

Д. т. н. **Д. А. Иванов**¹ (✉), **Г. Е. Вально**², к. ф.-м. н. **Т. И. Бородина**²

¹ ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», Москва, Россия

² ФГБУН «Объединенный институт высоких температур РАН», Москва, Россия

УДК 666.762.091

СТРУКТУРА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ КЕРМЕТНОЙ ШИХТЫ В СИСТЕМЕ Al–Al₂O₃, ПОЛУЧЕННОЙ МЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКОЙ АЛЮМИНИЕВОГО ПОРОШКА В ПЛАНЕТАРНОЙ МЕЛЬНИЦЕ

Керметную шихту в системе Al–Al₂O₃ получали путем механической обработки (МО) в планетарной мельнице алюминиевого порошка промышленной марки ПАП-2, состоящего из чешуйчатых частиц субмикронной толщины с покрытием из стеарина. В зависимости от используемых режимов МО получали четыре шихты, насыпная плотность которых варьировалась от 0,33 до 1,1 г/см³. Во всех шихтах наблюдался синтез α-Al₂O₃ в результате экзотермической реакции взаимодействия кислорода воздуха с поверхностью алюминиевых частиц в процессе МО. Возможно также образование бёмита и гиббсита при взаимодействии активированной поверхности Al частиц с парами воды атмосферного воздуха. Методом локального рентгеноспектрального анализа (EDX) в шихтах зафиксирован рентгеноаморфный углерод, появление которого связано с ударно-истирающим воздействием мелющих тел, приводящим к нуклеации рентгеноаморфных включений углерода из-за термодеструкции стеарина. Максимальный предел прочности при изгибе спеченного кермета 550 МПа. Для него характерен дискретный механизм разрушения — расслоение сдвигом слоистых пакетов под действием касательных напряжений. Выявленные механизмы разрушения керметов позволяют установить оптимальные режимы МО порошковых композиций для получения из них различных элементов конструкций.

Ключевые слова: механическая обработка (МО) порошков, механическое легирование, механоактивация, планетарная мельница, алюминиевый порошок ПАП-2, кермет Al–Al₂O₃, механизм разрушения, фрактограмма поверхности излома.

ВВЕДЕНИЕ

Механическую обработку (МО) порошков, а также их смесей обычно проводят в высокоэнергетических мельницах разного типа [1]. В процессе МО реализуется интенсивное ударно-истирающее воздействие мелющих тел на порошковый продукт в герметичных емкостях.

Значительная энергонапряженность достигается в планетарных мельницах, в которых обеспечивается весьма высокое локальное и импульсное давление мелющих тел на измельчаемые частицы (3–8 ГПа) при ускорении движения барабанных емкостей до 28g [2, 3]. Такая обработка позволяет проводить механическое легирование (механосинтез) порошковых систем, механохимическую активацию порошко-

вых компонентов, а также используется для получения дисперсных однородных порошковых смесей, включающих частицы наноразмерного диапазона, и для их гранулирования [3, 4].

Отмечено [5], что в результате МО имеют место значительная деформация кристаллической решетки измельчаемых частиц, образование в ней дефектов (вакансий, дислокаций) и увеличение количества границ зерен вследствие их измельчения. Эти факторы определяют высокоэнергетическое состояние получаемых порошков и, как следствие, повышенный коэффициент диффузии, обеспечивающий высокий предел растворимости легирующих добавок в матричном компоненте, синтез равновесных и метастабильных кристаллических, а также аморфных фаз [6].

Применение МО позволяет получать шихту для изготовления широкого класса материалов: твердого сплава состава WC–Co [7], интерметаллидов NiAl, FeCrAl, Ti₂AlNb [8, 9], керамики Al₂O₃, TiO₂, Si₃N₄, AlN, SiC, Mg₂TiO₄, BaSrTiO₃, Fe₂TiO₅, Ti₃SiC₂ [2, 10–13], а также керамиче-



Д. А. Иванов

E-mail: dali_888@mail.ru

ских композитов Al_2O_3-SiC , Si_3N_4-SiC , Y_2O_3-SiC , $MoSi_2-Si_3N_4$ [5, 14] и керметов $Al-Al_2O_3$, $Al-Y_2O_3$, $Al-AlN$, $Al-B_4C$, $Al-TiB_2$, $Mg-Al_2O_3$, $Fe-TiC$, $W-TiC$ [2, 15–20]. Среди этих материалов наибольший интерес представляют керметы, обладающие повышенной пластичностью и твердостью, а также высокими механическими характеристиками (прочностью, трещиностойкостью, ударной вязкостью) благодаря упрочняющему действию керамической фазы [21].

Получение путем МО керметных порошковых композиций, определяющих состав шихты, позволяет добиться равномерного распределения упрочняющих наноразмерных керамических частиц в объеме металлического матричного компонента, которые в процессе спекания препятствуют миграции границ зерен матрицы. Это существенно тормозит рекристаллизационный рост зерен металлической матрицы, способствуя сохранению мелкозернистой структуры кермета [18]. При этом применение микроволнового [15] и плазменно-искрового спекания [18] позволяет получить улучшенные физико-механические свойства таких керметов.

На разработку кермета $Al-Al_2O_3$ были направлены усилия многих исследователей благодаря высоким показателям характеристик весовой эффективности (удельной прочности и удельной жесткости) и относительной простоте получения [21, 22]. Получение керметной шихты в системе $Al-Al_2O_3$ обычно достигается использованием двух технологических подходов: путем МО смеси порошка алюминия с порошком его оксида [22] или МО собственно алюминиевого порошка на воздухе либо в защитной газовой среде с регулируемым содержанием кислорода [1, 23]. В последнем случае вследствие ударно-истирающего воздействия мелющих тел происходит непрерывное образование свежих (ювенильных) поверхностей алюминия, которые активно взаимодействуют с атомами кислорода газовой среды. Такое взаимодействие приводит к образованию нанокристаллических включений Al_2O_3 в алюминии.

