

Шифр: "3D каркаси"

**«Структура та властивості каркасних композитів отриманих
інфільтрацією розплавом алюмінію пористих каркасів на основі заліза»**

Київ – 2021 року

ЗМІСТ

ВСТУП.....	3
1 ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ.....	4
1.1 Характеристика пористих каркасних структур.....	4
1.2 Області застосування каркасних композитів.....	5
1.3 Особливості процесу інфільтрації пористих металевих каркасів розплавом рідких металів.....	7
1.3.1 Виготовлення проникних каркасів за допомогою селективного лазерного спікання.....	7
1.3.2 Утворення пористих каркасів шляхом лиття.....	8
1.3.3 Проблематика просочення залізного каркасу розплавом алюмінію.....	9
1.4 Процеси взаємодії заліза з алюмінієм.....	10
2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКИ ЕКСПЕРИМЕНТУ.....	13
2.1 Хімічний аналіз.....	13
2.2 Визначення розміру частинок.....	14
2.3 Формування та спікання заготовок.....	15
2.4 Обмірювання заготовок.....	18
2.5 Мікрорентгеноспектральний та металографічний аналіз.....	18
2.6 Методика просочування пористих каркасів розплавом алюмінію...	19
2.7 Визначення твердості зразків.....	20
2.8 Визначення міцності на стиснення.....	20
3 ОБГОВОРЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ.....	21
ВИСНОВКИ.....	28
ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ.....	29

ВСТУП

Разом із швидким розвитком технологій за останні кілька десятиріч років у людства виникла потреба використовувати у різних сферах промисловості такі матеріали, з такими властивостями, що в минулому навіть не могли бути уявлені. Розвиток електротехніки, машинобудування, літакобудування, інновації у будівництві змушують науковців невтомно працювати над винаходом нових матеріалів з кращими властивостями.

В нашому випадку мова буде йти про матеріали, які здатні витримувати навантаження більші ніж може витримати дюралюмін, водночас мати не занадто більшу масу. Таких властивостей можна досягти завдяки використанню методу інфільтрації пористих каркасів, в нашому випадку це інфільтрація алюмінієм каркасу із заліза, виготовленого шляхом 3D друку.

Найкращим прикладом їх використання є літакобудування, оскільки у цій сфері роль маси деталі є критичним фактором, то одним з основних матеріалів, що використовуються у виробництві літаків є алюміній та сплави на його основі. Головним недоліком цього металу є порівняно слабкі механічні властивості, тому деталі, які повинні витримувати серйозні навантаження роблять зі сталі, густина якої майже втричі більша за сплави алюмінію. З цього витікає проблема перевантаження літака. Тому деталі, які виготовлені за допомогою методу інфільтрації здатні вирішити цю проблему. І це був не єдиний приклад застосування даного методу в областях промисловості, де маса є чи не головним критерієм до застосування.

Метою роботи є дослідження процесу інфільтрації пористих залізних каркасів розплавом алюмінію на структуру та механічні властивості композитів.

1.1 Характеристика пористих каркасних структур

Пористі каркасні структури – це структури які мають пористість 50% та в подальшому мають бути просочені іншим матеріалом для отримання композитного матеріалу. Взаємодія матеріалів каркасу та наповнювача здійснюється лише вздовж площини контакту і є незначною. У випадку, коли матеріал каркасу метал і матеріал наповнювача - метал, то виникає інтерметалідна фаза на межі розділу, яка некритично впливає на властивості виробу.

Існують різні методи отримання каркасних структур: 1) методом порошкової металургії – а саме спікання вільнозасипаного порошку або суміші з додаванням пороутворювача; 2) методом лиття, коли метал або сплав заливають у форму разом з видаляємим пороутворювачем. Звісно, властивості та характеристики матеріалів, отриманих різними методами, будуть відрізнятися, тому метод підбирається під необхідні властивості готового виробу.

Прикладом застосування методів порошкової металургії може бути виготовлення пористого каркасу порошкових антифрикційних матеріалів. Порошок ущільнюють у сталій прес-формі шляхом утряски або пресують при різних тисках. Якщо порошок недостатньо добре формується, то до нього додають 10% водний розчин полівінілового спирту в якості зв'язуючого. В результаті при ущільненні порошку утряскою або пресуванням при невеликих тисках (50-75 МПа) загальна пористість заготовки виходить біля 50%, що дозволяє отримати пористий каркас для подальшого його просочення [1].

Характеристики пористих структур мають пряму залежність від технологічних характеристик використаного порошку та його морфологічних особливостей. Сферичні порошки не здатні до хорошої формуємості, а порошки неправильної форми – навпаки, і дають здатність створювати вироби з пористістю 45-60%, іноді навіть вище, не

використовуючи при цьому додаткову обробку. Іншим прикладом можуть слугувати пористі проникні матеріали, які застосовуються при сухому терті у агресивних середовищах при температурах 200-250 °С та тисках до 10-15 МПа. У таких випадках перспективним є використання нержавіючої сталі, але проблема використання нержавіючої сталі як пористого каркасу залишається відкритою [2].

Як можна побачити з двох прикладів, які приведені вище, пористі каркасні структури мають відмінні властивості, оскільки застосовуються при різних зовнішніх чинниках та мають виконувати різні функції. Тому до спільних характеристик пористих каркасних структур можна віднести лише значення пористості, а саме $\sim 50\%$, з обов'язковою умовою, що пористість має бути наскрізною – для подальшого просочення заготовки розплавом чи розчином.

1.2 Області застосування каркасних композитів

Оскільки головна суть композитів, що створюються методом просочування каркасів, є отримання матеріалу з такими властивостями, які не притаманні вихідним матеріалам у його складі, то і сфери застосування такі матеріали будуть мати інші. Однією з головних цілей для виготовлення таких композитів є отримання меншої маси при незначних змінах механічних властивостей. Подібні вимоги найчастіше вимагають у літакобудівній та космічній сферах, де маса є чи не найважливішим критерієм, машинобудування також не стоїть у стороні в цьому питанні, тому у таких випадках каркасні структури й демонструють свої переваги.

Приведено приклад використання каркасних просочених композитів у авіабудуванні. У цій сфері, особливо у військовій її частині, вибір правильного матеріалу для проектування нової машини стоїть дуже чітко. Чудовим прикладом можуть стати силові елементи літаків, такі як: лонжерон або стрингер. Лонжерон – це основний силовий елемент у крилі літака, який

приймає на себе основне навантаження.

