

УДК 669.017

Ф. Г. Ловшенко, Г. Ф. Ловшенко, А. С. Федосенко

ФОРМИРОВАНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА, СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МЕХАНИЧЕСКИ ЛЕГИРОВАННЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОРОШКОВ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ «ЖЕЛЕЗО – АЛЮМИНИЙ» И ПОКРЫТИЙ ИЗ НИХ

UDC 669.017

F. G. Lovshenko, G. F. Lovshenko, A. S. Fedosenko

FORMATION OF PHASE COMPOSITION, STRUCTURE AND PROPERTIES OF MECHANICALLY ALLOYED «FE-AL»-BASED COMPOSITE POWDERS AND COATINGS MADE OF THEM

Аннотация

Приведены закономерности формирования фазового состава, структуры и свойств механически легированных наноструктурных композиционных дисперсно-упрочненных порошков на основе системы «железо – алюминий» и плазменных покрытий из них. Проведена оптимизация технологических параметров обработки материала в механореакторе. Исследована износостойкость полученных покрытий.

Ключевые слова:

реакционное механическое легирование, плазменное напыление, железо–алюминий, дисперсное упрочнение.

Abstract

The paper presents the formation of phase composition, structure and properties of mechanically alloyed nano-structured composite dispersion-strengthened powders on the basis of «iron – aluminium» system and plasma coatings made of them. The optimization of technological parameters of material processing in the mechanoreactor is performed. Wear resistance of the received coatings is investigated.

Key words:

reactive mechanical alloying, plasma spraying, iron–aluminium, dispersion strengthening.

Введение

Одним из условий прогресса в ведущих отраслях промышленности, включая авиационную, автомобильную, энергетическую, химическую, является применение новых конструкционных материалов, обладающих, наряду с высокими механическими свойствами, жаропрочностью, жаростойкостью, коррозионной стойкостью. Они используются как для производства деталей и конструкций, работающих в жестких температурно-силовых условиях и агрессивных средах, так и для упрочнения последних путем нанесения покрытий.

В настоящее время для этой цели широко используются никелевые сплавы, в том числе и композиционные дисперсно-упрочненные [1–4]. Основным недостатком их – высокая стоимость. Перспективной заменой этим сплавам, в ряде случаев, являются материалы системы «железо – алюминий», свойства которых, в зависимости от содержания компонентов, могут изменяться в широком интервале. Ряд материалов относится к жаропрочным, стойким против ползучести при повышенных и высоких температурах и обладающим особыми физико-химическими свойствами: хорошим сопротивлением высокотем-

пературному окислению, науглероживанию и коксуванию, а также высокой коррозионной стойкостью на воздухе и в атмосферах серы, хлора и смеси этих газов. Кроме того, сплавы имеют пониженную плотность, высокую теплопроводность и износостойкость. Этот уникальный комплекс, в ряде случаев, взаимоисключающих свойств, а также низкая стоимость определяют широкий интерес к железоалюминиевым материалам, что обуславливает большое количество исследований, направленных на их создание и установление закономерностей формирования фазового состава, структуры и свойств, а также перспективных областей применения. К настоящему времени доказано, что железоалюминиевые материалы в ряде случаев способны эффективно заменять дорогостоящие никелевые сплавы и нержавеющие стали и могут быть использованы в металлургии, машиностроении, включая автомобилестроение, и медицине [5].

Сплавы на основе системы «железо – алюминий» получают методами как классической [6], так и порошковой [7, 8] металлургии. В последнем случае наряду с самораспространяющимся высокотемпературным синтезом (СВС) [9] находит применение механическое легирование. Получаемые при этом порошки подвергают компактированию или используют для нанесения покрытий [10].

Перспективной технологией производства железоалюминиевых материалов, как и других композиционных дисперсно-упрочненных порошков, является реакционное механическое легирование [4, 11]. Указанным методом получают композиции системы «железо – алюминий» с содержанием второго компонента от 2 до 98 %. Наиболее широкое распространение получили материалы с содержанием алюминия до 33 %. При

этом исследования ведутся на базе трех композиций, структурой основы которых в соответствии с диаграммой Fe–Al (рис. 1) [12] является: твердый раствор алюминия в железе (до 10 % алюминия) [13]; химическое соединение Fe_3Al (13...23 % алюминия) [14] и интерметаллид $FeAl$, соответствующий содержанию алюминия 23...33 % [15].

Большинство работ по системе Fe–Al направлены на изучение процессов, протекающих в композиции при механическом легировании. Так, в [7, 8] приведены данные исследования структуры, механических и магнитных свойств материалов, полученных из шихты Fe–40 % ат. Al, подвергнутой обработке в шаровой планетарной мельнице в течение 0,5...72 ч, а также влияние на эти характеристики термического воздействия. Предметом исследования являлись: размер зерна, дефекты кристаллического строения, процесс упорядочения структуры и их влияние на твердость материала.

Наряду с изучением двойных композиций имеются исследования по системам, легированным хромом, медью, никелем и др. [16, 17]. Представляют интерес работы по использованию механического легирования для упрочнения железоалюминиевых материалов неметаллическими фазами, в роли которых могут выступать нитриды, карбиды, оксиды, бориды и др. Так, в [18] рассмотрено получение из порошков Fe, Al и BN кермета $FeAl/BN$ состава $(Fe_{60}Al_{40})_{0.90}(BN)_{0.10}$. Обработка композиции проводилась в высокоэнергетической шаровой мельнице SPEX 8000 в течение 12, 18, 25, 28 и 32 ч с использованием камеры и рабочих тел из закаленной стали при отношении шаров к шихте, равном 10.

