

УДК 621.793.7:678.027.3

О.В. Бякова, О.І. Юркова, М.Г. Гриценко

**ВПЛИВ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ  
НА СТРУКТУРУ ПОРОШКОВОГО КВАЗІКРИСТАЛІЧНОГО СПЛАВУ СИСТЕМИ Al–Fe–Cr**

The present paper is aimed at studying the effect of compaction by extrusion on the structural features of powder quasicrystalline Al–Fe–Cr alloy. Specifically, we use the powder aluminium alloy  $Al_{94}Fe_3Cr_3$  with fine-dispersed quasicrystalline particles reinforced by extrusion. We obtain the alloy by applying the water-atomization technique. Using X-ray diffraction analysis, scanning and transmission electron microscopy, we determine that consolidation of powder alloy  $Al_{94}Fe_3Cr_3$  results in losing quasicrystalline phase content in  $\alpha$ -Al matrix as compared with the initial alloy in the form of powder, which can totally decrease the alloy reinforcement. In addition, the alloy consolidation was conducted by single-axis deformation by extrusion at elevated temperatures (653 K) and high pressure (in the lengthwise and cross directions, notably  $P_l = 1,42$  hPa and  $P_t = 3,30$  hPa).

**Вступ**

Для створення легких інженерних конструкцій у багатьох галузях промисловості і, насамперед, в авіації та автотранспортній галузі, все більший інтерес вчені та інженери виявляють до квазікристалічних сплавів алюмінію, які нині вважаються одними з найбільш перспективних у групі високоміцних алюмінієвих сплавів [1–3]. Завдяки присутності квазікристалічних фаз ці сплави, крім малої густини, виявляють значно покращені фізико-механічні властивості, які до того ж можуть зберігатися при підвищених температурах експлуатації. Серед низки розроблених квазікристалічних сплавів алюмінію найбільш перспективними вважаються композиційні сплави з дрібнодисперсними квазікристалічними частинками в алюмінієвій матриці, зокрема, системи Al–Fe–Cr. Ці сплави поєднують у собі високу корозійну тривалість, притаманну алюмінієвим сплавам, з унікальним комплексом механічних властивостей, а саме високою міцністю ( $\sigma_s = 653$  МПа), яка до того ж зберігається до  $T = 573$ – $623$  К, та достатньою пластичністю ( $\delta = 6$  %), вигідно відрізняються від крихких однофазних квазікристалічних сплавів і, зокрема, найбільш досліджених сплавів системи Al–Fe–Cu.

Квазікристали є новим класом речовин, які мають незвичайну атомну будову та механічні властивості. На відміну від кристалічних сполук, вони не мають трансляційного дальнього порядку, виявляючи ротаційну симетрію 5-, 8-, 10- або 12-го порядків, які раніше (до відкриття цих речовин Д. Шехтманом [4] наприкінці минулого століття) вважалися неможливими. Так, відсутність трансляційної симетрії в усіх трьох ортогональних напрямках є характерною для ікоса-

едричних квазікристалів (*i*-фаз), притаманних, зокрема, системі Al–Fe–Cr. Завдяки такій незвичайній атомній будові квазікристалічні фази виявляють незвичайні для кристалічних сполук хімічні та фізико-механічні властивості (наприклад, твердість  $HV = 10$  ГПа в системі Al–Fe–Cu), здійснюючи ефективний внесок в загальну міцність сплавів (у т.ч. композиційних сплавів системи Al–Fe–Cr) при збереженні їх певної мікропластичності. Важливим є те, що уповільненість дифузійних процесів у квазікристалів дає змогу зберігати такий рівень властивостей в умовах підвищених температур [5–7].

