

Степанчук А. М., Клеков А. О., Лозовий А. О.

(КПІ ім. Ігоря Сікорського, Київ)

**МЕХАНІЗМ УЩІЛЬНЕННЯ ПОРОШКОВИХ МАТЕРІАЛІВ З ПОРОШКІВ
СПЛАВІВ Al-Fe-Si, ОТРИМАНИХ МЕХАНІЧНИМ ДИСПЕРГУВАННЯМ ЇХ
РОЗПЛАВІВ**

E-mail: anstepanchuk6@gmail.com

Алюміній та його сплави знаходять широке застосування для виготовлення виробів багатofункціонального призначення в авіаційній, автомобільній, суднобудівній, електронній промисловості та в багатьох інших галузях промисловості [1, 2]. Такі сплави поєднують у собі низку важливих експлуатаційних характеристик, зокрема низьку густину, високу корозійну стійкість, добру електропровідність, технологічність обробки та порівняно низьку вартість. Галузі застосування значно розширюються під час застосування методів порошкової металургії [1, 2] для отримання вихідних матеріалів і виробів з них. У цьому випадку відкриваються можливості отримання дисперсно зміцнених матеріалів. Це особливо важливо через те, що низька міцність чистого алюмінію значно обмежує його застосування у конструкціях, що працюють за великих навантажень. Для розв'язання цієї проблеми розробляються сплави на основі алюмінію, які завдяки легуванню набувають покращених механічних властивостей. Однак легування алюмінію ливарними методами є обмеженим через те, що не завжди можливо отримати дрібнозернисту структуру матеріалу і, як наслідок, досягти необхідних експлуатаційних властивостей (твердість, зносостійкість та інші).

Серед легувальних елементів для отримання сплавів на основі алюмінію перспективу мають залізо, кремній, мідь, магній, та інші. З цими елементами алюміній утворює сполуки (інтерметаліди), які за певних умов можуть виконувати роль зміцнюючої складової, особливо коли вони знаходяться в структурі матеріалу у дисперсному стані. Такі сплави на основі алюмінію можна отримати використовуючи методи порошкової металургії, які передбачають отримання

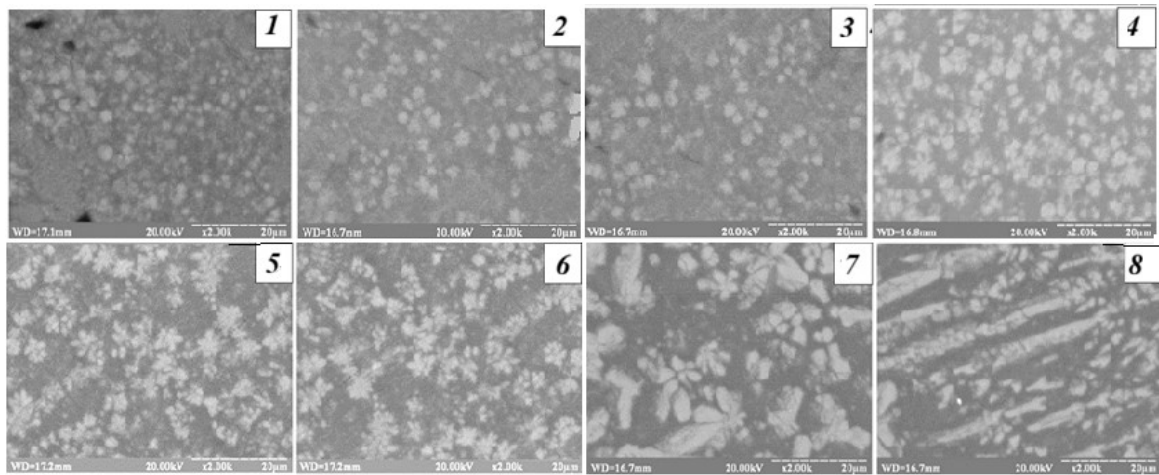
вихідних порошків з необхідною дисперсно зміцненою структурою, яка спадкується під час компактування у процесі виготовлення виробів з них, як це має місце у випадку сплавів Al–Fe [4, 5].