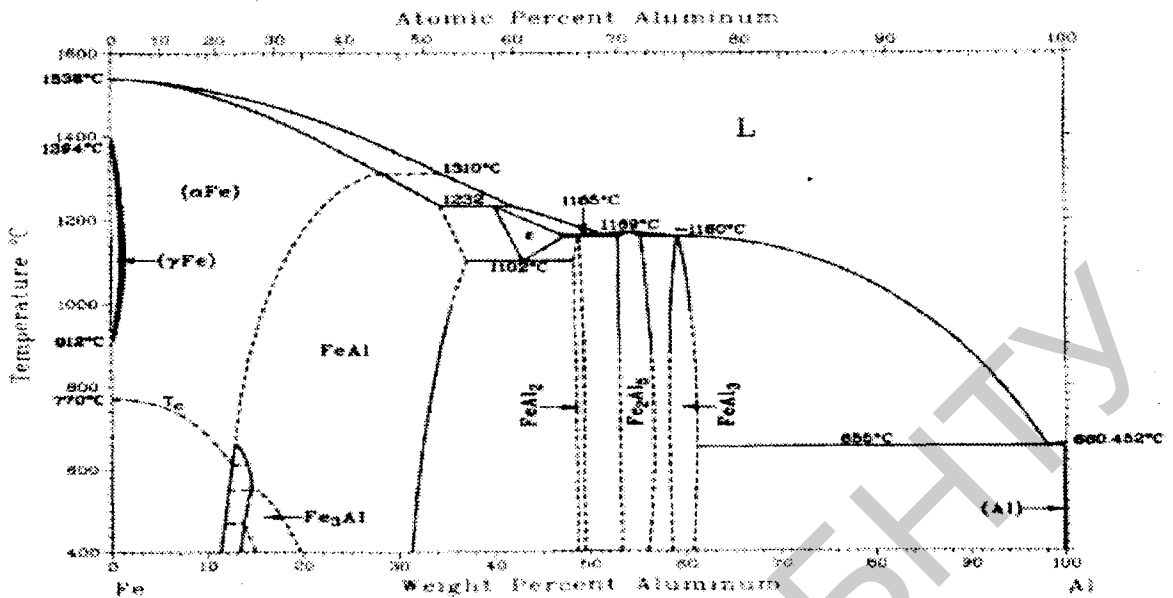


Рис. 1. Диаграмма состояния Fe-Al [10]

В качестве поверхностно-активного вещества (ПАВ) применялся этанол. Установлено, что с увеличением времени обработки происходит снижение размера частиц получаемого материала, минимальное значение которого может достигать 20 нм. Помимо механически синтезированного интерметаллида FeAl, обнаружено формирование наноразмерных трубок нитрида бора с гексагональной кристаллической решеткой.

Проведенный анализ позволяет сделать вывод, что механически легированные композиции на основе системы «железо – алюминий» с высоким содержанием второго компонента перспективны для упрочнения, восстановления и защиты деталей машин, узлов и механизмов путем нанесения покрытий газотермическими способами. Однако законченные и систематизированные исследования, направленные на получение механически легированных железоалюминиевых порошков и покрытий из них, до настоящего времени отсутствуют. Можно предположить, что в этом случае, как и в ранее изученных системах, будут реализовываться основные преимущества технологии реакционного

механического легирования [4, 17–19].

Исходя из этого целью данного исследования являлось установление закономерностей формирования фазового состава структуры и свойств механически легированных наноструктурных композиционных дисперсно-упрочненных порошков на основе системы «железо – алюминий» и покрытий из них.

Методика исследования; материалы, оборудование и приборы

Выбор дисперсного упрочнения в качестве основного в разрабатываемых материалах обусловлен тем, что оно, не уступая по эффекту другим видам при температурах, достигающих $0,60T_{пл}$ основы, имеет очевидные преимущества перед ними в интервале $0,60...0,95 T_{пл}$ [1–4]. Дисперсно-упрочненный материал представляет собой матрицу из металла или сплава, в которой равномерно распределены дисперсные частицы упрочняющей фазы, стойкие против коагуляции и роста при нагреве до температуры плавления основы. Предельно высокое упрочнение имеют материалы с максимально развитой поверхностью границ зерен и субзерен, закрепленных и ста-

билизованных дисперсными частицами упрочняющей фазы. Основное упрочнение в материалах этого типа – зернограничное. Однако в связи с тем, что упрочнение реализуется только при наличии дисперсной упрочняющей фазы, оно названо дисперсным. У этих материалов оптимальной является структура микрокристаллического типа с размером равновесных зерен 0,2...0,5 мкм, разделенных на субзерна величиной 0,05...0,10 мкм. Частицы упрочняющей фазы, расположенные в основном по границам зерен, должны иметь величину $\leq 0,05$ мкм. Единственной доступной для промышленной реализации технологией, позволяющей обеспечить получение структуры с вышеприведенными параметрами, является реакционное механическое легирование [4].

Для дисперсного упрочнения металлов и сплавов, имеющих температуру плавления более 1500 °С, к которым относится железо, в качестве упрочняющих фаз представляют интерес тугоплавкие оксиды, нитриды и в некоторых случаях – карбиды, бориды, силициды, интерметаллиды, обладающие низкой величиной изобарно-изотермического потенциала образования и высоким значением модуля сдвига. Наибольший интерес представляют термодинамически стабильные оксиды, среди которых с учетом безопасности, доступности и коррозионной стойкости перспективны Al_2O_3 , ZrO_2 , TiO_2 , Cr_2O_3 . В системе «железо – алюминий» дисперсное упрочнение обеспечивают также алюминиды железа. Однако, по сравне-

нию с оксидами, их верхний температурный предел стойкости против коагуляции и роста существенно ниже, что уменьшает жаропрочность материала.

Для получения механически легированных дисперсно-упрочненных материалов перспективными являются системы «основной металл – O, C, N в комплексе или в отдельности – элемент, имеющий высокое сродство к O, C, N». Доказано [4], что O, C и/или N, необходимые для синтеза упрочняющих фаз (оксидов, карбидов, нитридов), целесообразно вводить в обрабатываемую в механореакторе шихту не в чистом виде, а связанными в химические соединения с малой термодинамической стабильностью.