Композиційні алюмінієві сплави з дрібнодисперсними квазікристалічними частинками отримують кристалізацією розплаву в умовах надвисоких швидкостей охолодження ( $10^5$ – $10^6$  К/с) [2, 5, 7] у вигляді луски, спінінгованих стрічок і порошку. Для отримання цих композицій у світовій практиці розроблено та запатентовано багато технологічних варіантів, включаючи швидке загартування, відцентрове розпилення в інертному газі, кристалізацію аморфізованого сплаву, розбризкування розплаву. Проте серед розроблених способів найбільш продуктивним є спосіб швидкої кристалізації порошків, які отримують розпиленням алюмінієвого розплаву нейтральним газом (переважно аргоном) [5, 8] або водою високого тиску [2, 9]. Умови швидкої кристалізації розплаву зумовлюють метастабільний характер квазікристалічних фаз та пересиченого  $\alpha$ -твердого розчину Al в системі Al–Fe–Cr. Застосування квазікристалічних сплавів в інженерній практиці потребує консолідації подрібненого напівпродукту, яке для сплавів системи Al–Fe–Cr тепер переважно здійснюють шляхом інтенсивної

пластичної деформації екструзією при температурах 673–723 К [2, 5, 9].

Аналіз літератури виявив істотні розбіжності в механічних властивостях композиційних сплавів алюмінію системи Al–Fe–Cr, отриманих у спінінгованих стрічках [6], та консолідованому за різними схемами порошковому матеріалу [5]. Це може свідчити про можливі структурні зміни, які відбуваються внаслідок пластичної деформації під впливом температури та тиску.

### Постановка задачі

Зважаючи на обмежений характер відомостей із зазначеного питання метою роботи є дослідження впливу компактування екструзією на структуру композиційного квазікристалічного сплаву системи Al–Fe–Cr.

Постановка досліджень за цією тематикою зумовлена необхідністю підвищення рівня експлуатаційних та споживчих властивостей алюмінієвих сплавів, які є основою надлегких високоміцних інженерних конструкцій та на сьогодні вважаються найперспективнішою групою алюмінієвих сплавів для застосування в авіації та автомобілебудуванні, на заміну дорогим порошковим сплавам з інтерметалідними сполуками (сплави типу FVS (США)).

### Методика експерименту

У дослідженнях використовували порошки алюмінієвих сплавів номінального складу  $Al_{94}Fe_3Cr_3$  з розміром частинок  $\leq 40$  мкм, які виготовляли за методом WA–N [10] шляхом розпилення розплаву з температурою 1573 К струменями води високого тиску (10 МПа) та рН = 3,5. Масовий вміст кисню у WA порошку не перевищував 0,3 %. Об'ємний вміст квазікристалічної фази становив близько 35 % [2]. Середній розмір дисперсних квазікристалічних частинок становив 100–200 нм, досягаючи в деяких порошинках 1,0–1,5 мкм внаслідок різних умов охолодження водяними струменями під час розпилення розплаву.

Сплав у вигляді порошку консолідували в умовах одноосової деформації екструзією. Перед екструзією порошок компактували при кімнатній температурі й отриманий порошковий компакт розміщували в капсулі діаметром 25 мм, з якої відкачували повітря при температурі 623 К протягом 1 год, а потім заварювали.

Після цього проводили екструзію капсульованих заготовок з коефіцієнтом витягування  $k_e = 7,2$  при температурі 653 К [2]. Екструзію здійснювали із зусиллям 72 000 кг за один прохід на пресі, оснащеному матрицею з внутрішнім діаметром 9,3 мм та довжиною робочої частини 2 мм. Швидкість протягування становила  $v_e = 15 \cdot 10^{-3}$  м/с. Проведені відповідно до [11] розрахунки виявили, що при застосуванні вибраних технологічних параметрів консолідація порошку відбувалася під дією тиску, який у процесі екструзії дорівнював у повздовжньому та поперечному напрямках  $P_l = 1,42$  ГПа та  $P_t = 2,44$  ГПа відповідно.