В деяких роботах показано, що перспективу мають також сплави алюмінію Al – Fe –Si. У цьому випадку збільшуються характеристики міцності за рахунок утворення структурної складової з інтерметаліду $Al_xFe_ySi_z$ у сплавах з градієнтною структурою [4, 5]. Дисперсний стан такої складової можна отримати, застосовуючи для виготовлення порошкових виробів у випадку використання вихідних порошків, отриманих методом диспергування розплавів сплавів [4–6].

Виходячи з викладеного, на нашу думку, отримання порошкових сплавів з сплаву $Al_xFe_ySi_z$ і вивчення його структури і властивостей є актуальною задачею.

В роботі досліджувались властивості сплавів Al + 10 % Fe + 5 % Si. Вихідні порошки отримували розпилюванням розплаву сплаву на установці для механічного диспергування розплаву [7]. Для цього із вихідних матеріалів (скрапу) готували розплав за температури 1250 °С. Отриманий розплав диспергували в установці за допомогою «полет», які оберталися зі швидкістю 1800 об/хв. Така швидкість обертання забезпечувала швидкість охолодження більшу за 1×10^{-5} град/с [5]. Як показано в роботах [4–6], така швидкість охолодження сприяє утворенню структури порошків, в якій інтерметалева складова знаходиться у дисперсному стані з розміром у середньому меншим за 3–5 мкм, що відповідає вимогам до дисперсійно зміцнюючої фази.

Структура отриманих таким чином порошків (рис. 1) складається з матриці на основі алюмінію і включень інтерметалевої фази розмір якої залежить від розміру частинок порошків. Він збільшується зі збільшенням розміру частинок порошків. Останнє, вірогідно, зумовлено зменшенням швидкості охолодження частинок розплаву, що підтверджується результатами теоретичного та експериментального дослідження процесу диспергування розплавів [6].



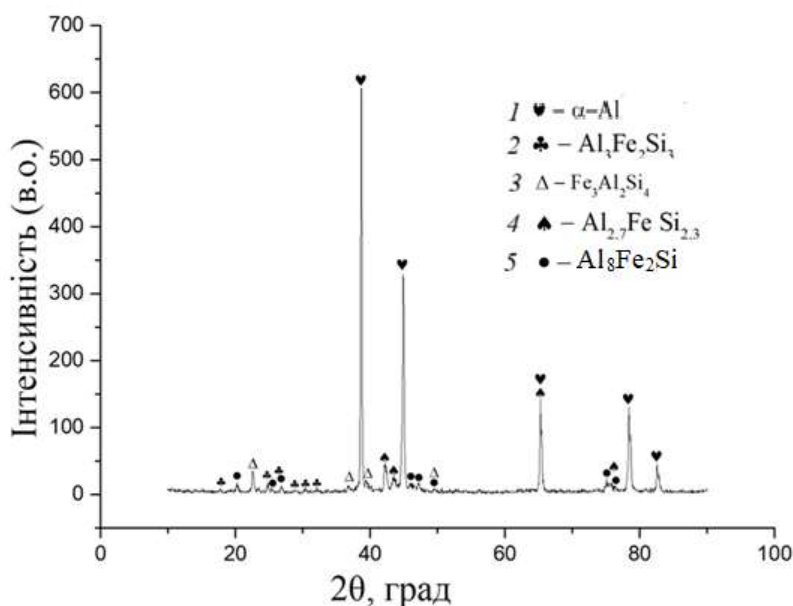
1 – 75 мкм; 2 – 130 мкм; 3 – 180 мкм; 4 – 225 мкм; 5 – 282 мкм; 6 – 357 мкм;
7 – 480 мкм; 8 – 595 мкм

Рисунок 1. Мікроструктура частинок порошків сплавів $Al_xFe_ySi_z$ різного розміру

У системах Al–Fe–Si під час плавлення і кристалізації утворюються інтерметалеві сполуки, структура яких залежить від складу та умов охолодження. Основними фазами є інтерметаліди алюмінію та заліза, зокрема Al_6Fe , що формується при низькому вмісті заліза, та Al_3Fe , який виникає за підвищеної концентрації заліза і повільного охолодження. За наявності кремнію можливе утворення фаз $\alpha-Al(Fe,Si)$ – твердого розчину заліза і кремнію в алюмінії, що формується за повільного охолодження, а також $\beta-Al_5FeSi$ – структури голчастої морфології, характерної для швидкого охолодження. Залежно від складу можуть формуватися також складніші інтерметаліди, такі як Al_8Fe_2Si .

