of particle of iron (а) and copper (б) powders on dispersion time  $t$ .

ний могут быть, прежде всего, процессы, связанные с взаимодействием уже существующих в диэлектрической среде частиц с вновь образованными, и другие вторичные процессы. В связи с этим рассмотрим процессы, протекающие в суспензии при ЭИД, которые могут приводить к наблюдаемым результатам.

Прежде всего, заметим, что при фиксированных параметрах режимов ЭИД в одной и той же диэлектрической жидкости закономерности изменения дисперсности порошков от длительности диспергирования практически не зависят от типа диспергируемого материала. В случаях диспергирования как железа, так и меди зависимость среднего размера частиц порошка от длительности диспергирования описывается кривой с насыщением (рис. 3). Можно предположить, что такой характер изменения среднего размера частиц в процессе диспергирования обусловлен установлением динамического равновесия между процессами, приводящими к образованию мелких фракций порошка: (I) фрагментацией крупных частиц на более мелкие под действием гидродинамических ударов или (II) попаданием частиц в плазменный канал разряда и процессами, приводящими к формированию крупных частиц в результате: (III) объединения мелких частиц в единый конгломерат (их слипание) и (IV) конденсацией паровой и жидкой фаз металла на поверхности частиц.

Следует отметить, что существует и другая возможность достижения динамического равновесия, которая может быть следствием, с одной стороны, увеличения с ростом длительности диспергирования концентрации частиц в среде и, с другой стороны, изменения



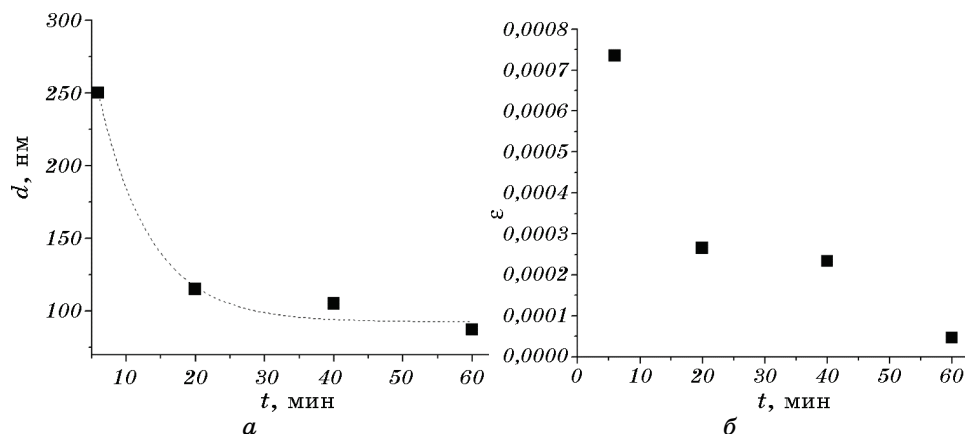
**Рис. 4.** Графики Вильямсона–Холла, построенные на основании интегральных ширин физических профилей дифракционных линий (111), (200), (220), (311) и (222) для порошков меди, полученных при разных длительностях диспергирования  $t$ .

**Fig. 4.** Williamson–Hall plots of integral width of physical line profiles (111), (200), (220), (311) and (222) of copper powder on different dispersion time  $t$ .

вследствие этого характеристик плазменного разряда, что может повлиять на характеристики протекания первичных процессов диспергирования, таких как (V) объём испаряемого материала электрода, (VI) объём расплава, попадающего в плазменный канал, параметры его последующей кристаллизации, (VII) вероятность образования и объём частиц, отделяемых механически от массивного материала электрода за счёт динамического воздействия на них разрядов.

Анализ наблюдаемых изменений характеристик микроструктуры частиц порошков в зависимости от длительности диспергирования показал, что определяющую роль в установлении динамического равновесия с точки зрения размеров частиц играют вторичные процессы (I–IV) по сравнению с первичными. Действительно, было показано, что при увеличении длительности диспергирования размер кристаллитов в частицах порошков уменьшается, особенно сильно в течение первых 20 минут ЭИД, а затем мало изменяется с течением времени диспергирования.

