

На правах рукописи



Кузина Антонина Александровна

**ПРИМЕНЕНИЕ КЕРАМИЧЕСКИХ НАНОПОРОШКОВ
АЗИДНОЙ ТЕХНОЛОГИИ СВС ДЛЯ АРМИРОВАНИЯ
АЛЮМОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Специальность 2.6.17. Материаловедение

Автореферат
диссертации на соискание учёной степени
кандидата технических наук

Самара – 2021

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева»

Научный руководитель:

Амосов Александр Петрович, доктор физико-математических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Юхвид Владимир Исаакович, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией жидкофазных СВС-процессов и литых материалов, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук», г. Черноголовка Московской области

Ковтунов Александр Иванович, доктор технических наук, доцент, профессор кафедры «Сварка, обработка материалов под давлением и родственные процессы», федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тольяттинский государственный университет», г. Тольятти Самарской области

Ведущая организация:

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»), г. Москва

Защита состоится «1» октября 2021 г., в 15 час. 30 мин. на заседании объединенного диссертационного совета 99.2.039.02 (Д999.122.02) на базе ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет» и ФГАОУ ВО «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» по адресу: 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244, главный корпус, аудитория 200.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет»:

http://d99912202.samgtu.ru/sites/d99912202.samgtu.ru/files/diss_kuzina_new.pdf

Отзывы на автореферат просим высылать в двух экземплярах, заверенных печатью, по адресу: Россия, 443100, г. Самара ул. Молодогвардейская, 244, ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет», главный корпус, ученому секретарю диссертационного совета 99.2.039.02 (Д 999.122.02).

Автореферат разослан « » 2021 г.

Ученый секретарь

диссертационного совета,

к.т.н., доцент



А.Р. Луц

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Развитие современной техники требует улучшения механических свойств алюмоматричных композиционных материалов (АМКМ) для их применения при повышенных температурах и нагрузках. Если делать это за счет увеличения содержания армирующей керамической фазы микронных размеров, то это приводит к повышенной хрупкости и плохой обрабатываемости АМКМ. Более перспективным является переход от микронных размеров армирующих керамических частиц к наноразмерным частицам 1-100 нм. В этом случае действуют другие механизмы упрочнения алюминиевой матрицы, и значительное увеличение твердости и прочности АМКМ достигается при меньшем содержании армирующей фазы, чем в случае частиц микронных размеров, что позволяет сохранить заметный запас пластичности алюминиевой матрицы и получить прочные, но не хрупкие АМКМ.

Проблема разработки пригодных для промышленного применения технологий получения литых АМКМ, упрочненных керамическими наночастицами, остается на сегодня нерешенной. Очень дороги керамические нанопорошки оксидов, нитридов, карбидов и другие, доступные на рынке. Существующие методы ввода нанопорошков в расплав алюминия сложны и малопроизводительны и не всегда обеспечивают равномерное распределение наночастиц по объему матрицы, особенно при повышенном содержании наночастиц, что не позволяет реализовать большие потенциальные возможности упрочнения АМКМ наночастицами. Самые простые методы ввода нанопорошков в расплав алюминия и его сплавов основаны на использовании разнообразных нанопорошковых псевдолигатур – смесей керамических нанопорошков с металлическими порошками-носителями, чаще всего прессованных.

Дороговизна доступных керамических нанопорошков во многом связана со сложностью и энергозатратностью существующих технологий их получения, в первую очередь, плазмохимического синтеза. Поэтому несомненный интерес представляют значительно более дешевые нанопорошки нитридов и карбидов, получаемые по азидной технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС-Аз) при горении смесей порошков с азидом натрия NaN_3 . Метод СВС-Аз характеризуется простотой осуществления в малогабаритном оборудовании, энергосбережением за счет собственного тепловыделения горения, дешевизной и доступностью многих исходных порошковых реагентов. Известно, что использование нанопорошков нитридов и карбидов наиболее перспективно для создания дисперсно-упрочненных АМКМ, пригодных для работы при повышенных температурах и в узлах трения. Однако отсутствует опыт разработки АМКМ, армированных нанопорошками марки СВС-Аз, методов ввода этих нанопорошков в состав алюмокомпозитов. В связи с этим актуальной задачей в области материаловедения является проведение исследований по применению керамических нанопорошков азидной технологии СВС для армирования алюмоматричных композиционных материалов.

Цель диссертационной работы. Исследовать и разработать наиболее простые методы изготовления алюмоматричных композиционных материалов, армированных наночастицами керамических порошков нитридов и карбидов Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN , полученных по азидной технологии СВС.

Задачи диссертационной работы. Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Определение оптимальных технологических режимов изготовления нанопорошковых псевдолигатур на основе порошков-носителей: меди, никеля или алюминия, содержащих армирующие наночастицы порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз.

2. Определение максимально возможного количества усваиваемых нанопорошков марки СВС-Аз при их введении в составе нанопорошковых псевдолигатур в расплав матричного металла и влияния воздействия электромагнитных акустических полей.

3. Исследование влияния содержания армирующих наночастиц порошков марки СВС-Аз на структуру и свойства литых композитов на основе алюминия А7 и алюминиевого сплава АК12.

4. Исследование процесса получения спеченного АМКМ Al-AlN твердофазным методом порошковой металлургии при использовании порошка алюминия марки ПА-4 и нанопорошка AlN марки СВС-Аз.

Соответствие паспорту заявленной специальности. Тема и содержание диссертационной работы соответствуют паспорту научной специальности 2.6.17. Материаловедение (технические науки) по пунктам: 1. Теоретические и экспериментальные исследования фундаментальных связей состава и структуры материалов с комплексом физико-механических и эксплуатационных свойств с целью обеспечения надежности и долговечности материалов и изделий; 4. Разработка физико-химических и физико-механических процессов формирования новых материалов, обладающих уникальными функциональными, физико-механическими, эксплуатационными и технологическими свойствами, оптимальной себестоимостью и экологической чистотой.

Объекты и методы исследования. В качестве объектов исследования выбраны исходные порошки различного состава для приготовления порошковых псевдолигатур на основе металлических порошков-носителей: меди, никеля или алюминия, содержащих армирующие наночастицы керамических порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз; приготовленные псевдолигатуры и получаемые в результате их ввода в расплавы алюминиевых сплавов А7 и АК12 литые композиционные материалы, армированные наночастицами порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз; а также армированные наночастицами AlN спеченные композиционные материалы Al-AlN . Экспериментальные исследования получения литых АМКМ проводились методами литейной технологии, а спеченные АМКМ получались с использованием методов порошковой металлургии. Для анализа литых и спеченных порошковых образцов АМКМ применялись методы металлографического, микрорентгеноспектрального и рентгенофазового анализов, а также методы определения механических свойств.

Научная новизна

1. Впервые для армирования алюминия применены керамические нанопорошки нитридов и карбидов Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз. Характерной особенностью нанопорошков $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз является наличие примеси побочной соли криолита Na_3AlF_6 . Установлено, что при жидкофазном способе получения АМКМ эта соль играет роль флюса, удаляется из расплава и не входит в конечный состав литого АМКМ. При твердофазном способе получения алюмокомпозита Al-AlN примесь соли Na_3AlF_6 не удаляется, загрязняет состав спеченного АМКМ и приводит к его повышенной пористости.