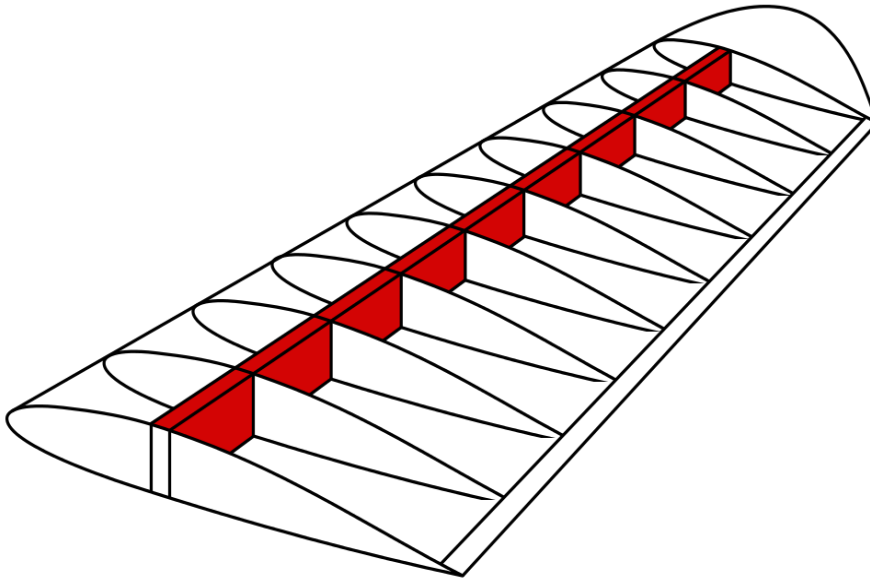


Рисунок 1.1 – Зображення лонжерону у крилі літака

В наш час основним матеріалом з якого виготовляються лонжерони є дюралюмін, оскільки він поєднує малу масу та достатні механічні характеристики, та полімерні композитні матеріали. Каркасні структури можуть стати непоганою альтернативою дюралюмінію, в залежності від матеріалу каркасу та матеріалу інфільтрату, оскільки можуть мати кращі механічні характеристики при такій же масі. Стрингер – силовий елемент фюзеляжу літака, який призначений для витримування розтягуючих та стискуючих напружень, підтримувати обшивку, підвищуючи її жорсткість. Оскільки на цей конструкційний елемент припадає основне навантаження фюзеляжу, то його виготовляють з високоміцних матеріалів. З появою нових літаків виникне проблема, що основні конструкційні елементи повинні будуть витримувати ще більші навантаження не збільшуючи масу. У цьому випадку каркасні композити допоможуть у вирішенні цього питання, суттєво зменшивши масу літака, у порівнянні зі сплавами [3].

1.3 Особливості процесу інфільтрації пористих металевих каркасів розплавами рідких металів

У даній роботі залізний каркас був отриманий методами 3D друку, а саме селективним лазерним спіканням, спіканням вільно засипаного порошку та спіканням стружки, а сам процес інфільтрації був проведений за допомогою різниці тисків між кінцями пористого каркасу. На одному кінці знаходився розплавлений алюміній, на іншому – камера з вакуумом. Оскільки у камері, де відсутнє повітря тиск менший, то розплав алюмінію зміг рухатися крізь каркас. Після того, як розплав заповнив порожнини каркасу, насос, який створював вакуум у камері, вимикається і можна почати охолоджувати заготовку. Після охолодження необхідно зрізати залишки алюмінію, які не потрапили у каркас і є зайвими.

1.3.1 Виготовлення проникних каркасів за допомогою селективного лазерного спікання

Одним з методів утворення каркасу є метод селективного лазерного спікання. Основна перевага цього методу у тому, що за його допомогою можна створювати вироби нестандартної форми, які не можуть бути утворені звичними методами спікання. Він складається з двох етапів: перший – каркас будується шар за шаром шляхом розділу речовини-зв'язки; другий – не затверділий каркас стає повністю щільною моделлю шляхом інфільтрації розплавленого металу чи сплаву, наприклад бронзи. Під час відпалу в інтервалі температур між 450 та 650 °C відбувається випаровування полімеру, далі при температурі 700 °C відбувається спікання порошку. Далі для того, щоб провести інфільтрацію, каркас нагрівають до температури у 1070 °C. Просочення (інфільтрація) розплаву відбувається за рахунок капілярного ефекту, тому важливим фактором при просочуванні є показник змочування матеріалу каркасу матеріалом розплаву. При поганому змочуванні інфільтрат

не зможе глибоко проникнути у пори каркасу . Важливим моментом є також те, що всі види обробки мають проводитись у захисному середовищі (азоту) для захисту виробу від окислення [4, 5].

Для побудови необхідної геометрії виробу використовують пошарове нанесення матеріалу. Після нанесення шару порошку його спікають, далі наносять наступний шар порошку, і так далі, поки виріб не прийме необхідну форму. Зазвичай порошкова композиція являє собою суміш декількох порошків з різною температурою плавлення. Під час спікання легкоплавка фаза розтікається по границям зерен більш тугоплавкої фази та, кристалізуючись, утворює міцні зв'язки, підвищуючи міцність зони спікання [6].

Звісно, після закінчення побудови каркасу його бажано піддати термічній обробці – відпалу, для зниження внутрішніх напружень та підвищення міцності виробу. Наостанок виконують механічну обробку виробу. Сюди відносять операції шліфування, фрезерування, полірування та гальванічну покриття поверхні.

1.3.2 Утворення пористих каркасів шляхом лиття

У 2006 році була видана стаття у якій описуються литі пористі матеріали та технології їх отримання. Для їх отримання використовували алюмінієво-кремнієві сплави, оскільки ці сплави мають необхідні для матеріалу властивості, такі як: низька температура плавлення, малу усадку, достатні механічні властивості та хорошу рідкотекучість .

Серед багатьох способів найбільш простим, у технічному плані, є заливка розплавленого металу або сплаву у форму, де знаходиться пористий наповнювач, який видаляється після кристалізації розплаву. Іншими словами відбувається інфільтрація розплаву крізь пористий легковидаляємий наповнювач. Для покращення проходу розплаву крізь наповнювач можна

прикласти тиск, шляхом подачі на поверхню розплаву газу при тиску 0,2-0,3 МПа [7].

Основними недоліками даної схеми є отримання нестабільних результатів через порушення відкритої пористості через те, що рідкий метал проникає тільки у великі пори.

Як і в більшості методів інфільтрації, вирішальними факторами є параметри капілярних явищ, температури нагріву розплаву, форма виробу та характеристики наповнювача. Однією з головних характеристик рідкого металу є його поверхневий натяг, величина якого залежить від температури нагріву та чистоти металу [8].

Щоб гарантовано позбутися повітря у порах сольового каркасу під час заливки розплаву та отримати можливість більш чіткого регулювання параметрів використовують метод попереднього розрідження робочої порожнини.

Розглянута технологія дозволяє отримати литі пористі каркаси з різними значеннями пористості, а саме 60-86% об'ємної пористості, та регулювати розміри самих пор, від сотих часток до декількох міліметрів у діаметрі.

1.3.3 Проблематика просочення залізного каркасу розплавом алюмінію

У 1986 році група вчених зробила спробу просочити залізний порошковий каркас розплавом алюмінію. Під час експерименту було виявлено ряд перешкод: 1) наявність оксидної плівки на поверхні алюмінієвого розплаву; 2) активна дифузійна взаємодія на межі розділу алюмінію та заліза. При взаємодії алюмінію та заліза утворювалися інтерметалідні фази FeAl_3 , що мають температуру плавлення 1160 °С та призводять до закривання пор і зупинки процесу просочення. Самовільне просочення не вдалося провести навіть при зануренні залізного каркасу у сам розплав алюмінію та використанні флюсів.

Проблему вдалося вирішити шляхом просочування під тиском у автоклаві. Залізний каркас нагрівали до температури просочування (900-950 °C), вакуумували та занурювали у розплавлений алюміній, після чого прикладали тиск у розмірі 10 МПа, запускаючи у автоклав стиснений аргон. Під дією тиску рідкий метал швидко почав заповнювати пори. Після закінчення просочення зразок вийняли з розплаву та охолодили. Вихідна пористість залізного каркасу була 40-45%, а після просочення стала 15-18%. У порах були виявлені фази FeAl_3 , що мають мікротвердість 7300 МПа. Твердість псевдосплаву по Брінелю складала 3000 МПа, матеріал вийшов крихким.

Також, полегшити процес інфільтрації можна шляхом додавання до алюмінію кремнію. Окрім того, що кремній підвищує твердість, він покращує рідкотекучість розплаву, що позитивно впливає на інфільтрацію. Сам розплав алюмінію необхідно підтримувати при температурі у 700 °C для найкращої рідкотекучості.

Висновком експерименту стало те, що вчені так і не змогли зменшити взаємодію між алюмінієм та залізом, а отримані властивості матеріалу не давали можливості в його практичному застосуванні.