Кроме этого, разделение крупных частиц на фрагменты в резуль-

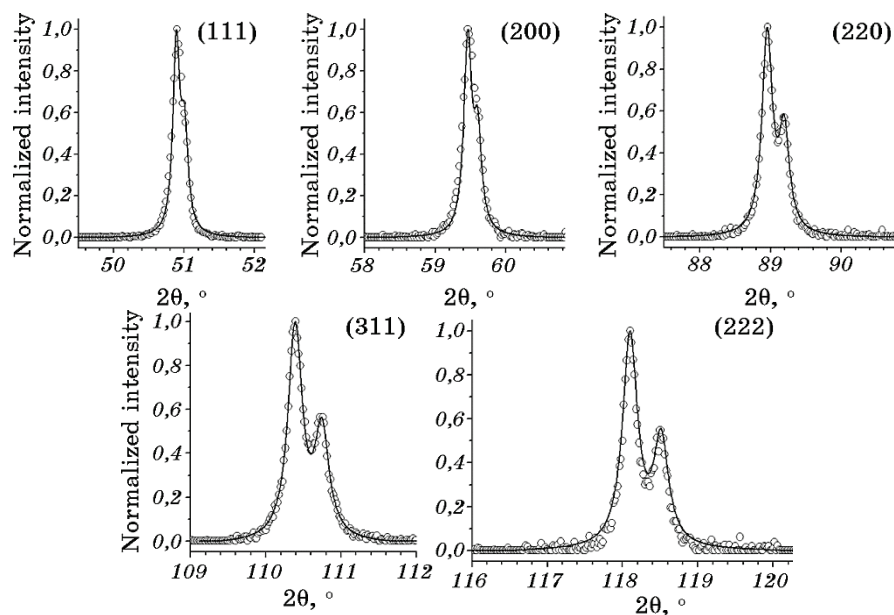


**Рис. 5.** Средний размер кристаллитов ( $a$ ) и величина микроискажений решётки ( $b$ ) для порошков меди, полученных при разных значениях длительности диспергирования.

**Fig. 5.** Average crystallites' size ( $a$ ) and lattice microdistortions' values ( $b$ ) of copper powders produced at different dispersion time.

тате их соударений и их последующая агломерация будут приводить к уменьшению размера составляющих их кристаллитов (субзёрен). К такому же результату будут приводить процессы конденсации (осаждения) паровой и жидкой фаз на поверхности частиц, а также их столкновения с жидкими расплавленными каплями или быстро движущимися твёрдыми частицами. Попадание образовавшихся ранее частиц в канал искрового разряда может приводить к их разогреву, что вызовет их частичное или полное оплавление. В результате протекания таких процессов будет снижаться величина микроискажений в структуре порошков.

Согласно методике, детально изложенной в работе [39], которая учитывает изменение профиля дифракционной линии за счёт размера кристаллитов, дислокационной структуры (плотности дислокаций и соотношения между краевыми и винтовыми дислокациями) и инструментального уширения, была проведена полнопрофильная подгонка линий (111), (200), (220), (311) и (222) от порошков меди, полученных при диспергировании в течение 6, 20, 40 и 60 мин в этиловом спирте. С целью устранения случайных факторов получали серию порошков для каждого значения длительности процесса диспергирования. Для уменьшения ошибки за счёт неоднородности сухой порошковой смеси, из которой готовили образцы для рентгеноструктурных исследований, каждый из порошков после тщательного перемешивания разделяли на три части, которые исследовали по отдельности.



**Рис. 6.** Экспериментальные (○) и расчётные (—) профили пиков (111), (200), (220), (311) и (222) для порошка меди, полученного диспергированием в течение 40 мин.

**Fig. 6.** Experimental (○) and calculated (—) profiles of peaks (111), (200), (220), (311) and (222) for copper powder produced by dispersion during 40 min.

Для примера на рисунке 6 показаны экспериментальные и рассчитанные по методике [37] профили дифракционных пиков порошка меди, полученного ЭИД в этаноле в течение 40 мин, а значения характеристик микроструктуры порошков, диспергированных в течение различных временных интервалов, сведены в табл. 1. Как следует из этих результатов, при увеличении длительности диспергирования  $t$  средний размер  $D$  кристаллитов частиц порошка уменьшается, что было установлено ранее с использованием зависимости Вильямсона–Холла. Следует отметить, что значения  $D$ , определённые по методике Вильямсона–Холла, оказались заниженными.

