

УДК 621.74

ПРИМЕНЕНИЕ ПОРОШКОВЫХ ЛИГАТУР Ni–Si₃N₄ ДЛЯ АРМИРОВАНИЯ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

© 2021 г. А. А. Кузина*

Самарский национальный исследовательский университет
имени академика С.П. Королёва, Самара, 443086 Россия

*e-mail: KuzinaAntonina@mail.ru

Поступила в редакцию 22.01.2021 г.

После доработки 20.03.2021 г.

Принята к публикации 25.03.2021 г.

Приводятся результаты армирования алюминиевого сплава АК12 лигатурами, содержащими наночастицы порошка Si₃N₄, полученного по азидной технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) в СамГТУ. Исследовался ввод в алюминиевый расплав порошковых лигатур, содержащих от 2.5 до 7.5 мас. % Si₃N₄. Армирование алюминиевого сплава АК12 проводили в печи типа GRAFICARBO в стальном тигле объемом до 0.2 кг. Температуру расплава изменяли в интервале от 850 до 1000°С. Исследовали влияние обработки алюминиевого расплава электромагнитными акустическими полями (ЭМАП) на растворимость вводимых порошковых лигатур Ni–Si₃N₄ и усвоение их расплавом. Представлена микроструктура образцов до и после армирования. Определено, что максимальная растворимость упрочняющей фазы Si₃N₄ наблюдается при ее вводе в сплав АК12 в составе порошковой лигатуры Ni + 5% Si₃N₄.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, нитрид кремния, сыпучесть, микроструктура, насыпная масса, удельная поверхность, механические свойства, армирование, порошковые лигатуры.

DOI: 10.31857/S1028096021120098

ВВЕДЕНИЕ

В изделиях авиационной, ракетной и космической техники широкое применение находят алюмоматричные композиционные материалы (АМКМ), отличающиеся малой плотностью, высокими прочностными свойствами и возможностью изготовления из них сложных по форме деталей. В настоящее время активно развиваются технологические способы получения АМКМ, упрочненных тугоплавкими соединениями. Однако предметом постоянных исследований является ввод в алюминиевый расплав порошковых частиц тугоплавких соединений с наноразмерностью, а также их усвоение и однородное распределение в алюминиевой матрице [1–12], что связано с плохой смачиваемостью жидким металлом таких частиц, большой склонностью их к конгломерации и др. [11]. Для упрощения процесса ввода наночастиц в алюминиевые расплавы применяются различные приемы, в том числе и их ввод в состав порошковых лигатур. Использование керамических наночастиц в качестве упрочняющей фазы при изготовлении АМКМ позволяет при малых объемах их ввода значительно повысить эксплуатационные свойства изделий [1–14].

Таким образом, целью данной работы было исследование возможности ввода наночастиц армирующей фазы Si₃N₄ при увеличенном ее содержании в алюминиевый расплав.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследован способ ввода наночастиц нитрида кремния в алюминиевый расплав АК12 в процессе плавки в виде брикетов (порошковых лигатур) состава Ni–(2.5–7.5%)Si₃N₄. В качестве материала (основы лигатур) был выбран никелевый порошок марки ПНЭ-1, представленный на рис. 1а, с размером частиц от 30 до 75 мкм, применяемый как основной металл для легирования с целью повышения прочности сплавов при высоких температурах. В качестве армирующей фазы использовался порошок Si₃N₄ (рис. 1б), полученный в СамГТУ по азидной технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, с размерами частиц до 100 нм.

Приготовление порошковых композиций Ni–Si₃N₄ проводили в шаровой и планетарной (“Пульверизетте-5”) мельницах. При механическом смешивании порошков изменялись время

