

Влияние толщины переходной интерметаллидной зоны CuAl_2 на твердость материала системы Al—Cu

О. Н. Сизоненко, А. Д. Зайченко, Н. С. Присташ

Институт импульсных процессов и технологий НАН Украины, Николаев,
e-mail: sizonenko43@rambler.ru

Рассмотрены особенности фазо- и структурообразования в материале системы Al—Cu в условиях искроплазменного спекания и исследовано влияние толщины переходной интерметаллидной зоны CuAl_2 на твердость полученных материалов. Полученные результаты могут быть использованы для создания триботехнических материалов с повышенной электропроводностью.

Ключевые слова: *искроплазменное спекание, алюминий, медь, интерметаллид, твердость.*

Одним из ключевых направлений современного материаловедения является создание и совершенствование существующих методов получения новых конструкционных материалов с высокими функциональными и физико-механическими свойствами. Актуальность этого направления с каждым годом повышается в связи с дефицитом сырья для синтеза основных легирующих элементов для износостойких материалов (вольфрам, молибден, кобальт, медь и др.), а также отсутствием в Украине разрабатываемых месторождений этих стратегических материалов, их высокая стоимость на внешнем рынке.

Развитие техники и электроники сопровождается необходимостью получения материалов с высокой тепло- и электропроводностью наряду с повышенными трибологическими характеристиками. Такими свойствами обладает медь, а также композиты на ее основе, при этом стоимость таких материалов постоянно растет. В этой связи проблема синтеза материалов электротехнического и трибологического назначений с заданными свойствами и уменьшенной стоимости привлекает внимание ученых-материаловедов.

Сплавы на основе алюминия с добавлением Cu , полученные литьем, имеют высокие показатели электропроводности, твердости и прочности благодаря образованию интерметаллидной фазы CuAl_2 и хорошо работают в условиях трения при высоких нагрузках и больших скоростях, однако технология их изготовления имеет определенные трудности [1—4].

Методология порошковой металлургии дает возможность изменить подход к получению изделий на основе алюминия [5, 6] и позволяет изготовить легкие, прочные и высокоплотные материалы с хорошими показателями тепло- и электропроводности. В работе [7] для получения компактов системы Al—Cu использовался метод искроплазменного спекания (ИПС) [8], который позволил уменьшить время и температуру консолидации [9, 10]. Исследования фазовых превращений в смеси состава 78% (мас.) Al—22\% (мас.) Cu при консолидации в

© О. Н. Сизоненко, А. Д. Зайченко, Н. С. Присташ, 2018

диапазоне температур 400—525 °С в течение 10 мин при давлении 30 МПа показали возможность синтеза интерметаллида CuAl_2 . Однако кинетика структурообразования материалов систем Al—Cu в условиях искроплазменного спекания, а также влияние толщины переходной интерметаллидной зоны CuAl_2 на твердость материала изучены недостаточно.

Цель работы - исследовать особенности формирования и влияния толщины переходной интерметаллидной зоны CuAl_2 на твердость материалов системы Al—Cu , полученных в условиях искроплазменного спекания.

Материалы и методы исследования

Для изучения влияния толщины переходной интерметаллидной зоны CuAl_2 на твердость материала использовали порошки Al , Cu (60% (мас.) частиц размером менее 20 мкм) в смеси состава 75% (мас.) Al—25\% (мас.) Cu . Консолидацию порошковых материалов выполняли в вакууме на универсальном экспериментальном комплексе ГЕФЕСТ (рис. 1) [11], принцип работы которого основан на пропускании через порошок суперпозиции постоянного и пульсирующего тока с частотой 10 кГц при рабочем напряжении $U = 2$ В.

Спекание осуществляли в матрицах из графита МПГ-6 с внутренним диаметром 10 мм, куда засыпали 2 г порошковой смеси. Порошок засыпали послойно для исследования интерметаллидного переходного слоя. Температуру образца измеряли на стенке матрицы (ΔT между наружными поверхностями матрицы и образцов варьировалась в диапазоне 150—250 °С) при помощи стандартной термопары К-типа. Давление подпрессовки составляло ~30 МПа, а давление спекания — ~60 МПа. Тарирование термопары проводили согласно методик, представленных в работе [12].