2. Установлены закономерности процессов смешивания и прессования порошков при получении нанопорошковых псевдолигатур на основе различных

металлических порошков-носителей: меди, никеля или алюминия, содержащих армирующие наночастицы керамических порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз, для применения при жидкофазном изготовлении АМКМ.

3. Исследован процесс ввода псевдолигатур с нанопорошками марки СВС-Аз в расплав алюминия А7 и алюминиевого сплава АК12. Установлено, что эти псевдолигатуры растворяются в расплаве при содержании в составе псевдолигатуры не более 5% нанопорошков марки СВС-Аз, что позволяет усвоить расплавом и ввести в конечный состав АМКМ не более 0,1% армирующих частиц нанопорошков марки СВС-Аз.

4. Установлено, что использование обработки электромагнитными акустическими полями (частотой 500 кГц или 1000 кГц, в течение 30 или 45 минут) расплава алюминия А7 и алюминиевого сплава АК12 практически не влияет на растворимость псевдолигатур, содержащих нанопорошки Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз.

5. Впервые установлено влияние наночастиц керамических порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз на механические свойства АМКМ, полученных жидкофазным методом. Определено, что лучшие результаты в повышении прочностных характеристик отмечаются при армировании алюминиевой матрицы наночастицами порошка Si_3N_4 , который не содержит побочной соли криолита.

6. Показано, что применение твердофазного метода порошковой металлургии с прессованием и спеканием смесей порошка алюминия марки ПА-4 и нанопорошка армирующей фазы ($\text{AlN}+5\%\text{Na}_3\text{AlF}_6$) марки СВС-Аз для изготовления композита Al-AlN с большим содержанием (5-75)% армирующей фазы нанопорошка не приводит к успеху, так как при спекании побочная соль криолита Na_3AlF_6 не удаляется, спеченные образцы АМКМ получаются сильно окисленными и высокопористыми.

Практическая значимость

1. Определены технологические режимы получения псевдолигатур, содержащих наночастицы керамических порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз, на различных металлических порошках – носителях: меди, никеля или алюминия, для жидкофазного армирования алюминиевых сплавов.

2. Определены технологические режимы ввода псевдолигатур, содержащих наночастицы порошков марки СВС-Аз, в расплавы алюминия А7 и алюминиевого сплава АК12.

3. Выявлено, что максимальное повышение твердости АМКМ на основе А7 наблюдается при вводе частиц Si_3N_4 , ($\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4$) и AlN в составе псевдолигатур на порошке – носителе медь.

4. Исследованы технологические режимы изготовления композита Al-AlN твердофазным способом порошковой металлургии при использовании порошка алюминия марки ПА-4 и нанопорошка марки СВС-Аз состава ($\text{AlN}+5\%\text{Na}_3\text{AlF}_6$).

5. Результаты исследования внедрены в учебный процесс федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» и используются для подготовки бакалавров по направлениям 28.03.02 «Наноинженерия», 22.03.02 «Металлургия», 15.03.01 «Машиностроение» и магистров направления 22.04.02 «Металлургия».

Полученные результаты могут быть использованы в различных отраслях машиностроения для создания новых, обладающих повышенными показателями

прочности, износостойкости и других свойств, алюмоматричных композиционных материалов, армированных керамическими нанопорошками марки CBC-Aз.

Методология и методы исследования. Работа выполнена на основе классических методов в области материаловедения, машиностроения, порошковой металлургии и литейных технологий. Морфологию исследуемых порошков определяли с помощью микроскопического метода, используя растровую электронную микроскопию, на микроскопе TESCANVegaSB. Химический состав порошков определяли методом картирования всей поверхности образцов с помощью приставки энергодисперсионного детектора микрорентгеноспектрального анализа INCAx-act на микроскопе TESCANVegaSB. Удельную поверхность порошков определяли по методу Брунауэра, Эммета и Теллера (БЭТ) с помощью анализатора удельной поверхности дисперсных и пористых материалов серии СОРБОМЕТР. Рентгеноструктурный анализ образцов проводили на дифрактометре «ДРОН-5». Испытания на растяжение проводились на разрывной машине Р-5. Испытания на ударную вязкость проводились на маятниковом копре типа ОИ 5003-0,3. Измерение твердости проводили на твердомере типа ИТБРВ.000.001РЭ. Для измерения микротвердости использовался прибор HV – 1000.

Степень достоверности полученных результатов. В ходе выполнения диссертационной работы был выполнен достаточный объем экспериментальных исследований, обеспечивающий достоверность результатов. Экспериментальные результаты имеют удовлетворительную сходимость с теоретическими данными, не противоречат исследованиям других авторов. В ходе исследования применялись аттестованные методики исследований и современное аналитическое оборудование.

На защиту выносятся:

1. Результаты исследования процессов смешивания и прессования порошков при получении нанопорошковых псевдолигатур, содержащих наночастицы керамических порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки CBC-Aз, на основе различных металлических порошков-носителей (меди, никеля или алюминия), для жидкофазного изготовления АМКМ.

2. Результаты исследования возможности ввода и усвоения псевдолигатур, содержащих наночастицы порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки CBC-Aз, в алюминиевый расплав, и влияния различных факторов на эту возможность: состава, размеров и пористости псевдолигатур, температуры расплава и времени выдержки в расплаве.

3. Результаты исследования состава, структуры и свойств полученных жидкофазным методом литых АМКМ, армированных наночастицами порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки CBC-Aз.

4. Результаты исследования возможности изготовления композита Al-AlN твердофазным способом порошковой металлургии при использовании порошка алюминия марки ПА-4 и нанопорошка марки CBC-Aз состава $(\text{AlN}+5\%\text{Na}_3\text{AlF}_6)$.

5. Вывод о том, что нанопорошки азидной технологии CBC с примесью побочной соли криолита Na_3AlF_6 пригодны для применения при жидкофазном изготовлении дискретно армированных алюмоматричных композиционных материалов, так как здесь примесь криолита играет роль флюса, удаляется из расплава и не входит в конечный состав литого АМКМ, но не пригодны для применения при твердофазном изготовлении АМКМ, так как здесь примесь соли Na_3AlF_6 не удаляется, загрязняет состав спеченного АМКМ и приводит к его повышенной пористости.

Апробация результатов работы. Основные результаты и положения диссертации докладывались и обсуждались на следующих научных конференциях:

XVII всероссийская с международным участием школа – семинар по структурной макрокинетике для молодых ученых имени академика А.Г. Мержанова (Черноголовка, 2019 г.); VIII всероссийская научно-техническая конференция с международным участием «Наследственность в литейно-металлургических процессах» (Самара, 2018 г.); XIV международная научно-практическая конференция, посвященная Дню космонавтики, «Актуальные проблемы авиации и космонавтики» (Красноярск, 2018 г.); XXIII международная молодежная научная конференция «Туполевские чтения (школа молодых ученых)» (Казань, 2017 г.); международная молодежная научная конференция «XIV Королёвские чтения», посвященная 110-летию со дня рождения академика С.П. Королёва, 75-летию КуАИ – СГАУ – СамГУ - Самарского университета и 60-летию со дня запуска первого искусственного спутника Земли (Самара, 2017 г.); XV всероссийская с международным участием школа – семинар по структурной макрокинетике для молодых ученых имени академика А.Г. Мержанова (Черноголовка, 2017 г.); 5-я международная научно-техническая конференция «Металлофизика, механика материалов и процессов деформирования» (Металлдеформ-2017) (Самара, 2017); 4-я международная научно-техническая конференция «Металлофизика, механика материалов и процессов деформирования» (Металлдеформ-2015) (Самара, 2015 г.).