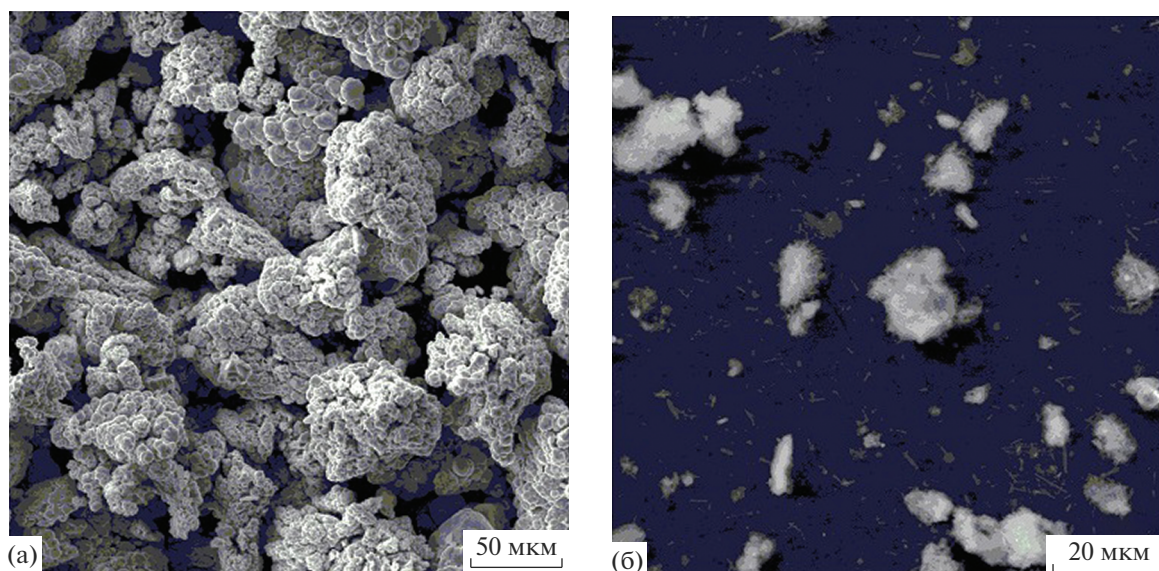


Рис. 1. РЭМ-изображение поверхности частиц: а – никелевый порошок марки ПНЭ-1, б – порошок Si_3N_4 марки СВС-Аз.

(от 1 до 60 мин) и скорость (от 50 до 300 об./мин) смешивания.

Грансостав порошков определяли на лазерном анализаторе размера частиц “Analysette 22 Compact”, насыпную массу порошков – с помощью волюмометра, сыпучесть порошков – методом Холла, удельную поверхность – с помощью анализатора серии СОРБОМЕТР. Однородность смешивания оценивали произвольно взятыми пробами. Шихту считали однородной, если не менее 95% произвольно взятых проб имеют почти одинаковый гранулометрический и химический составы.

Далее из полученных смесей $\text{Ni-Si}_3\text{N}_4$ холодным прессованием при давлении от 65 до 700 МПа были получены порошковые лигатуры с различной плотностью (от 68 до 92%).

В алюминиевый расплав АК12 при температурах 850–1000°C вводили полученные порошковые лигатуры $\text{Ni-Si}_3\text{N}_4$ в виде прессованных брикетов (массой 2.5 г) с относительной плотностью 85–90%, полученные прессованием при давлении 540–700 МПа. Ввод армирующей фазы Si_3N_4 в алюминиевый расплав проводился в печи типа GRAFICARVO в стальном тигле объемом до 0.2 кг. Равномерное распределение дисперсной фазы Si_3N_4 в алюминиевом расплаве обеспечивалось с помощью перемешивания. В работе исследовали влияние обработки алюминиевого расплава электромагнитными акустическими полями на растворимость вводимых порошковых лигатур $\text{Ni-Si}_3\text{N}_4$ и усвоение их расплавом АК12. Обработку осуществляли с помощью генератора “Сонар”, который создает электромагнитные волны радиочастотного диапазона. Генератор акустических ко-

лебаний размещали вблизи тигля с расплавом [15]. В качестве излучателя электромагнитных волн, погруженного в алюминиевый расплав после ввода порошковых лигатур, использовали проволоку в виде петлеобразной антенны диаметром до 3 мм. В процессе экспериментов варьировались частота электромагнитного поля (от 500 до 1000 кГц) и время (от 15 до 30 мин) его воздействия после ввода порошковых лигатур $\text{Ni-Si}_3\text{N}_4$.

Химический состав сплавов до и после ввода порошковых лигатур определяли методом рентгеноспектрального микроанализа (РСМА), при этом использовался энергодисперсионный детектор INCAx-act, являющийся приставкой к растровому электронному микроскопу TESCANVegaSB, на котором также исследовали микроструктуру методом растровой электронной микроскопии (РЭМ). Твердость образцов определяли методом Бринелля.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Экспериментально определено, что однородное распределение частиц нитрида кремния в полученных порошковых композициях достигается смешиванием в планетарной мельнице в течение пяти минут со скоростью 300 об./мин. В табл. 1 представлены некоторые физические и технологические свойства полученных порошковых смесей $\text{Ni-Si}_3\text{N}_4$, не обладающих сыпучестью.