Структура сплавів характеризується наявністю матриці твердого розчину алюмінію та дисперсних інтерметалевих включень, розміри і форма яких залежать від швидкості охолодження. Під час традиційного лиття розміри зерен зазвичай змінюються в межах 200–1500 мкм із переходом морфології від голчастої до дендритної. Підвищення швидкості охолодження, наприклад за умов механічного диспергування розплаву, дозволяє зменшити розміри інтерметалевих зерен до кількох мікрон. Для утворення дисперсних фаз із розмірами менше 5 мкм необхідно забезпечити швидкість охолодження понад 10^5 – 10^6 °C/с.

Проведені рентгеновські дослідження фазового складу сплавів показало, що вони складаються матриці на основі алюмінію і інтерметалідів (рис. 2).



1 – α -Al; 2 – $\text{Al}_3\text{Fe}_2\text{Si}_3$; 3 – $\text{Fe}_3\text{Al}_2\text{Si}_4$; 4 – $\text{Al}_{2.7}\text{FeSi}_{2.3}$; 5 – $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$

Рисунок 2. Результати рентгеновського фазового аналізу зразків сплаву Al–Fe–Si

Домінування фази α -Al у структурі підтверджується високою інтенсивністю відповідних рефлексів, що вказує на її роль як металевої матриці, у якій рівномірно розподілені інтерметаліди. Менша інтенсивність дифракційних ліній сполук типу $\text{Fe}_3\text{Al}_2\text{Si}_4$ та $\text{Al}_3\text{Fe}_2\text{Si}_3$ свідчить про їх локалізований характер у структурі. Формування фаз складу $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ та $\text{Al}_{2.7}\text{FeSi}_{2.3}$ відбувається внаслідок комплексної взаємодії легуючих елементів, що сприяє підвищенню термічної і механічної стабільності матеріалу. Завдяки присутності дисперсних інтерметалічних фаз, які мають високу твердість та термостійкість, сплав повинен характеризуватися покращеними експлуатаційними властивостями, зокрема характеристиками твердості та міцності.

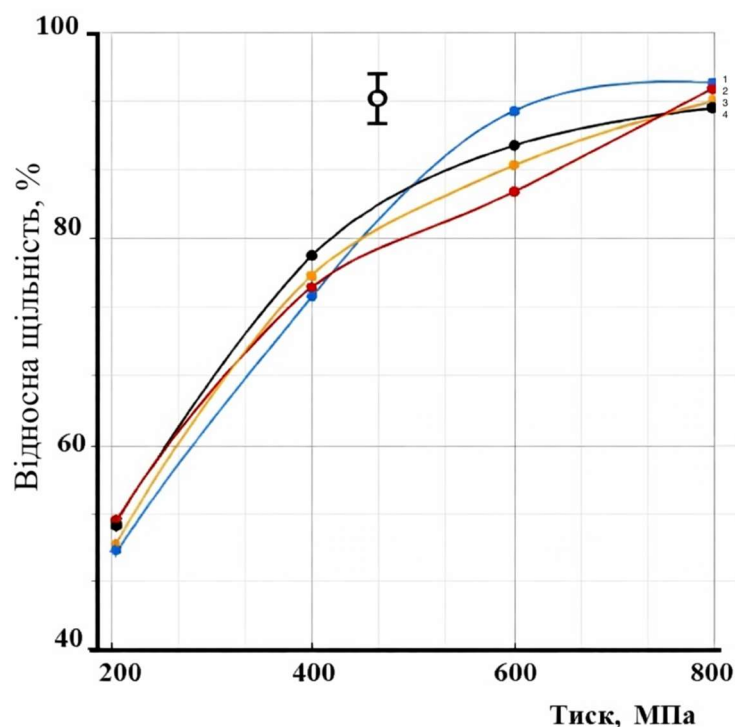
Фазовий склад порошкових сплавів представлений матрицею на основі твердого розчину заліза і кремнію в алюмінії та дисперсними інтерметалічними фазами $\text{Al}_x\text{Fe}_y\text{Si}_z$ із розмірами зерен у межах від 1 до 20 мкм, що залежать від фракційного складу порошку. Формування фазових включень твердих

інтерметалідів із розмірами менше 5 мкм має забезпечувати підвищені експлуатаційні характеристики готових виробів.