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 30 печатных работ, из них 3 в изданиях, рекомендованных ВАК при Минобрнауки России, 5 в изданиях, индексируемых базой данных Scopus и получены 2 свидетельства о регистрации базы данных.

Личный вклад автора. Все результаты, включенные в диссертацию, получены лично автором или при его непосредственном участии. Автором проведены исследования по получению: порошковых псевдоолигатур, содержащих нанопорошки марки СВС-Аз, и их вводу в алюминиевый расплав; спеченных порошковых АМКМ, армированных наночастицами нитрида алюминия. Автор принимал активное участие в постановке задач диссертационной работы, в обсуждении результатов исследования, в изучении свойств полученных АМКМ, а также в написании научных статей и подготовке докладов на научных конференциях.

Объем и структура диссертации. Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка литературы из 178 наименований. Диссертация изложена на 218 страницах машинописного текста и содержит 93 рисунка, 25 таблиц и 3 приложения.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении приведена общая характеристика работы, обоснована актуальность выбранной темы диссертации, сформулированы объекты, методы, цель и задачи исследования, определены научная новизна и практическая значимость результатов, изложены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен аналитический обзор литературы. Показана перспективность и востребованность АМКМ в различных отраслях промышленности. Приводится краткий обзор различных механизмов упрочнения пластичных матриц сплавов, данные о свойствах АМКМ, упрочненного частицами Al_2O_3 . Рассмотрены технологии изготовления АМКМ, обоснован выбор нанопорошков марки СВС-Аз и их ввод в составе псевдоолигатур для армирования алюминиевых сплавов. В результате анализа литературы показана перспективность применения нанопорошков марки

СВС-Аз для армирования аломатричных композиционных материалов. Сформулированы цель и задачи диссертационной работы.

Во второй главе дано описание исходных материалов, экспериментальных методик исследования и используемых приборов и оборудования. В качестве матричных материалов при жидкофазном способе изготовления АМКМ в работе использовались алюминий технической чистоты А7 для исследования армирования чистого алюминия и алюминиевый сплав (силумин – эвтектический) АК12 для исследования армирования типового литейного сплава. Для получения композиционного материала на алюминиевой основе твердофазным способом в качестве материала – основы использовался алюминиевый порошок марки ПА-4 ($Al \geq 98,0\%$), обладающий средним размером частиц $70 \dots 80$ мкм.

Для получения АМКМ были выбраны представленные на рисунке 1 порошки, содержащие наночастицы, полученные по азидной технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС-Аз) на кафедре «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» СамГТУ:

- порошок нитрида кремния (Si_3N_4) чистотой 94-97% с содержанием от 40% до 95% α -нитридной фазы в виде нановолокон диаметром 50-100 нм;
- композиция порошков нитрида алюминия (AlN) - 65% и побочной соли криолита (Na_3AlF_6) - 35% с размером равноосных наночастиц AlN от 50 до 100 нм;
- композиция порошков нитрида алюминия (AlN) - 95% и криолита (Na_3AlF_6) - 5% с нановолокнами AlN диаметром 100-300 нм и длиной до 3 мкм;
- композиция порошков карбида и нитрида кремния с криолитом состава: β - SiC - 48,6%, α - Si_3N_4 - 27,0%, β - Si_3N_4 - 5,8% и Na_3AlF_6 - 18,6%.

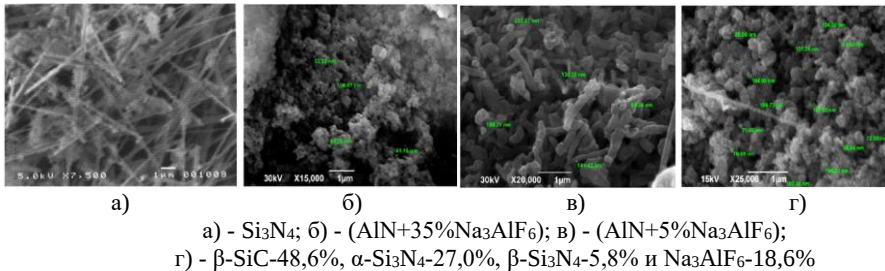


Рисунок 1 – Морфология и размеры частиц нанопорошков марки СВС-Аз

Упрочняющие частицы керамических нанопорошков марки СВС-Аз вводили в матрицу в виде порошковой псевдолигатуры, для изготовления которой использовались металлические порошки – носители: алюминиевый порошок марки АКП ($Al \geq 98,0\%$) со средним размером частиц $75 \dots 250$ мкм, медный порошок марки ПМС-1 ($Cu \geq 99,5\%$) со средним размером частиц $20 \dots 100$ мкм и никелевый порошок марки ПНЭ-1 ($Ni \geq 99,5\%$) со средним размером частиц $30 \dots 75$ мкм.

При жидкофазном способе получения АМКМ смешивание исходных порошковых компонентов проводилось в барабанной шаровой мельнице и планетарной центробежной мельнице «Пulверизетте-5». Далее полученные порошковые композиции подвергались одноосному прессованию на гидравлическом прессе ПСУ-50. Ввод армирующих наночастиц в составе полученных прессованных псевдолигатур в расплавы алюминиевых сплавов проводился в печи сопротивления GRAFICARBO с цифровым терморегулятором модели GF 1100 DD 2 kg в стальном

тигле объемом 0,1...0,2 кг при периодическом перемешивании стальным прутом. Температура алюминиевого расплава варьировалась от 850 до 1000°C для обеспечения смачивания керамических наночастиц и растворения металлических порошков - носителей. Исследовалось также изготовление литых образцов АМКМ с воздействием на расплав электромагнитных акустических полей (ЭМАП) с помощью генератора «Сонар».

При твердофазном способе упрочняющие наночастицы (AlN) смешивались с материалом – основой (порошком ПА-4), далее полученная порошковая композиция подвергалась одноосному прессованию и спеканию. Спекание прессованных образцов Al-AlN проводилось в трех разных печах: в вакуумно-компрессионной печи модели VKPGr при температурах 580°C и 650°C в вакууме $2 \cdot 10^{-1}$ мм рт. ст. с изотермической выдержкой в течение 40 минут; в печи GRAFICARBO с применением защитной среды в виде коллоидного графита и в печи СНЗ-8,5,2 с принудительной циркуляцией воздуха при температуре 600°C с выдержкой в течение 5, 15 и 30 минут.

В третьей главе приведены результаты исследований получения прессованных брикетов псевдолигатур из смесей металлических порошков-носителей с нанопорошками марки СВС-Аз.