Согласно табл. 1, с увеличением содержания дисперсной фазы в полученных порошковых смесях $\text{Ni-Si}_3\text{N}_4$ отмечается уменьшение гранулометрического состава, компактной плотности,

Таблица 1. Свойства полученных порошковых смесей Ni–Si₃N₄

Порошковая смесь	Гранулометрический состав, мкм	Компактная плотность, г/см ³	Насыпная масса, г/см ³	Удельная поверхность, м ² /г
Ni + 2.5% Si ₃ N ₄	40–70	8.43	2.15	1.27
Ni + 5% Si ₃ N ₄	35–65	8.09	2.03	1.64
Ni + 7.5% Si ₃ N ₄	30–60	7.78	1.87	1.86

Таблица 2. Химический состав полученных образцов

Материал-основа	Вводимая лигатура	Элементный состав, мас. %						
		N	C	Al	Ni	Si	O	Ag
AK12	Ni + 2.5% Si ₃ N ₄	0.15	0.73	80.82	2.37	12.22	2.39	1.32
	Ni + 5% Si ₃ N ₄	0.27	0.86	80.11	2.44	12.36	2.48	1.48
	Ni + 7.5% Si ₃ N ₄	0.33	0.98	79.95	2.38	12.41	2.38	1.57

насыпной массы и увеличение удельной поверхности.

На рис. 2 представлена зависимость относительной плотности порошковых лигатур Ni–Si₃N₄ от давления прессования.

Согласно рис. 2, в порошковых лигатурах Ni–Si₃N₄ минимальная относительная плотность получена при давлении прессования 65 МПа и составляет 75% (для лигатуры Ni + 2.5% Si₃N₄), 73% (для лигатуры Ni + 5% Si₃N₄) и 68% (для лигатуры Ni + 7.5% Si₃N₄), а максимальная относительная плотность получена в порошковых лигатурах при давлении прессования 700 МПа и составляет 92% (для лигатуры Ni + 2.5% Si₃N₄), 91% (для лигатуры Ni + 5% Si₃N₄) и 87% (для лигатуры Ni + 7.5% Si₃N₄).

В табл. 2 представлен химический состав образцов на основе алюминиевого сплава АК12 после ввода порошковых лигатур Ni–Si₃N₄.

Согласно табл. 2, в полученных литых образцах отмечается наличие следов некоторых элементов (азота и углерода), содержание которых не превышает 1%. Присутствие кислорода в химическом составе литых образцов связано с тем, что перемешивание расплава проводилось вручную при помощи приспособления, представляющего собой стальной прутки диаметром 10 мм. Наличие никеля в составе полученных образцов подтверждает ввод порошковых лигатур Ni–Si₃N₄ в расплав АК12.

Общее время перемешивания расплава составило 6 мин (при средней скорости – 5 об./мин). В ходе экспериментов определено, что частота (500 и 1000 кГц) и время воздействия (2–45 мин) ЭМАП на растворимость вводимых порошковых лигатур Ni–Si₃N₄ и усвоение их расплавом АК12 практически не влияют.

На рис. 3 представлена микроструктура сплава АК12 и образца АК12 + 2.5% (Ni + 5% Si₃N₄), по-

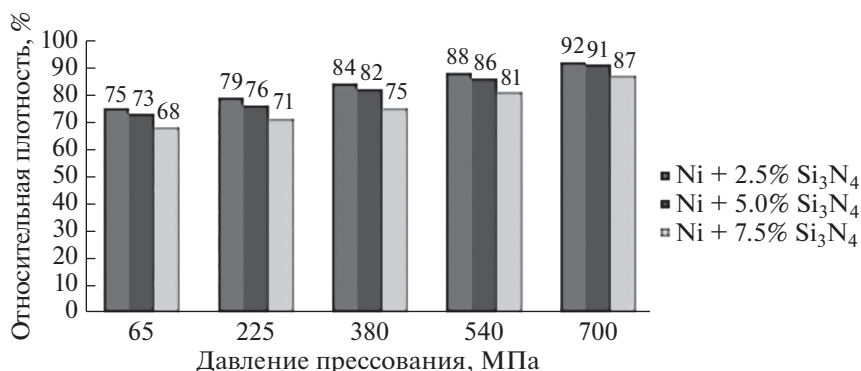


Рис. 2. Зависимость относительной плотности порошковых лигатур Ni–Si₃N₄ от давления прессования.