1.4 Процеси взаємодії заліза з алюмінієм

Оскільки в даній роботі досліджується технологія просочення залізного каркасу розплавом алюмінію, то виникає необхідність у дослідженні процесу взаємодії цих двох металів. У експериментах минулих років вчені не змогли отримати матеріал з гарними механічними властивостями саме через те, що під час проходження процесу інфільтрації відбувалася взаємодія між розплавом алюмінію та залізним каркасом, що призводило до утворення інтерметалідної фази FeAl_3 та закриванню пор раніше, ніж розплав встигав туди потрапити. Це з'єднання було дуже крихким та не сприяло підвищенню міцності виробу.

У даній роботі інтерметалідна фаза майже не утворюється (лише тонкий шар, що знаходиться ближче до площини початку просочення). Для вирішення цієї проблеми необхідно проводити процес інфільтрації дуже швидко. В нашому випадку для цього залізний каркас завантажують у стенд для просочення, який дає можливість створювати градієнт тисків. Таким чином розплав за секунди проходить крізь пористий зразок, потрапляючи у кожен пору, а через високу швидкість процесу, метали не встигають провзаємодіяти настільки, щоб закрити пори.

При контакті розплавленого алюмінію зі сталлю за температури 700 °C відбувається миттєва реакція утворення крихкого інтерметаліду, а оксид алюмінію здатен завадити утворенню металічного покриття. Утворюється декілька перехідних фаз з неоднорідним складом. Вони більш тверді та менш в'язкі у порівнянні з чистим алюмінієм. Для зменшення кількості утворення інтерметалідних фаз до алюмінію додають 3-7% кремнію, що сповільнює ріст інтерметалідних фаз і дає змогу завершити процес інфільтрації до утворення їх великої кількості [9]. Також додавання кремнію до розплаву підвищує його рідкотекучість, твердість та міцність.

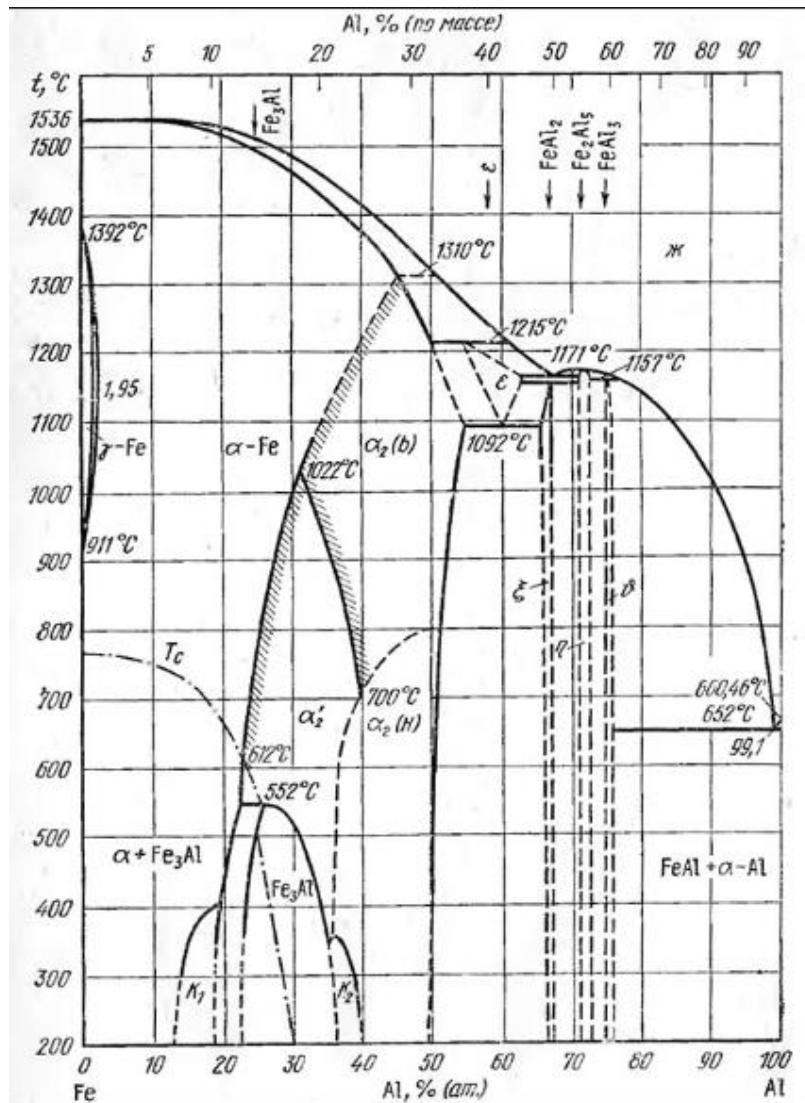


Рисунок 1.2 – Діаграма стану системи залізо – алюміній [10]

На рисунку 1.2 зображено двухкомпонентна система Fe – Al [10]. При охолодженні сплавів з вмістом алюмінію до 34% ат. з високих температур до кімнатної температури відбувається утворення твердого розчину. У сплавах з вмістом алюмінію від 34 до 52% ат. спостерігається утворення структури FeAl. При більшому вмісті алюмінію починають утворюватися фази типу FeAl₂, Fe₂Al₅, FeAl₃. Впорядкована структура Fe₃Al утворюється у сплавах, що мають у своєму вмісті 25-34% ат. при повільному охолодженні. Сплави з вмістом алюмінію від 10 до 20% мас. характеризуються у впорядкованому стані майже постійним періодом ґратки [11].

Перевагою сплавів на основі Fe_3Al є висока стійкість проти окислення та сульфідної корозії при тому, що їх ціна нижча за ціну нержавіючої сталі. Недоліком є низькотемпературна крихкість, причиною якої є насичення сплавів воднем, що утворюється при взаємодії алюмінію з парами води з навколишнього повітря [12].

2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКИ ЕКСПЕРИМЕНТУ

Для проведення експерименту використовували залізний порошок марки ПЖРВ200.28 з насипною щільністю $3,11 \text{ г/см}^3$, частинки стружки після механічної переробки сталевих виробів, алюміній марки АК7.

2.1 Хімічний аналіз

Хімічний аналіз проводили на рентгенофлюорисцентному аналізаторі EXPERT3L. Суть хімічного аналізу полягала в енергодисперсійному рентгенофлюорисцентному елементному аналізі по методу фундаментальних параметрів зі збудженням характеристичного випромінювання атомів проби фотонами тормозного спектра низько потужної рентгенівської трубки і реєстрації цього випромінювання напівпровідниковим детектором з термоелектричним охолодженням.

Результати хімічного аналізу представлені в таблицях 2.1, 2.2 та 2.3.

Таблиця 2.1 – Хімічний склад каркасу отриманого методом спікання залізного порошку

Елемент	Масова частка, %
Si	$0,084 \pm 0,120$
S	$0,019 \pm 0,013$
Fe	$99,477 \pm 0,139$
Ni	$0,248 \pm 0,054$

Cu	0,082±0,020
Mo	0,063±0,009

Таблиця 2.2 – Хімічний склад каркасу отриманого методом спікання залізної стружки

Елемент	Масова частка, %
Si	0,366±0,042
S	0,023±0,007
Cr	0,212±0,022
Mn	0,106±0,034
Fe	99,114±0,063
Cu	0,179±0,024

Таблиця 2.3 – Хімічний склад каркасу отриманого методом 3D друку

Елемент	Масова частка, %
Si	0,072±0,034
S	0,033±0,006
Cr	0,078±0,017
Mn	0,060±0,026
Fe	99,757±0,046

2.2 Визначення розміру частинок

Розмір частинок та їх розподілення за гранулометричним складом проводилось за допомогою лазерного дифракційного аналізатору Malvern Mastersizer 2000, управління якого здійснюється за допомогою стандартизованих протоколів вимірювань (SOP). Під час вимірювання частинки проходять через сфокусований промінь лазера та розсіюють світло, кутовий розподіл інтенсивності якого реєструється за допомогою набору

світлочутливих детекторів. Обчислення розподілу часток за розмірами проводиться на підставі вимірної картини кутового розподілу інтенсивності розсіяного світла, яке залежить від розміру і оптичних властивостей частинок.