Для изучения кинетики образования переходного слоя при твердофазном спекании двухкомпонентных порошковых смесей температура консолидации выбрана согласно работе [7] и составляла 500—600 °С, время выдержки — 20, 40, 80 и 120 мин при давлении 60 МПа [13]. Управление процессом спекания осуществляли с помощью специализированного программного обеспечения [14].

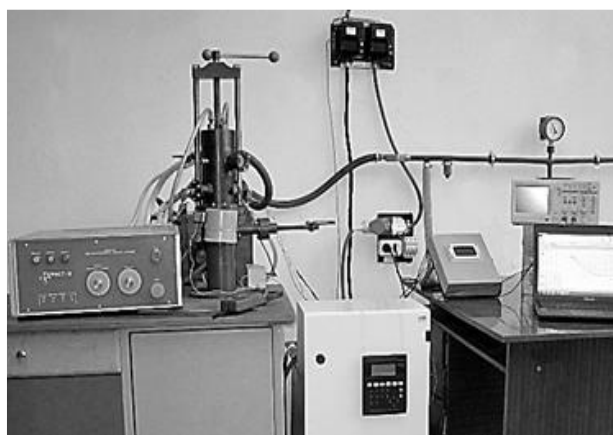


Рис. 1. Внешний вид комплекса ГЕФЕСТ.

Анализ микроструктуры полученных компактов проводили согласно ДСТУ ISO 643:2009 на микроскопе БИОЛАМ-И. Для выявления зеренной структуры алюминия применяли реагент Келлера (1%-ный раствор NaOH и 0,5%-ный раствор HF), для фазы CuAl_2 — 20%-ный водный раствор HNO_3 [15].

Для компактов исследовали твердость по Виккерсу при нагрузке 50 Н согласно ДСТУ ISO 6507-1:2007, а поскольку полученные материалы имели отчетливую переходную зону между частицами Al и Cu, был применен метод определения микротвердости, который позволил оценить значения твердости отдельных фаз Cu, Al и CuAl_2 согласно ГОСТ 9450-76 на приборе ПМТ-3.

Результаты и их обсуждение

В результате консолидации порошковой смеси состава 75% (мас.) Al—25% (мас.) Cu в течение 20 мин установлено, что в выбранном режиме между частицами алюминия и меди начинают происходить диффузионные процессы [16], которые обуславливают образование двухслойной области переходной зоны, состоящей из эвтектики $\alpha\text{-Al—CuAl}_2$ (светлая) и интерметаллида CuAl_2 (темная область) (рис. 2, 3).

Толщина зоны CuAl_2 зависит от времени выдержки и возрастает до 6 мкм при 80 мин консолидации (рис. 4). Дальнейшее увеличение времени выдержки приводит к растворению CuAl_2 в алюминии [17] и уменьшению толщины его слоя до 2 мкм при 120 мин выдержки. Поскольку микротвердость слоя CuAl_2 составляет ~ 5 ГПа, микротвердость алюминия — $\sim 0,4$ ГПа, а меди — $\sim 0,5$ ГПа, очевидно, что увеличение толщины слоя интерметаллида оказывает влияние и на общую твердость всего компакта (рис. 5).

Время выдержки также влияет на пористость полученных компактов. Образцы материала 75% (мас.) Al—25% (мас.) Cu, консолидированные в течение 20 мин, имеют пористость менее 3%. Увеличение времени выдержки с 20 до 120 мин вызывает к уменьшению пористости (рис. 6). Так,

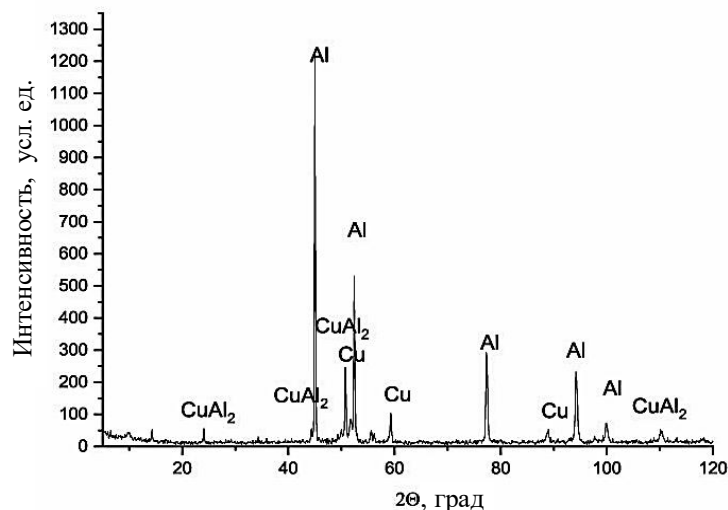


Рис. 2. Фазовый состав смеси 75% (мас.) Al—25% (мас.) Cu после 20 мин консолидации (CoK_α -излучение установки HZG-4A).