Крім того, розмір зерен інтерметалідів може змінюватися в процесі деформації частинок під час пресування. У зв'язку з цим у роботі також досліджено вплив тиску ущільнення на компактування порошків різних розмірів і структур з метою оцінки впливу ступеня деформації на формування мікроструктури при досягненні необхідної щільності пресовок. Виходячи з припущення, що в процесі ущільнення об'ємна деформація частинок зростає зі збільшенням їх розміру та прикладеного тиску, передбачено можливість подрібнення інтерметалічних фазових складових до менших розмірів.

Як вихідні порошки використовували порошки з середнім розміром 180 мкм, 225 мкм та 300 мкм. Пресування проводили методом одностороннього пресування за тисків 200, 400, 600, 800 МПа, про що вже згадувалося раніше.

Результати досліджень наведені на рис. 3.



1 – суміш; 2 – 180 мкм; 3 – 225 мкм; 4 – 282 мкм

Рисунок 3. Залежність відносної щільності зразків Al-Fe-Si різного фракційного складу від тиску пресування

Аналіз даних, наведених на рисунку, показав, що результати дослідження узгоджуються із сучасними уявленнями про ущільнення дисперсних матеріалів. Установлено, що для всіх досліджуваних фракцій порошків збільшення тиску пресування супроводжується зростанням щільності пресовок. Швидкість ущільнення залежить від розміру частинок порошку. У межах тисків від 200 МПа до 400 МПа вищі значення швидкості ущільнення спостерігаються для порошків із розмірами частинок понад 180 мкм. Подальше підвищення тиску змінює характер залежності. Більш інтенсивне ущільнення спостерігається для порошків із меншими розмірами частинок.

Отримані експериментальні результати узгоджуються з сучасними уявленнями про механізм ущільнення порошкових систем [2]. На початковому етапі ущільнення реалізується за рахунок структурної деформації, що полягає у більш щільному укладанні частинок під впливом зовнішнього навантаження та супроводжується їх відносним переміщенням. Важливим чинником у цьому процесі є внутрішнє тертя між частинками, величина якого залежить від площі контакту та, відповідно, від питомої поверхні частинок, що зростає зі зменшенням їх діаметру [8]. Таким чином, на фазі структурної деформації ущільнення порошків з малим розміром частинок відбувається у меншому ступені.

Згідно з уявленнями розвинених авторами [8, 9], після утворення просторової структури з координаційним числом у межах 10–12, ключову роль у подальшому ущільненні починає відігравати пластична деформація, яка забезпечує заповнення пор утворених частинками. Як було встановлено В. І. Іващенко [8], середній розмір пор між частинками порошку пов'язаний із їх діаметром D , і складає величину $d_p \leq 0,256D$. Таким чином, за використання порошків з малим діаметром частинок утворюються пори меншого розміру, що вимагають меншої деформації для їх заповнення, тоді як для порошків з більшим розміром, які під час ущільнення утворюють пори більшого розміру, що вимагає більшого ступеня деформації частинок порошків для їх заповнення [8].

Викладене вище підтверджується даними отриманими в нашій роботі (див. рис. 3). Як видно, на стадії структурної деформації, яка, вірогідно, у нашому

випадку переважає під час ущільнення за тиску меншому за 600 МПа, ступінь ущільнення порошків зі зменшенням розміру їх частинок зменшується. За більш високого тиску пресування ступінь ущільнення порошків з малим розміром частинок збільшується. Останнє узгоджується з викладеними вище уявленнями про процеси ущільнення. Особливо це характерно для випадку ущільнення порошків з суміші частинок з різним розміром частинок (рис. 3, поз. 1), які мають велике внутрішнє тертя за рахунок великої кількості контактів між частинками, але утворюють більш високу ступінь їх укладки з утворенням пор меншого розміру.

