

М. Е. Колпаков, А. Ф. Дресвянников, В. Н. Доронин,  
Е. В. Петрова, Е. А. Ермолаева, Л. Р. Бурганова

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

Ключевые слова: железо, алюминий, хром, искровое плазменное спекание.

Исследован элементный и фазовый состав объемных образцов, полученных методом искро-вого плазменного спекания дисперсных предшественников, содержащих элементные алюминий, же-лезо и хром, изменение их концентрации по глубине и фазовый состав.

Keywords: iron, aluminum, chromium, spark plasma sintering.

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

В последние годы исследователи сосредоточили свое внимание на жаростойких сплавах, в том числе, с общим составом Fe-Cr-Al и Ni-Cr-Al [1-5]. Для стойкого к окислению суперсплава необходимо и важно иметь хороший и стойкий к окислению при высоких температурах оксидный слой, который должен быть плотным, непрерывным, стабильным, и иметь медленный темп роста. Такие сплавы имеют высокие защитные свойства вследствие оксидов переходных металлов  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Систематические исследования поведения нанокристаллических алюминий- и хромсодержащих сплавов при высокотемпературном окислении были выполнены Вонгом с соавторами [3,6-8]. Установлено, что стойкость таких сплавов к окислению может быть улучшена путем нанокристаллизации.

Одним из перспективных способов компактирования с сохранением наноструктуры является процесс, обладающий очень высокой скоростью нагрева и короткими циклами спекания, которые позволяют консолидировать порошки без роста частиц.

Поскольку в настоящее время актуален синтез высокодисперсных прекурсоров для последующего изготовления компактных образцов различными методами представляет интерес получения порошковой системы Fe-Cr-Al на основе элементных металлов электрохимическим путем [9].

Компактирование образцов дисперсной системы Fe-Cr-Al (рис.1), полученной электрохимическим способом [10], проводили 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, вакууме  $10^{-2}$  Па, время спекания - 30 мин. Принципиальная схема лабораторной установки представлена на рис.2.

Далее объемные образцы исследовали рентгенофлуоресцентным и рентгенофазовым методами анализа на установках D2 PHAZER (Bruker) и СУР-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 HVM-2 измеряли твердость образцов по Виккерсу.

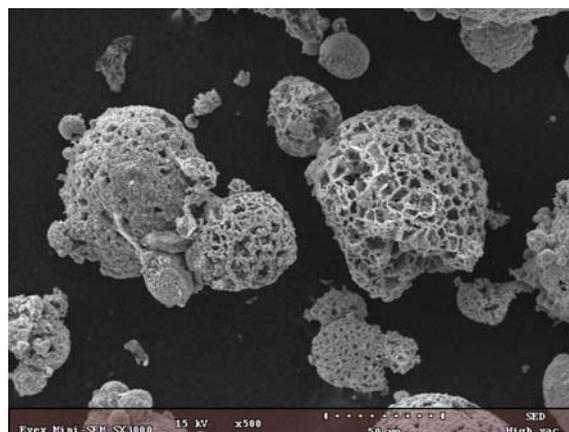


Рис. 1 - Микрофотография частиц дисперсной системы Fe-Cr-Al

Для анализа распределения содержания фаз по глубине перед каждым измерением проводили последовательное удаление слоев материала путем механического шлифования на станке MetaServ 250 (Buehler).

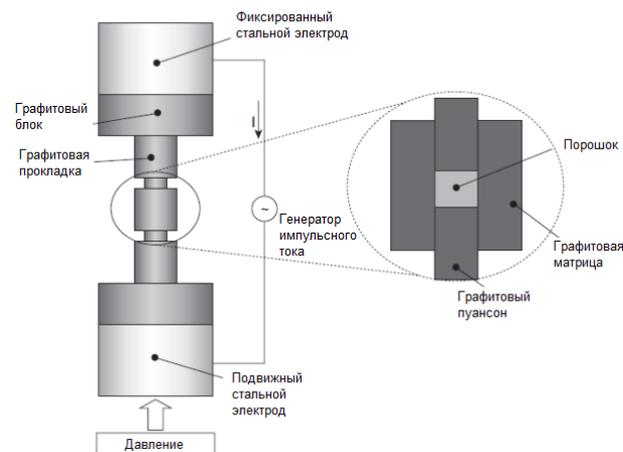


Рис. 2 - Принципиальная схема SPS-установки

Микросъемку частиц полученных осадков проводили на сканирующем электронном микроскопе Mini-SEM SX-3000 (EVEX).