В настоящей работе исследовали влияние режимов МО алюминиевого порошка промышленной марки ПАП-2 в воздушной среде на структуру и фазовый состав керметной шихты в системе $Al-Al_2O_3$. Частицы алюминиевого порошка чешуйчатой формы субмикронной толщины покрыты тонким слоем стеарина, который выполняет функцию жировой добавки при помоле порошка в шаровой мельнице. Установлен также режим МО, при котором возможно сохранение чешуйчатой формы исходных частиц ПАП-2, обеспечивающее получение кермета со слоистой структурой. Кроме того, исследованы физико-механические свойства кермета, изготовленного из шихты в системе $Al-Al_2O_3$ спеканием в вакууме.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА И ИССЛЕДОВАНИЯ

Порошок ПАП-2 подвергали МО в планетарной мельнице САНД-1, загружая заданные навески порошка в барабанные емкости, футерованные горячепрессованным корундом. В качестве мелющих тел использовали шары из твердого сплава ($WC-Co$) диаметром 8–10 мм. Объем барабанных емкостей 1130 см³, частота вращения платформы с барабанными емкостями 100 об/мин. Насыпную плотность шихты определяли как отношение ее массы после утряски к заданному объему (100 см³).

Рентгенофазовый анализ (РФА) проводили на установке ДРОН-7. Съемку дифрактограмм вели при $K\alpha$ -излучении (фильтр — никелевый). Для идентификации фаз использовали данные картотеки ASTM. Параметр кристаллической решетки алюминия определяли по стандартной методике [24] с использованием дифракционных линий (331), (420) и (422) в спектре алюминия. Межплоскостные расстояния измеряли по угловому положению максимумов интенсивности дифракционных линий.

Электронно-микроскопический анализ и локальный рентгеноспектральный анализ (EDX) проводили на растровом электронном микроскопе Nova NanoSem 650 (США) с использованием системы EDAX. Для изучения структуры частиц порошка ПАП-2 использовали просвечивающий электронный микроскоп EM-301 фирмы Philips (Нидерланды). Распределение частиц по размерам порошка ПАП-2 получали методом акустической спектроскопии на приборе Spectrometer DT 1200 (Англия), удельную поверхность порошка определяли по методике низкотемпературной адсорбции азота (БЭТ) на приборе Micromeritics Tristar 3000 (США).

Для изучения физико-механических свойств кермета из полученной шихты прессовали опытные образцы в стальной пресс-форме под давлением 700 МПа, которые спекали в вакууме при 650 °С в течение 1 ч. Предел прочности при изгибе $\sigma_{изг}$ материала определяли на испытательной машине TIRatest-2300 (Германия) путем приложения сосредоточенной нагрузки на образцы-балочки размерами 10×12×55 мм (ГОСТ 18228–94) при скорости деформирования 1 мм/мин.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Для понимания общих закономерностей, происходящих с алюминиевым порошком в процессе его МО, необходимо было исследовать структуру его частиц. Толщина частиц чешуйчатой формы менее 1 мкм (250–500 нм), длина и ширина составляет от 5 до 50 мкм. Характерно, что частицы имеют изломанную кромку 3 (рис. 1). Кромка образуется в результате отрыва по межзеренным границам (рис. 2) соседних плоских зерен

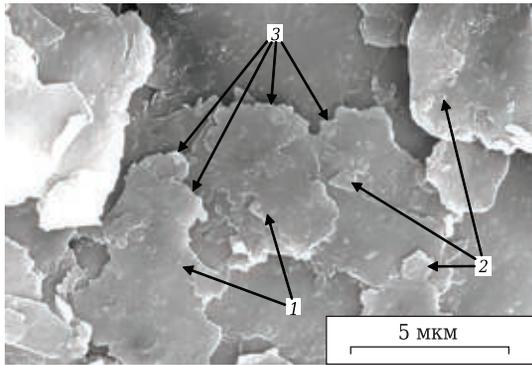


Рис. 1. Чешуйчатые частицы ПАП-2 (1, 2); 3 — кромка частиц

частиц в процессе помола порошка в шаровой мельнице вследствие ударно-истирающего воздействия мелющих тел. Кроме того, зафиксировано, что толщина δ поверхностной алюмооксидной пленки на торце частицы 1 в среднем составляет 5 нм (см. рис. 2). Ранее было показано [25], что толщина алюмооксидных пленок на поверхности частиц ПАП-2 возрастает до 47 нм при медленном нагреве на воздухе до 900 °С.

Методом акустической спектроскопии установлено, что распределение частиц ПАП-2 по размерам характеризуется их варьированием в пределах 0,03–10 мкм, максимальную массовую долю составляют частицы размером 0,6 мкм (рис. 3). Средний эквивалентный диаметр частиц $d_{ср}$, рассчитанный как $d_{ср} = 6/\gamma_n S_{уд}$ [26] (γ_n — истинная плотность материала, равная 2,7 г/см³; $S_{уд}$ — удельная поверхность порошка ПАП-2 по методу БЭТ, равная 4,1322 м²/г), составляет 0,54 мкм, что хорошо согласуется с данными метода акустической спектроскопии.