Из таблицы 1 также видно, что с увеличением длительности диспергирования увеличивается доля винтовых дислокаций по сравнению с долей краевых. При этом значение плотности дислокаций находится в интервале  $(5-10) \cdot 10^{13} \text{ м}^{-2}$ , что на два порядка ниже, чем, например, для частиц меди, полученных механическим помолом в шаровой мельнице. Для наглядности на рис. 7 приведены графики зависимости среднего размера зёрен ( $a$ ) и плотности дис-

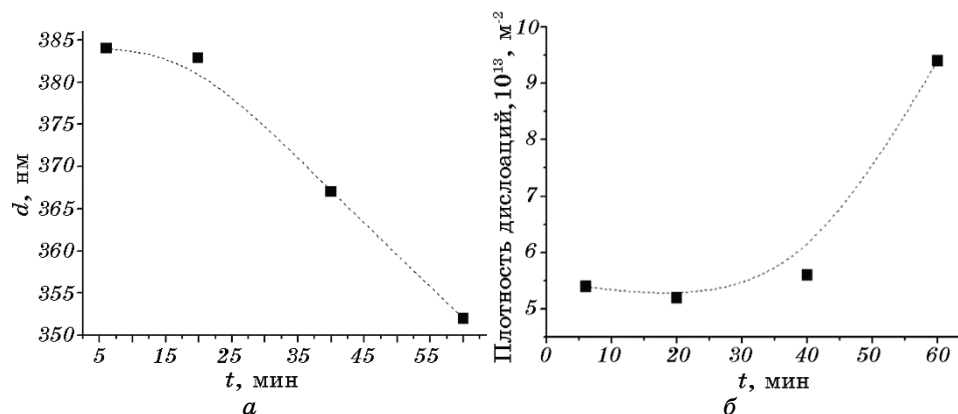
**ТАБЛИЦА 1.** Характеристики микроструктуры частиц порошка меди, полученных в этиловом спирте при разной длительности диспергирования.

**TABLE 1.** Microstructure characteristics of copper powder produced in ethanol for different dispersion time.

Время диспергирования, мин	Средний размер кристаллитов, нм	Плотность дислокаций $\cdot 10^{13}, \text{м}^{-2}$	Соотношение между краевыми и винтовыми дислокациями
6	384	5,4	0,1
20	384	5,2	0,1
40	367	5,6	0,2
60	352	9,4	0,5

локаций ( $\sigma$ ) от длительности диспергирования меди при фиксированных электрических параметрах процесса.

Для исследования процесса формирования частиц больших размеров в работе были проведены эксперименты по поэтапному диспергированию нескольких материалов в одной и той же диэлектрической жидкости: на первом этапе диспергировали неферромагнитный материал, на втором — ферромагнитный. В случае доминирующей роли процесса агрегации в формировании частиц большого