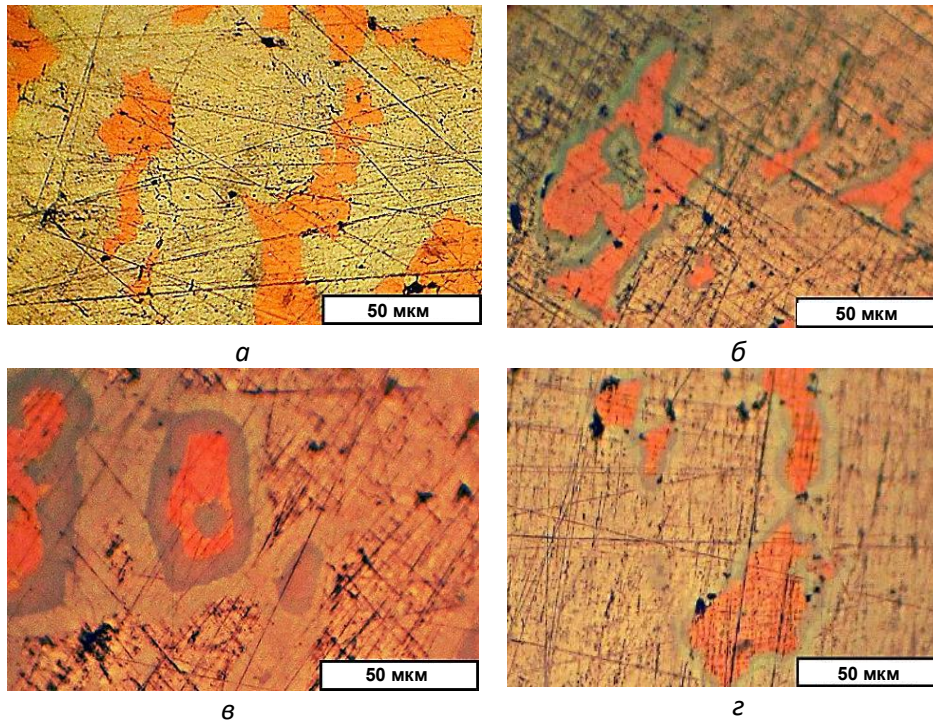


Рис. 3. Микрофотографии переходного слоя между частицами алюминия и меди при выдержке 20 (а), 40 (б), 80 (в) и 120 мин (г).

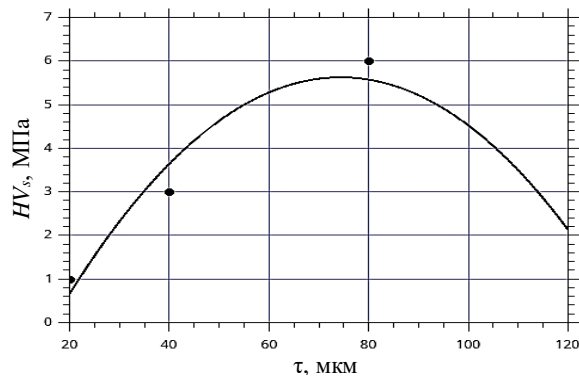


Рис. 4. Зависимость толщины переходного слоя от времени выдержки.

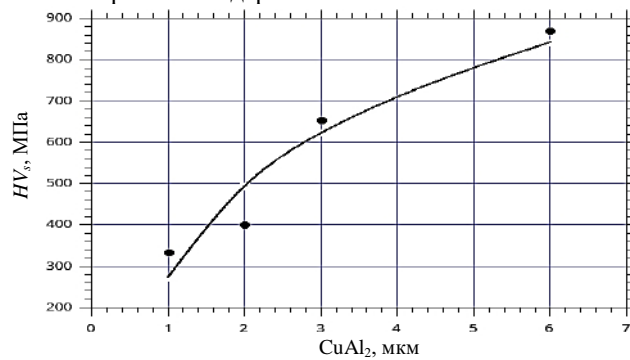


Рис. 5. Зависимость твердости по Виккерсу консолидированных образцов смеси 75% (мас.) Al—25% (мас.) Cu от толщины интерметаллидного слоя CuAl₂.