Алюминиевый порошок ПАП-2 подвергали МО, варьируя отношение массы мелющих тел к массе загрузки порошка ($M_2:M_1$) и длительность МО τ (табл. 1). При этом предполагали установить режимы МО, при которых происходила холодная сварка чешуйчатых Al частиц с образованием гранул, а также режим, обеспечивающий механическую активацию поверхности частиц с сохранением их исходной геометрической формы.

Установлено, что использование предложенных режимов МО (шихты 1–3) обеспечивает получение призматических слоистых гранул, в которых чешуйчатые частицы соединены по сопрягаемым плоскостям (рис. 4, а–в) путем холодной сварки в результате ударно-истирающего воздействия мелющих тел. При таком воздействии, когда M_2 значительно превышает M_1 , значительная доля кинетической энергии мелющих тел расходуется на локальное разрушение покрытия из стеарина и на разогрев поверхности частиц вследствие трения. При этом по поверхности частиц интенсифицируются диффузион-

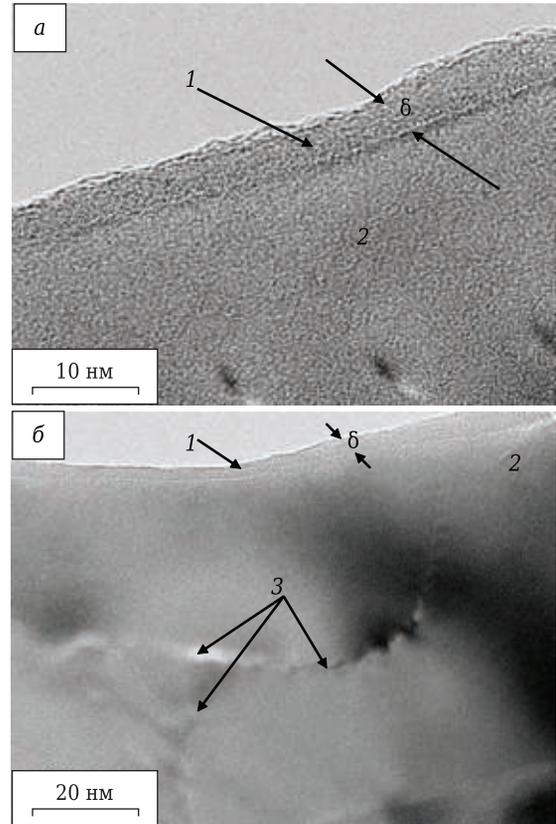


Рис. 2. Структура поверхности чешуйчатой частицы ПАП-2 (а, б): 1 — алюмооксидная пленка на торце частицы; 2 — поверхность частицы; 3 — межзеренные границы (стык трех плоских зерен в чешуйчатой частице); δ — толщина алюмооксидной пленки

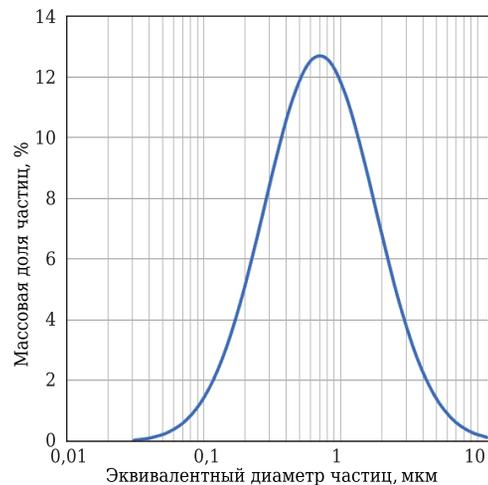


Рис. 3. Кривая распределения частиц ПАП-2 по размерам

ные процессы, обеспечивающие сращивание чешуйчатых частиц. В итоге наблюдается эффект гранулирования.

Следует отметить, что размеры гранул в шихтах 1–3 различаются незначительно: в шихте 1 они составляют 1–20 мкм, в шихте 2 5–50 мкм, в

Таблица 1. Режимы МО шихты, ее насыпная плотность γ и результаты РФА шихтовых материалов

Шихта	Масса, г		$M_2:M_1$	τ , ч	γ^{*1} , г/см ³	a_0^{*2} , нм	Содержание, мас. %					
	ПАП-2 M_1	мельющих тел M_2					компонент Al	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Co	W
1	10	700	70	5	0,82	0,4046 0,4068	Al (1) 78 Al (2) 17	5	–	–	–	–
2	17	700	41,2	5	0,50	0,4046 0,4068	Al (1) 78 Al (2) 19	2	–	–	1	–
3	17	700	41,2	10	1,10	0,4046 0,4096	Al (1) 87 Al (2) 6	5	–	–	–	2
4	48	300	6,2	1	0,33	0,4051 0,4067	Al (1) 80 Al (2) 6	4	6	4	–	–

*1 Для ПАП-2 до МО $\gamma = 0,17$ г/см³.

*2 a_0 — параметр кристаллической решетки алюминия (для ПАП-2 до МО $a_0 = 0,4047$ нм).

шихте 3 10–30 мкм. Однако степень их уплотнения в результате МО существенно различается, поэтому и различается насыпная плотность шихтовых проб. Наблюдается значительное повышение насыпной плотности получаемой шихты (по сравнению с γ исходного порошка ПАП-2) с увеличением длительности МО и уменьшением M_1 , что не является противоречием. Для шихт 2 и 3 вследствие весьма длительной МО ($\tau = 5\div 10$ ч) фиксируется намол кобальта, выполняющего функцию связки для зерен карбида вольфрама в составе мельющих тел, и свободного вольфрама, не вошедшего в состав WC. При этом следует учитывать статистический аспект определения Co и W в исследуемых пробах, поэтому в шихте 1, для которой длительность МО также значительна, намол этих металлов не был обнаружен.

