

ИССЛЕДОВАНИЕ ДВУХФАЗНОГО СОСТОЯНИЯ РАСПЛАВОВ СИСТЕМЫ Fe–Cu ПРИ ИХ ОХЛАЖДЕНИИ В ВИСКОЗИМЕТРЕ*

Филонов М.Р., д.т.н., профессор, проректор по науке и инновациям (filonov@misis.ru)

Санин В.В., инженер 1 кат. (sanin@misis.ru)

Аникин Ю.А., к.т.н., ведущий научный сотрудник НОЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» (otcm2004@mail.ru)

Костицына Е.В., к.т.н., научный сотрудник НОЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» (ek-misis@mail.ru)

Видинеев С.Н., бакалавр (ser_vid@mail.ru)

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»
(119991, Россия, Москва, Ленинский пр., 4)

Аннотация. Сплавы Fe–Cu можно охарактеризовать как систему с несмешивающимися компонентами (НК). Это утверждение основано на слабой взаимной растворимости в твердом состоянии. Кроме того, при малом содержании углерода система Fe–Cu расслаивается и в жидком состоянии. Сплавы с НК имеют простой фазовый состав из практически чистых компонентов. Данное обстоятельство определяет значительный практический интерес к ним. Определенные успехи достигнуты в технологии производства демпфирующих сплавов системы Fe–Cu–Pb. При оптимально подобранной технологии можно получить конечный продукт, сочетающий свойства чистых компонентов сплава в необходимой для практического применения пропорции. Например, в сплавах Fe–Cu диамагнитная медь обладает высокой электропроводностью и теплопроводностью, а ферромагнитное железо – повышенными по сравнению с медью прочностными характеристиками. При определенном образе организованной структуры сплава можно получить либо конечный продукт, обладающий высокой электропроводностью и теплопроводностью меди, повышенными прочностными свойствами железа, либо магнитотвердый материал с пластичностью меди. При исследовании сплавов системы железо – медь основное внимание уделялось структурным исследованиям и измерениям служебных свойств. При этом не анализировалась динамика образования макро- и микроструктуры сплавов. В настоящей работе методами высокотемпературной вискозиметрии исследовалась именно динамика образования макроструктуры твердой фазы, обогащенной железом, в процессе кристаллизации расплава при его охлаждении. Учитывая определяющее влияние скорости охлаждения расплава на размер и морфологию кристаллизующихся включений, а также значительную величину двухфазной области, особое внимание было уделено теплофизическому анализу режима измерения. Проведен анализ достоверности полученных результатов на основе теории метода измерения вязкости. Исследовано двухфазное состояние расплавов системы Fe–Cu при их охлаждении по изменению декремента затухания. Проведен анализ теплофизических процессов, протекающих при измерении декремента затухания. Установлено, что данный процесс проходит в квазиравновесных условиях и скорость охлаждения близка к нулевой. Отсутствуют градиенты температуры как по радиусу, так и по высоте. Для исследуемых составов $Fe_{50}Cu_{50}$, $Fe_{40}Cu_{60}$, $Fe_{30}Cu_{70}$ определена динамика выпадения твердой фазы.

Ключевые слова: сплавы системы Fe–Cu, несмешивающиеся компоненты, вязкость, декремент затухания, вискозиметр.

DOI: 10.17073/0368-0797-2019-11-852-859

В последнее время особое внимание уделяется разработке технологий получения сплавов или композитов железо – медь с высокой коэрцитивной силой [1 – 12]. Применяются различные технологические схемы: заковка из расплава в виде ленты [1], методы порошковой металлургии [2 – 5], электроосаждение сплавов [6], микроволновое спекание [8], импульсное электроосаждение [10]. Рассматриваются теоретические аспекты данной проблемы [7, 9, 11, 12], но при этом в литературе практически отсутствуют данные по структуре и динамике ее образования в литых сплавах Fe–Cu. Именно динамика образования структуры сплавов железо – медь в двухфазной области ($T_L - T_S$) является основным предметом исследования в данной работе.

* Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки № 11.1397.2017/ПЧ.

При анализе диаграммы состояния системы Fe–Cu (рис. 1) следует обратить внимание на две особенности системы. Во-первых, на практическое отсутствие взаимной растворимости в твердом состоянии, а по некоторым данным [13], для эквимольного состава, и в жидком. Во-вторых, на наличие в системе широкой ($T_L - T_S = 300$ °C) двухфазной области. Можно предположить, что структура этих сплавов во многом определяется процессами, проходящими при кристаллизации расплава в двухфазной области. При получении материалов из расплава методом кристаллизации на их структуру реально можно влиять через скорость охлаждения, термомеханическую обработку и легирование. Косвенные данные по динамике формирования структуры при охлаждении в двухфазной области можно получить, исследуя зависимость декремента