Объектом исследования являлись $Fe-Al-C_{17}H_{35}COOH$ (ЖА); $Fe-Al-Fe_2O_3-C_{17}H_{35}COOH$ (ЖА-ДУ). Содержание алюминия в композициях изменялось в пределах 5...35 %. Они являлись аналогами порошков, имеющих основы твердого раствора, а также алюминидов железа Fe_3Al и $FeAl$. Во вторую композицию в качестве поставщика кислорода вводился оксид железа Fe_2O_3 . Согласно термодинамическому анализу, результаты которого представлены в табл. 1, в этом случае при реакционном механическом легировании и нанесении покрытий должно происходить механически и термически активируемое взаимодействие между алюминием и оксидом железа, конечным продуктом которых является оксид алюминия Al_2O_3 .

Табл. 1. Химический и фазовый состав композиций

Обозначение	Химический состав	Фазовый состав	
		равновесный	механически легированной композиции
ЖА	0,4 % C + 0,4 % O + + 30 % Al + Fe(ост)	6 % Fe_3C + 0,85 % Al_2O_3 + + FeAl(ост)	α -Fe(C, Al), Fe_3Al , FeAl, Al
ЖА-ДУ	0,4 % C + 2,8 % O + + 30 % Al + Fe(ост)	6 % Fe_3C + 5,95 % Al_2O_3 + + FeAl(ост)	α -Fe(C, Al), Fe_3Al , FeAl, Fe_2O_3 , Al

Максимальное количество Fe_2O_3 , вводимое в шихту, составляло 10 %. Стеариновая кислота $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$ являлась, с одной стороны, поверхностно-активным веществом (ПАВ), а с другой, служила поставщиком углерода и кислорода. Содержание ее в исходной шихте изменялось в пределах 0...0,35 %.

Исходными компонентами шихты для получения механически легированных порошковых композиций служили стандартные порошки железа – ПЖ2М2 (ГОСТ 9849-74), алюминия – ПА-4 (ГОСТ 6058-73); порошки: оксида молибдена (MoO_3) и стеариновой кислоты марок Ч и ХЧ соответственно. При проведении исследований учитывалось содержание кислорода и углерода в порошке железа, которое составляло примерно 0,25 и 0,15 % соответственно. Наличие других примесей во внимание не принималось.

Композиционные порошки для напыления получали механическим легированием шихты в течение 8 ч в механореакторе – энергонапряженной вибромельнице гирационного типа. Ускорение рабочих тел – шаров из стали ШХ15СГ (твердость HRC 62) диаметром 9,2 мм являлось оптимальным для композиций на основе железа и составляло $135 \text{ м}\cdot\text{с}^{-2}$ [4]. При исследовании влияния условий механического легирования на гранулометрический состав композиционного порошка независимыми факторами являлись заполнение помольной камеры рабочими телами (шарами) и соотношение объемов шаров и шихты, которые изменялись в пределах 45...75 и 7...17 % соответственно. При изучении влияния первого фактора значение второго равнялось 7, а при изменении второго величина первого составляла 75 %. Обработке подвергалась композиция 70 % Fe + 30 % Al + 0,10 % $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$. Соотношение между алюминием и железом в этом случае соответствовало интерметаллиду FeAl, обладающему оптимальными физико-механическими и эксплуатацион-

ными свойствами [19]. На этапе исследования влияния состава шихты на гранулометрический состав композиционных порошков механическое легирование проводилось при заполнении помольной камеры рабочими телами и соотношении объемов шаров и шихты, равном 75 и 7 % соответственно.

Текущая механически легированных порошков определялась по методу угла естественного откоса, рассмотренному в [20].

При подготовке к напылению образцы подвергались пескоструйной обработке. Напыление покрытий осуществлялось с применением плазмотрона оригинальной конструкции (аналог ПУН-1), работающего на воздушно-пропановой плазмообразующей смеси по следующему режиму: сила тока – 250...260 А; напряжение на дуге – 170...180 В; соотношение воздух/пропан – нормальное; скорость плазмы (дозвуковая) – 1300...1500 м/с; скорость частиц – 80...100 м/с; расход порошка – 5...7 кг/ч.

Испытания покрытий на износостойкость проводились на модернизированной машине трения СМТ-1, оснащенной SCAD-системой для компьютерной обработки данных. Износ осуществлялся в условиях трения скольжения в минеральном масле с добавкой абразива Al_2O_3 (корунд) фракции 10 мкм в количестве 10 % объема. Материалом контртела являлась закаленная сталь ШХ15. К образцу площадью 2 см^2 прикладывалась нагрузка, равная 120 Н. Скорость вращения контртела равнялась 500 об/мин. Путь испытания составлял 2200 м.

Гранулометрический, металлографический, электронно-микроскопический, рентгеноструктурный анализ порошков и покрытий проводился с использованием стандартных методик, приборов и оборудования.

В качестве параметров, определяющих оптимальные условия механического легирования и состав исходной шихты, выступали гранулометрический

состав композиционного порошка и относительная износостойкость покрытий.

Результаты исследований

Обработка шихты в механореакторе приводит к изменению морфологии, структуры и фазового состава материала. На начальном этапе, продолжительность которого составляет 1...3 ч, исходная осколочная форма порошков из-

меняется на пластинчатую. Дальнейшая обработка приводит к измельчению пластинок и образованию ультратонких частиц осколочного типа размером менее 10 мкм с последующей их агломерацией и сваркой. В результате протекания этих процессов формируется гранулированная композиция с формой частиц осколочного типа, близкой к равноосной (рис. 2).

