

А. Ф. Дресвянников, М. Е. Колпаков, В. Н. Доронин

ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СВОЙСТВА ОБЪЕМНЫХ ОБРАЗЦОВ СИСТЕМЫ Al-Fe-Ni, ПОЛУЧЕННЫХ SPS-МЕТОДОМ

Ключевые слова: железо, алюминий, никель, искровое плазменное спекание, элементный и фазовый анализ.

Исследован элементный и фазовый состав объемных образцов, полученных методом искрового плазменного спекания дисперсных предшественников, содержащих элементные алюминий, железо и никель, их изменение по глубине.

Keywords: iron, aluminum, nickel, spark plasma sintering, elemental and phase analysis.

The elemental and phase analysis and its distribution on the depth of containing aluminum, iron, nickel, bulk samples, obtained by spark plasma sintering of disperse precursors, has been investigated.

Сплавы и композиционные материалы на основе интерметаллидов алюминия и d-металлов обладают высоким потенциалом в плане стойкости к высокотемпературной коррозии и коррозии в серосодержащих средах. Эти материалы могут быть получены разными методами, в том числе путем консолидации дисперсных систем, содержащих алюминий и d-металлы. Дисперсные системы также могут быть получены разными способами, одним из которых является электрохимический способ [1]. По данному способу предшественники получают путем электрохимического осаждения железа и никеля на дисперсную алюминиевую подложку [2].

Проводили компактирование образцов полученных электрохимическим способом дисперсных систем с помощью искрового плазменного спекания в графитовой пресс-форме на установке 10-3, Thermal Technology LLC (Santa Rosa, California) при давлении 60 МПа, температуре 1200°C, вакуум 10^{-2} Па, время спекания - 30 мин.

Далее образцы исследовали рентгенофлуоресцентным и рентгенофазовым методами анализа на установках D2 PHAZER, Bruker; CYP-02 Реном ФВ, на предмет получения информации о фазовом и элементном составе. Результаты рентгенографического анализа подтверждали независимыми измерениями на дифрактометре ДРОН-7 с использованием программного продукта MAUD. Кроме того, с помощью микротвердомера Shimadzu HNMV-2 измеряли твердость образцов по Виккерсу. Для анализа распределения содержания фаз по глубине перед каждым измерением проводили последовательное удаление слоев материала путем механического шлифования на станке Meta Serv 250 (Buehler).

Дисперсный образец-предшественник, полученный электрохимическим путем, имеет состав, % масс.: Al – 7,0; Fe – 83,5; Ni – 9,5.

Полученные экспериментальные данные представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты исследования компактных образцов системы Al-Fe-Ni

Глубина слоя на расстоянии от исходной поверхности, мкм	Содержание фаз, % масс. (ОКР, нм)				Микротвердость HV _{0.2}
	Металлическая и/или интерметаллическая фаза	Карбиды I	Карбиды II	Al/ α -Al ₂ O ₃	
-100	79,7 (18)	1,0 (24)	9,4 (25)	10,0 (150)	625
-300	74,0 (26)	0,7 (30)	15,4 (24)	9,9 (130)	550
-550	75,0 (27)	1,5 (38)	12,5 (26)	11,0 (200)	590

Очевидно, что оксидная (α -Al₂O₃) и карбидная фазы, расположены по направлению от поверхности к центру образца в убывающем по количественному содержанию порядке, при этом металлическая фаза представлена твердым раствором алюминия в железе, алюминидом Ni_{0,58}Al и интерметаллидом Fe_{10,8}Ni. Плотность исследуемого объекта составляет 6,67 г/см³, после удаления поверхностного слоя толщиной в 550 мкм - 6,43 г/см³. Твердость по Виккерсу падает в направлении от поверхности к центру образца, однако стабилизируется после удаления слоя толщиной в 300 мкм (таблица 1). Это свидетельствует о концентрировании карбидов и оксидов преимущественно в приповерхностных слоях компактного образца, что и подтверждается результатами рентгенофазового анализа. Таким образом, полученные электрохимическим способом предшественники, представляющие собой твердый раствор элементных металлов, могут в процессе спекания образовывать интерметаллиды разного фазового состава.

Варьирование параметров электрохимического синтеза позволяет обеспечить различное регулируемое соотношение фаз, при котором выход интерметаллидов при SPS-спекании может достигать более 95-97%. Удаление конденсированной, капиллярной, адсорбированной и, по возможности, химически связанной воды позволит снизить содержание оксидной фазы <0,5%. Замена материала формы для спекания на не содержащий углерод позволит снизить содержание карбидных фаз до долей процента.

Согласно данным рентгеновского анализа в состав объемного образца входят карбидные фазы I: $\text{AlFe}_3\text{C}_{0.5}$ и $\text{AlFe}_3\text{C}_{0.69}$. Возможно также присутствие карбидных фаз II: $\text{AlNi}_3\text{C}_{0.29}$, $\text{AlNi}_3\text{C}_{0.33}$, $\text{AlNi}_3\text{C}_{0.5}$. Они образуются в результате диффузии углерода в металлическую фазу с последующим взаимодействием с ней.

Работа выполнена на оборудовании ЦКП «Наноматериалы и нанотехнологии» при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по

приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы», ГК № 16.552.11.7060.

Литература

1. Дресвянников А.Ф., Колпаков М.Е. // Журн. физ. химии. 2006. Т.80, №2. С.321-326.
2. Колпаков, М.Е., А.Ф. Дресвянников // Вестник Казанского технологического университета, 2011. – №5. – С.292-296.

© А. Ф. Дресвянников – д-р хим. наук, проф. каф. аналитической химии, сертификации и менеджмента качества КНИТУ, alfedr@kstu.ru; М. Е. Колпаков - канд. хим. наук, доц. той же кафедры; В. Н. Доронин - вед. инженер Центра коллективного пользования «Нанотехнологии и наноматериалы» КНИТУ.