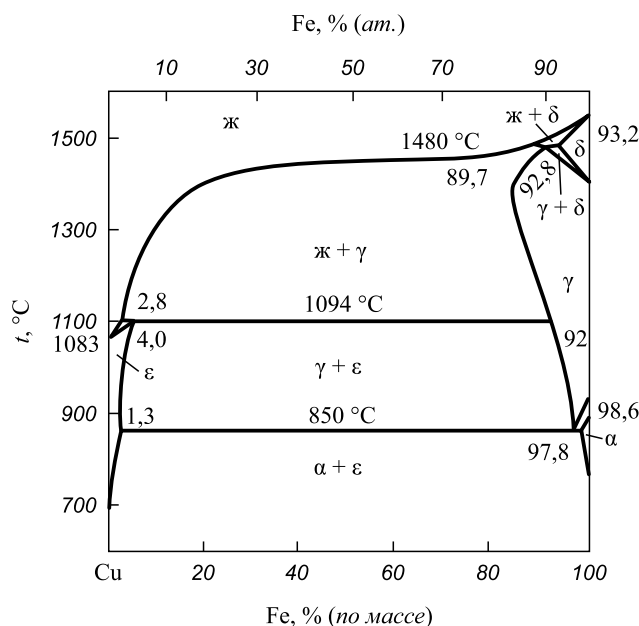


Рис. 1. Диаграмма состояния системы Fe–Cu

Fig. 1. State diagram of Fe–Cu system

затухания крутильных колебаний от температуры (при нагреве и охлаждении) в вискозиметре. Цель работы – исследовать двухфазное состояние расплавов системы Fe–Cu при их охлаждении по изменению декремента затухания.

Для исследования двухфазной области расплавов системы Fe–Cu использовался высокотемпературный вискозиметр ВИК-ВМР. Образцы для измерения предварительно приготавливались в вакуумно-индукционной печи Leybold-Heгаeus по стандартной технологии в вакууме с последующим отбором проб в кварцевые трубки [14, 15]. Контрольные образцы сплава Fe₃₀Cu₇₀ изготавливались по технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза [16, 17].

Учитывая влияние скорости охлаждения на структуру сплавов, проведен анализ теплофизических процессов, протекающих при измерении декремента затухания. В вискозиметре образец в алундовом тигле, подвешенном на вольфрамовой нити, помещался в изотермическую зону цилиндрического графитового нагревателя, окруженного тепловыми экранами. Конец вольфрамовой термопары был расположен непосредственно под днищем тигля. Распределение температуры по объему образца в зависимости от времени охлаждения получен из решения уравнения теплопроводности:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\lambda}{C} \left(\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right), \quad (1)$$

где λ – коэффициент теплопроводности; C – теплоемкость на единицу объема.

Начальное условие $T = T_0$ при $t = 0$, т. е. в начале весь образец имеет температуру T_0 .

При определении граничных условий следует учитывать, что охлаждение внутренней поверхности нагревателя и образца происходит по закону излучения Стефана–Больцмана. Однако аналитическое решение уравнения (1) предполагает охлаждение по Ньютоу. Чтобы воспользоваться аналитическим решением, проведена следующая процедура. Тепловой поток при охлаждении образца по Ньютоу равен

$$q_N = \alpha(T_s - T_h). \quad (2)$$

Тепловой поток по закону Стефана – Больцмана равен

$$q_S = \sigma(T_s^4 - T_h^4), \quad (3)$$

где α – коэффициент теплопередачи; σ – постоянная Стефана–Больцмана; T_s – температура образца; T_h – температура стенки нагревателя.

Приравняв тепловые потоки (2) и (3), получен эффективный коэффициент теплопередачи в интересующем интервале (от 1000 до 1400 °C) для температуры образца. Граничные условия имеют вид:

$$\lambda \frac{\partial T}{\partial r} = \alpha(T - T_h) \text{ для } r = R; \quad (4)$$

$$\lambda \frac{\partial T}{\partial z} = \alpha(T - T_h) \text{ для } z = L \text{ и } z = -L. \quad (5)$$

Аналитическое решение уравнения (1) с заданными начальными и граничными условиями приведено в работе [18]. Результаты расчетов показаны на рис. 2, 3. Входные параметры для расчетов: $R = 0,01$ м; $L = 0,01$ м; $C = 4,032 \cdot 10^6$ Дж/(м³·К); $\alpha = 700$ Дж/(м²·с); $\lambda = 320$ Дж/(м·с).

За счет высокой теплопроводности «медной» составляющей сплава образец быстро (за 10 – 20 с) реа-

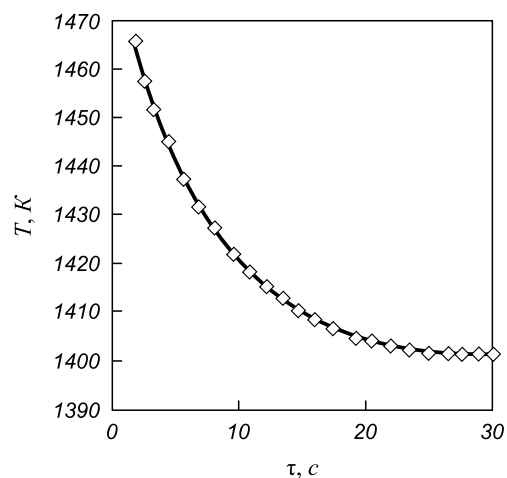


Рис. 2. Зависимость изменения температуры от времени в середине образца при его охлаждении

Fig. 2. Dependence of temperature change on time in the middle of the sample during its cooling