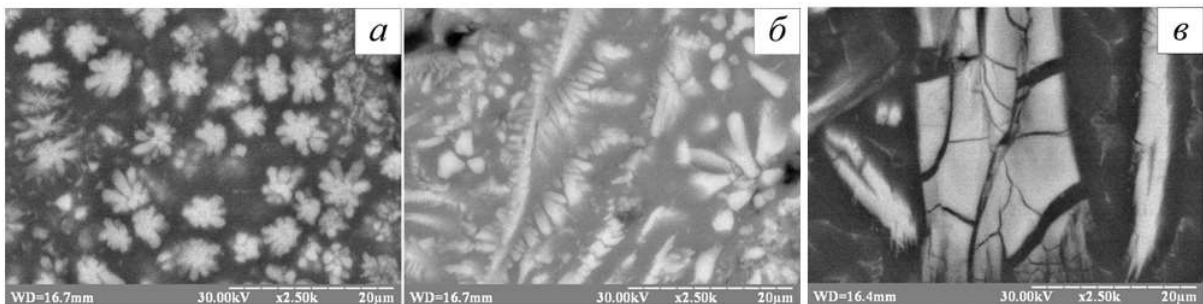


Рисунок 4. Мікроструктура різних фракцій порошку Al–Fe–Si за тиску пресування 800 МПа: а – 180 мкм; б – 225 мкм; в – 282 мкм

З метою встановлення особливостей механізму ущільнення порошкових матеріалів було здійснено аналітичну обробку експериментальних даних для оцінки внеску пластичної деформації в процес ущільнення порошків системи Al–Fe–Si. Для опису поведінки матеріалу під час пресування було використано рівняння М. Ю. Бальшина [8], яке дозволяє оцінити оптимальні параметри пресування для досягнення заданої щільності у матеріалах середньої пластичності. Це рівняння має вигляд:

$$\lg P = -L(\beta - 1) + \lg P_{\max}, \quad (1)$$

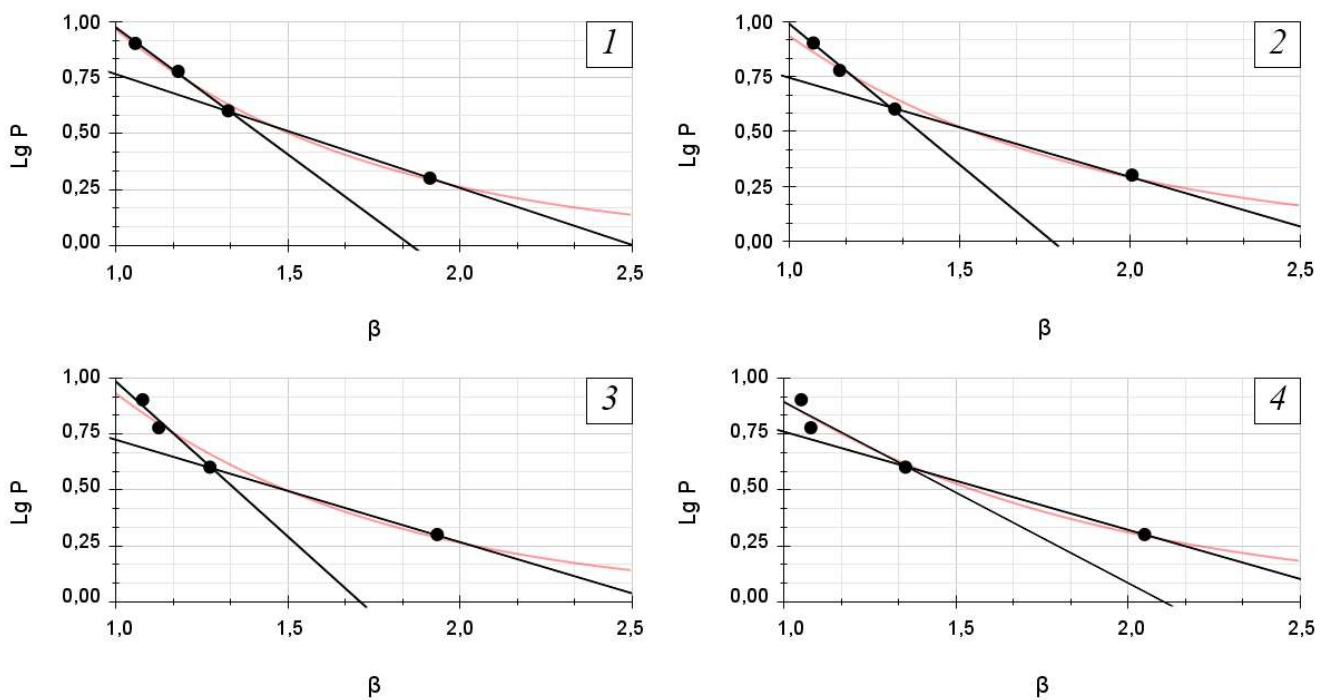
де L – фактор пресування, який визначається графічним або аналітичним шляхом [8];

P_{\max} – тиск, необхідний для стовідсоткового ущільнення порошків, який визначається графічним або аналітичним шляхом [8];

β – відносний об'єм пресовки.