Як показали результати дослідження гранулометричного складу залізного порошку, середній розмір частинок складає 300-400 мкм (рис. 2.1).

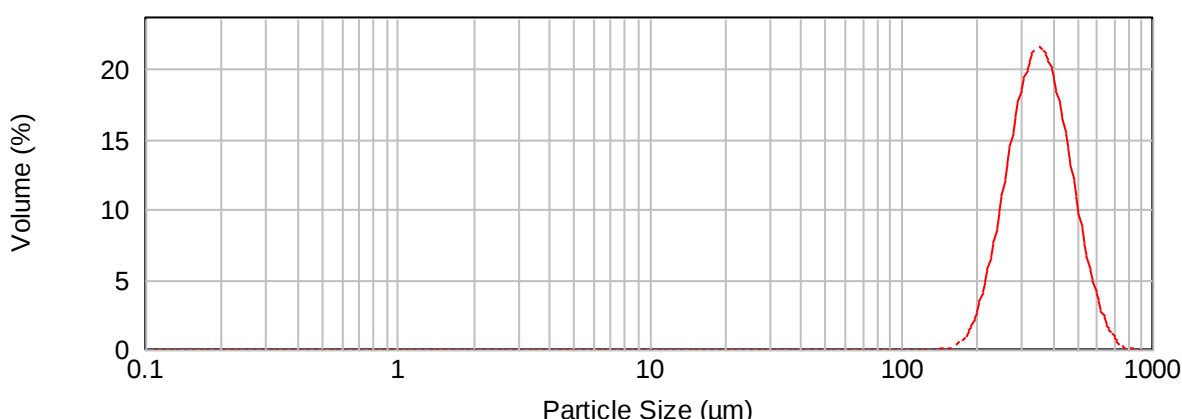


Рисунок 2.1 – Розподіл розмірів частинок залізного порошку за гранулометричним складом

2.3 Формування та спікання заготовок

В даній роботі присутні 3 різновиди пористих каркасів, кожен з яких виготовлений окремим методом.

Для створення першого пористого каркасу застосовували залізний розпилений порошок з середнім розміром фракції 300-400 мкм. Порошок змішували у барабанному змішувачі протягом 60 хв із карбамідом ($\text{CO}(\text{NH}_2)_2$) в якості пороутворювача для отримання пористості 40-45% об.

Формування заготовок проводилося на гідравлічному пресі марки ПГ-10 з діаметром робочого каналу 12,0 мм, при тиску 150-300 МПа. При пресуванні заготовок використовувалася двостороння схема пресування.

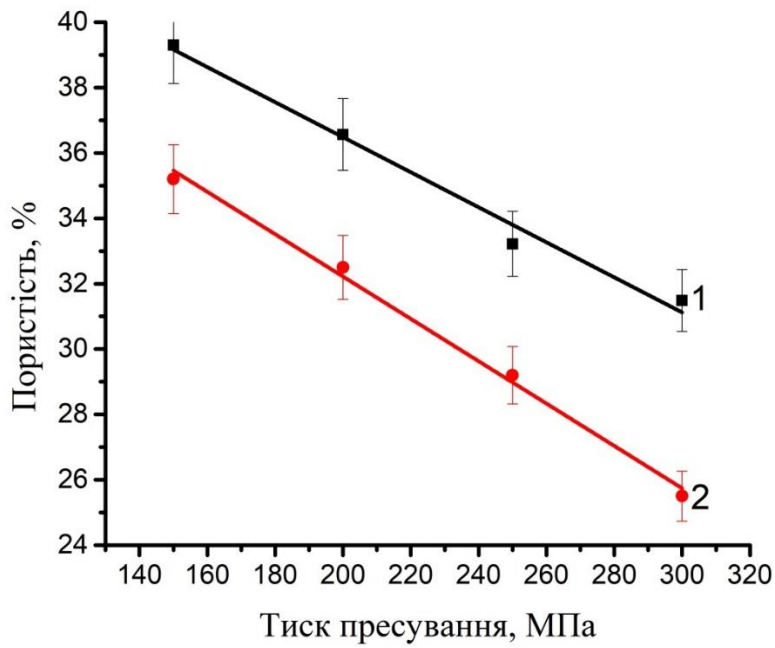
Результати визначення пористості отриманих зразків приведено на рисунку 2.2.

Другий тип зразків був створений шляхом спікання залізної стружки з відходів металообробки із розміром частинок 0,8-1,2 мм. Стружку спресували у циліндричній прес-формі діаметром 12,0 мм на гідравлічному пресі під тиском 100 МПа без додавання пороутворювача. Менші тиски пресування, у порівнянні з порошком, пояснюються тим, що стружка має кращу формуємість та добре зчіплюється між собою під час деформації.

Спікання спресованих зразків першого та другого типу проводили при температурах 1000-1050 °С та витримці протягом 1 години у середовищі водню. Додатково проводили витримку при 300 °С протягом 30 хв для видалення пороутворювача. Для спікання зразків використовували муфельну електричну піч.

Третій тип каркасних структур був утворений шляхом селективного лазерного плавлення (SLM) порошку на принтері "Realized SLM50". Використовували залізний порошок фракції -63 мкм + 45 мкм з товщиною шару 70 мкм. Потужність лазера складала 75 Вт при швидкості сканування 0,4 м/с, що відповідає відстані між точками обробки 20 мкм і часу експозиції в точці 50 мкс. Таким чином були отримані циліндричні каркаси з рівномірним розташуванням комірок з розміром 500 мкм.

Суть цього методу полягає у тому, що вільнозасипаний порошок сплавляється лазером по вказаній геометрії. Цей процес відбувається пошарово знизу вгору. Коли перший шар порошку буде спечений – пристрій нанесе новий тонкий шар порошку поверх минулого, після чого операція буде повторюватися до утворення цілісного виробу. На рисунку 2.3 показана схема роботи такого пристрою.



1 – карбамід; 2 – вуглекислий амоній

Рисунок 2.2 – Залежність пористості пресовок від тиску пресування з різним пороутворювачем

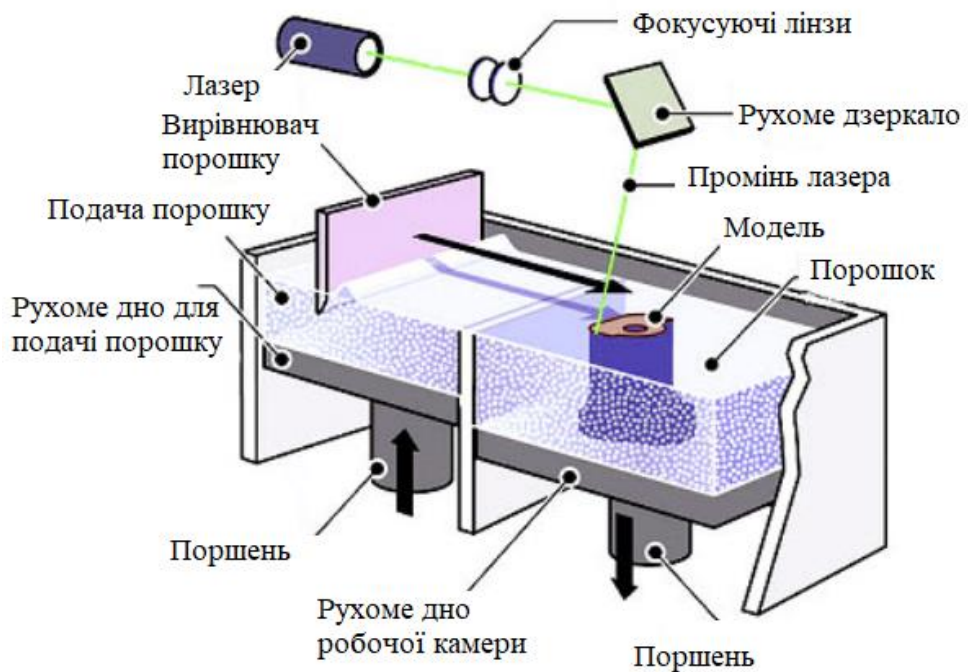


Рисунок 2.3 – Принцип дії установки лазерного селективного плавлення (SLM)