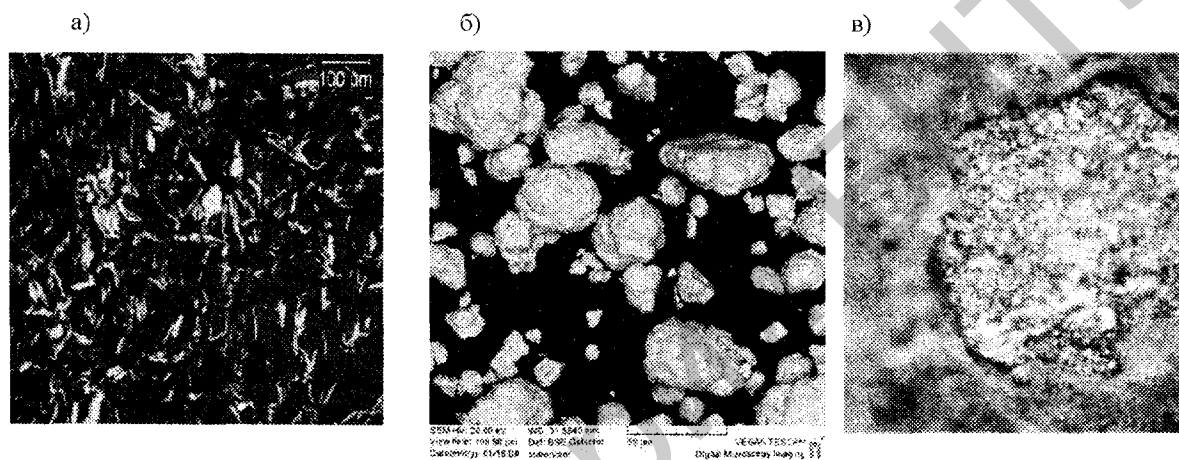


Рис. 2. Форма, размер и структура частиц порошковой композиции Fe-Al-C₁₇H₃₅COOH, подвергнутой обработке в механореакторе. Продолжительность обработки: а – 2 ч; б – в – 8 ч

Динамическое равновесие между процессами разрушения и сварки композиционных частиц наступает после обработки в механореакторе в течение 6...7 ч. Дальнейшая обработка практически не изменяет форму и размер частиц.

Задачей следующего этапа исследования являлось установление зависимости гранулометрического состава механически легированных композиционных порошков от состава исходной шихты и условий обработки ее в механореакторе. Решение направлено на определение условий, обеспечивающих получение композиций с максимальным содержанием фракции частиц оптимального размера, обладающих хорошей текучестью. Этот показатель является одним из наиболее важных технологических свойств металлических порошковых материалов для нанесения

покрытий. При плазменном напылении предпочтение отдается фракции с величиной частиц, находящихся в диапазоне -100 +40 мкм [21]. При этом больший эффект достигается в случае использования порошков с размером, близким к нижнему значению. Применение этой фракции, кроме технологических преимуществ, обеспечивает также получение покрытий с оптимальным комплексом физико-механических свойств. Мелкие порошки в плазменном потоке интенсивно окисляются, а при использовании крупных сложно обеспечить оптимальную скорость движения и нагрев частиц выше температуры плавления, что во всех случаях негативно сказывается на качестве покрытий.

Анализ результатов исследования, представленных на рис. 3 и 4, позволяет сделать вывод, что, исходя из требова-

ний, предъявляемых к гранулометрическому составу порошков для напыления, факторы, определяющие условия механического легирования и состав исходной шихты, могут изменяться в исследованных интервалах.

Независимо от состава и условий получения механически легированный композиционный порошок фракции $-100 +40$ мкм обладает высокой текучестью. Угол естественного откоса свободно насыпанного порошка находится

в пределах $25...35^{\circ}$, что согласно данным, приведенным в [22], соответствует свободно текучему материалу. Сделанный вывод подтверждается результатами дальнейших экспериментальных исследований. Подача порошка из бункера в плазменный поток не составляла проблем. Хорошая текучесть полученного материала определяется формой и размером композиционных частиц, которые близки к оптимальным.

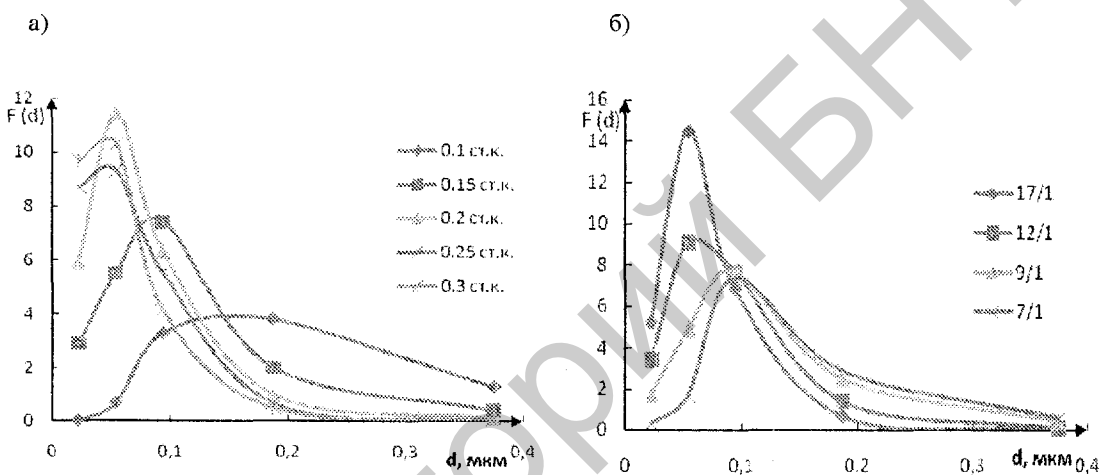


Рис. 3. Гранулометрический состав композиционных порошков, полученных механическим легированием шихты $Fe-Al-C_{17}H_{35}COOH$ при различных значениях заполнения рабочей камеры шарами (а) и соотношении объемов рабочих тел и шихты (б)