Механическое смешивание порошков проводилось в течение 15...60 минут в шаровой мельнице со скоростью 50 об/мин и в планетарной мельнице «Пульверизетте-5» со скоростью 150 об/мин. При одинаковой длительности смешивания в порошковых композициях, полученных в планетарной мельнице, отмечается меньшее содержание кислорода по сравнению с порошками тех же составов, полученных в шаровой мельнице. Так максимальное содержание кислорода наблюдается в порошках, полученных в шаровой мельнице, $\text{Cu}+7,5\%(\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4)$ и составляет 2,34% (вес.); $\text{Ni}+7,5\%(\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4)$ и составляет 2,55%(вес.); $\text{Al}+7,5\%(\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4)$ и составляет 3,05% (вес.). В порошках тех же составов, полученных в планетарной мельнице, содержание кислорода составляет 1,87% (вес.) – $\text{Cu}+7,5\%(\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4)$; 1,14% (вес.) - $\text{Ni}+7,5\%(\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4)$ и 2,06% - $\text{Al}+7,5\%(\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4)$. Максимальное содержание кислорода в исследуемых порошковых композициях наблюдается при смешивании в течение 60 минут. В порошковых композициях, содержащих 5% и 7,5% ($\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4$) и полученных в шаровой мельнице, отмечается наличие фтора и натрия, входящих в состав криолита (Na_3AlF_6), который присутствует в исходной порошковой композиции $\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4+\text{Na}_3\text{AlF}_6$, также отмечается наличие железа из-за загрязнения в процессе смешивания стальной размольной гарнитурой. Однако азот в порошковых композициях, полученных смешиванием в шаровой мельнице, не обнаружен. В порошковых композициях, полученных смешиванием в планетарной мельнице, присутствуют следы фтора, натрия и азота, а железо не обнаружено, поскольку использовалась размольная гарнитура из твердосплавного материала. С учетом также лучшей однородности смешивания, определены оптимальные технологические режимы получения в планетарной мельнице смесей нанопорошков марки СВС-Аз ($\text{SiC}-\text{Si}_3\text{N}_4$), Si_3N_4 и AlN с различными металлическими порошками-носителями (Cu, Ni, Al) для изготовления нанопорошковых псевдолигатур: смешивание в течение максимального времени 5 минут со скоростью 300 об/мин с порошками – носителями медь или никель; смешивание в течение минимального времени 1 минуты со скоростью 250 об/мин с порошком – носителем алюминий.

Одностороннее прессование приготовленных смесей керамических нанопорошков марки СВС-Аз с различными металлическими порошками-носителями проводилось в цилиндрических пресс-формах с внутренним диаметром от 18 до 25

мм. Масса насыпки порошка составляла от 2 до 5 граммов: при меньшей массе возникали трудности с выниманием брикетов из матрицы, а при большей массе – брикеты получались разноплотными по высоте. Однако при прессовании порошков в пресс-формах с диаметром 20 и 25 мм возникали трудности с заклиниванием пресс-форм в процессе вынимания готовых прессовок из-за малой их толщины, что усложняло технологический процесс их изготовления. Поэтому оптимальной оказалась технология получения брикетов псевдолигатур массой 2-5 граммов и пористостью 10...15% в пресс-формах с диаметром 18 мм. Более пористые псевдолигатуры осыпались, что приводило к невозможности точного дозирования вводимых элементов, а более плотные прессовки увеличивали время выдержки расплава после их ввода. Определены давления прессования полученных смесей для изготовления брикетов нанопорошковых псевдолигатур с пористостью от 10 до 15%: 320 МПа для порошковой смеси $\text{Cu}-(\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4)$ с содержанием армирующей фазы ($\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4$) от 2,5 до 7,5%; 700 МПа для порошков $\text{Ni}-(\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4)$, содержащих упрочняющую фазу ($\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4$) от 2,5 до 7,5%; 105 МПа для порошков $\text{Al}-(\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4)$, содержащих упрочняющую фазу ($\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4$) от 2,5 до 7,5%; 260 МПа для порошков $\text{Cu}+2,5\%\text{Si}_3\text{N}_4$ и $\text{Cu}+5\%\text{Si}_3\text{N}_4$, и 320 МПа для порошка $\text{Cu}+7,5\%\text{Si}_3\text{N}_4$; 540 МПа для порошков $\text{Ni}+2,5\%\text{Si}_3\text{N}_4$ и $\text{Ni}+5\%\text{Si}_3\text{N}_4$, и 700 МПа для порошка $\text{Ni}+7,5\%\text{Si}_3\text{N}_4$; 105 МПа для порошков $\text{Al}-\text{Si}_3\text{N}_4$, содержащих упрочняющую фазу Si_3N_4 от 2,5 до 7,5%; 320 МПа для порошков $\text{Cu}-\text{AlN}$, содержащих упрочняющую фазу AlN от 2,5 до 7,5%; 700 МПа для порошков $\text{Ni}-\text{AlN}$, содержащих упрочняющую фазу AlN от 2,5 до 7,5%; 105 МПа для порошков $\text{Al}-\text{AlN}$, содержащих упрочняющую фазу AlN от 2,5 до 7,5%.

В четвертой главе представлены результаты исследований ввода прессованных брикетов псевдолигатур с нанопорошками марки СВС-Аз в алюминиевый расплав и влияния электромагнитных акустических полей на усвоение их расплавом.

Ввод приготовленных порошковых псевдолигатур, содержащих наночастицы порошков Si_3N_4 , $\text{SiC}-\text{Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз, в расплав алюминия А7 и АК12 осуществлялся при температурах 850°, 900°, 950° и 1000°С. Время выдержки расплава алюминия после ввода псевдолигатур изменяли от 30 до 45 минут. Расчет количества расплава матричного металла и количества вводимой нанопорошковой псевдолигатуры проводился на получение 100 г массы АМКМ в тигле. Сначала исследовался ввод нанопорошковых лигатур в расплав без воздействия ЭМАП. При вводе псевдолигатур, содержащих 2,5 и 5% нанопорошков Si_3N_4 , $\text{SiC}-\text{Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз, их растворение и усвоение расплавом наблюдалось при температуре 900°С и выдержке 30 минут. Однако ввести и полностью растворить псевдолигатуры, содержащие 7,5% нанопорошков марки СВС-Аз, не получилось ни с помощью повышения температуры расплава (вплоть до 1000°С), ни с помощью повышения продолжительности выдержки (до 45 минут). При вводе псевдолигатур, содержащих 7,5% нанопорошков марки СВС-Аз, после заливки расплава алюминия в кокиль на дне тигля оставалась часть нерастворившегося брикета псевдолигатуры, массу которого определить сложно из-за налипания на его поверхность материала матрицы (алюминия) в процессе плавки. Брикет псевдолигатур массой более 3 граммов не растворялся даже за 45 минут. Поэтому более подробные исследования были проведены при вводе нанопорошковых псевдолигатур массой 2,5 г в расплавы матричного металла массой 97,5 г с температурой 900°С и временем выдержки 30 минут.

В ходе экспериментов установлено, что лучшая растворимость псевдолигатур наблюдается при использовании порошка – носителя медь. Химический состав литых образцов АМКМ, полученных с применением псевдолигатур с различными нанопорошками марки СВС-Аз на порошке – носителе меди представлен в таблице 1. Заметное количество кислорода объясняется тем, что в процессе плавки перемешивание расплава проводилось вручную при периодическом подъеме крышки печи и контакте расплава с воздухом. Наличие более 2% меди во всех образцах подтверждает растворение и усвоение, то есть фактический ввод, применяемых псевдолигатур. Однако малое вводимое количество нанопорошков марки СВС-Аз (не более 0,125 г) в составе псевдолигатуры дает всего не более 0,125% в составе АМКМ, что делает практически невозможным их обнаружение по представленному химическому составу полученных образцов АМКМ. Отсутствие следов натрия и фтора в составе литых АМКМ указывает на то, что примесь криолита Na_3AlF_6 в составе псевдолигатуры играет роль рафинирующего флюса в расплаве алюминиевых сплавов, не содержащих магний, выходит в шлак и в конечный состав АМКМ не входит, не загрязняет АМКМ.