Фазовий склад зразків визначали за допомогою рентгенівського аналізу в монохроматичному  $Cu K_\alpha$ -випромінюванні на дифрактометрі ДРОН-4.13. Присутність квазікристалічної фази з ікосаедричною симетрією (*i*-фази) встановлювали за наявністю трьох найбільш інтенсивних дифракційних максимумів з індексами Кана (N, M): (18, 29), (20, 32) і (52, 84) [12]. Структурні дослідження проводили за допомогою електронної мікроскопії, яку здійснювали в режимах сканування та просвічування на мікроскопах PEMMA-101A та модернізованому ПЕМ-У відповідно. Фольгу для просвічування готували за стандартною методикою через струминне полірування в електроліті.

### Результати експерименту та їх обговорення

Порошок сплаву  $Al_{94}Fe_3Cr_3$ , отриманий за методом WA–N, на відміну від порошків газового розпилення, має типову неправильну форму частинок металевого сплаву і нерівний рельєф поверхні (рис. 1, а), що полегшує їх подальшу консолідацію шляхом пластичної деформації. В межах кожної порошкової частинки сплаву спостерігається велика кількість нано- та субмікророзмірних включень, які на СЕМ зображенні мають світлий колір (рис. 1, б, в) і за даними фазового рентгенівського аналізу (рис. 2) належать квазікристалічній *i*-фазі та мають підвищений вміст Fe і Cr. Деякі квазікристалічні частинки мають форму п'ятикутних зірочок (див. рис. 1, в) та демонструють ротаційну симетрію п'ятого порядку. Однак варто зазначити, що розмір квазікристалів виявився неоднаковим, досягаючи в деяких порошкових частинках 1,5 мкм внаслідок різних умов охолодження водяними струменями під час розпилення розплаву (див. рис. 1, в).

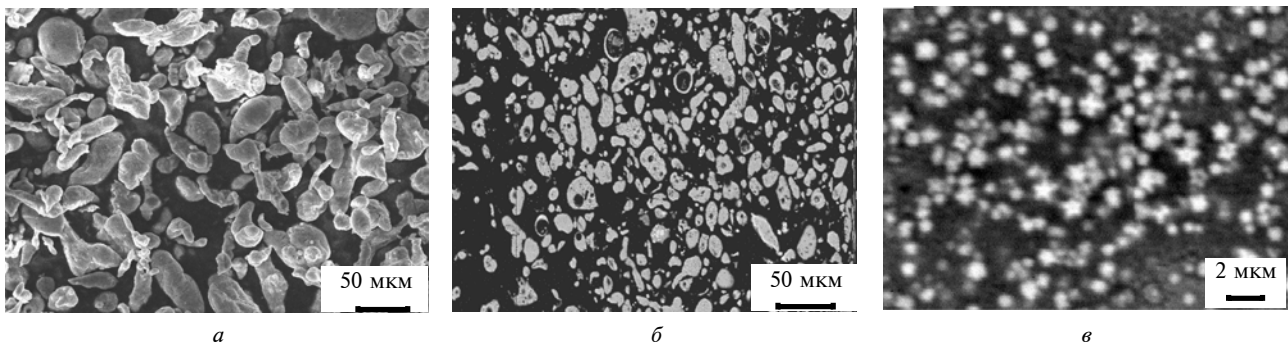


Рис. 1. Морфологія частинок (*a*) та структура (*б, в*) вихідного порошку сплаву  $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$  фракції (0–40) мкм, отриманого методом WA–N

Так само, як і у вихідному порошку, присутність квазікристалічної *i*-фази в матричному  $\alpha$ -Al твердому розчині (рис. 2, *a*) була встановлена і в консолідованих екструзією зразках сплаву. Після консолідації у спектрах рентгєнівської дифракції в інтервалі кутів  $2\theta = 2\text{--}80^\circ$ , крім ліній, які відповідають (111), (200), (220) і (311) площинам  $\alpha$ -твердого розчину Al, реєструються дифракційні лінії від квазікристалічної *i*-фази, які відповідають індексам (6, 9), (18, 29), (20, 32), (38, 61) і (52, 84) (рис. 2).