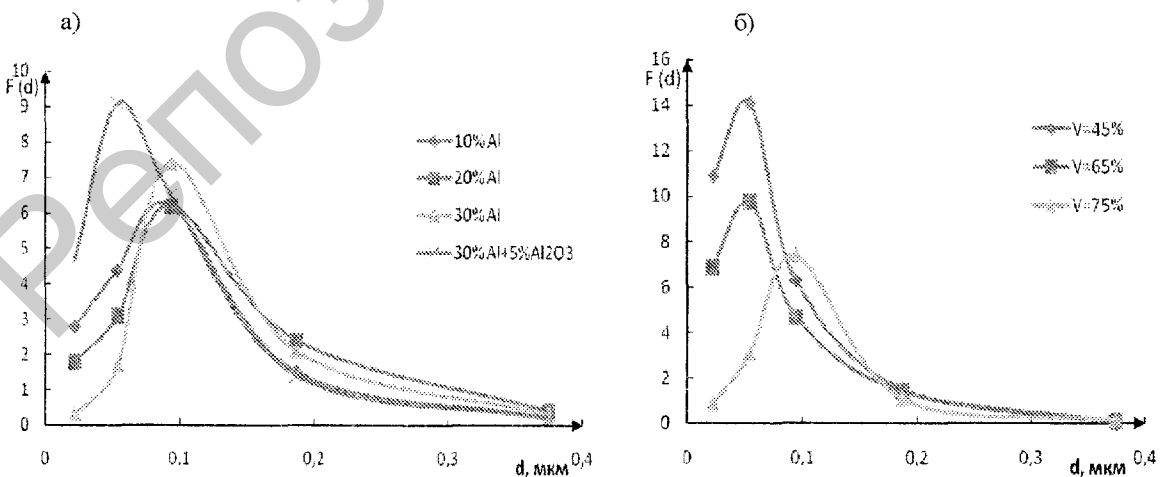


Рис. 4. Гранулометрический состав композиционных порошков, полученных механическим легированием шихты с различным содержанием $C_{17}H_{35}COOH$ (а) и алюминия (б)

Дальнейшие исследования проводились с использованием композиционных порошков, полученных механическим легированием по оптимальному режиму, обеспечивающему формирование дисперсно-упрочненных наноструктурных жаропрочных материалов. При этом ускорение рабочих тел составляло $135 \text{ м} \cdot \text{с}^{-2}$, заполнение помольной камеры шарами – 75 %, соотношение объемов шаров и шихты – 12, продолжительность обработки – 8 ч [4]. Независимо от состава исходной шихты в механически легированных композиционных порошках размер зерен основы и включений различного типа, в том числе исходных компонентов и упрочняющих фаз, находится в пределах $0,01 \dots 0,10 \text{ мкм}$. При этом для композиций характерно равномерное распределение легирующих компонентов.

Обработка шихты в механореакторе сопровождается фазовыми превращениями, однако фазовый состав механически легированных композиций не достигает равновесного (см. табл. 1). Уменьшение интенсивности и увеличение ширины интерференционных линий железа примерно в 2...3 раза, а также смещение их в сторону меньших углов позволяет сделать однозначный вывод о механически активируемом растворении легирующих элементов (С, Al) в матричном металле. Основой механически легированных порошков ЖА, ЖА-ДУ является мартенсит ($\alpha\text{-Fe (C, Al)}$). В структуре присутствуют также неравновесные микроразмерные включения исходных компонентов – алюминия и оксида железа Fe_2O_3 . В то же время образование таких равновесных фаз, как оксид алюминия Al_2O_3 и карбид железа Fe_3C , рентгеноструктурным анализом не установлено, что не исключает их наличия в материале. Высокая исходная твердость механически легированных композиций, находящаяся в пределах $\text{HV}600 \dots 650$ и сохраняющаяся при нагреве до температур, превышающих $0,7T_{\text{пл}}$, обусловлена сочетанием твердо-

растворного (мартенситного) и дисперсного упрочнения. Последнее вызвано образованием при механическом легировании наноразмерных рентгеноаморфных фаз, являющихся промежуточными соединениями в цепочке формирования интерметаллидов, оксидов и карбидов, стабилизирующих структуру основы. Дополнительным подтверждением этому является наличие на рентгенограммах композиций ЖА, ЖА-ДУ двух-трех слабых линий, которые могут быть отнесены к интерметаллидам Fe_3Al , FeAl .

Отжиг активирует фазовые превращения в механически легированных системах [4]. Так, после термической обработки при температурах выше $0,6T_{\text{пл}}$ в исследованных композициях установлено наличие всех равновесных фаз, содержание которых превышало 2 %. Плазменные покрытия в значительной мере наследуют фазовый состав и структуру механически легированных композиционных порошков.

Оптимизация состава шихты осуществлялась по износостойкости покрытий и проводилась в два этапа. На первом – методом однофакторного эксперимента, определялось оптимальное содержание легирующих компонентов в исходной шихте, на втором – проводилось математическое описание области оптимума.

При определении методом однофакторного эксперимента влияния на параметр оптимизации – относительную износостойкость покрытий $I_{\text{отн}}$ содержания в исходной шихте легирующих компонентов независимыми переменными являлись: в системе $\text{Fe-Al-C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$ – алюминий и стеариновая кислота; в системе $\text{Fe-Al-Fe}_2\text{O}_3\text{-C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$ – алюминий и оксид железа Fe_2O_3 . Для первой системы, износостойкость которой принята равной 1,0, базовой являлась композиция, содержащая 20 % алюминия и 0,2 % $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$; для второй – 20 % алюминия, 5 % Fe_2O_3 и 0,2 % $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$. Результаты исследования приведены на рис. 5 и 6.