Показано, что при существенном снижении $M_2:M_1$ до 6,2 и τ до 1 ч (шихта 4) возможны сохранение чешуйчатой формы алюминиевых частиц и достижение механоактивации их поверхности (рис. 4, з). В этом случае используется «мягкий» режим МО, при котором кинетическая энергия мельющих тел затрачивается исключительно на обработку поверхности чешуйчатых частиц (сдирание части стеарина и оксидных пленок, царапание, наклеп), но ее недостаточно для реализации их холодной сварки с образованием гранул.

Во всех шихтовых материалах (1–4) зафиксирован синтез высокотемпературной модификации оксида алюминия ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), что может быть связано с протеканием активной экзотермической реакции взаимодействия кислорода воздуха со свежей ювенильной поверхностью

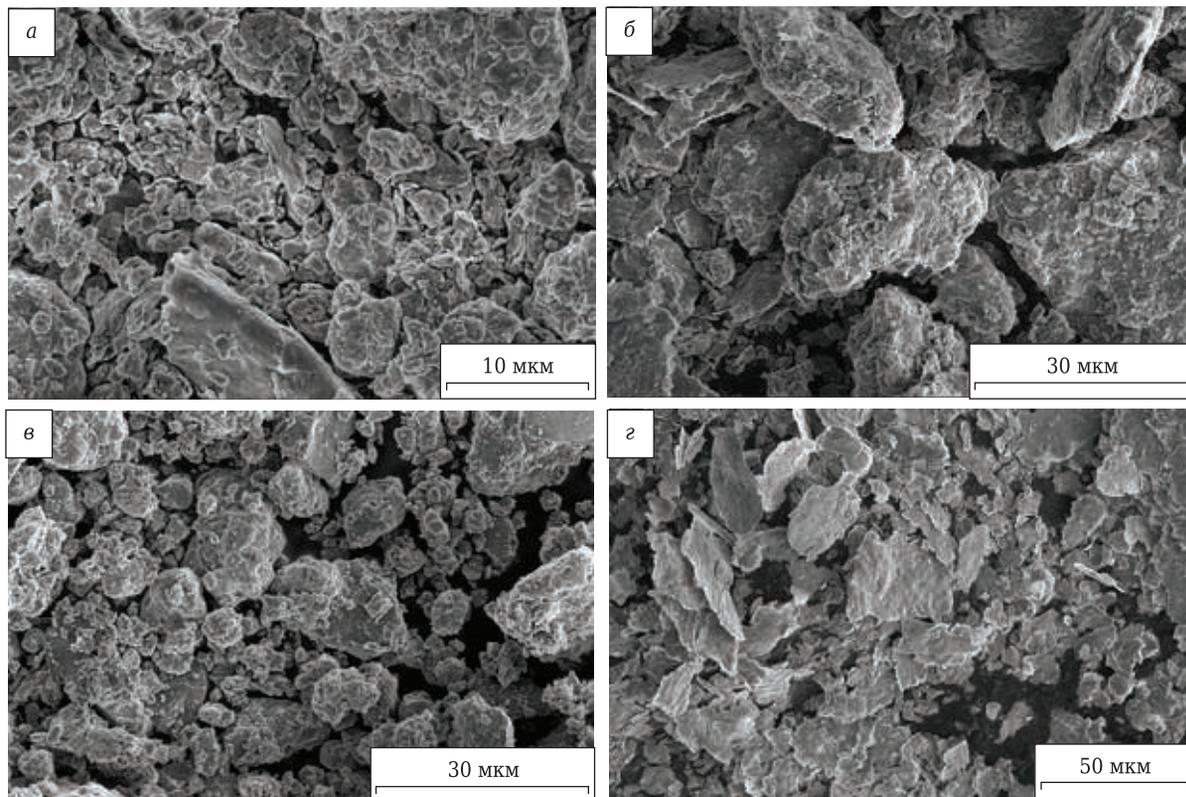


Рис. 4. Частицы (а–з) в шихтах 1–4 соответственно, полученных в результате МО порошка ПАП-2

алюминиевых частиц, образующейся в момент контакта с мелющими телами в процессе МО. При этом нельзя исключить частичный намол пылевидной фракции корундовой футеровки барабанной емкости при МО. Однако эту причину нельзя считать значимой, поскольку при $\tau > 5$ ч (вплоть до 10 ч) не происходит, против ожидаемого, никакого увеличения количества $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ в результате намола от футеровки. Можно полагать, что накопление в шихте синтезируемого $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ вследствие экзотермической реакции окисления алюминия при выбранных режимах МО лимитируется некоторым предельным значением (не более 5 %) вследствие пассивирования поверхности образующихся гранул плотными алюмооксидными пленками.

Следует отметить также, что в материале из шихты 4 вследствие высокоразвитой и активной поверхности помимо $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ наблюдается образование бёмита ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) и гиббсита ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$). Это может происходить в результате взаимодействия активной поверхности алюминиевых частиц с парами воды атмосферного воздуха из-за повышенной гигроскопичности механоактивированного алюминия. Кроме того, во всех шихтах (1–4) в процессе МО фиксируются сразу две компоненты алюминия, различающиеся параметром кристаллической решетки a_0 . Это свидетельствует о ее искажении вследствие ударно-сдвигового воздействия мелющих тел. Можно полагать, что увеличение параметра a_0 (по сравнению с a_0 ПАП-2 до МО) достигается в результате преимущественного воздействия растягивающих напряжений, а его уменьшение — сжимающих. Для шихты 4 характерно повышение параметра a_0 (для обоих компонентов Al) в сравнении с a_0 ПАП-2 до МО. Это указывает на напряженное состояние кристаллической решетки частиц и может служить причиной повышенной диффузионной активности в объеме спекаемого материала. При этом возможно снижение энергии активации процесса спекания и, как результат, температуры спекания и/или длительности изотермической выдержки при этой температуре для достижения высокой плотности.