Таблица 1 – Химический состав литых образцов АМКМ

Матричный расплав+псевдолигатура	Состав литых образцов АМКМ, % (вес.)					
	C	O	Al	Cu	Ag	Si
AK12+2,5%(Cu+2,5%(SiC+Si ₃ N ₄))	4,35	3,08	76,54	2,35	1,12	12,56
AK12+2,5%(Cu+5%(SiC+Si ₃ N ₄))	5,36	2,77	75,55	2,15	1,28	12,89
A7+2,5%(Cu+2,5%(SiC+Si ₃ N ₄))	4,28	4,25	88,26	2,48	0,63	0,1
A7+2,5%(Cu+5%(SiC+Si ₃ N ₄))	5,33	3,7	88,04	2,33	0,47	0,13
AK12+2,5%(Cu+2,5%Si ₃ N ₄)	-	2,48	81,62	2,41	1,32	12,17
AK12+2,5%(Cu+5%Si ₃ N ₄)	-	1,16	82,43	2,38	1,65	12,38
A7+2,5%(Cu+2,5%Si ₃ N ₄)	-	3,5	93,38	2,42	0,55	0,15
A7+2,5%(Cu+5%Si ₃ N ₄)	-	3,3	93,69	2,35	0,46	0,2
AK12+2,5%(Cu+2,5%AlN)	-	2,83	81,28	2,27	1,18	12,44
AK12+2,5%(Cu+5%AlN)	-	2,96	80,96	2,18	1,28	12,62
A7+2,5%(Cu+2,5%AlN)	-	4,1	92,61	2,39	0,9	-
A7+2,5%(Cu+5%AlN)	-	3,7	92,84	2,31	1,15	-

По причине слишком малого количества нанопорошков марки СВС-Аз их почти невозможно обнаружить и при рентгенофазовом анализе (РФА) литых образцов АМКМ. Типичная рентгеновская дифрактограмма представлена на рисунке 2.

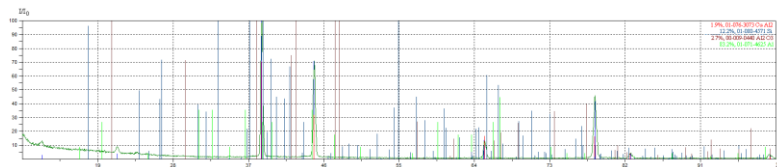
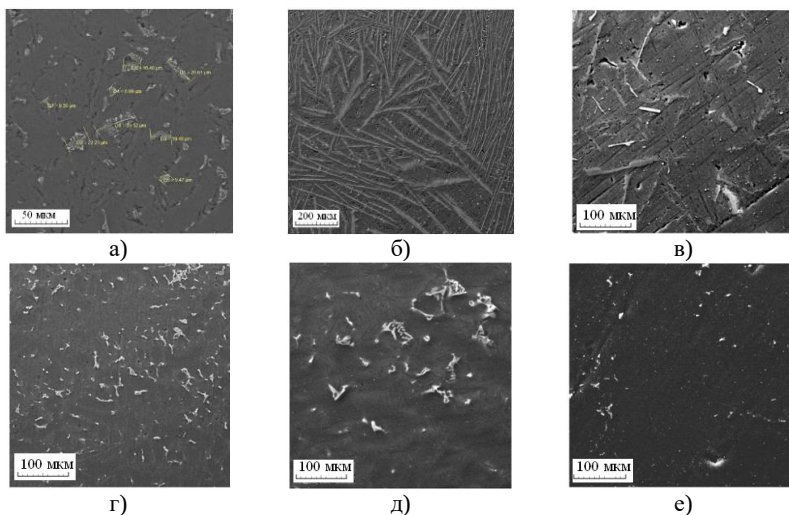


Рисунок 2 – Рентгенограмма литого образца AK12+2,5%(Cu+5%(SiC+Si₃N₄))

По рентгенограммам литых образцов методом корундовых чисел по нескольким одиночным пикам было определено количественное соотношение фаз в полученных образцах АМКМ: Al – 95,3%; Cu – 2,2% и Al₂O₃ – 2,5% (в образце

A7+2,5%(Cu+5%Si₃N₄); Al – 95,4%; Cu – 1,9% и Al₂O₃ – 2,7% (в образце A7+2,5%(Cu+5%(SiC+Si₃N₄))); Al – 94,8%; Cu – 2,1% и Al₂O₃ – 3,1% (в образце A7+2,5%(Cu+5%AlN)); Al – 83,8%; CuAl₂ – 2,3%; Al₂O₃ – 2,1% и Si – 11,8% (в образце AK12+2,5%(Cu+5%Si₃N₄); Al – 83,3%; CuAl₂ – 1,7%; Al₂O₃ – 2,5% и Si – 12,5% (в образце AK12+2,5%(Cu+2,5%(SiC+Si₃N₄))); Al – 83,2%; CuAl₂ – 1,9%; Al₂O₃ – 2,7% и Si – 12,2% (в образце AK12+2,5%(Cu+5%AlN). На основании этих результатов полученных рентгенограмм по наличию во всех образцах меди (Cu) и соединения (CuAl₂) можно сделать вывод, что армирующая фаза в виде нанопорошков марки СВС-Аз в составе псевдолигатуры в исследуемые образцы была введена. Однако при таком малом содержании армирующей фазы в составе псевдолигатур, она рентгенофазовым анализом не обнаруживается.

На рисунке 3 представлены микроструктуры литых образцов на основе АК12, в которые вводились псевдолигатуры на порошке-носителе меди.



а) - АК12+2,5%(Cu+2,5%(SiC+Si₃N₄)); б) - АК12+2,5%(Cu+5%(SiC+Si₃N₄));
в) - АК12+2,5%(Cu+2,5%Si₃N₄); г) - АК12+2,5%(Cu+5%Si₃N₄);
д) - АК12+2,5%(Cu+2,5%(AlN+Na₃AlF₆)); е) - АК12+2,5%(Cu+5%(AlN+Na₃AlF₆))

Рисунок 3 – Микроструктура литых образцов АМКМ

Введение псевдолигатур с нанопорошками марки СВС-Аз приводит к измельчению структуры АМКМ. В структуре полученных образцов АМКМ наличие наночастиц вводимой армирующей фазы не обнаруживается из-за малого их размера и количества. Если учесть еще результаты РФА, то можно утверждать, что структура образцов, полученных на основе АК12, представляет собой α твердый раствор алюминия с включениями кремния, причем эти включения имеют меньший размер при вводе псевдолигатур с большим содержанием нанопорошка марки СВС-Аз (5% по массе). Структура образцов, полученных на основе алюминия А7, представляет собой α твердый раствор алюминия с включениями меди.