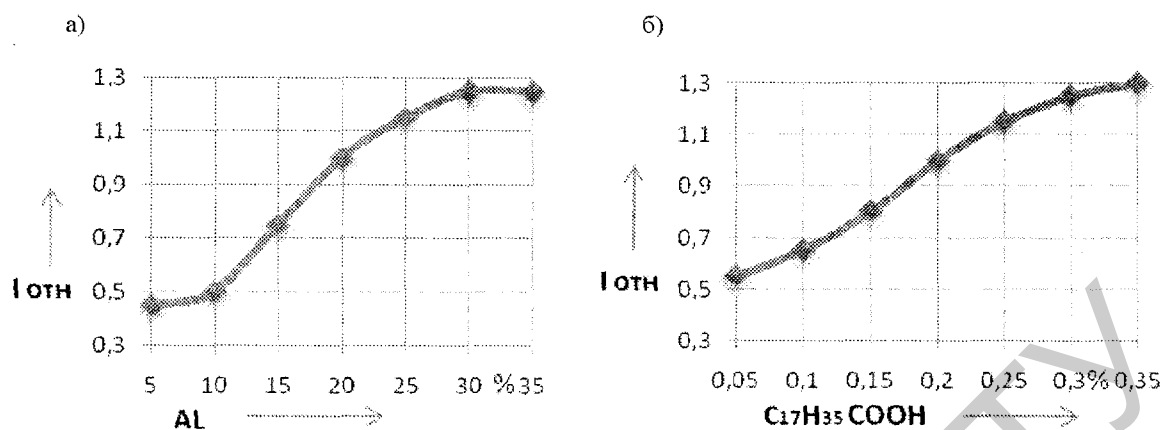


Рис. 5. Влияние содержания в исходной шихте алюминия (а) и стеариновой кислоты (б) на относительную износостойкость покрытий: а – содержание 0,20 % $C_{17}H_{35}COOH$; б – содержание 20 % Al

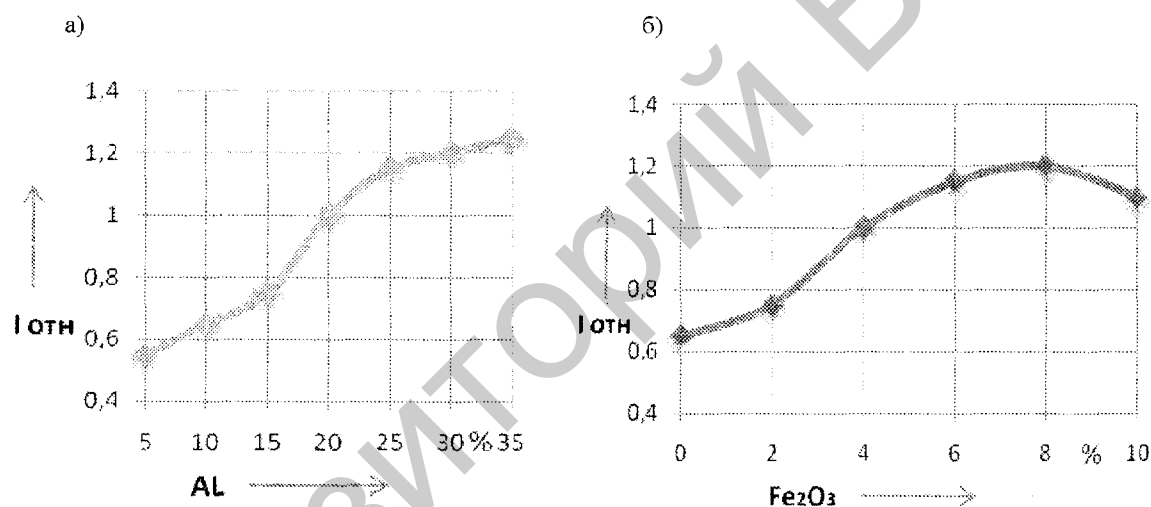


Рис. 6. Влияние содержания в исходной шихте алюминия (а) и оксида железа (б) на относительную износостойкость покрытий: а – содержание 4 % Fe_2O_3 ; б – содержание 20 % Al

Возрастание износостойкости покрытий с повышением содержания в исходной шихте алюминия и стеариновой кислоты обусловлено увеличением в структуре количества интерметаллидов Fe_3Al , $FeAl$, а также мартенсита и степени его пересыщения. В композиции $Fe-Al-Fe_2O_3-C_{17}H_{35}COOH$ имеет место дополнительное упрочнение наноразмерными включениями оксида алюминия Al_2O_3 , образующимися в результате механически и термически активируемых окислительно-восстановительных реакций между алюминием и оксидом

железа, протекающих при получении композиционных порошков и нанесении покрытий из них.

Второй этап исследования влияния состава исходной шихты на относительную износостойкость покрытий из механически легированных композиционных порошков – описание области оптимума проводился с применением центрального композиционного ортогонального планирования второго порядка. Матрицы планирования, результаты экспериментов и статистической обработки экспериментальных данных при-

ведены в табл. 2...5. При этом данные первого этапа исследования использовались для установления граничных значений факторов.

В результате статистической обработки экспериментальных данных получены математические модели, адекватно представляющие результаты экспериментов. Установленные зависимости имеют следующий вид:

– система Fe–Al

$$I_{\text{отн}} = 1,01 + 0,33 X_1 + 0,26 X_2 + 0,09 X_1 X_2 - 0,13 X_1 - 0,06 X_2^2;$$

– система Fe–Al–Fe₂O₃

$$I_{\text{отн}} = 1,02 + 0,19 X_1 + 0,27 X_2 - 0,10 X_2^2.$$

Табл. 2. Матрица планирования и результаты эксперимента при оптимизации состава механически легированных порошков системы Fe–Al–C₁₇H₃₅COOH из шихты ПЖ2М2–ПА4–C₁₇H₃₅COOH

Характеристика	Фиктивная переменная	Фактор					Параметры оптимизации	
		Al, %	ПАВ, %	производный			Относительная износостойкость I _{отн}	
Основной уровень	Интервал варьирования (I)	20	0,20					
Интервал варьирования (I)		10	0,10					
Верхний уровень		30	0,30					
Нижний уровень		10	0,10					
Код	x ₀	x ₁	x ₂	x ₁ x ₂	x ₁ ¹ = x ₁ ² - 2/3	x ₂ ¹ = x ₂ ² - 2/3	экп.	расч.
Опыт								
1(10)	+1	-1	-1	+1	+1/3	+1/3	0,35	0,32
2(11)	+1	-1	+1	-1	+1/3	+1/3	0,65	0,66
3(12)	+1	+1	+1	+1	+1/3	+1/3	1,45	1,50
4(13)	+1	+1	-1	-1	+1/3	+1/3	0,80	0,80
5(14)	+1	+1	0	0	+1/3	-2/3	1,25	1,21
6(15)	+1	-1	0	0	+1/3	-2/3	0,50	0,55
7(16)	+1	0	+1	0	-2/3	+1/3	1,25	1,21
8(17)	+1	0	-1	0	-2/3	+1/3	0,65	0,69
9(18)	+1	0	0	0	-2/3	-2/3	1,00	1,01