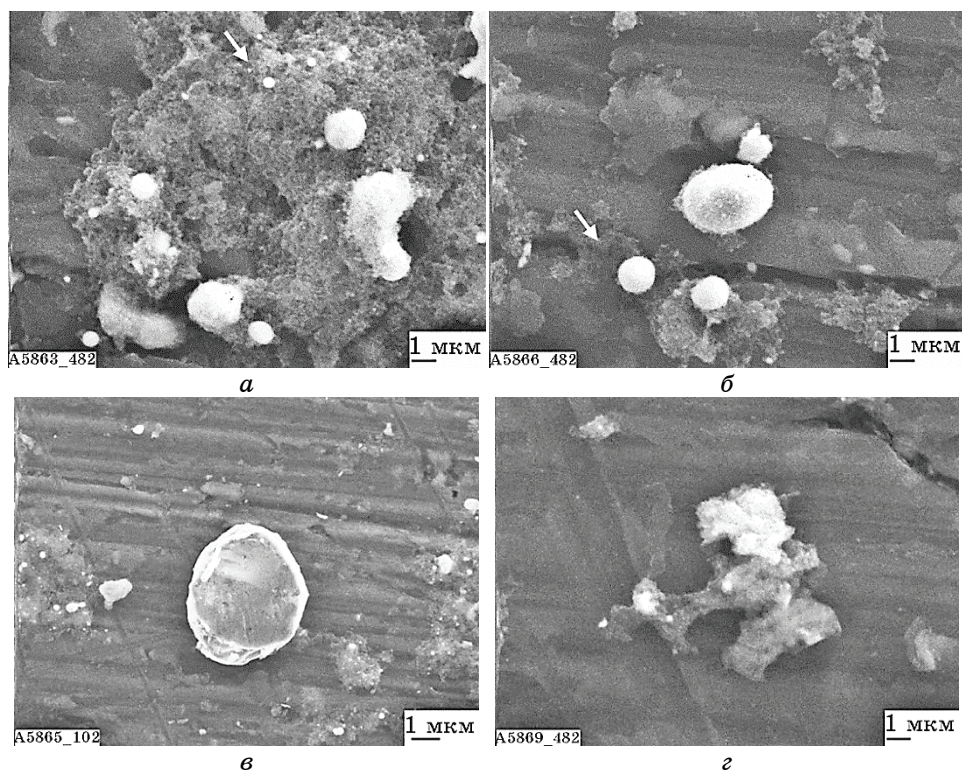


**Рис. 7.** Зависимости среднего размера зерна ( $a$ ) и плотности дислокаций ( $\sigma$ ) частиц порошка меди от длительности диспергирования, определённые методом полнопрофильной подгонки дифракционных пиков.

**Fig. 7.** Dependence of average grain size ( $a$ ) and dislocation density ( $\sigma$ ) of copper powder particles on dispersion time determined by full-profile matching diffraction peaks.

размера следует ожидать, что полученные на первом этапе неферромагнитные частицы будут объединяться с ферромагнитными частицами, образованными на втором этапе. В этом случае порошок не разделится на неферромагнитную и ферромагнитную фракции магнитной сепарацией. Если же большие частицы появляются в результате протекания первичных процессов диспергирования и в последующем их взаимодействием можно пренебречь, фракции разделятся магнитной сепарацией.

Для проведения такого эксперимента на первом этапе диспергирования использовали неферромагнитный материал — медь, на втором — ферромагнитный никель. При помощи самарий-кобальтового магнита порошок из рабочей жидкости был экстрагирован без остатка. Полученный результат свидетельствует о существенной роли процессов агрегации и агломерации, которую они играют в изменении формы и размеров частиц в течение процесса



**Рис. 8.** Микрофотографии частиц меди, полученных диспергированием в этиловом спирте в течение 6 и 60 мин.

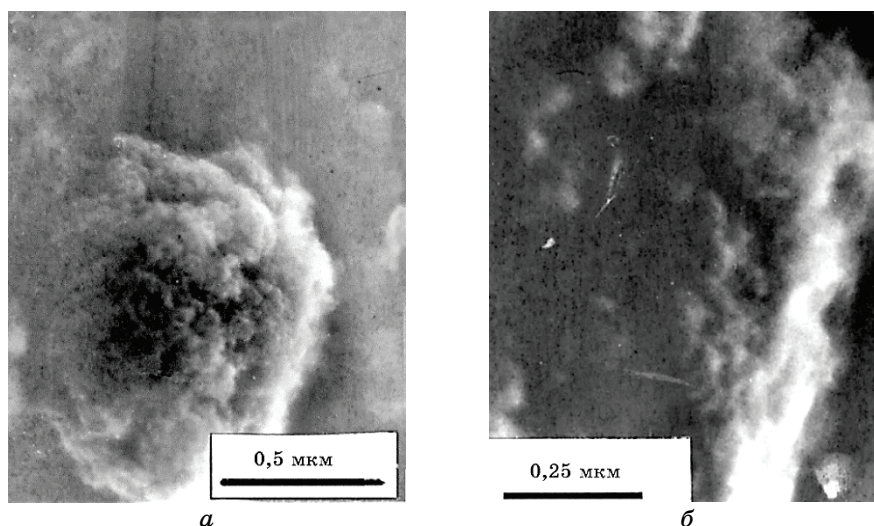
**Fig. 8.** Microphotography of copper particles produced in ethanol during 6 and 60 min.



диспергирования.

Для детального изучения формы и размеров частиц электроэрозионных порошков было проведено их исследование методом сканирующей электронной микроскопии. Результаты этих исследований приведены на рис. 8 и 9. Видно, что частицы имеют в основном сферическую форму (рис. 8, *а, б*). Кроме того, присутствуют также частицы неправильной формы (рис. 8, *в*) и агрегаты с разветвлённой поверхностью (рис. 8, *г*). На рисунке 9 показаны изображения отдельных частиц меди в порошках, полученных при двух разных длительностях диспергирования (эти частицы на рис. 8 указаны стрелками). При больших увеличениях видна размытость (диффузность) их поверхности.