Экспериментально установлено, что дисперсный образец-предшественник, полученный электро-

химическим путем, имеет элементный состав, % масс.: Al – 9,0, Fe – 90,5, Cr – 0,5.

Экспериментальные данные исследования объемных образцов на основе системы Fe-Cr-Al представлены в таблице 1.

**Таблица 1 - Результаты исследования компактных образцов системы Fe-Cr-Al**

Глубина слоя на расстоянии от исходной поверхности, мкм	Содержание фаз, % масс. (ОКР, нм)			Микротвердость HV <sub>0,2</sub>
	Группа интерметаллических фаз (Fe <sub>2</sub> AlCr, Al <sub>10,5</sub> Cr <sub>10,5</sub> Fe)	Карбиды (AlFe <sub>3</sub> C <sub>0,5</sub> )	Al/α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
0	54,2 (27)	21,9 (15)	23,9 (100)	514
-100	54,2 (27)	21,9 (15)	23,9 (100)	514
-200	69 (25)	20,0 (27)	11,0 (200)	430
-550	77,6 (22)	11,8 (35)	10,5 (200)	360

Плотность исследуемого объекта составляет 6,46 г/см<sup>3</sup>, а после удаления поверхностного слоя толщиной в 550 мкм – 6,47 г/см<sup>3</sup>, что свидетельствует о упорядоченном чередовании фаз в образце.

Очевидно, что оксидная (α-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 (табл.1), что обусловлено особенностями SPS-компактирования. Напротив, содержание интерметаллидных фаз возрастает по мере удаления от поверхности образца. Твердость по Виккерсу падает в направлении от поверхности к центру образца, что также преимущественно связано с концентрированием карбидов и оксидов, обеспечивающих наивысшую твердость в приповерхностных слоях объем-

ного образца (табл.1). Таким образом, полученные электрохимическим способом предшественники, представляющие собой твердый раствор элементных металлов, могут в процессе спекания в условиях вакуума образовывать указанные выше интерметаллиды и карбиды разного фазового состава. Введение хрома в количестве ≤0,5 % масс. способствует повышению микротвердости исследуемых объектов примерно в 1,5 раза по сравнению с микротвердостью бинарных Fe-Al образцов.

*Работа выполнена на оборудовании ЦКП «Нано-материалы и нанотехнологии» при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы по госконтракту 16.740.11.0643.*

### Литература

1. Hou P.Y., Ackerman G.D. // Applied Surface Science. 2001. V.178, №1-4. P.156.
2. Hou P.Y. // Materials and Corrosion. 2000. V.51, №5. P.329.
3. Yang S., Wang F. // Oxidation of Metals. 2006. V.65, №3-4. P.195.
4. Goncharov O.Yu., Kanunnikova O.M. // Inorganic Materials. 2007. V.43, №5. P.515.
5. Wang F., Shu Y. // Oxidation of Metals. 2003. V.59, №3-4. P.201.
6. Wang F. // Oxidation of Metals. 1997. V.47, №3-4. P.247.
7. Yang S., Wang F., Wu W. // Intermetallics. 2001. V.9, №8. P.741.
8. Peng X., Wang F. // Corrosion of Science. 2003. V.45, №10. P.2293.
9. Дресвянников А.Ф., Колпаков М.Е. Темплатный синтез микро- и наноразмерных прекурсоров полиметаллических систем в водных растворах с использованием алюминиевой матрицы. М.: Издательский дом «КДУ», 2012. 350 с.
10. Колпаков М.Е., Дресвянников А.Ф. // Вестник Казанского технологического университета, 2011. №12. С.133.

© М. Е. Колпаков - канд. хим. наук, доц. каф. аналитической химии, сертификации и менеджмента качества КНИТУ; А. Ф. Дресвянников – д-р хим. наук, проф. той же кафедры, alfedr@kstu.ru; В. Н. Доронин – инж. ЦКП «Наноматериалы и нанотехнологии» КНИТУ; Е. В. Петрова - канд. хим. наук, доц. каф. аналитической химии, сертификации и менеджмента качества КНИТУ; Е. А. Ермолаева - канд. хим. наук, доц. той же кафедры; Л. Р. Бурганова – асп. КНИТУ.