За твердженням М. Ю. Бальшина [8], у випадках, коли ущільнення порошкових матеріалів переважно зумовлене пластичною деформацією, залежність у координатах $\lg P - \beta$ має лінійний характер. Відхилення від прямолінійності такої залежності може свідчити про наявність зміцнення матеріалу у процесі його деформації або про участь в ущільненні інших структурних складових деформація яких вимагає більших напружень.

У межах даного дослідження було здійснено обробку експериментальних даних і побудовано залежності відносної щільності від тиску пресування (рис. 5).



1 – 180 мкм; 2 – 225 мкм; 3– 282 мкм; 4 – суміш порошків

Рисунок 5. Залежність $\lg P$ від β для порошків різного гранулометричного складу

Аналіз отриманих залежностей свідчить, що на початковій стадії ущільнення порошкових матеріалів основним механізмом, відповідно до уявлень М. Ю. Бальшина [8], є пластична деформація частинок у приконтактних областях, що підтверджується прямолінійним або близьким до прямолінійного характером залежностей у координатах $\lg P - \beta$. Такий результат узгоджується з раніше наведеними припущеннями, згідно з якими підвищення ступеню дисперсності частинок у вихідній суміші призводить до збільшення кількості контактів між

ними, що сприяє більш інтенсивній пластичній деформації алюмінієвої матриці. Це забезпечує підвищення щільності пресовок за однакових умов ущільнення. Подібна закономірність виявляється і для порошків із меншим середнім розміром частинок. Значення параметра P_{\max} ($\lg P_{\max}$) залишаються практично в однакових діапазонах для всіх досліджуваних зразків (рис. 5).

Виявлені згини на залежностях $\lg P - \beta$, що проявляються у зміні величини фактора пресування L , можуть свідчити про зміну механізму деформації частинок порошкових матеріалів, що зумовлюється низкою причин. Однією з основних причин, згідно з існуючими уявленнями, є розвиток процесів нагартування в матеріалі частинок у міру зростання ступеня їх деформації [8]. У цьому випадку фактор пресування L збільшується разом зі збільшенням ступеня деформації, що пов'язано зі зміцненням структури порошків. Отримані в роботі результати демонструють, що зі збільшенням розміру частинок підвищується об'єм пор у пресовках після завершення етапу структурної деформації. Заповнення цих пор потребує більшого ступеня пластичної деформації частинок, що призводить до більшого нагартування матеріалу та, відповідно, до необхідності підвищення тиску пресування (див. рис. 3).

Іншою причиною відхилення залежностей $\lg P - \beta$ від прямолінійності є фазовий склад частинок порошку. Як було встановлено, структура частинок складається з матриці на основі твердого розчину заліза в алюмінії (α -Al), у якій розподілені інтерметалеві фази $Al_xFe_ySi_z$. Ці інтерметаліди є твердими та крихкими і не здатні до пластичної деформації [5]. Тому за умов високого тиску пресування вони можуть брати участь у процесі ущільнення через механізм крихкого руйнування частинок. Ймовірність такого механізму збільшується зі зростанням розміру зерен інтерметалевих фаз (див. рис. 4, б, в).

Подрібнення зерен інтерметалідів у процесі пресування під високим тиском може мати позитивний ефект для властивостей кінцевого матеріалу, оскільки зменшення розміру зміцнюючих фаз, відповідно до загальноприйнятих уявлень, сприяє підвищенню механічних характеристик композиційних матеріалів [10].

Висновки. В результаті проведених досліджень порошки сплавів Al–Fe–Si мають структуру, яка складається з матриці на основі α -Al з включеннями інтерметалевих фаз $Al_xFe_\gamma Si_x$, розмір частинок (зерен) та морфологія яких залежать від розміру частинок порошків та умов отримання.