Следует отметить, что такую форму ВДЧ и разветвлённый характер их поверхности обычно связывают с процессами агломерации исходных (первичных) мелких ВДЧ. В отдельных случаях можно наблюдать также и полые ВДЧ (рис. 8, *в*), формирование которых может быть обусловлено столкновением расплавленных металлических капель с образовавшимися ранее твёрдыми ВДЧ. Частицы неправильной формы с более или менее резкими очертаниями (см. отдельные фрагменты на рис. 8, *г*) могут возникать в результате



**Рис. 9.** Микрофотографии частиц меди, полученных диспергированием в этиловом спирте в течение 6 (*а*) и 60 (*б*) мин. Эти частицы обозначены стрелками на рис. 8, *а* и *б* соответственно.

**Fig. 9.** Microphotography of copper particles produced in ethanol during 6 (*a*) and 60 (*b*) min. These particles are signed by arrows in Figs. 8, *a* and *b*, respectively.

столкновения затвердевших ВДЧ между собой или их столкновения с поверхностями электродов.

#### 4. ВЫВОДЫ

1. Проведённые исследования показали, что высокодисперсные частицы в конечном продукте электроискрового диспергирования можно разделить на три группы: первичные частицы, образованные затвердеванием капель расплавленного металла или конденсацией пара; агрегаты, полученные объединением первичных частиц путём сплавления; агломераты, сформированные при объединении первичных частиц и (или) агрегатов путём слипания.

Конечный размер агломератов и агрегатов определяется концентрацией частиц в суспензии и скоростью их осаждения.

2. Поскольку агломераты и агрегаты формируются в результате объединения первичных частиц, то структура их зёрен наследует структуру зёрен первичных частиц. Увеличение длительности процесса диспергирования из-за вторичных воздействий на эрозионные частицы способствует уменьшению размеров их зёрен и величины микроискажений их структуры, а также увеличению плотности дислокаций в них, в том числе доли винтовых дислокаций по сравнению с краевыми.

3. Факторы, которые замедляют течение процессов формирования агломератов и агрегатов, будут снижать скорость возрастания их размера. К таким факторам, в первую очередь, следует отнести различные методы механического воздействия на суспензию, содержащую высокодисперсные частицы (механическое перемешивание и ультразвуковую обработку) или воздействие на высокодисперсные порошки, полученные экстрагированием из рабочей жидкости с последующим высушиванием (механическая обработка в ступках и мельницах).

Авторы выражают благодарность кандидату физ.-мат. наук Л. А. Олиховской за участие в проведении рентгеновских исследований и члену-корреспонденту НАН Украины, доктору техн. наук, профессору А. А. Щербе за участие в обсуждении результатов.

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. А. Е. Berkowitz, M. F. Hansen, and F. T. Parker, *ЖММ*, **254–255**: 1 (2003).
2. Б. Р. Лазаренко, Н. И. Лазаренко, *Способ получения порошков и устройство для его осуществления*, Авторское свидетельство СССР № 70000 (Опубл. 1964 г.).
3. А. Е. Berkowitz and J. L. Walter, *J. Mater. Res.*, **2**, No. 2: 277 (1987).
4. А. А. Щерба, *Проблемы преобразовательной техники* (1983), ч. 5, с. 59.
5. F. T. Parker, F. E. Spada, and A. E. Berkowitz, *Materials Lett.*, **48**: 184 (2001).



