

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

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

Ключевые слова: железо, алюминий, вольфрам, 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 вольфрам, изменение их концентрации по глубине и фазовый состав.

Keywords: iron, aluminum, tungsten, spark plasma sintering (SPS), elemental and phase analysis

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

Сплавы на основе алюминидов железа относятся к новому классу особолегких перспективных конструкционных материалов, предназначенных для работы при температурах до 680°C, превышающих рабочие температуры эксплуатации титановых суперсплавов. 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 осаждения металлов из водных растворов [1]. По данному способу предшественники компактных образцов системы Al-Fe-W получают путем электрохимического соосаждения железа и вольфрама на дисперсную алюминиевую подложку [2]. Вольфрам позволяет повысить жаростойкость и механические свойства компактных материалов. Он имеет самую высокую температуру плавления среди всех химических элементов, кроме углерода.

Компактирование образцов, полученной электрохимическим способом дисперсной системы Al-Fe-W, проводили с помощью искрового плазменного спекания в графитовой пресс-форме на установке 10-3, Thermal Technology LLC (Santa Rosa, California) при давлении P 60 МПа, T 1200 °C, вакуум 10⁻² Па, время спекания - 30 мин.

Далее образцы исследовали рентгенофлуоресцентным и рентгенофазовым методами анализа на установках D2 PHAZER, Bruker и 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 HNV-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).

Экспериментально установлено, что дисперсный образец-предшественник, полученный электрохимическим путем, имеет элементный состав, % масс.: Al - 14,0, Fe - 83,0, W - 3,0.

Полученные экспериментальные данные исследования компактных образцов на основе системы Al-Fe-W представлены в таблице 1.

Таблица 1 - Результаты исследования компактных образцов системы Al-Fe-W

Глубина слоя на расстоянии от исходной поверхности, мкм	Содержание фаз, % масс. (ОКР, нм)				Микротвердость HV _{0.2}
	Группа интерметаллических фаз I	Группа интерметаллических фаз II	Карбиды	Al/α-Al ₂ O ₃	
0	29,5 (22,5)	27,4 (20)	14,9 (22)	26,6 (150)	680
-100	29,5 (22,5)	27,4 (20)	14,9 (22)	26,6 (150)	680
-200	40,3 (20)	26,3 (22)	15,5 (20)	18,0 (140)	540
-450	42,3 (19)	33,7 (21)	6,3 (25)	17,6 (140)	538

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 может быть представлена двумя альтернативными вариантами смесей интерметаллидов: I группа – AlFe₃, AlFe, Al_{0,4}Fe_{0,6}, Fe_{0,95}W_{0,05}, возможно присутствие этих компонентов в виде твердого раствора в железе; II группа – преимущественно алюминидом Fe_{5,3}Al_{7,7} ≈70% масс. и интерметаллидами AlFe₂, Al_{5,6}Fe₂, составляющими в совокупности ≈30% масс. Плотность исследуемого объекта составляет 6,35 г/см³, а после удаления поверхностного слоя толщиной в 550 мкм - 6,45 г/см³. Твердость по Виккерсу падает в направлении от поверхности к центру образца, однако стабилизируется после удаления поверхностного слоя толщиной в 200 мкм (таблица 1). Это свидетельствует о концентрировании карбидов и оксидов, обеспечивающих в данном случае наивысшую твердость, преимущественно в приповерхностных слоях компактного образца, что и подтверждает-

ся результатами рентгенофазового анализа. Таким образом, полученные электрохимическим способом предшественники, представляющие собой твердый раствор элементных металлов, могут в процессе спекания в условиях вакуума образовывать интерметаллиды и карбиды разного фазового состава.

Варьирование параметров электрохимического синтеза позволяет обеспечить различное регулируемое соотношение элементов, при котором выход интерметаллидов в процессе SPS-спекания может достигать $\geq 95\%$ масс. Удаление конденсированной, капиллярной, адсорбированной и, по возможности, химически связанной воды, позволит снизить содержание оксидной фазы до величин $<0,5\%$ масс. Замена материала формы на не содержащий углерод позволит, в конечном итоге, снизить содержание карбидных фаз до долей процента.

Согласно данным рентгеновского фазового анализа в состав объемного образца входят карбидные фазы: преимущественно $\text{AlFe}_3\text{C}_{0,5}$ и AlFe_3C , а $\text{AlFe}_3\text{C}_{0,69}$ преимущественно присутствует на поверхности нешлифованного образца. На поверхности компактного образца обнаружено также присутствие фазы WC в количестве до 1,7% масс. Перечисленные фазы образуются в результате диффузии углерода в металлическую фазу с последующим взаимодействием с ней.

Присутствие алюминия в образце и, соответственно, его оксида связано с продолжительностью

процесса удаления алюминиевой матрицы после осаждения других металлов. Она, прежде всего, зависит от предназначения получаемого образца.

Следует отметить, что наблюдаемая в компактном образце оксидная фаза $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ идентифицируется рентгенографически, представляя собой хорошо окристаллизованную структуру с размерами ОКР ≥ 150 нм. Как правило, оксид алюминия является продуктом дегидратации аморфного гидроксида или взаимодействия алюминия с остаточной водой при высокотемпературном воздействии.

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» по госконтракту 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 Каз. техн. ун-та. - 2011. - №9. - С.159-164.

© А. Ф. Дресвянников – д-р хим. наук, проф. кафедры аналитической химии, сертификации и менеджмента качества КНИТУ, alfedr@kstu.ru; М. Е. Колпаков - канд. хим. наук, доц; той же кафедры; В. Н. Доронин – инженер той же кафедры; Е. В. Петрова - канд. хим. наук, доц; той же кафедры.