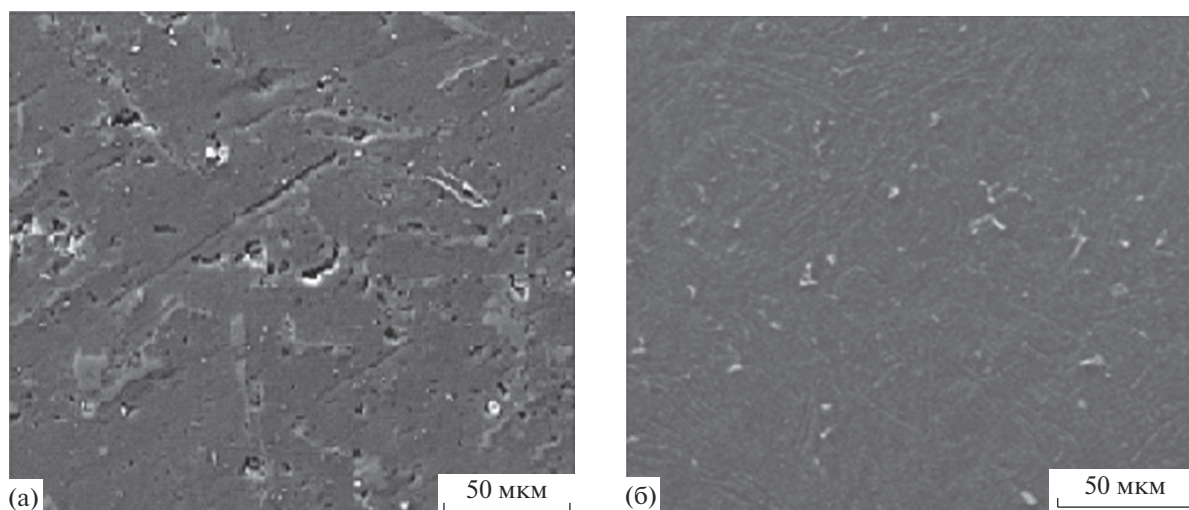


Рис. 3. РЭМ-изображение микроструктуры образцов до и после ввода порошковой лигатуры ($\text{Ni} + 5\% \text{Si}_3\text{N}_4$) при температуре 900°C : а – сплав АК12, б – АК12 + 2.5% ($\text{Ni} + 5\% \text{Si}_3\text{N}_4$).

лученного после ввода порошковой лигатуры при температуре 900°C .

Экспериментально определено, что оптимальная температура ввода порошковой лигатуры ($\text{Ni} + 5\% \text{Si}_3\text{N}_4$) – 900°C , так как при температурах от 850 до 900°C данная лигатура растворяется частично. Полное растворение применяемой лигатуры наблюдается при 900°C , поэтому дальнейшее увеличение температуры (до 1000°C) является не рациональным. Изменение температуры сплава от 850 до 1000°C при вводе порошковой лигатуры ($\text{Ni} + 7.5\% \text{Si}_3\text{N}_4$) положительного влияния на полную растворимость данной лигатуры не оказало.

Согласно рис. 3, армирующая фаза Si_3N_4 на микроструктуре не видна ввиду малого ее количества. Однако после ввода порошковой лигатуры $\text{Ni} + 5\% \text{Si}_3\text{N}_4$ в образце АК12 + 2.5% ($\text{Ni} + 5\% \text{Si}_3\text{N}_4$) отмечается измельчение структуры. Максимальная растворимость упрочняющей фазы Si_3N_4 наблюдается при вводе в алюминиевый сплав АК12 порошковых лигатур на никелевой основе, содержащих 2.5 и 5% армирующей фазы.

В полученных литых образцах на основе АК12 твердость изменялась по шкале НВ в пределах от 56 до 67 МПа (твердость сплава АК12 по ГОСТУ 1583-93 составляет НВ 50 МПа). Незначительное повышение твердости наблюдается в образце АК12 + 2.5% ($\text{Ni} + 7.5\% \text{Si}_3\text{N}_4$) и составляет НВ 56 МПа, данный результат связан с тем, что порошковая лигатура растворяется не полностью. Максимальное повышение твердости отмечается в образце АК12 + 2.5% ($\text{Ni} + 5\% \text{Si}_3\text{N}_4$) и составляет НВ 67 МПа.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Применение порошковых лигатур $\text{Ni}-\text{Si}_3\text{N}_4$ позволяет вводить в алюминиевый расплав наночастицы Si_3N_4 в малом количестве (не более 0.1%). Проведенные исследования показали, что доля упрочняющей фазы – нанопорошка Si_3N_4 , полученного по азидной технологии СВС в СамГТУ, в прессованной лигатуре не может быть более 5%. При содержании в порошковой лигатуре на никелевой основе наночастиц Si_3N_4 более 5% полученные лигатуры практически не растворяются в расплаве и при температурах $950-1000^\circ\text{C}$. Таким образом, оптимальное содержание упрочняющей фазы Si_3N_4 с материалом-основой (никелем) в прессованных порошковых лигатурах составляет 5%. Температура алюминиевого расплава, при которой отмечается полное растворение порошковой лигатуры $\text{Ni} + 5\% \text{Si}_3\text{N}_4$, составляет 900°C .