6. А. А. Щерба, В. В. Кокорин, А. Е. Перекос, Л. А. Олиховская, О. Ф. Бойцов, С. Н. Захарченко, *Металлофиз. новейшие технол.*, **29**, № 2: 201 (2007).
7. Г. Є. Монастирський, А. П. Шпак, Ю. М. Коваль, Р. Я. Мусієнко, В. І. Коломицев, А. А. Щерба, С. М. Захарченко, Т. Г. Сич, *Металлофиз. новейшие технол.*, **25**, № 6: 803 (2003).
8. Б. Р. Лазаренко, Н. И. Лазаренко, *Электрическая эрозия металлов* (Москва: Госэнергоиздат: 1944).
9. К. К. Намитоков, *Физические основы электроискровой обработки материалов* (Москва: Наука: 1966), с. 86.
10. А. Г. Головейко, *Физические основы электроискровой обработки материалов* (Москва: Наука: 1966), с. 74.
11. М. К. Мицкевич, *Физические основы электроискровой обработки материалов* (Москва: Наука: 1966), с. 128.
12. В. И. Марусина, В. Н. Филимоненко, *Порошк. металлургия*, № 6: 10 (1984).
13. Л. П. Фоминский, Т. В. Ровенская, *Порошк. металлургия*, № 10: 7 (1984).
14. В. И. Казекин, Г. И. Рудник, *Совершенствование процессов получения и обработки алюминия и производства кремния* (Ленинград: Издательство ВАМИ: 1985).
15. Р. А. Валиев, Ф. М. Гайсин, Е. С. Романов, Ю. И. Шакиров, *Порошк. металлургия*, № 6: 4 (1991).
16. А. Г. Дубовой, А. Е. Перекос, К. В. Чуистов, *Металлофизика*, **6**, № 5: 129 (1984).
17. A. E. Berkowitz and J. L. Walter, *Mater. Sci. Eng.*, **55**, No. 2: 275 (1982).
18. Т. В. Ефимова, В. П. Залуцкий, О. И. Носовский, А. Е. Перекос, В. В. Полотнюк, К. В. Чуистов, *Металлофизика*, **15**, № 8: 39 (1993).
19. У. А. Асанов, А. Д. Цой, А. А. Щерба, В. И. Казекин, *Электронно-эрозионная технология химических соединений и порошков металлов* (Фрунзе: Илим: 1990).
20. К. В. Чуистов, А. Е. Перекос, В. П. Залуцкий, Т. В. Ефимова, В. В. Котов, В. В. Полотнюк, *Металлофиз. новейшие технол.*, **17**, № 3: 14 (1995).
21. A. E. Berkowitz and J. L. Walter, *Symp. 'Sci. Technol. Rapidly Quenched Alloy' (December 1–3, 1986, Boston)* (Pittsburgh: 1986), p. 179.
22. В. Б. Карвовский, Г. И. Рудник, В. И. Марусина, *Электрофизические способы получения дисперсных порошков* (Киев: 1990) (Препринт Института проблем материаловедения НАН Украины, № 19, 1990).
23. В. И. Марусина, Г. А. Исхакова, Х. М. Рахименянов, *Порошк. металлургия*, № 10: 61 (1992).
24. В. И. Марусина, Г. А. Исхакова, В. Н. Филимоненко, *Порошк. металлургия*, № 10: 75 (1992).
25. J. Carrey, H. B. Radoutsky, and A. E. Berkowitz, *J. Appl. Phys.*, **95**, No. 3: 823 (2004).
26. Г. И. Рудник, В. Б. Карвовский, В. И. Казекин, *Электроэрозионная обработка материалов*, № 1: 21 (1985).
27. J. L. Walter and A. E. Berkowitz, *Mater. Sci. Eng.*, **67**: 169 (1984).
28. G. Ya. Kolbasov, A. I. Ustinov, A. A. Shcherba, A. Ye. Perekos, M. O. Danilov, N. V. Vyunova, S. N. Zakharchenko, and G. Hossbah, *J. Power Sources*, **150**: 276 (2005).
29. Л. П. Фоминский, А. С. Мюллер, М. В. Левчук, В. П. Тарабрина, *Порошк. металлургия*, № 10: 17 (1989).
30. Л. П. Фоминский, В. П. Тарабрина, М. В. Левчук, *Порошк. металлургия*,