Если в известных проведенных ранее исследованиях воздействие ЭМАП на расплавы силуминов осуществлялось в течение 2-3 минут и приводило к

положительному эффекту в виде интенсификации растворения тугоплавких легирующих элементов, измельчения структуры и повышения механических свойств, то в наших экспериментах при частоте 500 кГц или 1000 кГц такое малое время воздействия не оказало влияния на длительность растворения псевдолигатур. Поэтому время воздействия ЭМАП было увеличено до 30 и 45 минут, но и такое длительное время не изменило продолжительность растворения вводимых псевдолигатур, которое без воздействия ЭМАП составляло также 30 – 45 минут. В образцах АМКМ, полученных с длительным воздействием ЭМАП 30 и 45 минут, наблюдались повышенная пористость и насыщение кислородом до 3,28% на матрице из АК12 и до 13,79% на матрице из А7, а в некоторых образцах и загрязнение железом и углеродом из-за оплавления проволоки, применяемой в качестве излучателя электромагнитных волн.

В пятой главе изложены результаты исследований механических свойств полученных литых АМКМ, армированных наночастицами.

Сначала определялась пористость образцов АМКМ на основе А7 и АК12 в зависимости от концентрации и типа армирующих добавок, были получены следующие результаты: при армировании наночастицами в составе псевдолигатур на порошке – носителе медь пористость составляет от 0,9 до 1,9% для Si_3N_4 ; от 1 до 1,7% для AlN и от 1,2 до 2,5% для $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$; при армировании наночастицами в составе псевдолигатур на порошке – носителе никель – от 1,1 до 2% для Si_3N_4 ; от 1,2 до 2,3% для AlN и от 1,4 до 2,8% для $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$; при армировании наночастицами в составе псевдолигатур на порошке – носителе алюминий – от 1,2 до 2,2% для Si_3N_4 ; от 1,4 до 2,7% для AlN и от 1,6 до 3% для $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$.

Максимальное повышение твердости АМКМ на основе А7 наблюдается при вводе частиц Si_3N_4 , ($\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$) и AlN в составе псевдолигатур на порошке – носителе медь и составляет 30% (26 НВ), 20% (24 НВ) и 25% (25 НВ) соответственно. Максимальное увеличение твердости композита на основе АК12 отмечается при использовании псевдолигатур $\text{Ni}+5\%\text{Si}_3\text{N}_4$ и составляет 34% (67 НВ); $\text{Cu}+5\%(\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4)$ - 22% (61 НВ); $\text{Ni}+5\%\text{AlN}$ - 30% (65 НВ). Максимальное повышение предела прочности АМКМ на основе АК12 отмечается при использовании псевдолигатуры $\text{Cu}+5\%\text{Si}_3\text{N}_4$ и составляет 17% (170 МПа). При применении псевдолигатур $\text{Cu}+5\%(\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4)$ и $\text{Ni}+5\%(\text{SiC}+\text{Si}_3\text{N}_4)$ для упрочнения сплава АК12 предел прочности полученных образцов практически не изменяется и составляет 147 МПа и 146 МПа. При использовании наночастиц AlN в составе псевдолигатур на порошках – носителях меди и никеля предел прочности материала увеличивается на 10...12% и составляет 160 МПа и 163 МПа соответственно. Выявлено увеличение предела текучести образцов АМКМ: с 80 МПа до 87...92 МПа. Установлено, что уменьшение относительного удлинения с 2% до 1,3% отмечается в АМКМ, в который вводились наночастицы композиции ($\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$) в составе псевдолигатуры на порошке – носителе медь. При использовании в качестве армирующих добавок наночастиц нитрида кремния снижение относительного удлинения с 2% до 1,7% наблюдается при применении псевдолигатуры на порошке – носителе никель. Определено снижение ударной вязкости во всех образцах, в которые вводились псевдолигатуры, содержащие наночастицы порошков марки СВС-Аз, с 0,04 МДж/м² до 0,03...0,035 МДж/м². Для всех составов полученных АМКМ характерен вязкий излом матрицы – алюминия.

В шестой главе приведены результаты исследования возможности получения спеченных порошковых АМКМ, армированных наночастицами нитрида алюминия марки СВС-Аз при большом их содержании до 75%.

Механоактивацией в планетарной центробежной мельнице в течение 1 минуты со скоростью вращения размольных шаров 250 об/мин приготовлены композиции Al-(AlN+5%Na₃AlF₆) порошка алюминия ПА-4 с синтезированным предварительно по азидной технологии СВС нанопорошком состава (AlN+5%Na₃AlF₆) в виде нановолокон AlN с примесью 5% соли Na₃AlF₆. Содержание дисперсной фазы (AlN+5%Na₃AlF₆) в образцах смеси составляло от 5 до 75 масс. %, распределение ее в смесях было равномерным. Наименьший средний размер порошковых частиц от 15 до 50 мкм был получен в композиции Al+75%(AlN+5%Na₃AlF₆). Наибольшее значение компактной плотности отмечено у смесей Al+50%(AlN+5%Na₃AlF₆) и Al+75%(AlN+5%Na₃AlF₆), и составило 2,86 г/см³ и 2,95 г/см³ соответственно. Максимальные значения удельной поверхности и насыпной массы порошков получены у композиций Al+50%(AlN+5%Na₃AlF₆) и Al+75%(AlN+5%Na₃AlF₆), и составили соответственно 10,57 м²/г и 0,993 г/см³; 13,73 м²/г и 0,995 г/см³. Из полученных композиций порошков Al-(AlN+5%Na₃AlF₆) одноосным холодным прессованием изготовлены компактные образцы массой до 2,5 граммов, с пористостью до 25% при давлении прессования 200 или 300 МПа. Минимальная пористость в полученных компактах достигается при давлении прессования 300 МПа. Однако прессованные образцы Al+50%(AlN+5%Na₃AlF₆) и Al+75%(AlN+5%Na₃AlF₆) получены довольно пористыми (их пористость составляет 20 и 25% соответственно) даже при давлении прессования 300 МПа. Поэтому их спекание было проводить нецелесообразно. При давлении прессования 300 МПа минимальная пористость в прессованных образцах, содержащих дисперсную фазу AlN, отмечается в образце Al+5%(AlN+5%Na₃AlF₆) и составляет – 6%, а максимальная пористость в образце Al+30%(AlN+5%Na₃AlF₆) и составляет – 10%.

Спекание прессованных образцов Al-(AlN+5%Na₃AlF₆) проводили тремя различными способами: 1) в печи СНЗ-8,5,2 с принудительной циркуляцией воздуха при температуре ~ 600°C с выдержкой 5, 15 и 30 минут; 2) в печи GRAFICARBO в воздушной атмосфере при температуре ~ 600°C с выдержкой в течение 5, 15 и 30 минут с использованием защитной среды в виде засыпки порошка коллоидного графита; 3) в вакуумно-компрессионной печи модели VKPGr при температурах спекания 580°C и 650°C в вакууме 2·10⁻¹ мм рт. ст. с изотермической выдержкой 40 минут. Микрорентгеноспектральный анализ спеченных образцов АМКМ показал, что во всех трех способах наблюдается сильное окисление с образованием большого количества оксида алюминия Al₂O₃, а также наличие элементов F и Na, свидетельствующее о том, что побочная соль криолит Na₃AlF₆ при спекании не удаляется из АМКМ, загрязняя его. Лучшие спеченные образцы получены с давлением прессования 300 МПа и спеканием в вакууме при температуре 580°C. Минимальная пористость после спекания достигнута у образца Al+5%(AlN+5%Na₃AlF₆) и составила 4,5%; максимальная пористость – у образца Al+30%(AlN+5%Na₃AlF₆) и составила 8,5%. Проведенный рентгенофазовый анализ показал, что спеченные в вакууме при температуре 580°C образцы АМКМ при небольшом добавлении армирующей фазы 5...10%(AlN+5%Na₃AlF₆) состоят только из двух фаз: алюминия Al и нитрида алюминия AlN, а при большем добавлении армирующей фазы 15...30%(AlN+5%Na₃AlF₆) – уже из трех фаз: Al, AlN, Al₂O₃.