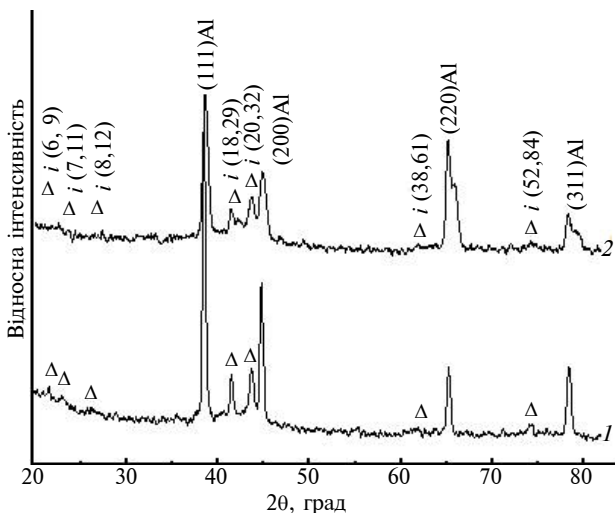


Рис. 2. Спектри рентгєнівської дифракції порошкового сплаву  $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ : 1 – вихідного порошку, отриманого за методом WA–N; 2 – консолідованого екструзією

Дрібні квазікристалічні частинки чітко виявляються на SEM зображеннях у консолідованих зразках (рис. 3). Так само, як і у вихідному порошку (див. рис. 1), в межах кожної порошкової частки сплаву спостерігається велика кількість нано- та субмікророзмірних частинок квазікристалічної *i*-фази (див. рис. 3).

При збереженні незмінної морфології (форми та розмірів) квазікристалів усередині порошкових частинок останні витягуються в напрямку екструзії і набувають вигляду волокон. Під час екструзії квазікристали перерозподіляються відповідно до розтягнення кожної порошкової частинки вздовж осі прутка та незначно деформуються, але їх руйнування не відбувається.

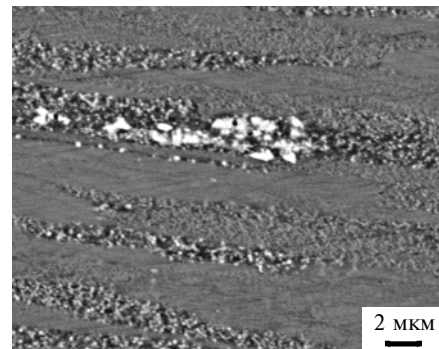


Рис. 3. SEM зображення структури сплаву  $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ , консолідованого екструзією

На ПЕМ зображеннях (рис. 4) квазікристалічні частинки, розташовані в  $\alpha$ -Al матриці, виявляють характерну сферичну форму [2, 3], їх середній розмір коливається в межах 100–200 нм. Дифракційну картину п'ятого порядку ротатійної симетрії (див. рис. 4), яка відповідає квазікристалічній структурі, отримано від частинки в межах зразка (тонкої фольги).

Порівняно з вихідним порошком (див. рис. 2, *a*) характерною особливістю спектрів рентгєнівської дифракції від консолідованих зразків (див. рис. 2, *б*) є розширення інтерференційних ліній від матричного  $\alpha$ -Al твердого розчину, що свідчить про розвиток процесів пластичної деформації. За проведеними по розширенню дифракційних максимумів розрахунками густина дислокацій в зразках, консолідованих в

умовах екструзії, досягає величини  $\rho = 10^{16} \text{ м}^{-2}$ . Така густина дислокацій є характерною для множинного ковзання дислокацій після значної деформації металевго сплаву, яка супроводжує консолідацію порошку за застосованим у дослідженні технологічним варіантом.