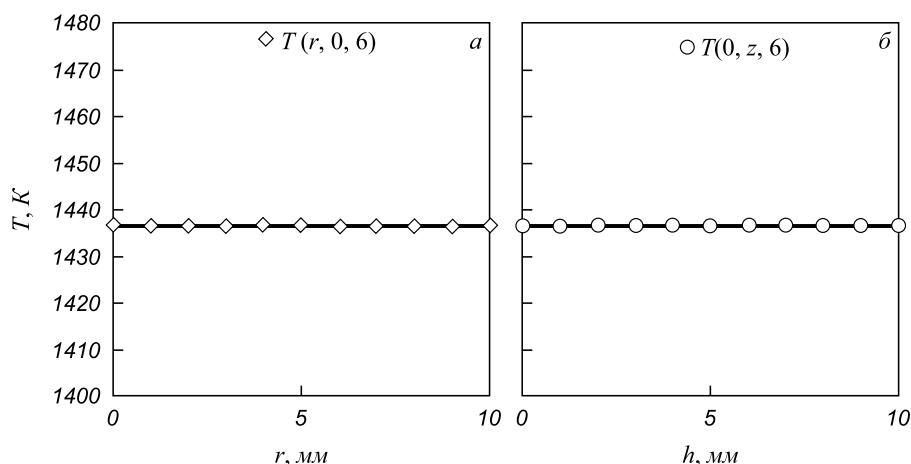


Рис. 3. Зависимость изменения температуры от радиальной координаты в середине образца (а) и высоты образца на шестой секунде охлаждения (б)

Fig. 3. Dependence of temperature change on: radial coordinate in the middle of the sample (a) and height of the sample at the 6th second of cooling (b)

гирует на изменение температуры в печи (см. рис. 2). Иными словами, темп охлаждения задает тепловая инерция печи. Опытным путем установлено, что время, необходимое для достижения теплового равновесия при уменьшении температуры на 10 – 20 °С, составляет 10 – 15 мин. Следовательно процесс измерения декремента затухания проходит в квазиравновесных условиях и скорость охлаждения близка к нулевой [12]. Отсутствуют градиенты температуры как по радиусу, так и по высоте (см. рис. 3), т. е. процесс появления твердой фазы при охлаждении проходит с равной вероятностью по всему объему образца.

Эксперименты по измерению декрементов затухания проводились в режиме охлаждения от температур выше T_L , через температуру ликвидус, далее в двухфазной области ($T_L < T < T_S$) до полного затвердевания образца (см. рис. 1). Температуру снижали на 10 – 20 °С после каждого измерения и выдерживали 10 – 15 мин, что обеспечивало квазиравновесный режим охлаждения образца и измерения декремента затухания. Исследовались образцы, содержащие Cu, % (вес.): 50, 60, 70, 80, 90. Результаты измерений показаны на рис. 4.

Температурные зависимости декрементов затухания для всех исследованных сплавов имеют максимум в области температуры ликвидус. В работе [19] проводились систематические исследования температурных зависимостей декрементов затухания для аморфизирующихся расплавов на основе Fe–В и Co–В и были получены кривые аналогичной формы. Исходя из этого, левая (низкотемпературная) ветвь температурной зависимости декремента определяется динамикой кристаллизации расплава в двухфазной области. Основываясь на теории метода измерения вязкости путем регистрации декремента и периода затухания крутильных колебаний тигля с расплавом [20], можно достаточно строго доказать данное утверждение.

Центральное место в теории метода занимает функция трения, полученная автором работы [20] в результате решения уравнения Новье – Стокса:

$$L = -4\pi\eta R^2 H \beta \frac{J_2(\beta)}{J_1(\beta)} + 8\pi R^2 \frac{k^2}{v^2} \sum_n \frac{th(\theta_n H)}{\mu_n^2 \theta_n^3}, \quad (6)$$

где J_1 и J_2 – функции Бесселя первого и второго рода;

$$k = \frac{\delta}{\tau} + i \frac{2\pi}{\tau} \beta = R \sqrt{\frac{k}{v}} \theta_n^2 = \mu_n^2 - \frac{k}{v}, \quad (7)$$

где H – высота образца; R – радиус образца; v – кинематическая вязкость; η – динамическая вязкость; μ_n – характеристические числа.

Характеристические числа определяются из уравнения $J_1(\mu_n R) = 0$.

Функция трения является комплексной:

$$L(v) = \text{Re}[L(v)] + i \text{Im}[L(v)] = L1(v) + L2(v)i. \quad (8)$$

Из теории метода следует, что если составить функции

$$F(v) = L1(v) + \frac{\delta}{2\pi} L2(v) C(v) = 2K \left(\frac{\delta}{\tau} - \frac{\delta_0}{\tau_0} \right), \quad (9)$$

где δ – декремент затухания колебаний; τ – период колебаний, то вязкость рассчитывается как корень неявного уравнения

$$P(v) = F(v) - C(v) = 0. \quad (10)$$

Функция F имеет куполообразную зависимость от вязкости, а функция C зависит от декремента затухания и параметров подвески (рис. 5).