В заключении обобщены результаты работы и представлены выводы:

1. Впервые предпринято систематическое исследование возможности применения керамических нанопорошков нитридов и карбидов Si₃N₄, SiC-Si₃N₄ и AlN марки СВС-Аз, для дискретного армирования АМКМ. Эти нанопорошки могут быть на порядок дешевле аналогичных нанопорошков плазмохимического синтеза,

представленных на рынке России и за рубежом, однако для них характерно наличие примеси побочной соли криолита Na_3AlF_6 в нанопорошках: $(\text{SiC}+32,8\%\text{Si}_3\text{N}_4+18,6\%\text{Na}_3\text{AlF}_6)$, $(\text{AlN}+35\%\text{Na}_3\text{AlF}_6)$ и $(\text{AlN}+5\%\text{Na}_3\text{AlF}_6)$.

2. Установлены закономерности процессов смешивания и прессования порошков при получении нанопорошковых псевдолигатур на основе различных металлических порошков-носителей: меди, никеля или алюминия, содержащих армирующие наночастицы керамических порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз, для применения при жидкофазном изготовлении АМКМ. Показано, что длительное по времени и относительно медленное по скорости смешивание металлических и керамических нанопорошков в шаровой мельнице приводит к насыщению кислородом, загрязнению порошковых смесей и не позволяет достичь равномерного распределения компонентов в смесях, в то время как применение планетарной мельницы с более интенсивным смешиванием и механоактивацией порошков позволяет сократить время смешивания, уменьшить окисление, загрязнение композиций и улучшить однородность их смеси. Найдены оптимальные режимы изготовления смесей порошков в планетарной мельнице. Определены давления прессования полученных смесей для изготовления брикетов нанопорошковых псевдолигатур с различной пористостью и массой.

3. Установлено оптимальное содержание 2,5% и 5% армирующих наночастиц марки СВС-Аз: Si_3N_4 , $(\text{SiC}+32,8\%\text{Si}_3\text{N}_4+18,6\%\text{Na}_3\text{AlF}_6)$ и $(\text{AlN}+35\%\text{Na}_3\text{AlF}_6)$ в брикетах псевдолигатур на металлических порошках-носителях медь, никель или алюминий для их полного растворения в алюминиевом расплаве А7 и АК12 при температуре расплава 900°C и времени выдержки 30 минут, что позволяет ввести не более 0,1% армирующего керамического нанопорошка в состав АМКМ. При этом пористость брикетов псевдолигатур должна быть в пределах от 10 до 15%, а масса от 2 до 3 граммов. Для растворения более плотных и крупных брикетов необходимо увеличивать длительность выдержки и температуру расплава, что усложняет и удорожает процесс ввода брикетов нанопорошковых псевдолигатур. Примесь криолита Na_3AlF_6 в составе псевдолигатуры играет роль рафинирующего флюса в расплаве алюминиевых сплавов, выходит в шлак и в конечный состав АМКМ не входит, не загрязняет АМКМ. Введение псевдолигатур с нанопорошками марки СВС-Аз приводит к измельчению структуры АМКМ.

4. Показано что применение обработки расплава алюминия (А7 или АК12) ЭМАП с частотой 500 кГц или 1000 кГц длительностью от 2 до 45 минут практически не влияет на растворимость псевдолигатур, содержащих нанопорошки Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз, но при большой длительности 30-45 минут приводит к повышенной пористости и насыщению кислородом воздуха, поэтому применять воздействие ЭМАП на расплав алюминия для ввода нанопорошковых псевдолигатур марки СВС-Аз не целесообразно.

5. Впервые определено влияние наночастиц керамических порошков Si_3N_4 , $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ и AlN марки СВС-Аз на пористость и механические свойства АМКМ, полученных жидкофазным методом. Выявлено, что пористость полученных литых АМКМ с матрицами из А7 и АК12 составляет от 0,5 до 2,0 %; при этом минимальная пористость отмечается при армировании псевдолигатурами на порошке – носителе медь, максимальная – при армировании псевдолигатурами на порошке – носителе алюминий. Армирование наночастицами марки СВС-Аз приводит к увеличению твердости на 20-34%, предела прочности на 10-17%, предела текучести на 8-15%, наибольшее повышение прочностных свойств наблюдается при армировании нанопорошком Si_3N_4 , который не содержит примеси побочной соли криолита.

Армирование этим нанопорошком приводит к наименьшему падению относительного удлинения с 2 до 1,7%, в то время как при других нанопорошках этот показатель пластичности уменьшается до 1,3%. Ударная вязкость снижается примерно одинаково с 0,04 до 0,03-0,035 МДж/м². Для всех составов полученных АМКМ характерен вязкий излом матрицы – алюминия, что свидетельствует о сохранении достаточной пластичности АМКМ.

6. Исследована возможность изготовления композита Al-AlN с большим содержанием (5-75)% армирующей фазы нанопорошка (AlN+5%Na₃AlF₆) марки СВС-Аз твердофазным методом порошковой металлургии с прессованием и спеканием смесей порошка алюминия марки ПА-4 и нанопорошка армирующей фазы. При содержании нанопорошка (AlN+5%Na₃AlF₆) более 30% прессованные порошковые образцы получались слишком пористыми и непрочными, что затрудняло их изготовление и спекание. Спеченные образцы АМКМ с минимальной пористостью (4,5-8,5)% были получены при содержании армирующей фазы от 5 до 30% путем смешивания в планетарной мельнице в течение 1 минуты со скоростью 250 об/мин, холодного прессования смесей с давлением 300 МПа, спекания при температуре 580°C в вакууме 2×10^{-1} мм рт. ст. с изотермической выдержкой в течение 40 минут. Однако эти спеченные образцы оказались не только пористыми, но и сильно окисленными, с содержанием элемента кислорода (10-20)%, и загрязненными примесью соли криолита Na₃AlF₆, которую не удалось удалить при спекании.

Таким образом, керамические нанопорошки нитридов и карбидов Si₃N₄, SiC-Si₃N₄ и AlN марки СВС-Аз могут быть использованы для дискретного армирования АМКМ жидкофазным методом с вводом в алюминиевый расплав нанопорошковых псевдолигатур в виде прессованной смеси керамического нанопорошка с металлическим порошком-носителем при содержании нанопорошка не более 5%, что позволяет ввести в состав литого АМКМ не более 0,1% армирующей фазы. При этом примесь побочной соли криолита Na₃AlF₆ играет роль флюса, удаляется из расплава и не входит в конечный состав литого АМКМ. Попытку изготовления композита Al-AlN с большим содержанием (5-75)% армирующей фазы нанопорошка (AlN+5%Na₃AlF₆) марки СВС-Аз твердофазным методом порошковой металлургии с прессованием и спеканием смесей порошка алюминия марки ПА-4 и нанопорошка армирующей фазы следует признать неудачной, так как при спекании побочная соль криолита Na₃AlF₆ не удаляется, спеченные образцы АМКМ получают загрязненными примесью криолита, сильно окисленными и высокопористыми.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК РФ

1. Кузина, А. А. Применение нанопорошковых псевдолигатур на базе Cu - порошков для армирования и модифицирования Al - сплавов / А. А. Кузина, А. П. Амосов, Ю. В. Титова // Металлургия машиностроения, 2019. - № 3. - С. 18-20.