Проте порівняльний аналіз спектрів рентгівської дифракції (див. рис. 2) вказує на суттєві відмінності у структурному стані вихідного порошку та консолідованих зразків. Дифрактограма від екструдованого зразку (див. рис. 2, б) характеризується меншою інтенсивністю рефлексів від квазікристалічної *i*-фази порівняно з інтенсивністю рефлексів цієї фази у вихідному порошку, що може бути пов'язане зі зменшенням її вмісту в  $\alpha$ -Al матричному твердому розчині. До того ж для екструдованого зразка на дифрактограмі в області великих кутів відбиття виявляється накладання рефлексів від двох  $\alpha$ -Al твердих розчинів з різними періодами кристалічної решітки, що вказує на розшарування матричного сплаву за складом, який супроводжується формуванням областей з різним вмістом легуючих елементів (Cr, Fe). Проведені обчислення періодів кристалічної решітки ( $a_0$ ) твердих розчинів  $\alpha$ -Al та їх порівняння з періодами решітки компонентів сплаву (таблиця) підтверджують суттєві зміни, які відбуваються в структурному стані сплавів в умовах екструзії під комплексною дією підвищеного тиску та температури.

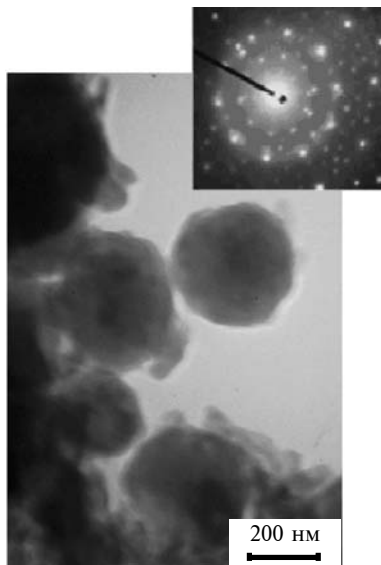


Рис. 4. Світлопольне електронно-мікроскопічне зображення структури й електронограма порошкового сплаву  $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ , консолідованого екструзією

**Таблиця.** Періоди решітки ( $a_0$ ) Al, Fe, Cr та  $\alpha$ -Al твердих розчинів у порошку сплаву системи Al–Fe–Cr та отриманих з нього суцільних матеріалів, консолідованих пластичною деформацією екструзією

Матеріал	Al	Fe	Cr	Сплав системи Al–Fe–Cr	
				Порошок	Екструзія
$a_0$ , нм	0,4050	0,2866	0,2885	0,4041	0,4046/0,4008

Наслідком деформації екструзією є формування у сплаві двох  $\alpha$ -Al твердих розчинів: одного – з більшим періодом решітки та другого – з меншим, що може бути пов'язане з підвищенням вмістом Cr та Fe. Збільшення періоду кристалічної решітки  $\alpha$ -Al твердого розчину свідчить про його збіднення на легуючі елементи. До такого ефекту може приводити деяке укрупнення квазікристалічних частинок в умовах значного локального розігріву порошкових часток за периметром під час екструзії. Подібний ефект укрупнення квазікристалічних частинок раніше спостерігався у спінінгованих стрічках квазікристалічного сплаву Al–Fe–Cr під час їх підігрівання до 723 К [3]. Експериментально встановлене розшарування  $\alpha$ -Al твердого розчину відповідає припущенню щодо зменшення вмісту квазікристалічної *i*-фази у разі часткового розчинення квазікристалічних частинок, наслідком чого є формування довкола них нерівноважного твердого розчину  $\alpha$ -Al з підвищеним вмістом легуючих елементів.

## Висновки

Встановлено, що квазікристалічні частинки залишаються в структурі компактованого екструзією композиційного сплаву  $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ , незначно деформуються, але їх руйнування не відбувається.

Покладаючись на результати досліджень, встановлено суттєвий вплив деформації екструзією на еволюцію структури алюмінієвих сплавів  $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$  під комплексною дією температури та тиску.