Результаты EDX-анализа полученных шихтовых материалов (табл. 2) позволили зафиксировать присутствие рентгеноаморфного углерода, который не был выявлен методом РФА. Следует учесть, что количественная идентификация элементов O и C в микрizonaх (областях генерации характеристического рентгеновского излучения) в каждой шихте хотя и зависит значительно от рельефа облучаемой электронами поверхности, но при этом определяет общие закономерности формирования ее фазового состава в процессе МО. Например, наибольшее содержание O обнаружено в материале из шихты 3 с максимальной длительностью МО (10 ч). Наибольшее содержание C наблюдается в материале из ших-

Таблица 2. Результаты EDX-анализа шихтовых материалов

Шихта	Содержание идентифицированных элементов, ат. %		
	Al	O	C
1	75,72	15,90	8,38
2	75,63	14,03	10,34
3	80,99	16,50	2,51
4	90,51	5,95	3,54

ты 2, частицы которой испытывали значительное ударно-истирающее воздействие мелющих тел, что приводило к нуклеации рентгеноаморфных включений углерода вследствие термодеструкции стеарина.

Спекание кермета из всех шихт происходило по жидкофазному механизму, описанному в публикации [27], вследствие образования расплава эвтектического состава Al–Al₄C₃. При этом плотность материалов из шихт 1–3 невысока (2,33–2,37 г/см³, рис. 5, а) из-за повышенной жесткости, малой пластичности и, как следствие, низкой деформируемости слоистых гранул. Это послужило причиной пониженных локальной плотности и прочности формируемых межгранульных границ при прессовании.

Кермет из шихты 4, полученной по «мягкому» режиму МО, отличается значительной

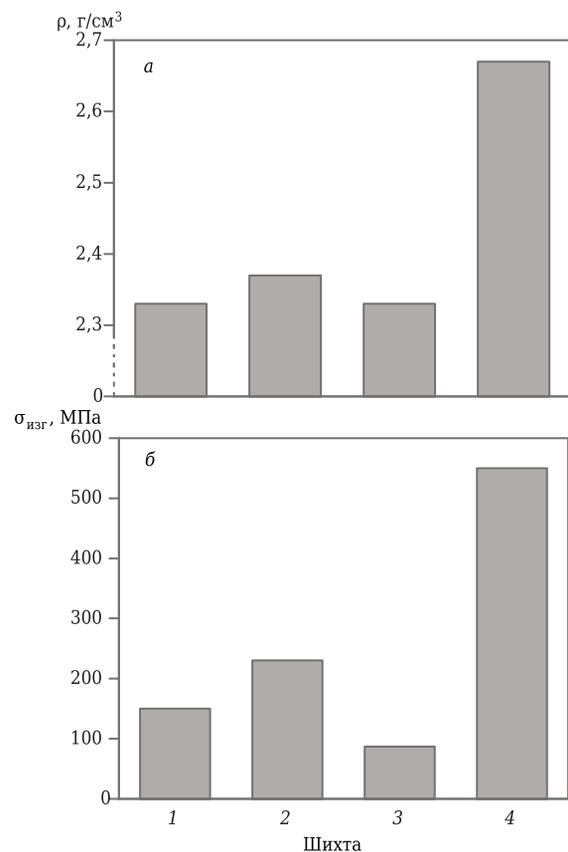


Рис. 5. Зависимости плотности ρ (а) и предела прочности при изгибе $\sigma_{\text{изг}}$ (б) кермета от используемой шихты 1–4

плотностью ($2,67 \text{ г/см}^3$) благодаря высокой плотности укладки индивидуальных чешуйчатых частиц по сопрягаемым плоскостям, а также проявлению достаточной пластичности и деформируемости этих частиц при давлении прессования. Относительно невысокий $\sigma_{\text{изг}}$ кермета из шихт 1–3 (87–230 МПа, рис. 5, б) непосредственно связан с присутствием ослабленных межгранульных границ в его структуре. В этом случае инициирование разрушения происходит на стыке двух гранул с последующим развитием трещины по межгранульной границе 2 (рис. 6, А). Вследствие этого на фрактограмме поверхности излома (рис. 7, а) наблюдается образование углублений 2 за счет отрыва слоистых гранул, остающихся в контрповерхности (на этом рисунке также показаны такие гранулы 1, а соответствующие углубления остались в ответной контрповерхности). В результате реализуется квазихрупкое разрушение, сопровождающееся скачком трещины.

Кермет из шихты 4 отличается высоким $\sigma_{\text{изг}}$ (550 МПа, см. рис. 5, б), поскольку в его струк-

туре отсутствуют «зоны ослабления» в виде межгранульных границ. Структура кермета состоит из слоистых пакетов 3, включающих диффузионно-связанные чешуйчатые частицы 4 (рис. 6, Б). Поэтому для инициирования разрушения такого материала требуется приложение значительно более высокой нагрузки, чем для керметов из шихт 1–3. В этом случае реализуется высокэнергоемкое дискретное разрушение путем расслоения сдвигом слоистых пакетов 3 под действием касательных напряжений $\tau_{\text{кас}}$ с образованием характерных полостей 5 по «ямочному» механизму [28] (рис. 7, б).