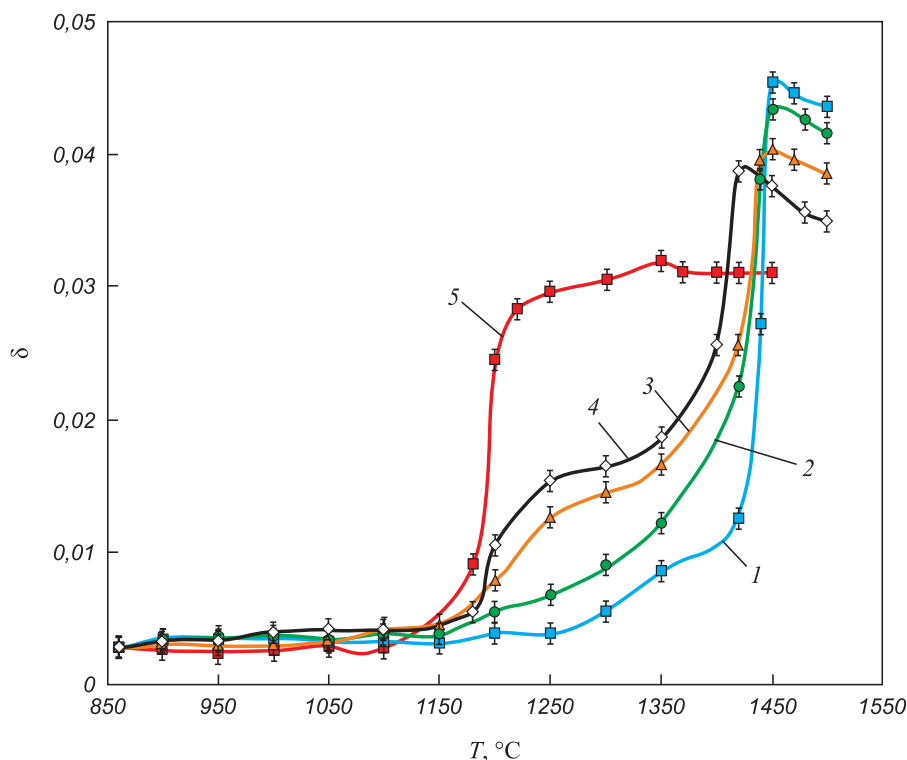


Рис. 4. Декременты затухания сплавов Fe–Cu:
1 – Cu₅₀/Fe₅₀; 2 – Cu₆₀/Fe₄₀; 3 – Cu₇₀/Fe₃₀; 4 – Cu₈₀/Fe₂₀; 5 – Cu₉₀/Fe₁₀

Fig. 4. Damping decrements of Fe–Cu alloys:
1 – Cu₅₀/Fe₅₀; 2 – Cu₆₀/Fe₄₀; 3 – Cu₇₀/Fe₃₀; 4 – Cu₈₀/Fe₂₀; 5 – Cu₉₀/Fe₁₀

Точки пересечения кривых определяют значения кинематической вязкости расплава, соответствующие измеренной величине декремента затухания. Если расплав слабовязкий, то выбирается левая точка пересечения (см. рис. 5), если сильновязкий, то правая точка. Ко-

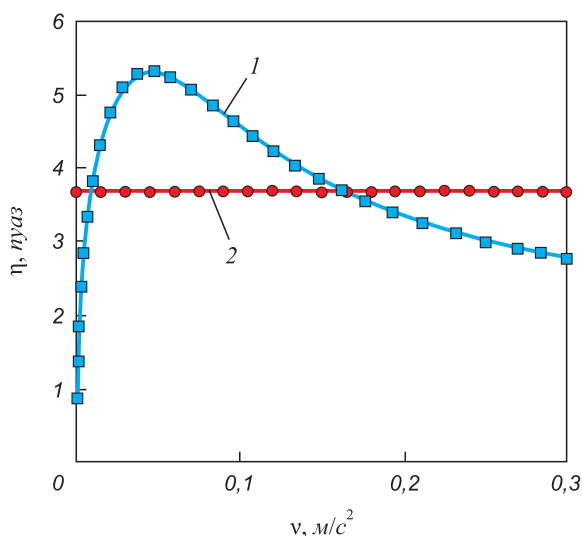


Рис. 5. Зависимость функций F и C от вязкости:
1 – $F(\nu)$; 2 – $C(\nu)$

Fig. 5. Dependence of F and C functions on viscosity:
1 – $F(\nu)$; 2 – $C(\nu)$

да функция $C(\nu)$ только касается максимума функции $F(\nu)$, то величина декремента затухания, определяющая функцию $C(\nu)$, является максимально возможной для данных параметров установки. Понятие максимального декремента затухания вытекает из цилиндрической симметрии гидродинамической задачи (4). При малых значениях вязкости в круговом колебательном движении участвует узкий слой у стенки тигля. Увеличение вязкости приводит к увеличению толщины слоя и, соответственно, росту декремента затухания. Когда толщина слоя сравнима с радиусом тигля, декремент достигает максимального значения и дальнейшее увеличение вязкости приводит к уменьшению декремента вплоть до δ_0 (нулевой декремент затухания подвесной системы без жидкости). Такая картина полностью не реализуется на одном веществе в одном эксперименте. Однако существуют композиции (в частности некоторые аморфизирующие расплавы [19]), на которых в одном эксперименте наблюдается переход от слабо вязкого к средне вязкому состоянию в области максимума функции $F(\nu)$ (см. рис. 5).

Если на политермах декремента затухания есть максимум, то возможны три варианта объяснения данного факта. Первое – вязкость начинает уменьшаться с уменьшением температуры после максимума (левая ветвь кривых, см. рис. 4), но вязкость всегда растет с уменьшением температуры. Второе – вязкость рас-

плава в области максимума декрементов из слабо вязкого состояния переходит в средне вязкое (кривая $F(v)$, см. рис. 5). Однако максимальное значение декремента затухания зависит от параметров установки (в основном от радиуса тигля) и вычисляется по теории метода касанием кривой $C(v)$ максимума кривой $F(v)$. Максимальное значение декремента для данных условий измерения $\delta_{\max} = 0,36$. Измеренные максимальные декременты существенно ниже этого значения (см. рис. 4). Следовательно, форма политерм декрементов определяется не изменением вязкости. Третье – температуры максимумов декрементов соответствуют температурам ликвидус исследованных расплавов и уменьшение декрементов (левые ветви кривых, см. рис. 4) вызывается гидродинамическими факторами, не связанными с вязкостью расплава и определяемыми появлением твердой фазы в двухфазной области.

