

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

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ОБЪЕМНЫХ ОБРАЗЦОВ СИСТЕМЫ Al-Fe-Co,  
ПОЛУЧЕННЫХ SPS-МЕТОДОМ*Ключевые слова: железо, алюминий, кобальт, искровое плазменное спекание, элементный и фазовый анализ.**Исследован элементный и фазовый состав объемных образцов, их изменение по глубине, полученных методом искрового плазменного спекания дисперсных предшественников.**Keywords: iron, aluminum, cobalt, spark plasma sintering, elemental and phase analysis**The elemental and phase analysis and its distribution on the depth of bulk samples, obtained by spark plasma sintering method, has been investigated.*

Предшественники интерметаллической фазы получали электрохимическим методом [1]. Проводили компактирование образцов в графитовой пресс-форме, используя искровое плазменное спекание на установке 10-3 компании 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; СУР-02 Реном ФВ, на предмет получения информации об их фазовом 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).

Полученные данные представлены в таблице 1.

Исходный порошковый образец, полученный электрохимическим методом, содержал % масс.: Al – 12,0; Fe-61,0; Co-27,0.

Очевидно, что оксидная ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 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, алюминиды FeAl, Fe<sub>3</sub>Al, CoAl, CoFeAl<sub>2</sub> и интерметаллидом FeCo. Плотность исследуемого объекта составляет 6,54 г/см<sup>3</sup>, после удаления поверхностного слоя толщиной в 900 мкм - 6,46 г/см<sup>3</sup>. 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.

**Таблица 1 – Результаты исследования компактных образцов системы Al-Fe-Co**

Глубина слоя на расстоянии от исходной поверхности, мкм	Содержание фаз, % масс. (ОКР, нм)			Микротвердость HV <sub>0,2</sub>
	Металлическая и/или интерметаллическая фаза	Карбиды AlFe <sub>3</sub> C <sub>0,5</sub> AlFe <sub>3</sub> C <sub>0,69</sub>	Al/ $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
-100	75,6% (27 нм)	17,9% (25 нм)	6,5% (170 нм)	730
-300	89,4% (28 нм)	5,5% (35 нм)	5,1% (200 нм)	556
-600	91,3% (33 нм)	3,8% (37 нм)	4,9% (170 нм)	560
-900	92,5% (30 нм)	2,8% (46 нм)	4,7% (80 нм)	560

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

Согласно данным рентгеновского анализа в состав объемного образца входят карбидные фазы: AlFe<sub>3</sub>C<sub>0,5</sub> и AlFe<sub>3</sub>C<sub>0,69</sub>. Они образуются в результате диффузии углерода в металлическую фазу с последующим взаимодействием с ней.

Следует отметить, что оксидная фаза  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> хорошо идентифицируется рентгенографически, представляя собой хорошо окристаллизованную структуру с размерами ОКР >200 нм. Как правило, она формируется на поверхности Al в процессе термического воздействия.

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.

---

© **А. Ф. Дресвянников** – д-р хим. наук, проф. каф. аналитической химии, сертификации и менеджмента качества КНИТУ, [alfedr@kstu.ru](mailto: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.