- № 10: 66 (1989).
31. Л. П. Фоминский, М. В. Левчук, В. П. Тарабрина, *Порошк. металлургия*, № 10: 1 (1989).
  32. В. А. Ким, Д. Н. Коротаев, А. В. Голик, *Физика и химия обработки материалов*, № 1: 78 (2001).
  33. Н. Н. Золотых, И. П. Коробова, Е. М. Стрыгин, *Физические основы электроискровой обработки материалов* (Москва: Наука: 1966), с. 63.
  34. С. Н. Захарченко, А. Е. Перекос, Н. В. Шидловская, А. И. Устинов, О. Ф. Бойцов, В. З. Войнаш, *Металлофиз. новейшие технол.*, **40**, № 3: 339 (2018).
  35. А. И. Устинов, А. Е. Перекос, С. Н. Захарченко, О. Ф. Бойцов, В. З. Войнаш, В. П. Залущкий, *Металлофиз. новейшие технол.*, **40**, № 11: 1539 (2018).
  36. G. K. Williamson and W. H. Hall, *Acta Metal.*, **1**: 22 (1953).
  37. N. C. Halder and C. N. J. Wagner, *Acta Cryst.*, **20**: 91 (1966).
  38. A. Ustinov, L. Olikhovska, N. Budarina, and F. Bernard, *Diffraction Analysis of the Microstructure of Materials* (Eds. E. J. Mittemeijer and P. Scardi) (Springer: 2003), p. 333.

## REFERENCES

1. A. E. Berkowitz, M. F. Hansen, and F. T. Parker, *JMMM*, **254–255**: 1 (2003).
2. B. R. Lazarenko and N. I. Lazarenko, *Sposob Polucheniya Poroshkov i Ustroystvo dlya ego Osushchestvleniya* [Method of Powders Production and Device for Its Implementation], Authors' Certificate 70000 SSSR (Publ. 1964) (in Russian).
3. A. E. Berkowitz and J. L. Walter, *J. Mater. Res.*, **2**, No. 2: 277 (1987).
4. A. A. Shcherba, *Problemy Preobrazovatel'noy Tekhniki* (1983), ch. 5, p. 59 (in Russian).
5. F. T. Parker, F. E. Spada, and A. E. Berkowitz, *Materials Lett.*, **48**: 184 (2001).
6. A. A. Shcherba, V. V. Kokorin, A. O. Perekos, L. O. Olikhovska, O. F. Boytsov, and S. M. Zakharchenko, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **29**, No. 2: 201 (2007) (in Russian).
7. G. Ye. Monastyr'sky, A. P. Shpak, Yu. M. Koval', R. Ya. Musienko, V. I. Kolomytsev, A. A. Shcherba, S. P. Zakharchenko, and T. G. Sych, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **25**, No. 6: 803 (2003) (in Ukrainian).
8. B. R. Lazarenko and N. I. Lazarenko, *Elektricheskaya Eroziya Metallov* [Electrical Erosion of Metals] (Moscow: Gosenergoizdat: 1944) (in Russian).
9. K. K. Namitkov, *Fizicheskie Osnovy Elektroiskrovoy Obrabotki Materialov* [Physical Foundation of Electrospark Material Processing] (Moscow: Nauka: 1966), p. 86 (in Russian).
10. A. G. Goloveyko, *Fizicheskie Osnovy Elektroiskrovoy Obrabotki Materialov* [Physical Foundation of Electrospark Material Processing] (Moscow: Nauka: 1966), p. 74 (in Russian).
11. M. K. Mitskevich, *Fizicheskie Osnovy Elektroiskrovoy Obrabotki Materialov* [Physical Foundation of Electrospark Material Processing] (Moscow: Nauka: 1966), p. 128 (in Russian).
12. V. I. Marusina and V. N. Filimonenko, *Poroshk. Metallurgiya*, No. 6: 10 (1984) (in Russian).
13. L. P. Fominskiy and T. V. Rovenskaya, *Poroshk. Metallurgiya*, No. 10: 7 (1984)