Выпадение твердой фазы на стенках тигля в начале затвердевания могло бы привести к росту твердой корки и уменьшению эффективного радиуса столба остающейся жидкости, но это противоречит выводам теплофизического анализа, проведенного ранее (см. рис. 3) – твердая фаза может выпадать по всему объему тигля с равной вероятностью. Если воспользоваться правилом рычага для диаграммы состояния (см. рис. 1), то можно оценить динамику выпадения твердой фазы в расплавах Fe–Cu. Температура ликвидус на диаграмме слабо зависит от состава в интервале концентраций меди от 20 до 80 % (вес.). Поэтому для исследуемых составов $\text{Fe}_{50}\text{Cu}_{50}$, $\text{Fe}_{40}\text{Cu}_{60}$, $\text{Fe}_{30}\text{Cu}_{70}$ динамику выпадения твердой фазы можно определить следующим образом. Доля твердой фазы при $T_L - 10^\circ\text{C}$: 37, 25, 12,5 % соответственно. Доля твердой фазы при T_S : 50, 40, 30 % соответственно. Поскольку сплавы $\text{Fe}_{20}\text{Cu}_{80}$, $\text{Fe}_{10}\text{Cu}_{90}$ находятся на резко уменьшающейся с составом кривой T_L , то для них доля твердой фазы при температуре ликвидус равна нулю, а при температуре солидус – 20 и 10 % соответственно.

Резкое выпадение ощутимого количества твердой фазы в узком температурном интервале ($T_L > T > T_L - 10^\circ\text{C}$) для сплавов с 50, 60 и 70 % меди приводит к уменьшению декрементов затухания до величин, близких к δ_0 (см. рис. 4). Это не характерно для подобных сплавов, особенно для сплава $\text{Fe}_{30}\text{Cu}_{70}$, для которого даже при температуре, близкой к солидусу, доля жидкой фазы составляет около 70 % и, следовательно, потери на вязкое трение ощутимы при затухании крутильных колебаний. Резкое падение декрементов с уменьшением температуры от T_L до $T_L - 20^\circ\text{C}$ (см. рис. 5) связано не столько с самим фактом выпадения некоторого количества твердой фазы, сколько с ее морфологией и макроструктурой.

Проанализируем политерму декремента затухания сплава $\text{Fe}_{10}\text{Cu}_{90}$ (см. рис. 4). При охлаждении в температурном интервале от 1350°C (T_L) до 1200°C выпадает от 0 до 5 % твердой фазы. Если бы кристаллизация

происходила с образованием множества частиц новой фазы, равномерно распределенных по всему объему тигля, то система представляла собой суспензию с вязкостью, определяемой формулой А. Эйнштейна $\eta = \eta_0(1 + 2,5\phi)$ для частиц сферической формы [20]. Для эллипсоидов (в зависимости от отношения длин осей) коэффициент при ϕ (объемная доля) может достигать значения 13,6 [5]. Однако частицы имеют не сферическую или эллипсоидную форму, так как в этом случае расплав в виде суспензии оставался бы слабо вязким и декремент увеличивался бы с уменьшением температуры (левая ветвь кривой $F(v)$, рис. 6) за счет увеличения η_0 и ϕ . Этого не наблюдается – декремент затухания для сплава $\text{Fe}_{10}\text{Cu}_{90}$ уменьшается в интервале температур $1350 - 1200^\circ\text{C}$. Такое поведение декремента, сопровождающееся ростом вязкости, характерно для сильновязких жидкостей (правая ветвь кривой $F(v)$, см. рис. 6). Видимо твердая фаза выпадает в виде длинных и тонких образований (нитей) с получением суспензий, схожих с жидкими кристаллами, но только вместо длинных молекул присутствуют жгутики твердой фазы. Суспензии с такого рода частицами, включая жидкие кристаллы, автор работы [6] относит к сильно вязким. При охлаждении ниже 1200°C концентрация «нитей» достигает критического значения, они начинают образовывать жесткий каркас или трехмерную сеть, и суспензия превращается в единое целое, а декремент резко уменьшается до δ_0 (см. рис. 5).

Для дополнительной проверки данного предположения проведено два эксперимента. Детально измерены декременты затухания сплава $\text{Fe}_{30}\text{Cu}_{70}$ в режиме нагрева и охлаждения (рис. 7). Также проведен нагрев

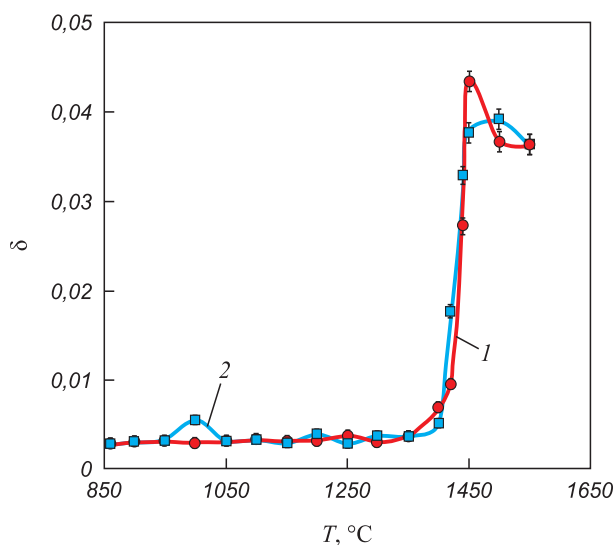


Рис. 6. Температурная зависимость декремента затухания сплава $\text{Fe}_{30}\text{Cu}_{70}$ в режиме нагрева и охлаждения:
1 – нагрев; 2 – охлаждение