Табл. 3. Матрица планирования и результаты эксперимента при оптимизации состава механически легированных порошков системы Fe–Al–Fe₂O₃–C₁₇H₃₅COOH из шихты ПЖ2М2–ПА4–Fe₂O₃–0,30 % C₁₇H₃₅COOH

Характеристика	Фиктивная переменная	Фактор					Параметры оптимизации	
		основной		производный			Относительная износостойкость I _{отн}	
Основной уровень	Интервал варьирования (I)	Al, %	Fe ₂ O ₃ , %					
Интервал варьирования (I)		20	4					
Верхний уровень		10	4					
Нижний уровень		30	8					
Код	x ₀	x ₁	x ₂	x ₁ x ₂	x ₁ ¹ = x ₁ ² - 2/3	x ₂ ¹ = x ₂ ² - 2/3	экп.	расч.
Опыт								
1(10)	+1	-1	-1	+1	+1/3	+1/3	0,45	0,43
2(11)	+1	-1	+1	-1	+1/3	+1/3	0,95	0,97
3(12)	+1	+1	+1	+1	+1/3	+1/3	1,35	1,35
4(13)	+1	+1	-1	-1	+1/3	+1/3	0,75	0,81
5(14)	+1	+1	0	0	+1/3	-2/3	1,20	1,18
6(15)	+1	-1	0	0	+1/3	-2/3	0,80	0,85
7(16)	+1	0	+1	0	-2/3	+1/3	1,20	1,19
8(17)	+1	0	-1	0	-2/3	+1/3	0,65	0,65
9(18)	+1	0	0	0	-2/3	-2/3	1,00	1,02

Табл. 4. Результаты статистической обработки экспериментальных данных при описании области оптимума износостойкости покрытий из механически легированных порошков системы Fe-Al-C₁₇H₃₅COOH

Параметр	Результат статистической обработки								
	b ₀ '	b ₀	b ₁	b ₂	b ₁₂	b ₁₁	b ₂₂	Δb ₀ '	Δb _c
I _{отп}	0,88	1,01	0,33	0,26	0,09	-0,13	-0,06	±0,023	±0,1

Продолжение табл. 4

Параметр	Результат статистической обработки								
	Δb _i	Δb _{ij}	Δb _{ii}	S _y ²	S _{ад} ²	f ₁	f ₂	F _{0,05} ^{расч}	F _{0,05} ^{табл}
I _{отп}	±0,03	±0,04	±0,06	0,0026	0,0024	9	3	1,0	3,9

Табл. 5. Результаты статистической обработки экспериментальных данных при описании области оптимума износостойкости покрытий из механически легированных порошков системы Fe-Al-Fe₂O₃-C₁₇H₃₅COOH

Параметр	Результат статистической обработки								
	b ₀ '	b ₀	b ₁	b ₂	b ₁₂	b ₁₁	b ₂₂	Δb ₀ '	Δb ₀
I _{отп}	0,93	1,02	0,19	0,27	0,01	-0,03	-0,10	±0,03	±0,11

Продолжение табл. 5

Параметр	Результат статистической обработки								
	Δb _i	Δb _{ij}	Δb _{ii}	S _y ²	S _{ад} ²	f ₁	f ₂	F _{0,05} ^{расч}	F _{0,05} ^{табл}
I _{отп}	±0,03	±0,04	±0,06	0,0030	0,0021	9	5	0,7	5,2

Графическая интерпретация полученных моделей представлена на рис. 7.

Анализ полученных результатов показывает, что в исследованном интервале изменения факторов наибольшую износостойкость имеют покрытия из механически легированных порошков, полученных из шихты с максимальным содержанием легирующих компонентов. Дополнительно проведенные исследования показали, что дальнейшее увеличение их содержания создает технологические проблемы как на стадии получения порошка, так и при нанесении покрытий.

Согласно результатам сравнительных испытаний покрытия из разработанных порошков двух систем имеют примерно одинаковую твердость, зна-

чение которой на HV60...110 превышает твердость покрытия из ПН85Ю15. Износостойкость покрытий из механически легированной композиции, полученной из шихты второй системы, в 1,1...1,2 раза выше, чем первой, и в 1,3...1,4 раза превосходит по этому показателю покрытия из ПН85Ю15.

Выводы

1. Реакционное механическое легирование является перспективным способом получения наноструктурных композиционных дисперсно-упрочненных порошков на основе системы «железо – алюминий» для плазменных защитных покрытий.

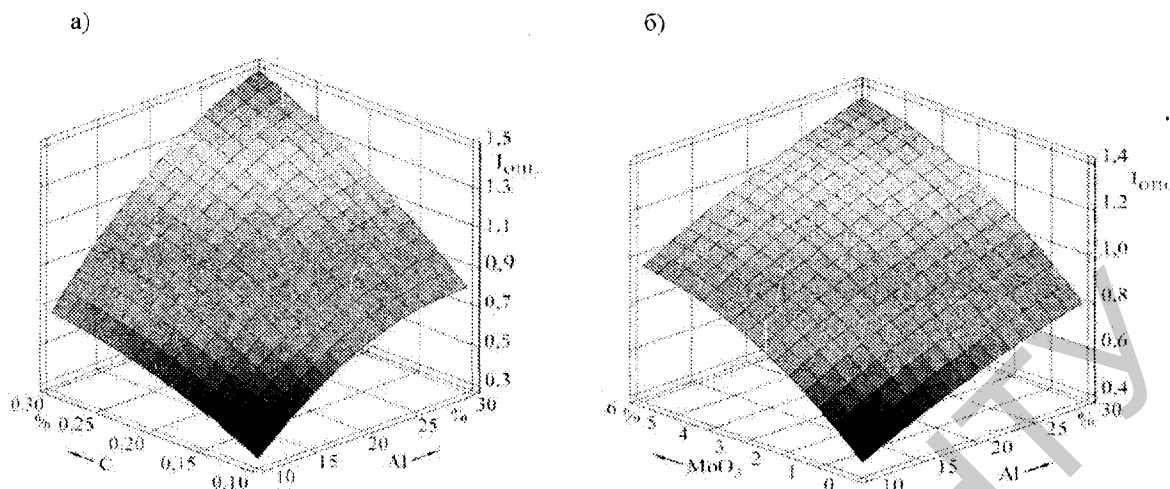


Рис. 7. Зависимость относительной износостойкости покрытий из механически легированных композиций систем Fe–Al–C₁₇H₃₅COOH (а) и Fe–Al–Fe₂O₃–0,3 % C₁₇H₃₅COOH (б) от содержания легирующих компонентов в исходной шихте