Установленное различие механизмов разрушения материалов является важным аспектом при определении оптимальных режимов МО порошковых композиций, используемых для получения различных элементов конструкций.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследованы структура и фазовый состав керметной шихты в системе $\text{Al-Al}_2\text{O}_3$ с использо-

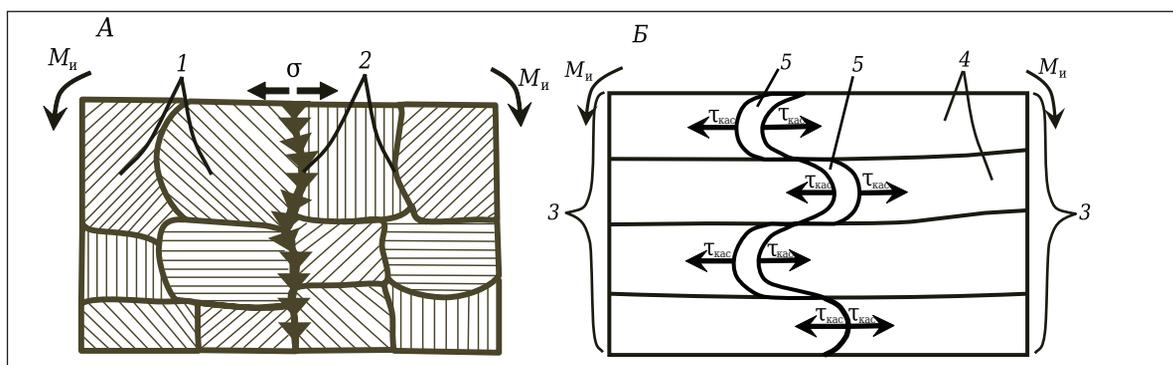


Рис. 6. Схематическое изображение разрушения кермета при изгибе сосредоточенной нагрузкой ($M_{\text{и}}$ — изгибающий момент), изготовленного из шихт 1–3 (А) и шихты 4 (Б): 1 — слоистые гранулы; 2 — межгранульные границы; σ — растягивающие напряжения; T — траектория трещины; 3 — слоистые пакеты из диффузионно-связанных чешуйчатых частиц 4; 5 — полости, образованные за счет расслоения сдвигом слоистых пакетов 3; $\tau_{\text{кас}}$ — касательные напряжения

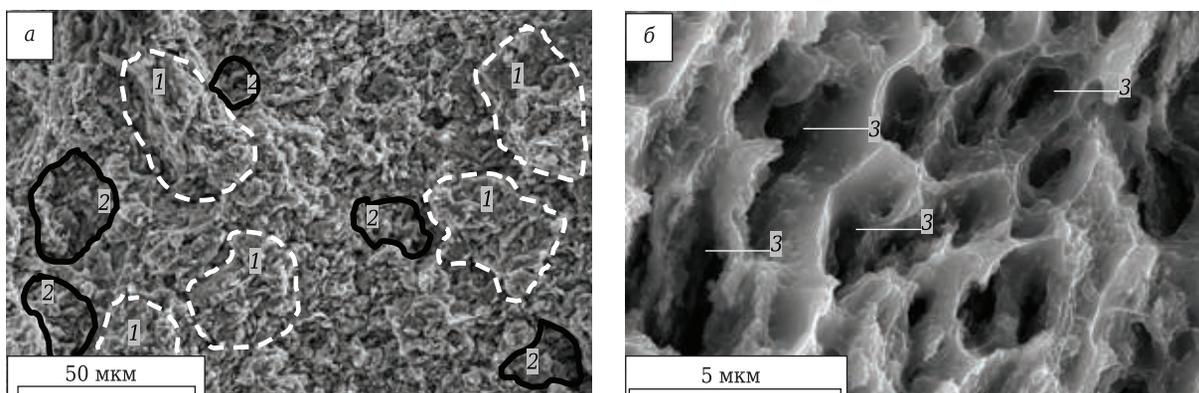


Рис. 7. Фрактограммы поверхности излома кермета, полученного из шихт 1–3 (а) и шихты 4 (б): 1 — слоистые гранулы из чешуйчатых частиц; 2 — углубления, образованные за счет отрыва слоистых гранул 1 при нагружении; 3 — полости, сформированные за счет расслоения сдвигом слоистых пакетов из диффузионно-связанных чешуйчатых частиц

ванием алюминиевого порошка, состоящего из чешуйчатых частиц субмикронной толщины с покрытием из стеарина, путем его МО в планетарной мельнице. При этом варьировали отношение массы мелющих твердосплавных тел к массе загрузки порошка ($M_2:M_1$) от 6,2 до 70 и длительность МО τ от 1 до 10 ч.

Установлено, что при $M_2:M_1$ от 41,2 до 70 и τ от 5 до 10 ч (шихты 1–3) достигается холодная сварка чешуйчатых частиц Al с образованием призматических слоистых гранул в результате ударно-истирающего воздействия мелющих тел; насыпная плотность γ шихт 1–3 при этом возрастала от 0,82 до 1,10 г/см³ с увеличением τ и уменьшением M_1 . При $M_2:M_1 = 6,2$ и $\tau = 1$ ч реализуется «мягкий» режим МО, при котором возможны сохранение чешуйчатой формы алюминиевых частиц и достижение механоактивации их поверхности (шихта 4). Для этой шихты $\gamma = 0,33$ г/см³.