2.4 Обмірювання заготовок

Базові розміри сформованих заготовок визначали за допомогою мікрометра та штангенциркуля. Щільність і пористість зразків визначали за ГОСТ 18898 – 89 [13]. Визначення щільності виробу в г/см³ обчислювали за формулою:

$$\rho = \frac{m}{V}, \quad (2.1)$$

де m – маса зразка, г;

V – об'єм зразка, см³.

Пористість зразків визначали за формулою:

$$\Pi = \left(1 - \frac{\rho_{екс}}{\rho_{теор}}\right) \cdot 100, \quad (2.2)$$

де $\rho_{екс}$ – щільність виробу, визначена експериментально, г/см³;

$\rho_{теор}$ – теоретична щільність компактного матеріалу заданого складу, г/см³.

2.5 Мікрорентгеноспектральний та металографічний аналізи

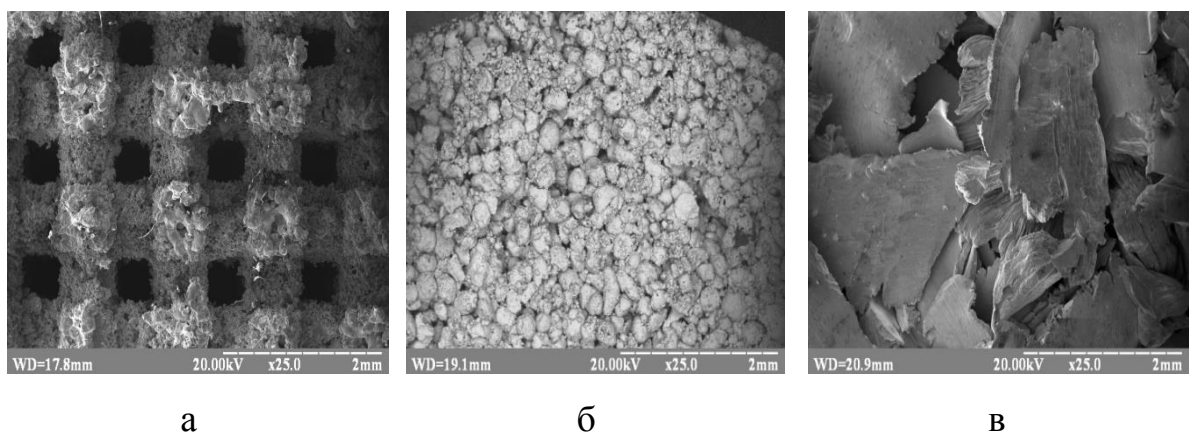
Для якісного та кількісного мікрорентгеноспектрального аналізу використовували скануючий електронний мікроскоп SELM – 106. Принцип дії даного мікроскопу заключається у скануванні зразка сфокусованим електронним пучком.

Мікроструктура досліджуваних зразків вивчалась на шліфах, отриманих за стандартною методикою.

Для металографічного аналізу застосовували мікроскоп NEOPHOT-21.

Безпосередній підрахунок, класифікація і виміри геометричних розмірів елементів мікроструктури дозволяють одержати уявлення про просторову будову матеріалу. Існує три способи металографічного аналізу: точковий, лінійний і планіметричний

За допомогою лінійного аналізу описувалося просторове розташування елементів структури за допомогою різних параметрів: об'ємної частки визначених елементів (пор, включень α і β -фази) $f_p = \frac{\sum_{i=1}^{l_{pi}} l_{pi}}{L}$, одержаної шляхом підсумовування довжин відрізків січних, що проходять через ці елементи l_{pi} , і довжини L самої лінії вимірів. Питому поверхню елементів структури (S_p), яку можна розрахувати по числу відрізків випадкових січних, що проходять через ці елементи (N_{lp}), і їхньої повної довжини $\sum l_{pi}$ $S_p = \frac{4N_{lp}}{\sum_{i=1}^{l_{pi}} l_{pi}}$.



а – метод SLM; б – спікання порошку; в – спікання стружки

Рисунок 2.4 – Структура пористих каркасів

2.6 Методика просочування пористих каркасів розплавом алюмінію

Відпрацьована методика інфільтрації пористих каркасних структур на основі заліза розплавом на основі алюмінію АК7. Для цього пористий каркас завантажують в спеціальну форму, виконану з можливістю створення градієнта тиску. Плавлення і підігрів алюмінію здійснюють до температури 700-750 °С у камерній печі опору. Розплавлений метал виливають у форму з градієнтом тиску 0,2-0,4 атм протягом 3-5 с.

2.7 Визначення твердості зразків

Визначення твердості за шкалою НВ проводилось на приладі ТБ-5004 по методу Брінелля шляхом вдавлювання кульки в поверхню зразка з додержанням вимог ІСО 410-82 [14].

Твердість зразків вимірювали на верхній чистій площині зразка по ДСТУ 3668-97 [15]. Діаметер кульки – 2,5 мм, загальне навантаження – 1839 Н.

2.8 Визначення міцності на стиснення

Випробування міцності на стиснення проводилися на повіреній універсальній машині “CERAMTEST” потужністю до 10 т за ІСО 133314:2011(E). Стандартні програми розрахунку кривих навантаження при стисненні дозволяють розрахувати основні механічні характеристики стандартних зразків для цього виду випробувань.

Таблиця 2.4 – Механічні характеристики матеріалів при стисненні

Тип каркасу	σ_{02} , МПа	σ_b , МПа	ϵ , %
Стружка	115,2	160,8	7,8
Порошок	46,8	106,5	9,2
3D	68,1	400,1	31,8

Випробування на стиснення дозволяють визначати границю плинності σ_{02} , границю міцності σ_b , деформацію до руйнування $\epsilon_{пл}$ за деформаційною кривою в координатах «напруження – деформація» .

Випробування в умовах стиснення проводили на призматичних зразках із співвідношенням висоти до площі перетину 1,5.

Визначали наступні характеристики:

- σ_{02} – границя плинності, що характеризує початок пластичної деформації;
- σ_B – границю міцності зразка;
- $\varepsilon_{пл}$ – пластична деформація.

3 ОБГОВОРЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ РОБОТИ

В рамках роботи були проведені дослідження структури та властивостей каркасних композиційних матеріалів отриманих інфільтрацією розплавом алюмінію. Каркаси були отримані трьома різними методами: спіканням залізного порошку розміром 300-400 мкм з використанням пороутворювача, спікання залісної стружки, та методом селективного лазерного плавлення (SLM).