Определено, что заметного влияния на растворимость порошковых лигатур $\text{Ni}-\text{Si}_3\text{N}_4$ в алюминиевых расплавах электромагнитные акустические поля не оказывали.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Манолов В., Черепанов А., Лазарева Р., Константинова С. // Литейное производство. 2011. № 4. С. 17.
2. Сарасеко М.Н., Лалетин В.М., Бохан Ю.И. // Конструкции из композиционных материалов. 2014. № 3. С. 21.
3. Рязанов С.А., Амосов А.П., Никитин В.И., Марков Ю.И., Ермошкин А.А., Титова Ю.В. // Литейное производство. 2014. № 7. С. 16.
4. Анисимов О.В., Костиков В.И., Лобачева Е.В., Пузрик В.И., Штанкин Ю.В. // Известия вузов. По-

- рошковая металлургия и функциональные покрытия. 2011. № 3. С. 33.
5. Петрунин А.В., Панфилов А.В., Панфилов А.А. // Литейное производство. 2009. № 10. С. 17.
 6. Косников Г.А., Баранов В.А., Петрович С.Ю. // Литейное производство. 2012. № 2. С. 4.
 7. Крушенко Г.Г. // Металлургия машиностроения. 2011. № 1. С. 20.
 8. Крушенко Г.Г. // Нанотехника. 2011. № 3. С. 55.
 9. Панфилов А.В. // Литейщик России. 2008. № 7. С. 23.
 10. Кузина А.А., Титова Ю.В. // Вестник СамГТУ. Серия "Технические науки". 2017. № 4(56). С. 166.
 11. Амосов А.П., Никитин В.И., Никитин К.В., Рязанов С.А., Ермошкин А.А. // Научно-технические технологии в машиностроении. 2013. № 8. С. 3.
 12. Калинина Н.Е., Кавац О.А., Калинин В.Т. // Авиационно-космическая техника и технология. 2008. № 7. С. 16.
 13. Панфилов А.В., Петрунин А.В., Панфилов А.А. // Нанотехника. 2007. № 3(11). С. 76.
 14. Vorozhtsov S., Zhukov I., Vorozhtsov A., Zhukov A., Eskin D., Kvetinskaya A. // Advances in Materials Science and Engineering. 2015. V. 2015. Article ID 718207. 6 p. <https://doi.org/10.1155/2015/718207>
 15. Тимошкин И.Ю., Никитин К.В., Никитин В.И., Девев В.Б. // Известия вузов. Цветная металлургия. 2016. № 3. С. 28.

The Application of Powder Ligatures Ni–Si₃N₄ for Reinforcement of Aluminum Alloys

A. A. Kuzina*

Samara University, Samara, 443086 Russia

*e-mail: KuzinaAntonina@mail.ru

The paper presents the results of reinforcing of aluminum alloy Al + 12% Si by ligatures containing nanoparticles of powder Si₃N₄ obtained by the azide technology of self-propagating high-temperature synthesis (SHS) at the Samara State Technical University. The introduction of powder ligatures containing from 2.5 to 7.5% (wt) Si₃N₄ into the aluminum melt was studied. The reinforcement of aluminum alloy Al + 12% Si was carried out in GRAFICARBO type furnace in steel crucible with volume up to 0.2 kg. The melt temperature was measured in the range from 850 to 1000°C. The effect of processing aluminum melt with electromagnetic acoustic fields (EMAF) on the solubility of the introduced powder ligatures Ni–Si₃N₄ and their assimilation by the melt was studied. The microstructures of the samples before and after reinforcement are presented. It is determined that the maximum solubility of the hardening phase Si₃N₄ is observed when it is introduced into the alloy Al + 12% Si as a part of the powder ligature Ni + 5% Si₃N₄.

Keywords: aluminum alloy, silicon nitride, flowability, microstructure, bulk density, specific surface area, mechanical properties, reinforcement, powder ligatures.