Fig. 6. Temperature dependence of the damping decrement of $\text{Fe}_{30}\text{Cu}_{70}$ alloy in mode of heating and cooling:
1 – heating; 2 – cooling

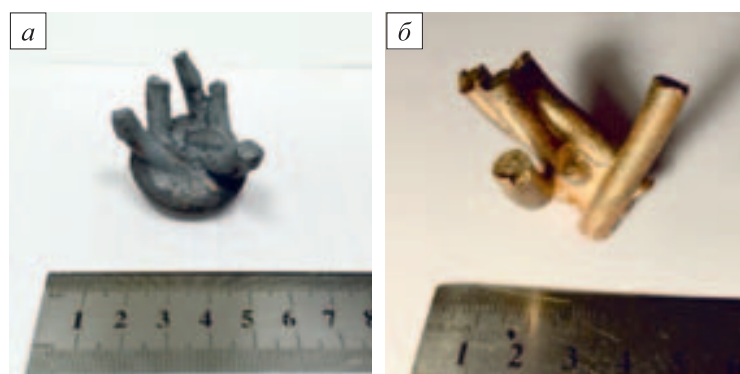


Рис. 7. Образцы сплава $\text{Fe}_{70}\text{Cu}_{30}$ после нагрева до температуры 1200°C в открытой атмосфере (печь Таммана) (а) и в контролируемой атмосфере (б)

Fig. 7. Samples of $\text{Fe}_{70}\text{Cu}_{30}$ alloy after heating to a temperature of 1200°C in open atmosphere (Tamman furnace) (a) and in controlled atmosphere (b)

образцов сплава в печи Таммана (открытая атмосфера) и вакуумно-индукционной печи (контролируемая атмосфера) до температуры 1200°C с целью изучения способности образцов держать форму (см. рис. 7).

До температуры 1400°C в режиме нагрева образец ведет себя как твердое тело (см. рис. 6). Дальнейший нагрев до T_L приводит к быстрому проявлению свойств жидкости, и после T_L образец переходит в чисто жидкое состояние. При последующем охлаждении в интервале температур от T_L до 1400°C образуется жесткий каркас и образец ведет себя как твердое тело. После нагрева до 1200°C начальная форма образцов сохраняется, несмотря на то, что при 1200°C они состояли на 75 % из жидкой фазы (см. рис. 7). Последнее свидетельствует о достаточной прочности каркаса из обогащенной железом фазы. Следует отметить небольшую степень оплавления образцов, нагревавшихся в открытой атмосфере, что связано с процессами окисления.

Выводы. Формирование столь нетипичной структуры требует подтверждения микроструктурными исследованиями, методами электронной микроскопии и рентгенофазового анализа. Кроме того, интересно ответить на вопрос, почему кристаллизация системы Fe–Cu протекает именно по такому механизму. С точки зрения практики задача получения сплавов на основе Fe–Cu с необходимыми служебными свойствами через формирование нужной структуры является достаточно сложной именно из-за такого нетипичного вида базовой структуры.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Xiaohong Y., Cunhong J., Juntao Z., Xianhui W. Preparation and characterization of CuFe alloy ribbons // *Rare Metal Materials and Engineering*. 2015. Vol. 44. No. 12. P. 2949 – 2953.
- Bachmaier A., Kerber M., Setman D., Pippan R. The formation of supersaturated solid solutions in Fe–Cu alloys deformed by high-pressure torsion // *Acta Materialia*. 2012. Vol. 60. No. 3. P. 860 – 871.
- Alami A.H., Alketbi A., Almheiri M. Synthesis and microstructural and optical characterization of Fe–Cu metastable alloys for enhanced solar thermal absorption // *Energy Procedia*. 2015. Vol. 75. P. 410 – 416.
- Lucas F.M., Trindade B., Costa B., Caer G.Le. Mechanical alloying of Fe–Cu alloys from as-received and premilled elemental powder mixtures // *Key Engineering Materials*. 2002. Vol. 230 – 232. P. 631 – 634.
- Alami A.H., Zhang D., Aoka C., Abed J. Influence of magnetic field on the mesoporous structure of Fe–Cu compounds in dye-sensitized photovoltaic Cells // *Energy Procedia*. 2016. Vol. 65. P. 389 – 398.
- Barthem V.M., Noce R.D., Mocedo W.A., Givord D. Magnetic properties of electrodeposited Fe-poor Fe–Cu alloys // *Brazilian Journal of Physics*. 2009. Vol. 39. No. 1A. P. 178 – 185.
- Blackstok J.J., Ackland G.J. Phase transitions of copper precipitates in Fe–Cu alloys // *Philosophical magazine A*. 2001. Vol. 81. P. 2127 – 2148.
- Annamalai R., Upadhyaya A., Agrawal D. An investigation on microwave sintering of Fe, Fe–Cu and Fe–Cu–C alloys // *Bull. Mater. Sci.* 2013. Vol. 36. No. 3. P. 447 – 456.
- Liu J.Z., Van de Walle A., Ghosh G., Asta M. Structure, energetics, and mechanical stability of Fe–Cu BCC alloys from first-principles calculations // *Physical Review B*. 2005. Vol. 72. No. 14. P. 144109.
- Noce R.D., Gomes O.D.M., de Magalhães S.D., Wolf W. Magnetic properties of Fe–Cu alloys prepared by pulsed electrodeposition // *Journal of Applied Physics*. 2009. Vol. 106. No. 9. P. 093907.
- Mashimo T., Huang X., Fan X., Koyam K. Slater-Pauling curve of Fe–Cu solid solution alloys // *Physical Review B*. Vol. 66. No. 13. P. 132407.
- Ursev V.N., Mirzaev D.A., Yakovleva I.L. Transformation of austenite in Fe–Cu alloys. I: Kinetics of the transformation // *The Physics of Metals and Metallography*. 2008. Vol. 105. Issue 3. P. 298 – 304.
- Авраамов Ю.С., Шляпин А.Д. Новые композиционные материалы на основе несмешивающихся компонентов: получение, структура, свойства. – М.: МГИУ, 1999. – 206 с.
- Nayana N., Murtya N., Ahay K. etc. Processing and characterization of Al–Cu–Li alloy AA2195 undergoing scale up production through the vacuum induction melting technique // *Materials Science and Engineering: A*. 2013. Vol. 576. P. 21 – 28.
- Mittler T., Gresha T., Feistlea M. etc. Fabrication and processing of metallurgically bonded copper bimetal sheets // *Journal of Materials Processing Tech.* 2019. Vol. 263. P. 33 – 41.
- Sanin V.V., Anikin Yu. A., Yuhvid V. I., Filonov M. R. Structural heredity of alloys produced by centrifugal SHS: influence of remelting temperature // *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*. 2015. Vol. 24. No. 4. P. 210 – 214.
- Sanin V.V., Filonov M.R., Yuhvid V.I., Anikin Y.A. Structural investigation of 70Cu/30Fe based cast alloy obtained by combined use of centrifugal casting-SHS process and forging // *MATEC Web of Conferences*. 2017. Vol. 129. P. 1 – 4.