На сьогодні достатньо повно вивчено процеси інфільтрації пористих спечених залізних каркасів сплавами на основі міді, срібла, магнію та інших легкоплавких металів. Дослідження процесу просочування залізних каркасів розплавом алюмінію має практичне обмеження через погану змочуваність заліза алюмінієм. Так, були спроби просочити залізний каркас алюмінієм шляхом занурення у рідкий розплав. Проте, через активну взаємодію між залізом та алюмінієм, відбувалося утворення інтерметалідних фаз (зокрема Fe_3Al), що приводило до зачинення пор і припинення просочування. До того ж інтерметалідна фаза підвищує твердість та окрихчує матеріал. Залишкова пористість композитів склала 15-18 %, що також негативно впливає на властивості матеріалу. Тому, розробка каркасних композитів на основі залісної матриці просоченої алюмінієм, представляє як науковий інтерес, так і практичний, оскільки такі матеріали володіють комплексом властивостей, що поєднують високі механічні та теплофізичні характеристики.

Для створення пористих каркасів було використано методи порошкової металургії, включаючи адитивні технології 3D друку. При виготовленні каркасної структури технологією статичного пресування, використовували залізний розпилений порошок із середнім розміром частинок 300–400 мкм.

Пресували брикети із співвідношенням висоти до діаметру близько 1,5 при тисках 150-300 МПа. Для збільшення загальної пористості зразків, до залізного порошку додавали пороутворювачі (вуглекислий амоній та карбамід). Дослідження впливу хімічного складу пороутворювача на пористість зразків показало, що при тисках 150-200 МПа об'єм загальної пористості відповідає 35-40 %, при цьому найбільша пористість близько 40% досягається при використанні карбаміду. Фактично мінімальним тиском, який забезпечує формуємість залізного порошку даної фракції є 150 МПа.

Також було виготовлено брикети із залізної стружки отриманої в результаті відходів металообробки. Частинки стружки мають лускату форму і брикетуються при низьких тисках 100-150 МПа до пористості 35-40 % без використання пороутворювача. Спікання брикетів проводили при температурі 1100 0C у середовищі водню протягом 1 години.

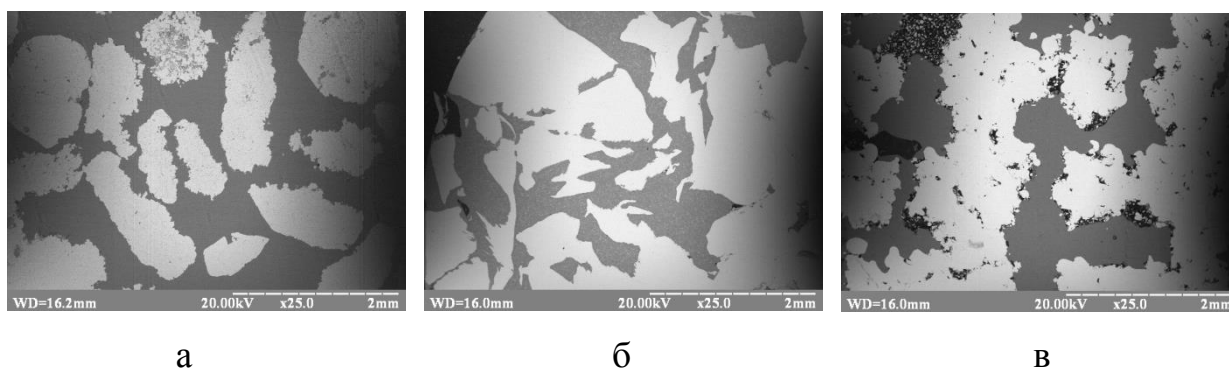
Пористі каркаси отримані 3D друком було виготовлено методом селективного лазерного плавлення на принтері «Realized SLM50». Використовували залізний порошок фракції -63 мкм + 45 мкм з товщиною шару 70 мкм. Потужність лазера складала 75 Вт при швидкості сканування 0,4 м/с, що відповідає відстані між точками обробки 20 мкм і часу експозиції в точці 50 мкс.

Як показав металографічний аналіз, розмір пор складає 50-100 мкм для зразків отриманих із сферичного порошку та 400-450 мкм для зразків отриманих 3D друком та із відходів залізної стружки. При цьому, зразки отримані 3D друком мають однаковий розмір та форму пор з рівномірним розташуванням по об'єму. Так само, практично однаковий розмір і рівномірне розташування пор мають зразки отримані із сферичного порошку. Зразки отримані із відходів стружки мають розгалужену систему порових

каналів різної форми та розміру, що обумовлено лускатою формою вихідної стружки та процесами пластичної деформації при статичному пресуванні.

Наступним етапом у роботі було просочування отриманих пористих заготовок розплавом алюмінію. Зробивши висновки з робіт, в яких описані спроби створити даний тип композитів, було використано метод просочення розплаву під тиском. Цей метод дозволив розплаву повністю заповнювати пори, не утворюючи закупорин, які б зупиняли подальший процес просочення.

На рисунку 3.1 видно, що алюміній розподіляється по пористому залізному каркасу досить рівномірно, повністю заповнюючи відкриті пори. Було встановлено, що мінімальний розмір пор, який забезпечує інфільтрацію рідкого розплаву на основі алюмінію в умовах градієнту тиску складає 200 мкм.



а – на основі залізного порошку; б – на основі залізної стружки; в – 3D друк

Рисунок 3.1 – Мікроструктура зразків після просочення розплавом АК7

При цьому, як показали результати рентгенофазового аналізу (рис. 3.2), фазовий склад отриманих композитів складається із твердих розчинів α -Fe, Al та Si, тобто в матеріалі відсутні інтерметалідні фази (їх вміст менше 5%), наявність яких є характерним при отриманні матеріалів системи Fe–Al.