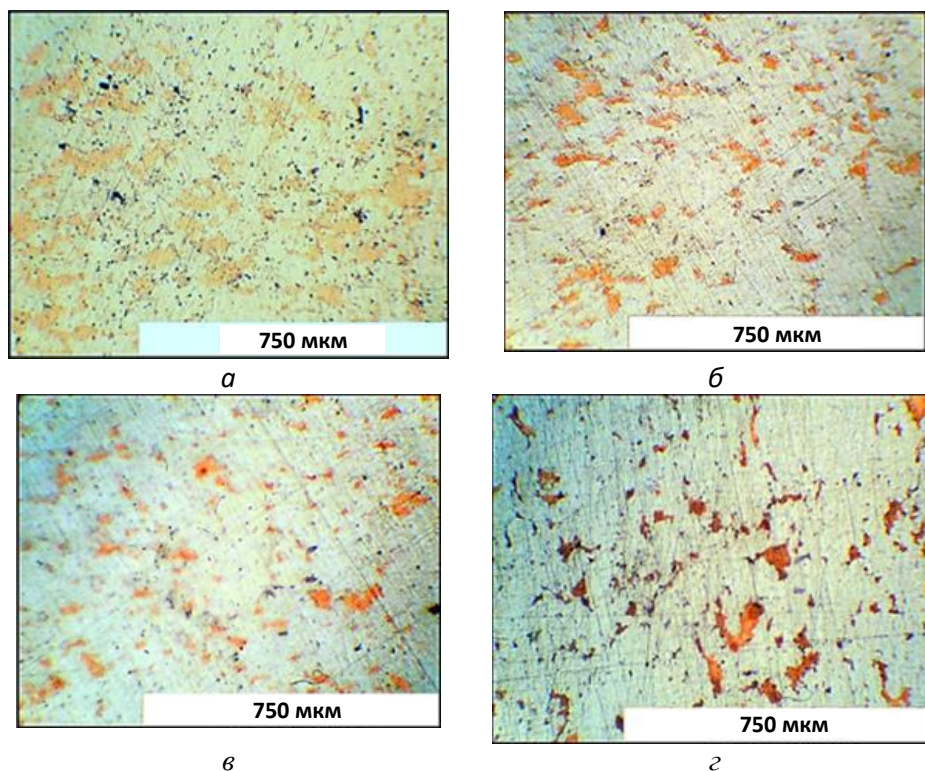


Рис. 6. Микрофотографии пористости материала 75% (мас.) Al—25% (мас.) Cu при времени выдержки 20 (а), 40 (б), 80 (в) и 120 мин (г).

при 40 мин пористость составляет 1,4%, при 80 мин — 0,98%, а при 120 мин — 0,5% (рис. 7).

Изучение структуры алюминия в консолидированных материалах позволило установить, что увеличение времени выдержки не оказало существенного влияния на размер частиц консолидированного порошка (рис. 8), который соответствует исходным размерам порошков Al и Cu.

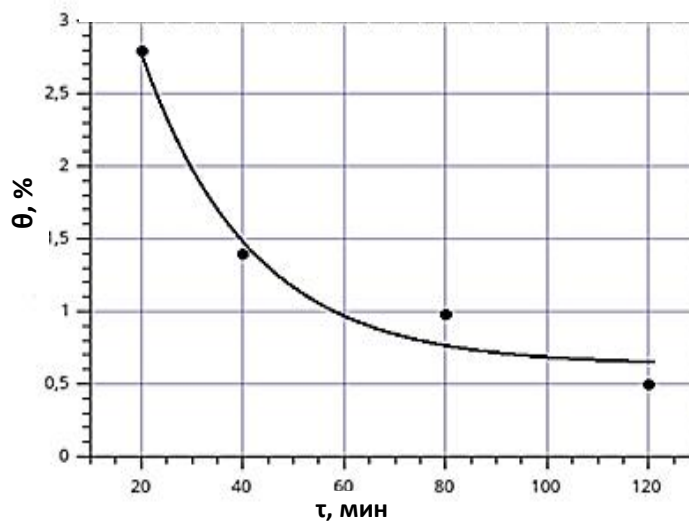


Рис. 7. Изменение пористости материала со временем выдержки.