Показано, що під час пресування таких порошків їх деформація залежить від умов ущільнення. За тиску пресування меншого за 600 МПа ущільнення відбувається за рахунок пластичної деформації матриці на основі α -Al у місцях контакту частинок порошку. За більшого тиску пресування ущільнення відбувається за рахунок об'ємної деформації частинок порошків, яка супроводжується крихким руйнуванням зерен інтерметалевої фази і утворенням їх частинок меншого розміру, що повинно позитивно впливати на характеристики міцності виробів з них. Для забезпечення таких властивостей тиск пресування вихідних заготовок з порошків сплавів Al–Fe–Si повинен бути більшим за 600 МПа.

Література:

1. Степанчук А. Н. Технология порошковой металлургии / А. Н. Степанчук, И. И. Билык, П. А. Бойко – Киев: Вища школа, 1989. – 415 с.
2. Степанчук А. М. Основи теорії і технології процесів консолідації порошкових матеріалів / А. М. Степанчук. – Київ: Вид-во «SBA Print», 2025. – 365 с.
3. Либенсон Г. А. Процессы порошковой металлургии / Г. А. Либенсон. – Москва: МИСИС, 2002. – Т. 2 : Процессы порошковой металлургии. Том 2. – 163 с.
4. Teslia S. Yu. Evolution of the microstructure and phase composition of the Al–15 wt. % Fe powder alloy during its consolidation / S.Yu. Teslia, A.M. Stepanchuk // Powder Metallurgy and Metal Ceramics, Vol. 63, Nos. 11-12, March, 2025.
5. Степанчук А. М. Закономірності отримання порошків сплаву Fe–Al з дисперсно зміцненою структурою методом механічного диспергування розплаву // А. М. Степанчук, С. Ю. Тесля, Сунь Цихао, Д. Е. Чижська. Луцьк, Наукові нотатки, ЛДУ, 2023 – №71. – С. 21–27.

6. Investigation of microstructural evolution and mechanical properties $Al_{13}Fe_4$ produced by casting and spark-plasma sintering / S. Teslia, M. Teslia, Qihao Sun, A. Stepanchuk // Vacuum. – 2023. – Vol. 218 . – P. 112590.

7. Найда Ю. И. Промышленное производство порошков сплавов меди методом ударного дробления струи расплава /Ю. И. Найда, А. Н. Степанчук, А. Ю. Найда // Порошковая металлургия. – 2006. – №1/2. – С.112–117.

8. Степанчук А. М. Теоретичні та технологічні основи отримання порошків металів, сплавів і тугоплавких сполук. Підручник. / А. М. Степанчук. – Київ: Видавництво «Політехніка». – 2006. – 353 с.

9. Радомысельский Н. В. Об уплотняемости металлических порошков. Теория и практика прессования порошков / Н. В. Радомысельский, И. Д. Андреев, Н. И. Щербань. – Київ: ИПМ, 1979.

10. Xu C. Effects of particle size and matrix grain size and volume fraction of particles on the toughening of ceramic composite by thermal residual stress / Chonghai Xu // Ceramics International. – 2005. – Vol. 31, no. 4. – P. 537.

Тесля С. Ю.¹, Ведель Д. В.^{1,2}, Шеремет В. І.¹, Коваленко М. В.¹, Горбань М. В.¹

(¹КПІ ім. Ігоря Сікорського; ²ІПМ НАНУ ім. І.М.Францевича, Київ)

ФОРМУВАННЯ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СТАНУ ТА ВЛАСТИВОСТЕЙ ВИСОКОЕНТРОПІЙНОЇ СИЛЦИДНОЇ КЕРАМІКИ

E-mail: v.sheremet@kpi.ua

Високотемпературна кераміка є одним із найважливіших класів сучасних конструкційних матеріалів, здатних ефективно працювати в екстремальних умовах експлуатації. Значну увагу науковців привернув новий клас матеріалів – високоентропійна кераміка, унікальність якої полягає у використанні концепції ентропійної стабілізації твердих розчинів [1]. Особливо перспективними є високоентропійні силіциди, які демонструють виняткову жароміцність, підвищену твердість, термостабільність і стійкість до окислення [2].