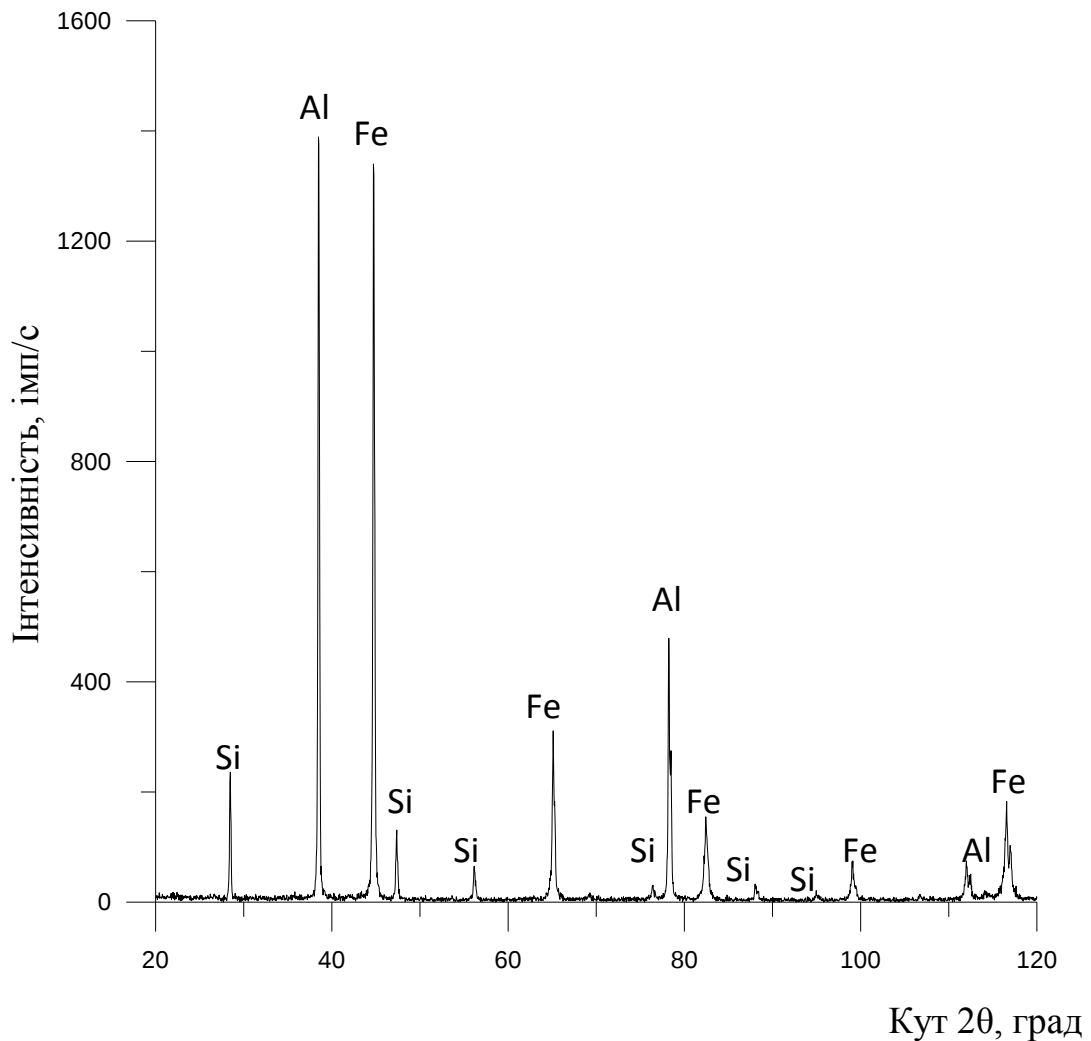
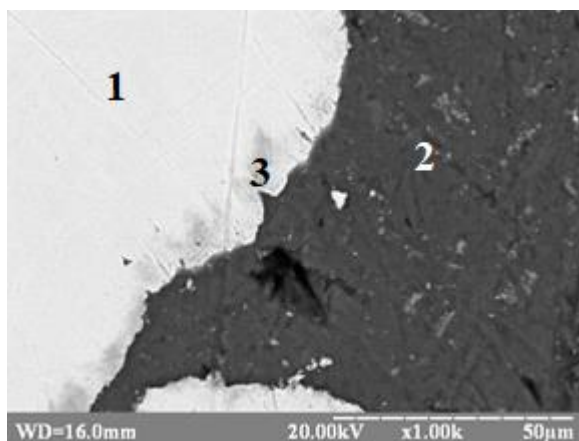


Рисунок 3.2 – Спектри рентгенівської дифракції зразків із пористого залізного каркасу просочуваного розплавом АК7

Проведення рентгеноспектрального аналізу на скануючому електронному мікроскопі SELM-106 показало, що в структурі композиту присутня незначна кількість хімічної сполуки, що утворилася внаслідок взаємодії між залізом і алюмінієм. Слід зазначити, що хімічна сполука (Fe_3Al), вміст якої не перевищує 2-3 %, утворилася на границі взаємодії двох металів і розташовується тонким дискретним прошарком 5-10 мкм (рис. 3.3). Незначна кількість інтерметалідної фази пояснює її відсутність на дифрактограмі, проте її наявність на границі металів повинно забезпечити кращу адгезію між матрицею та каркасом. Хімічний склад елементів з рисунку 3.3 записаний у таблиці 3.1.



Таблиця 3.1 – Хімічний склад композиту Fe-Al

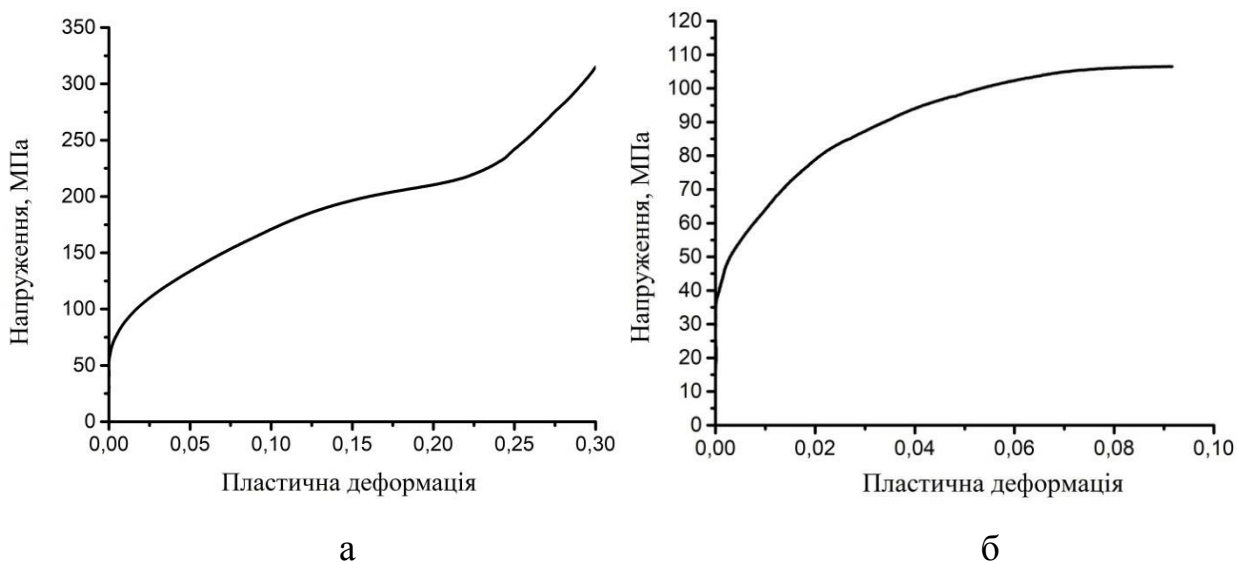
Елемент	1	2	3
Fe	99.87	0.63	96.48
Al	–	82.45	3.52
Si	–	16.92	-

Рисунок 3.3 –
Рентгеноспектральний аналіз
матеріалу на основі залізного
каркасу після просочення
розплавом АК7

Фактична відсутність інтерметалідних фаз в структурі композиту обумовлено тим, що час просочування під вакуумом складає декілька секунд і компоненти не встигають прореагувати між собою. Відповідно, механічні характеристики таких каркасних матеріалів будуть вище, ніж у матеріалів отриманих просочуванням шляхом занурення у алюмінієвий розплав з тривалим часом витримки.

Дослідження механічних характеристик отриманих композитів проводили визначаючи міцність на стиснення. Випробування проводили на повірених універсальних машинах “CERAMTEST” на циліндричних зразках із співвідношенням висоти до діаметру 1,5. Результати випробувань показали, що найбільшу межу міцності (близько 400 МПа) мають зразки отримані із 3D каркасів. Цікаво, що найбільша межа плинності спостерігається для зразків з каркасом із стружки (115,2 МПа), що пов’язано із високою площею контактної поверхні частинок стружки, які хаотично переплітаються між собою. Відповідно, найнижчі характеристики мають зразки з каркасом із частинок сферичного порошку, які мають мінімальну площу контакту, а також виявлено окремі ділянки де каркас не сформувався.

Аналізуючи поведінку руйнування каркасних композитів при стисненні, слід відзначити двоступеневий характер деформації для зразків із 3D каркасів (рис. 3.4). Такий механізм обумовлено тим, що на першій стадії відбувається деформація алюмінієвого сплаву, а на другій – деформація та руйнування залізного каркасу.



а – 3D друк; б – на основі залізного порошку

Рисунок 3.4 – Діаграми напруження – деформація при стисненні каркасних композитів

Слід також зазначити, що частина зразків із 3D каркасів взагалі не руйнувалась при стисненні, їх відносна деформація складала більше 30 %, тобто отримані композити мають високу пластичність. Це пояснюється тим, що алюмінієва матриця, яка є суцільною для усього зразка, за рахунок своєї високої пластичності утримує зразок суцільним.