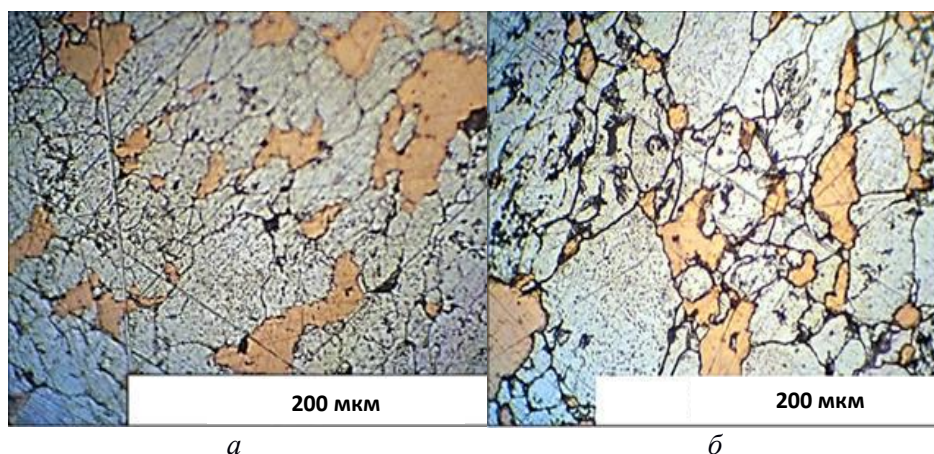


Рис. 8. Структура образца 75% (мас.) Al—25% (мас.) Cu после применения реагента Келлера. Время выдержки, мин: *a* — 20; *б* — 120.

Выводы

Установлено, что в выбранном режиме ИПС порошковой смеси состава 75% (мас.) Al—25% (мас.) Cu в течение 20 мин между частицами алюминия и меди начинают происходить диффузионные процессы, которые приводят к образованию двухслойной области переходной зоны, состоящей из эвтектики α -Al—CuAl₂ и интерметаллида CuAl₂.

Толщина зоны CuAl₂ зависит от времени выдержки и возрастает с 1 до 6 мкм при 80 мин консолидации при температуре 600 °С. Дальнейшее увеличение времени выдержки приводит к растворению CuAl₂ в алюминии и уменьшению толщины его слоя до 2 мкм при 120 мин выдержки.

Микротвердость слоя CuAl₂ составляет ~5 ГПа, микротвердость алюминия — ~0,4 ГПа, а меди — ~0,5 ГПа, при этом увеличение толщины слоя CuAl₂ с 1 до 6 мкм позволяет повысить твердость компакта по Виккерсу с 330 до 870 МПа.

1. Snyder J. Oxygen reduction in nanoporous metal–ionic liquid composite electrocatalysts / [J. Snyder, T. Fujita, M. W. Chen, J. Erlebacher] // Nature Mater. — 2010. — **9**, is. 11. — P. 904—907.
2. Qi Z. Formation and characterization of monolithic nano-porous copper by chemical dealloying of Al—Cu alloys / [Z. Qi, C. Zhao, X. Wang et al.] // J. Phys. Chem. — 2009. — **113**, is. 16. — P. 6694—6698.
3. Li Z. Formation of nanoporous silver by dealloying Ag₂₂Zn₇₈ alloy at low temperature in H₂SO₄ / Z. Li, X. Lu, Z. Qin // Int. J. Electrochemical Sci. — 2013. — **8**, is. 3. — P. 564—3571.
4. Chen L. Y. Nanoporous copper with tunable nanoporosity for SERS applications / [L. Y. Chen, J. S. Yu, T. Fujita, M. W. Chen] // Adv. Function Mater. — 2009. — **19**. — P. 1221—1226.
5. Осокин, Е. Артемьева, О. (2008). Процессы порошковой металлургии. [ebook] Красноярск: ИПК СФУ, 421 с. Available at: http://files.lib.sfu-kras.ru/ebibl/umkd/63/u_lectures.pdf [Accessed 22 Jun. 2016]. ISBN 978-5-7638-1523-8
6. Makhlouf M. Synthesis and characterization of nanocrystalline Al—20% (at.) Cu powders produced by mechanical alloying / [M. Makhlouf, T. Bachaga, J. Sunol et al.] // Metals. — 2016. — **6**, No. 7. — P. 145.
7. Kong Q. Fabrication and characterization of nanocrystalline Al—Cu alloy by spark plasma sintering / [Q. Kong, L. Lian, Y. Liu and J. Zhang] // Mater. Manufacturing Processes. — 2014. — **29**, No. 10. — P. 1232—1236.