18. Лыков А.В. Теория теплопроводности. – М.: Высшая школа, 1966. – 597 с.
19. Филонов М.Р., Аникин Ю.А., Левин Ю.Б. Теоретические основы производства аморфных и нанокристаллических сплавов методом сверхбыстрой закалки. – М.: МИСиС, 2006. – 357 с.

20. Швидковский Е.Г. Некоторые вопросы вязкости расплавленных металлов. – М.: ГИТТЛ, 1955. – 206 с.

Поступила в редакцию 2 апреля 2019 г.

После доработки 26 сентября 2019 г.

Принята к публикации 18 октября 2019 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2019. Vol. 62. No. 11, pp. 852–859.

TWO-PHASE STATE OF THE MELTS OF Fe–Cu SYSTEM DURING THEIR COOLING IN A VISCOMETER

M.R. Filonov, V.V. Sanin, Yu.A. Anikin, E.V. Kostitsyna, S.N. Vidineev

National University of Science and Technology “MISIS” (MISIS), Moscow, Russia

Abstract. Alloys Fe–Cu can be characterized as a system with immiscible components (IC). This statement is based on a weak mutual solubility in the solid state. In addition, with low carbon content, the Fe–Cu system is also stratified in the liquid state [1]. Alloys with IC have a simple phase composition of almost pure components. This determines a significant practical interest in these alloys. Certain successes have been achieved in the technology of manufacturing damping alloys of the Fe–Cu–Pb system. With optimally selected technology for their preparation, it is possible to obtain the final product combining the properties of pure alloy components in the proportion required for practical application. For example, in Fe–Cu alloys, diamagnetic copper has high electrical conductivity and thermal conductivity, and ferromagnetic iron has enhanced strength characteristics compared to copper. When structure of the alloy is organized in a certain way, it is possible to obtain either a final product with high electrical conductivity and thermal conductivity of copper, enhanced strength properties of iron, or – a hard magnetic material with ductility of copper. The iron-copper system alloys were considered in [2 – 13], in which the main attention was paid to structural studies and measurements of service properties. At the same time, the dynamics of macro- and microstructure formation of alloys were not analyzed. In the present work, it was the dynamics of macrostructure formation of the solid phase enriched with iron in process of crystallization of the melt during its cooling that was studied using high-temperature viscometry. Considering the final influence of the melt cooling rate on the size and morphology of crystallizing inclusions, and a significant amount of the two-phase area, special attention was paid to thermophysical analysis of the measurement mode. Analysis of reliability of the results obtained was made by the method of viscosity measuring. Phase state of the melts of Fe–Cu system was investigated during cooling by changing the damping factor. The analysis of thermophysical processes occurring in the measurement of the damping factor was carried out. It has been established that the process of measuring the damping decrement takes place under quasi-equilibrium conditions and the cooling rate is close to zero. There are no temperature gradients, both in radius and in height. For compositions Fe₅₀Cu₅₀, Fe₄₀Cu₆₀, Fe₃₀Cu₇₀ the dynamics of precipitation of the solid phase were determined.

Keywords: Fe–Cu system alloys, immiscible components, viscosity, damping factor, viscometer.

DOI: 10.17073/0368-0797-2019-11-852-859

REFERENCES

1. Xiaohong Y., Cunhong J., Juntao Z., Xianhui W. Preparation and characterization of CuFe alloy ribbons. *Rare Metal Materials and Engineering*. 2015, vol. 44, no 12, pp. 2949–2953.
2. Bachmaier A., Kerber M., Setman D., Pippan R. The formation of supersaturated solid solutions in Fe–Cu alloys deformed

by high-pressure torsion. *Acta Materialia*. 2012, vol. 60, no 3, pp. 860–871.