Випробування твердості зразків за шкалою НВ по методу Брінелю показав, що найбільшу твердість серед трьох типів зразків мав композит з каркасом зі стружки (табл. 3.2). Це можна пояснити тим, що індентор потрапляв у залізну стружку, яка мала шарувату структуру і приймала на себе основні навантаження.

Таблиця 3.2 – Показники твердості просочених зразків

Вид каркасу	Твердість, НВ
Порошок	10 – 15
Стружка	80 – 90
3D друк	65 – 70

Мала твердість зразку на основі спеченого залізного порошку пояснюється нерівномірним заповненням пор розплавом алюмінію, через що на поверхні є ділянки які повністю покриті алюмінієм. Таким чином під час вимірювання твердості індентор потрапляв у алюмінієву матрицю, яка має твердість 15 НВ.

Таким чином, за сукупністю усіх характеристик найбільш стабільними значеннями володіють композити, в яких каркас створений шляхом селективного лазерного спікання. Завдяки правильній формі каркасу алюміній може утворити суцільну матрицю. Ще однією перевагою цього методу є те, що можна створювати каркаси будь-якої форми. Каркаси інших двох методів продемонстрували неоднозначні властивості. Це пояснюється тим, що досить складно контролювати характер розподілу пор у каркасі, особливо при використанні стружки, через що можливе утворення тупикових пор, які не дають змогу створити суцільну алюмінієву матрицю.

ВИСНОВКИ

У даній науково-дослідній роботі було досліджено структуру та властивості композиційних матеріалів отриманих інфільтрацією розплавом алюмінію АК7. У роботі було використано технологію просочення розплаву під тиском, що забезпечує потрапляння розплаву у більшість пор та не дає часу для того, щоб алюмінієвий розплав встиг провзаємодіяти із залізним каркасом та утворити інтерметалідну фазу, яка є небажаною через свої механічні характеристики. За сукупністю усіх характеристик найбільш стабільними значеннями володіють композити, в яких каркас створений шляхом селективного лазерного спікання. За результатами роботи можна зробити наступні висновки:

1. Досліджено процес інфільтрації розплавом алюмінію залізних пористих каркасів отриманих статичним пресуванням та технологією 3D друку
2. Встановлено, що мінімальний розмір пор залізних каркасів, що забезпечують повне проходження процесу інфільтрації в умовах градієнту тиску складає 400 мкм.
3. Показано можливість отримання каркасних композитів системи Fe–Al без утворення інтерметалідних фаз.
4. Встановлено двоступеневий характер деформації для каркасів отриманих 3D друком з межою міцності на стиснення до 400 МПа.
5. Розроблені композити можуть використовуватись у авіапромисловості та космічній галузі для заміни сплавів на основі алюмінію, що використовуються для створення силових деталей, які мають приймати на себе основні навантаження.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Белов С. В. Пористые проницаемые материалы [Текст] / С. В. Белов, П. А. Витязь, В. К. Шелег. – М. : Metallurgia, 1987. – 335 с.
2. Формирование пористого каркаса порошковых антифрикционных материалов [Текст] / А. Ф. Санин, С. А. Божко, Л. Л. Щеглова, В. Ю. Скачкоборас, И. С. Божко // Вісник Українського матеріалознавчого товариства. – 2009. – № 1(2). – С. 51–58. – Бібліогр.: 11 назв. – рос.
3. Житомирский Г. И. Конструкция самолетов: Учебник для студентов авиационных специальностей вузов [Текст] / Житомирский Г. И. – М. : Машиностроение, 1991. – 400 с.
4. Т.Л. Тринева Технологический процесс изготовления литейной оснастки из композитного материала методом селективного лазерного спекания [Текст] / Т.Л. Тринева // Процессы литья. – 2012. – № 1. – С. 31–35. – Бібліогр.: 8 назв. – рос.
5. Dobranski L. A., Dobranska-Danikiewicz A. D., Gawel T. G., Achtelec-Franczak A. Selective laser sintering and melting of pristine titanium and titanium Ti6Al4V alloy powders and selection of chemical environment for etching of such materials // Archives of Metallurgy and Materials, Vol 60, Issue 3/2015, P. 2039–2045
6. Исмаилов Н. Ш. Оптимальные физико-механические свойства формовочной смеси на основе полного факторного эксперимента [Текст] // Исмаилов Н. Ш. Metallургическая и горнорудная промышленность. – 2010. – № 3. – С. 42–45.
7. Андрешевич А. А. Литые пористые материалы и технологии их получения [Текст] / А. А. Андрешевич, В. М. Капцевич, И. И. Гаспер. // Литье и металлургия. – 2009. – №38. – С. 165–167.
8. Ниженюк В. И. Поверхностное натяжение жидких металлов и сплавов [Текст] / В. И. Ниженюк, Л. И. Флока. – М. : Metallurgia, 1981. – С. 47 – 55.

9. Картер В. И. Металлические противокоррозионные покрытия: Пер. с англ. [Текст] / В. И. Картер. – Л. : Судостроение, 1980. – 168 с.
10. Хансен М. Структуры двойных сплавов. Пер. с англ. [Текст] / М. Хансен, К. Андерко. – М.: Металлургиздат, 1952. – 107 с.
11. Гудремон Э. Специальные стали [Текст] / Э. Гудремон. – М.: Гос. науч., 1966. – 540 с.
12. Sikka V.K., Viswanathan S., McKaamey C.G. Development and commercialization status of Fe₃Al – based intermetallic alloys [Text] // Struct. Intermetallics: Champion, Pa. Sept. 26 – 30, 1993.
13. Изделия порошковые. Методы определения плотности, содержания масла и пористости [Текст] : ГОСТ 18898-89. – Введён с 1991-01-01. – М. : Государственный комитет СССР по стандартам, 1990. – 12 с.
14. Метод измерения твердости по Бринеллю [Текст] : ИСО 410-82. – Введён с 1982-01-01. – М. : Государственный комитет СССР по стандартам, 1982. – 42 с.
15. Материалы металлические спеченные, исключая твердые сплавы. Определение кажущейся твердости материалов в основном с равномерной твердостью по сечению [Текст] : (ДСТУ 3668-97) : ГОСТ 25698-98. – Введён с 2001-06-30. – М. : Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 1998. – 7с.

АНОТОЦІЯ

Робота вміщує: 28 с., 10 рис., 6 табл., 15 джерел.

Об'єкт дослідження: композиційні матеріали створені методом інфільтрації залізних пористих каркасів розплавом алюмінію.

Мета роботи: дослідити структури та властивості отриманих композиційних матеріалів.

Завдання, методики досліджень та апаратура: отримання композитів складається з двох етапів: 1) створення пористого залізного каркасу, методом спікання залізного порошку з пороутворювачем, методом спікання залізної стружки та методом 3D друку, а саме селективним лазерним плавленням; 2) інфільтрація пористих заготовок розплавом алюмінію, що був виконаний за допомогою установки, яка створює градієнт тиску. Формування заготовок відбувалося на пресі марки ПГ–10. Спікання здійснювалося у муфельній електричній печі. Якісний та кількісний мікрорентгеноспектральний аналіз проводили на скануючому електронному мікроскопі SELM–106. Твердість виміряли на приладі ТБ-5004 за шкалою НВ. Випробування міцності на стиснення проводили на машині "CERAMTEST".

Ключові слова: ІНФІЛЬТРАЦІЯ, КОМПОЗИТИ, ЛАЗЕРНЕ СЕЛЕКТИВНЕ ПЛАВЛЕННЯ, ПОРОШОК ЗАЛІЗА, РОЗПЛАВ АЛЮМІНІЮ, СПІКАННЯ, ПОРИСТІ КАРКАСИ.