8. *Mamedov V.* Spark plasma sintering as advanced PM sintering method // Powder Metallurgy. — 2002. — **45**. — P. 322—328.
9. *Khor K. A.* Effect of spark plasma sintering (SPS) on the microstructure and mechanical properties of randomly packed hollow sphere (RHS) cell wall / K. A. Khor, L. G. Yu, G. Stephani // Mater. Sci. Engineering. — 2003. — **356**, — P. 130—135.
10. *Toyofuku N.* Effect of pulsed DC current on neck growth between tungsten wires and tungsten plates during the initial stage of sintering by the spark plasma sintering method / [N. Toyofuku, T. Kuramoto, T. Imai et al.] // J. Mater. Sci. — 2012. — **47**. — P. 2201—2205.
11. *Пат. 107729 України.* МПК (2006.01) B22F 3/14, B22F 3/12, B22F 3/105. Пристрій для одержання консолідованих порошкових матеріалів / О. М. Сизоненко, А. І. Івлів, Є. Г. Грігор'єв; заявник і патентовласник Інститут імпульсних процесів і технологій НАН України. — № а201305519; заявл. 29.04.13. — Опубл. 10.02.15. Бюл. № 3. — 6 с.
12. *Рубинштейн С. А.* Основы учения о резании металлов и режущий инструмент / [С. А. Рубинштейн, Г. А. Левант, Н. М. Орнис, Ю. С. Тарасевич]. — М.: Машиностроение, 1968. — 392 с.
13. *Пинес Б. Я.* Самодиффузия и гетеродиффузия в неоднородных пористых телах / Б. Я. Пинес, Я. Е. Гегузин // Журн. техн. физики. — 1953. — **23**, № 9. — С. 1559—1572.
14. *Сизоненко О. Н.* Автоматизация процесса измерения температуры, тока и напряжения при искроплазменном спекании дисперсных композиций / [О. Н. Сизоненко, В. В. Литвинов, С. В. Конотоп, А. А. Коваленко] // Вестник национального техн. ун-та "ХПИ": Сб. науч. трудов. Темат. вып. № 21 (1064) "Техника и электрофизика высоких напряжений". — Харьков, 2014. — С. 130—140.
15. *Коваленко В. С.* Металлографические реактивы: (Справ.). — М.: Металлургия, 1981. — 120 с.
16. *Авраамов Ю. С.* Получение сплавов на основе систем несмешивающихся компонентов методом контактного легирования / [Ю. С. Авраамов, В. И. Кошкин, И. М. Петрищев, А. Д. Шляпин] // Машиностроение и инженерное образование. — 2007. — № 4. — С. 21—30.
17. *Барон Ю. М.* Технология конструкционных материалов: (Учебник для вузов). — СПб.: Питер, 2012. — 512 с.

Влияние толщины переходной интерметаллидной зоны CuAl_2 на твердость материала системы Al—Cu

О. Н. Сизоненко, А. Д. Зайченко, Н. С. Присташ

Розглянуто особливості фазо- та структуроутворення у матеріалі системи Al—Cu в умовах іскроплазмового спікання та досліджено вплив товщини перехідної інтерметалідної зони CuAl_2 на твердість отриманих зразків. Одержані результати можуть бути використані для створення триботехнічних матеріалів з підвищеною електропровідністю.

Ключові слова: іскроплазмове спікання, алюміній, мідь, інтерметалід, твердість.

The impact of the thickness of transition intermetallic CuAl_2 area on the hardness of Al—Cu system material

The peculiarities of phase and structure formation in Al—Cu system material in the conditions of spark plasma sintering are considered. The impact of the thickness of transition intermetallic CuAl_2 area on the hardness of obtained material is studied. Obtained results can be used for obtainment of tribotechnical materials with increased electric conductivity.

Keywords: spark plasma sintering, Aluminum, Copper, intermetallic compound, hardness.