2. Амосов, А. П. Получение наноструктурного композиционного алюмоматричного материала Al-AlN методом порошковой металлургии / А. П. Амосов, Ю. В. Титова, А. А. Кузина, Д. А. Захаров // Наукоемкие технологии в машиностроении, 2019. - № 10 (100). - С. 3-11.

3. Кузина, А. А. Получение нанопорошковых псевдолигатур Cu-AlN для модифицирования алюминиевых сплавов / А. А. Кузина, Ю. В. Титова // Вестник Самарского государственного технического университета, серия «Технические науки», 2017. - № 4 (56). - С. 166-173.

Публикации в изданиях, входящих в базу данных SCOPUS

4. Kuzina, A. A. Obtaining nanopowder pseudo-ligatures Al-(SiC+Si₃N₄) for modification of aluminum alloys / A. A. Kuzina, A. V. Kuts // Key Engineering Materials, 2016. - Vol. 684. - P. 310-315.

5. Kuzina, A. A. Obtaining nanopowder ligature briquettes Ni-(SiC+Si₃N₄) for modification of aluminum alloys / A. A. Kuzina, V. S. Ruchkina // Key Engineering Materials, 2016. - Vol. 685. - P. 558-562.

6. Kuzina, A. A. Obtaining nanopowder pseudo-ligatures Cu-(SiC+Si₃N₄) for modification and reinforcement of aluminum alloys / A. A. Kuzina // Russian journal of non-ferrous metals, 2016. - Vol. 57. - Issue 7. - P. 710-714.

Кузина А. А., Получение нанопорошковых псевдолигатур Cu-(SiC+Si₃N₄) для модифицирования и армирования алюминиевых сплавов / А. А. Кузина // Известия вузов. Цветная металлургия, 2016. - № 5. - С. 78-84. (Издание, рекомендованное ВАК РФ.)

7. Titova, Y. V. Azide SHS of aluminium nitride nanopowder and its application for obtaining Al-Cu-AlN cast nanocomposite / Y. V. Titova, A. V. Sholomova, A. A. Kuzina, D. A. Maidan, A. P. Amosov // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2016. - Vol. 156. - Issue 1.

8. Amosov, A. P. Fabrication of Al-AlN nanocomposites / A. P. Amosov, Y. V. Titova, I. Y. Timoshkin, A. A. Kuzina // Journal «Key Engineering Materials», 2016. - Vol. 684. - P. 302-309.

Публикации в других изданиях

9. Кузина, А. А. Применение нанопорошковых псевдолигатур Cu-Si₃N₄ для армирования алюминиевых сплавов / А. А. Кузина, А. П. Амосов, Ю. В. Титова // Научно-практический журнал «Современные материалы, техника и технологии», 2019. - № 4 (25). - С. 14-27.

10. Амосов, А. П. Армированные наночастицами алюмоматричные композиты (глава 2) / А. П. Амосов, А. А. Кузина // Перспективные материалы. Т. VIII, 2019. - С. 129-196.

11. Волонова, А. Е. Армирование алюминиевых сплавов лигатурами Cu-(AlN+5%Na₃AlF₆) / А. Е. Волонова, А. Ю. Тихонова, А. А. Кузина // Сборник трудов Международной молодежной научной конференции «XV Королёвские чтения», посвящённой 100-летию со дня рождения Д.И. Козлова. - Самара, 2019. - Т. 1. - С. 85-86.

12. Волонова, А. Е. Применение нанопорошковых лигатур Ni-Si₃N₄ для модифицирования алюминиевых сплавов / А. Е. Волонова, А. Ю. Тихонова, А. А. Кузина // Сборник научных материалов XVII Всероссийской с международным участием школы - семинара по структурной макрокинетике для молодых ученых имени академика А.Г. Мержанова. - Черноголовка, 2019. - С. 110-111.

13. Кузина, А. А. Применение нанопорошковых псевдолигатур Cu-(AlN+35%Na₃AlF₆) для армирования и модифицирования алюминиевых сплавов / А. А. Кузина, А. П. Амосов, Ю. В. Титова // Сборник трудов VIII Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Наследственность в литейно-металлургических процессах». - Самара, 2018. - С. 494-500.

14. Куц, А. В. Получение порошковых лигатур Ni-Si₃N₄ для модифицирования алюминиевых сплавов / А. В. Куц, В. С. Ручкина, А. А. Кузина // Сборник материалов Международной молодежной научной конференции «XXIII Туполевские чтения (школа молодых ученых)». - Казань, 2017. - Т. 1. - С. 313-315.

15. Кузина, А. А. Получение лигатурных брикетов состава $\text{Ni-Si}_3\text{N}_4$ для модифицирования алюминиевых сплавов / А. А. Кузина, А. К. Белянкина // Сборник материалов XII Международной научно-практической конференции, посвященной Дню космонавтики, «Актуальные проблемы авиации и космонавтики». – Красноярск, 2016. - Т. 1. - С. 318-319.

Результаты интеллектуальной деятельности

1. РФ Свидетельство о государственной регистрации базы данных в гос. Реестре №2019620463. Свойства порошковых композиций Al-AlN , полученных механоактивацией порошка алюминия марки ПА-4 и нанопорошков марки СВС-Аз ($\text{AlN}+5\%\text{Na}_3\text{AlF}_6$) и ($\text{AlN}+35\%\text{Na}_3\text{AlF}_6$) / А. А. Кузина, А. П. Амосов, Ю. В. Титова, С. В. Коновалов. - Заявка №2019620359; (РФ); заявл. 15.03.2019; зарегистрировано 22.03.2019.

2. РФ Свидетельство о государственной регистрации базы данных в гос. реестре №2019620760. Состав порошковых композиций $\text{Cu-Si}_3\text{N}_4$, полученных механическим смешиванием порошка меди марки ПМС-1 и нанопорошка нитрида кремния марки СВС-Аз, предназначенных для изготовления псевдолигатур / А. А. Кузина, А. П. Амосов, Ю. В. Титова, С. В. Коновалов. - Заявка №2019620698; (РФ); заявл. 29.04.2019; зарегистрировано 17.05.2019.

Научное издание

Кузина Антонина Александровна

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук на тему:

Применение керамических нанопорошков азидной технологии СВС для армирования
алюмоматричных композиционных материалов

Автореферат отпечатан с разрешения объединенного диссертационного совета
99.2.039.02 (Д 999.122.02) на базе ФГБОУ ВО «Самарский государственный
технический университет» и ФГАОУ ВО «Самарский национальный
исследовательский университет имени С.П. Королева»
(протокол №10 от «28» июня 2021 г.)

Формат 60×84 1/16. Набор компьютерный.
Усл. печ. л. 1,00. Тираж 100 экз. Заказ № ____.

Отпечатано на ризографе.

ФГАОУ ВО «Самарский национальный исследовательский университет
имени академика С.П. Королева», Издательство Самарского университета
443086, г. Самара, ул. Московское шоссе, д. 34.