- (in Russian).
14. V. I. Kazekin and G. I. Rudnik, *Sovershenstvovanie Protsessov Polucheniya i Obrabotki Alyuminiya i Proizvodstva Kremniya* [Improving the Processes of Production and Processing of Aluminium and Silicon Production] (Leningrad: Izd. VAMI: 1985) (in Russian).
  15. R. A. Valiev, F. M. Gaysin, E. S. Romanov, and Yu. I. Shakirov, *Poroshk. Metallurgiya*, No. 6: 4 (1991) (in Russian).
  16. A. G. Dubovoy, A. E. Perekos, and K. V. Chuistov, *Metallofizika*, **6**, No. 5: 129 (1984) (in Russian).
  17. A. E. Berkowitz and J. L. Walter, *Mater. Sci. Eng.*, **55**, No. 2: 275 (1982).
  18. T. V. Efimova, V. P. Zalutskiy, O. I. Nosovskiy, A. E. Perekos, V. V. Polotnyuk, and K. V. Chuistov, *Metallofizika*, **15**, No. 8: 39 (1993) (in Russian).
  19. A. A. Asanov, A. D. Tsoy, A. A. Shcherba, and V. I. Kazekin, *Elektronno-Eroziionnaya Tekhnologiya Khimicheskikh Soedineniy i Poroshkov Metallov* [Electron-Erosion Technology of Chemical Compounds and Metal Powders] (Frunze: Ilim: 1990) (in Russian).
  20. K. V. Chuistov, A. E. Perekos, V. P. Zalutskiy, T. V. Efimova, V. V. Kotov, and V. V. Polotnyuk, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **17**, No. 3: 14 (1995) (in Russian).
  21. A. E. Berkowitz and J. L. Walter, *Symp. 'Sci. Technol. Rapidly Quenched Alloy' (December 1–3, 1986, Boston)* (Pittsburgh: 1986), p. 179.
  22. V. B. Karvovskiy, G. I. Rudnik, and V. I. Marusina, *Elektrofizicheskie Sposoby Polucheniya Dispersnykh Poroshkov* [Electrophysical Methods for Fabrication of Dispersed Powders] (Kyiv: 1990) (Prepr./ N.A.S. of Ukraine. Institute for Problems of Materials Sciences. No. 19, 1990) (in Russian).
  23. V. I. Marusina, G. A. Iskhakova, and Kh. M. Rakhimenyanov, *Poroshk. Metallurgiya*, No. 10: 61 (1992) (in Russian).
  24. V. I. Marusina, G. A. Iskhakova, and V. N. Filimonenko, *Poroshk. Metallurgiya*, No. 10: 75 (1992) (in Russian).
  25. J. Carrey, H. B. Radoutsky, and A. E. Berkowitz, *J. Appl. Phys.*, **95**, No. 3: 823 (2004).
  26. G. I. Rudnik, V. B. Karvovskiy, and V. I. Kazekin, *Elektroeroziionnaya Obrabotka Materialov*, No. 1: 21 (1985) (in Russian).
  27. J. L. Walter and A. E. Berkowitz, *Mater. Sci. Eng.*, **67**: 169 (1984).
  28. G. Ya. Kolbasov, A. I. Ustinov, A. A. Shcherba, A. Ye. Perekos, M. O. Danilov, N. V. Vyunova, S. N. Zakharchenko, and G. Hossbah, *J. Power Sources*, **150**: 276 (2005).
  29. L. P. Fominskiy, A. S. Myuller, M. V. Levchuk, and V. P. Tarabrina, *Poroshk. Metallurgiya*, No. 10: 17 (1989) (in Russian).
  30. L. P. Fominskiy, V. P. Tarabrina, and M. V. Levchuk, *Poroshk. Metallurgiya*, No. 10: 66 (1989) (in Russian).
  31. L. P. Fominskiy, M. V. Levchuk, and V. P. Tarabrina, *Poroshk. Metallurgiya*, No. 10: 1 (1989) (in Russian).
  32. V. A. Kim, D. N. Korotaev, and A. V. Golik, *Fizika i Khimiya Obrabotki Materialov*, No. 1: 78 (2001) (in Russian).
  33. N. N. Zolotikh, I. P. Korobova, and E. M. Strygin, *Fizicheskie Osnovy Elektroiskrovoy Obrabotki Materialov* [Physical Foundation of Electrospark Material Processing] (Moscow: Nauka: 1966), p. 63 (in Russian).
  34. S. M. Zakharchenko, A. O. Perekos, N. A. Shidlovska, A. I. Ustinov, O. F. Boytsov, and V. Z. Voynash, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **40**, No. 3: 339

- (2018) (in Russian).
35. A. I. Ustinov, A. O. Perekos, S. M. Zakharchenko, O. F. Boytsov, V. Z. Voynash, and V. P. Zalutsky, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **40**, No. 11: 1539 (2018) (in Russian).
  36. G. K. Williamson and W. H. Hall, *Acta Metal.*, **1**: 22 (1953).
  37. N. C. Halder and C. N. J. Wagner, *Acta Cryst.*, **20**: 91 (1966).
  38. A. Ustinov, L. Olikhovska, N. Budarina, and F. Bernard, *Diffraction Analysis of the Microstructure of Materials* (Eds. E. J. Mittemeijer and P. Scardi) (Springer: 2003), p. 333.