Показано, що процес консолідації порошкового сплаву шляхом одноосової деформації екструзією, яку здійснюють при підвищених температурах (623 К) та значному тиску (у повздовжньому та поперечному напрямках  $P_l = 1,42$  ГПа і  $P_t = 3,30$  ГПа відповідно), призводить до втрати вмісту метастабільної квазікристалічної фази в алюмінієвій матриці, що може зменшувати зміцнення сплаву в цілому.

Результати дослідження засвідчили, що в процесі консолідації під дією високого тиску

кінетика фазових і структурних перетворень підсилюється внаслідок накопичення лінійних дефектів структури матричного  $\alpha$ -Al сплаву, що зменшує на вміст квазікристалічної фази.

Для повного збереження вмісту метастабільної квазікристалічної фази в структурі композиційних порошкових сплавів системи Al–

Fe–Cr в процесі компактування у перспективі доцільним буде дослідження впливу схеми та режимів деформації на еволюцію структури і механічних властивостей алюмінієвих сплавів системи Al–Fe–Cr під комплексною дією температури та тиску.

1. Kimura H.M., Sasamori K., Inoue A. Al–Fe Based Bulk Quasicrystalline Alloys with High Elevated Temperature Strength // *J. Mater. Res.* – 2000. – **15**, N 12. – P. 2737–2744.
2. Milman Yu.V., Sirko A.I., Iefimov M.O. et al. High Strength Aluminum Alloys Reinforced by Nanosize Quasicrystalline Particles for Elevated Temperature Application // *High Temperature Materials and Processes.* – 2006. – **25**. – P. 19–27.
3. Galano M., Audebert F., Stone I.C., Cantor B. Nanoquasicrystalline Al–Fe–Cr-Based Alloys. Part I: Phase transformations // *Acta Materialia.* – 2009. – **57**. – P. 5107–5119.
4. Dubois J.M. New Prospects from Potential Applications of Quasicrystalline Materials // *Materials Science and Engineering: A.* – 2000. – **294-296**. – P. 4–9.
5. Inoue A. Amorphous, Nanoquasicrystalline and Nanocrystalline Alloys in Al-Base Systems // *Progress in Mater. Sci.* – 1998. – **43**. – P. 365–520.
6. Galano M., Audebert F., Stone I.C., Cantor B. Nanoquasicrystalline Al–Fe–Cr-Based Alloys. Part II: Mechanical properties // *Acta Materialia.* – 2009. – **57**. – P. 5120–5130.
7. Inoue A., Kimura H. High-Strength Aluminum Alloys Containing Nanoquasicrystalline Particles // *Mater. Sci. Eng.* – 2000. – **A286**, N 1. – P. 1–10.
8. Pat. 5432011 US. Aluminum Alloys, Substrates Coated with These Alloys and Their Applications / J.M. Dubois, A. Pianelli. – Publ. 11.07.95.
9. Milman Yu.V. Mechanical Behavior of Nanostructured Aluminum Alloys Containing Quasicrystalline Phase // *Materials Science Forum.* – 2005. – **482**. – P. 77–82.
10. Патент РФ № 2078427. Способ получения порошков алюминия и его сплавов / О.Д. Нейков, В.Г. Калинин // *Информ. бюл.* – № 12. – 1977.
11. Kiz M.M., Byakova A.V., Sirko A.I. et al. Cold-Spray Coating of Al–Fe–Cr Alloy Reinforced by Nano-Sized Quasicrystalline Particles // *Ukr. J. Phys.* – 2009. – **54**, № 6. – С. 594–600.
12. Cahn J.W., Shechtman D., Gratias D. Indexing of Icosahedral Quasiperiodic Crystals // *Mat. Res. Soc.* – 1986. – **1**. – P. 13–26.

Рекомендована Радою  
інженерно-фізичного факультету  
НТУУ "КПІ"

Надійшла до редакції  
6 лютого 2012 року