3. Alami A.H., Alketbi A., Almheiri M. Synthesis and microstructural and optical characterization of Fe–Cu metastable alloys for enhanced solar thermal absorption. *Energy Procedia*. 2015, vol. 75, pp. 410–416.
4. Lucas F.M., Trindade B., Costa B., Caer G.Le. Mechanical alloying of Fe–Cu alloys from as-received and premilled elemental powder mixtures. *Key Engineering Materials*. 2002, vol. 230-232, pp. 631–634.
5. Alami A. H., Zhang D., Aoka C., Abed J. Influence of magnetic field on the mesoporous structure of Fe–Cu compounds in dye-sensitized photovoltaic cells. *Energy Procedia*. 2016, vol. 65, pp. 389–398.
6. Barthem V.M., Noce R.D., Mocedo W.A., Givord D. Magnetic properties of electrodeposited Fe-poor Fe–Cu alloys. *Brazilian Journal of Physics*. 2009, vol. 39, no. 1A, pp. 178–185.
7. Blackstok J.J., Ackland G.J. Phase transitions of copper precipitates in Fe–Cu alloys. *Philosophical magazine A*. 2001, vol. 81, pp. 2127–2148.
8. Annamalai R., Upadhyaya A., Agrawal D. An investigation on microwave sintering of Fe, Fe–Cu and Fe–Cu–C alloys. *Bull. Mater. Sci.* 2013, vol. 36, no 3, pp. 447–456.
9. Liu J.Z., Van de Walle A., Ghosh G., Asta M. Structure, energetics, and mechanical stability of Fe–Cu BCC alloys from first-principles calculations. *Physical Review B*. 2005, vol. 72, no. 14, pp. 144109.
10. Noce R. D., Gomes O. D. M., de Magalhães S. D., Wolf W. Magnetic properties of Fe–Cu alloys prepared by pulsed electrodeposition. *Journal of Applied Physics*. 2009, vol. 106, no. 9, pp. 093907.
11. Mashimo T., Huang X., Fan X., Koyam K. Slater-Pauling curve of Fe–Cu solid solution alloys. *Physical Review B*. vol. 66, no. 13, pp.132407.
12. Ursev V.N., Mirzaev D.A., Yakovleva I.L. Transformation of austenite in Fe–Cu alloys. I: Kinetics of the transformation. *The Physics of Metals and Metallography*. 2008, vol. 105, no 3, pp. 298–304.
13. Avraamov Yu.S., Shlyapin A.D. *Novye kompozitsionnye materialy na osnove nesmeshivayushchikhsya komponentov: poluchenie, struktura, svoistva* [New composite materials based on immiscible components: production, structure, properties]. Moscow: MGIU, 1999, 206 p. (In Russ.).
14. Nayana N., Murtya N., Ahay K., Pant Jh.B., Sharma S.C., George K.M., Sastry G.S. Processing and characterization of Al–Cu–Li alloy AA2195 undergoing scale up production through the vacuum induction melting technique. *Materials Science and Engineering: A*. 2013, vol. 576, pp. 21–28.
15. Mittler T., Gresha T., Feistlea M., Krimminger M., Hofmann U., Riedle J., Golle R., Volk W. Fabrication and processing of metallurgically bonded copper bimetal sheets. *Journal of Materials Processing Technology*. 2019, vol. 263, pp. 33–41.
16. Sanin V.V., Anikin Yu. A., Yuxhvid V. I., Filonov M. R. Structural heredity of alloys produced by centrifugal SHS: influence of remelting temperature. *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*. 2015, vol. 24, no. 4, pp. 210–214.
17. Sanin V.V., Filonov M. R., Yuxhvid V.I. and Anikin Y.A. Structural investigation of 70Cu/30Fe based cast alloy obtained by combined

use of centrifugal casting-SHS process and forging. *MATEC Web of Conferences*. 2017, vol. 129, pp. 1–4.

18. Lykov A.V. *Teoriya teploprovodnosti* [Theory of heat conduction]. Moscow: Vysshaya shkola, 1966, 597 p. (In Russ.).
19. Filonov M.R., Anikin Yu.A., Levin Yu.B. *Teoreticheskie osnovy proizvodstva amorfnykh i nanokristallicheskh splavov metodom sverkhbystroj zakalki* [Theoretical basis for the production of amorphous and nanocrystalline alloys by ultrafast quenching]. Moscow: MISiS, 2006, 327 p. (In Russ.).
20. Shvidkovskii E.G. *Nekotorye voprosy вязкости расплавленных металлов* [Some of the issues of viscosity of molten metals]. Moscow: GITTL, 1955, 206 p. (In Russ.).

Funding. The work was performed as part of the state task of the Ministry of Education and Science no. 11.1397.2017/PC.

Information about the authors:

M.R. Filonov, Dr. Sci. (Eng.), Professor, Vice Rector for Research and Innovation (filonov@misis.ru)

V.V. Sanin, Engineer 1 cat. (sanin@misis.ru)

Yu.A. Anikin, Cand. Sci. (Eng.), Leading Researcher of the Scientific and Educational Center “Nanomaterials and Nanotechnologies” (otcm2004@mail.ru)

E.V. Kostitsyna, Cand. Sci. (Eng.), Research Associate of the Scientific and Educational Center “Nanomaterials and Nanotechnologies” (ek-misis@mail.ru)

S.N. Vidineev, Bachelor

Received April 2, 2019

Revised September 26, 2019

Accepted October 18, 2019