По результатам РФА, при длительном режиме МО ($\tau = 5 \div 10$ ч) в материале фиксируется намол кобальта, выполняющего функцию связки для зерен карбида вольфрама в составе мелющих тел, и свободного вольфрама, не вошедшего в состав WC. Во всех материалах из шихт 1–4 зафиксировано присутствие $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ вследствие экзотермической реакции взаимодействия кислорода воздуха со свежей ювенильной поверхностью алюминиевых частиц, образующейся в момент контакта с ней мелющих тел в процессе МО. В материале из шихты 4 обнаружено образование бёмита ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) и гиббсита ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) вследствие взаимодействия активной поверхности алюминиевых частиц с парами воды атмосферного воздуха из-за повышенной гигроскопичности механоактивированного алюминия. Кроме того, во всех материалах вследствие ударно-сдвигового воздействия мелющих тел в процессе МО фиксируются сразу две компоненты алюминия, различающиеся параметром кристаллической решетки. Это свидетельствует

о ее искажении в чешуйчатых частицах, создающем напряженное состояние и, как следствие, повышенную диффузионную активность в объеме спекаемого материала.

Результаты EDX-анализа зафиксировали в полученных шихтовых материалах рентгеноаморфный углерод, что можно объяснить ударно-истирающим воздействием мелющих тел, приводящим к нуклеации рентгеноаморфных включений углерода при термодеструкции стеарина.

Показано, что относительно невысокий предел прочности при изгибе спеченного кермета из шихт 1–3 (87–230 МПа) связан с присутствием в его структуре ослабленных межгранульных границ. При этом инициирование разрушения происходит на стыке двух гранул с последующим развитием трещины по межгранульной границе. Для спеченного кермета из шихты 4 характерен достаточно высокий предел прочности при изгибе (550 МПа) из-за отсутствия в его структуре «зон ослабления» в виде межгранульных границ. Его структура состоит из слоистых пакетов, включающих диффузионно-связанные чешуйчатые частицы.

Особенности механизмов разрушения полученных керметов следует учитывать при отработке оптимальных режимов МО порошковых композиций, используемых для получения различных элементов конструкций.

Исследования выполнены в рамках базовой части государственного задания вузам № 11.7568.2017/Б4 с использованием оборудования ресурсного центра коллективного пользования «Авиационно-космические материалы и технологии» МАИ.

Микроскопический, рентгенофазовый и локальный рентгеноспектральный анализы выполнены в ОИВТ РАН по субсидии на выполнение государственного задания № 075-00892-20-00.

Библиографический список

1. Кузмич, Ю. В. Механическое легирование / Ю. В. Кузмич, И. Г. Колесникова, В. И. Серба, Б. М. Фрейдин. — Апатиты : Изд-во Кольского научного центра РАН, 2004. — 179 с.
2. Черник, Г. Г. Измельчение и механическое легирование в планетарных мельницах / Г. Г. Черник, Е. Л. Фокина, Н. И. Будим [и др.] // Наноиндустрия. — 2007. — № 5. — С. 32–35.
3. Гусев, А. И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии / А. И. Гусев. — М. : Физматлит, 2007. — 416 с.
4. Аксенов, А. А. Структура и свойства композиционных материалов на основе алюминия, получаемых методом механического легирования в воздушной атмосфере / А. А. Аксенов, А. Н. Солонин, В. В. Истомин-Кастровский // Изв. вузов. Цветная металлургия. — 2004. — № 4. — С. 58–66.
5. Suryanarayana, C. Synthesis of nanocomposites by mechanical alloying / C. Suryanarayana // J. Alloys Compds. — 2011. — 509S June. — P. S229–S234.
6. Внуков, А. А. Особенности применения процесса механического легирования для получения порошковых шихтовых материалов на основе системы Fe–Cu–C / А. А. Внуков // Технологический аудит и резервы производства. — 2015. — № 6/1 (26). — С. 9–12.
7. Al-Aqeeli, N. The synthesis of nanostructured WC-based hardmetals using mechanical alloying and their direct consolidation / N. Al-Aqeeli, N. Saheb, T. Laoui, K. Mohammad // Journal of nanomaterials. — 2014. — February. — P. 1–16.
8. Поварова, К. Б. Порошковые сплавы Fe–Cr–Al и NiAl / К. Б. Поварова, О. А. Скачков, А. А. Дроздов [и др.] // Заготовительные производства в машиностроении. — 2017. — Т. 15, № 8. — С. 370–377.

9. **Senkevich, K. S.** Fabrication of intermetallic titanium alloy based on Ti_2AlNb by rapid quenching of melt / K. S. Senkevich, M. M. Serov, O. Z. Umarova // Metal and heat treatment. — 2017. — Vol. 59, № 7/8. — P. 463–466.
10. **Bhuyan, Ranjan K.** Structural and thermal study of Mg_2TiO_4 nanoparticles synthesized by mechanical alloying method / Ranjan K. Bhuyan, D. Pamu, Basanta K. Sahoo, Ashish K. Sarangi // Micro and nanosystems. — 2020. — Vol. 12, № 2. — P. 87–91.
11. **Yustanti, Erlina.** Surfactant — assisted synthesis of $Ba_{0.7}Sr_{0.3}TiO_3$ nanoparticles by mechanical alloying and ultrasonic irradiation / Erlina Yustanti, Mas Ayu Elita Hafizah, Azwar Manaf // International conference on engineering, science and nanotechnology. — 2016 (ICESNANO). — P. 030119-1–030119-4, AIP Conference Proceedings 1788, 030119 (2017).
12. **Fajarin, R.** Milling time and temperature dependence on Fe_2TiO_5 nanoparticles synthesized by mechanical alloying method / R. Fajarin, H. Purwaningsih, A. Widyastuti [et al.] // 3rd International conference on theoretical and applied physics. — 2013 (ICTAP). — P. 63–66, AIP Conference Proceedings 1617, 63 (2014).
13. **Liu, L.** Microstructure evolution of Ti_3SiC_2 powder during high-energy ball milling / L. Liu, L. Wang, L. Shi, W. Jiang // Ceram. Int. — 2010. — Vol. 36, № 7. — P. 2227–2230.
14. **Tasha, Mohammed A.** Review on nanocomposites fabricated by mechanical alloying / Mohammed A. Tasha, Rasha A. Youness, M. E. Zawrah // International journal of minerals, metallurgy and materials. — 2019. — № 9. — P. 1047–1058.
15. **Mattli, Manohar Reddy.** Microstructure and compressive behavior of $Al-Y_2O_3$ nanocomposites prepared by microwave — assisted mechanical alloying / Manohar Reddy Mattli, R. A. Shakoor, Panchal Reddy Matli, Adel Mohamed Amer Mohamed // Metals. — 2019. — № 9. — P. 414–422.
16. **Stalin, B.** Synthesis of metal matrix composites and alloys by mechanical alloying: a review / B. Stalin, M. Meignanamoorthy, M. Ravichandran // 2nd International conference on advances in mechanical engineering. — 2018 (ICAME). — P. 1–5, IOP Conference series: materials science and engineering 402, 012097 (2018).
17. **Jam, Ali Reza.** Effect of mechanical alloying on the synthesis of $Fe-TiC$ nanocomposite / Ali Reza Jam, Mansour Razavi, Leila Nikzad // Science engineering composites materials. — 2017. — Vol. 24, № 5. — P. 739–745.
18. **Lee, H. B.** Characterization of mechanically alloyed $Ti-Al-B$ nanocomposite consolidated by spark plasma sintering / H. B. Lee, S. H. Kim, S. W. Kang, Y. H. Han // British Ceramic Trans. — 2003. — Vol. 102, № 6. — P. 231–236.
19. **Zhang, Guoquan.** Synthesis of nanocrystalline TiC reinforced W nanocomposites by high-energy mechanical alloying: microstructural evolution and its mechanism / Guoquan Zhang, Dongdong Gu // Applied Surface Science. — 2013. — Vol. 273. — February. — P. 364–371.
20. **Alizadeh, A.** Preparation and investigation of $Al-4 wt. \% B_4C$ nanocomposite powders using mechanical milling / A. Alizadeh, E. Taheri-Nassay, H. R. Baharvandi // Bull. Mater. Sci. — 2011. — Vol. 34, № 5. — P. 1039–1048.
21. **Иванов, Д. А.** Физико-химические закономерности процессов получения композиционных материалов на основе высокодисперсного алюминиевого порошка ПАП-2 / Д. А. Иванов : дис. ... д. т. н. — М., 2019. — 301 с.
22. **Dinesh, K.** Properties and characterization of $Al-Al_2O_3$ composites processed by casting and powder metallurgy routes (review) / K. Dinesh, A. Geeta, P. Rajesh // Intern. Jour. of latest trends in engineering and technology. — 2013. — Vol. 2, № 4, July. — P. 486–496.
23. **Woo, K. D.** Fabrication of Al alloy matrix composite reinforced with submicron-sized Al_2O_3 particles by the in situ displacement reaction using high-energy ball-milled powder / K. D. Woo, H. B. Lee // Mater. Sci. Engn. — 2007. — A 449–451. — P. 829–832.
24. **Липсон, Г.** Интерпретация порошковых рентгенограмм / Г. Липсон, Г. Ступл. — М. : Мир, 1972. — 384 с.
25. **Ivanov, D. A.** Preparation of porous ceramic based on Al_2O_3 as a result of zonal compaction during sintering of powder workpieces of very fine aluminum powder PAP-2 combustion products / D. A. Ivanov, A. I. Sitnikov, G. E. Val'vano [et al.] // Refract. Ind. Ceram. — 2019. — Vol. 59, № 5. — P. 459–465.
- Иванов, Д. А.** Получение пористой керамики на основе Al_2O_3 в результате зонального уплотнения при спекании порошковых заготовок из высокодисперсных продуктов сгорания алюминиевого порошка ПАП-2 / Д. А. Иванов, А. И. Ситников, Г. Е. Вальвано [и др.] // Новые огнеупоры. — 2018. — № 9. — С. 28–34.
26. Практикум по технологии керамики и огнеупоров ; под ред. Д. Н. Полубаяринова и Р. Я. Попильского. — М. : Изд-во лит-ры по стр-ву, 1972. — 352 с.
27. **Ivanov, D. A.** Investigation of physical-mechanical properties and structure of layered cermet $Al-Al_2O_3-Al_4C_3$ / D. A. Ivanov // Refract. Ind. Ceram. — 2020. — Vol. 61, № 4. — P. 393–398.
- Иванов, Д. А.** Изучение физико-механических свойств и структуры слоистого кермета $Al-Al_2O_3-Al_4C_3$ / Д. А. Иванов // Новые огнеупоры. — 2020. — № 7. — С. 45–50.
28. **Энгель, Л.** Растровая электронная микроскопия. Разрушение / Л. Энгель, Г. Клингеле. — М. : Металлургия, 1986. — 232 с. ■

Получено 03.02.21

© Д. А. Иванов, Г. Е. Вальвано,
Т. И. Бородина, 2021 г.