Для реализации процесса эффективен механореактор вибрационного типа; оптимальными условиями обработки порошковых композиций этой системы являются: ускорение рабочих тел – 135 м·с⁻², заполнение помольной камеры шарами – 75 %, соотношение объемов шаров и шихты – 12, продолжительность – 8 ч; в качестве легирующих добавок в исходную шихту перспективны стеариновая кислота C₁₇H₃₅COOH и оксид железа Fe₂O₃.

2. Обработка шихты в механореакторе сопровождается механически активируемыми структурными и фазовыми превращениями, которые приводят к формированию гомогенных по химическому составу термодинамически неравновесных композиционных порошков осколочной формы со средним размером частиц 40...100 мкм, обладающих высокой текучестью; основа их представляет собой мартенсит α-Fe (C, Al) с микро-размерными включениями исходных компонентов – алюминия и оксида железа Fe₂O₃ и наноразмерных механически синтезированных, в ряде случаев, рентгеноаморфных упрочняющих фаз –

оксидов, карбидов и алюминидов.

3. Механически легированные порошки имеют комплексное упрочнение, включающее твердорастворное, дисперсионное и дисперсное, что определяет их высокую твердость, находящуюся в пределах HV600...650 и сохраняющуюся при нагреве до температур, превышающих 0,7T_{пл}.

4. Отжиг механически легированных порошков активирует превращения, приближая их фазовый состав к равновесному, но не достигая его. Длительное термическое воздействие при температурах до 1100 °С не изменяет тип структуры и характер упрочнения механически легированных порошков. Плазменные покрытия в значительной мере наследуют фазовый состав и структуру механически легированных композиционных порошков.

5. В исследованном интервале изменения факторов, определяющих состав композиции: Al – 10...30 %, C₁₇H₃₅COOH – 0,1...0,3 %, Fe₂O₃ – 0...8 %, наибольшую износостойкость имеют покрытия из механически легированных порошков, полученных из шихты с мак-

симальным содержанием легирующих компонентов; дальнейшее увеличение их концентрации создает технологические проблемы как на стадии получения порошка, так и при нанесении покрытий.

6. Покрытия из разработанных порошков систем Fe – 30 % Al – 0,3 % C₁₇H₃₅COOH и Fe – 30 % Al – 8 % Fe₂O₃ – 0,3 % C₁₇H₃₅COOH имеют при-

мерно одинаковую твердость, значение которой на HV60...110 превышает твердость покрытия из ПН85Ю15; износостойкость покрытий из механически легированного порошка, полученного из шихты второй системы, в 1,1...1,2 раза выше, чем первой, и в 1,3...1,4 раза превосходит по этому показателю покрытия из ПН85Ю15.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Кипарисов, С. С.** Порошковая металлургия / С. С. Кипарисов, Г. А. Либензон. – М. : Металлургия, 1980. – 495 с.
2. Порошковая металлургия. Материалы, технология, свойства, области применения : справочник / И. М. Федорченко [и др.]. – Киев : Наукова думка, 1985. – 624 с.
3. **Портной, К. И.** Дисперсно-упрочненные материалы / К. И. Портной, Б. Н. Бабич. – М. : Металлургия, 1974. – 200 с.
4. **Ловшенко, Г. Ф.** Наноструктурные механически легированные материалы на основе металлов : монография / Г. Ф. Ловшенко, Ф. Г. Ловшенко, Б. Б. Хица ; под ред. д-ра техн. наук, проф. Ф. Г. Ловшенко. – Могилев : Белорус.-Рос. ун-т, 2008. – 679 с. : ил.
5. Intermetallic Compounds – Principles and Practice / J. H. Westbrook [etc.] // Hardcover. – 2001. – Vol. 3, №12. – 1086 p.
6. **Jablońska, M.** Structures and phases transitions of the alloys on the bases of Fe-Al intermetallic phases / M. Jabłońska, A. Jasik, A. Hanc // Archives of Materials Science and Engineering. – 2008. – Vol. 29, Issue 1. – P. 16–19.
7. Structural, mechanical and magnetic properties of nanostructured FeAl alloys during disordering and thermal recovery / X. Amils [etc.] // NanoStructured Materials. – 1999. – Vol. 11, № 6. – P. 689–695.
8. Hardening and softening of FeAl during milling and annealing / X. Amils [etc.] // Intermetallics. – 2000. – № 8. – P. 805–813.
9. Mecanoactivated SHS of FeAl-Based Nanocomposite Powders / T. L. Talako [etc.] // International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. – 2009. – Vol. 18, № 2. – P. 125–132.
10. **Totemeier, T. C.** Residual Stresses in High-Velocity Oxy-Fuel Metallic Coatings / T. C. Totemeier, R. N. Wright, W. D. Swank // Metallurgical and materials transactions A. – 2004. – Vol. 35 A. – P. 1807–1814.
11. **Витязь, П. А.** Механически легированные сплавы на основе алюминия и меди / П. А. Витязь, Ф. Г. Ловшенко, Г. Ф. Ловшенко. – Минск : Беларус. навука, 1998. – 351 с.
12. ASM Handbook / Hugh Baker [etc.] // ASM International. – 1992. – Vol. 3. – P. 501.
13. Síntesis y caracterización de aleaciones Fe-Co, Fe-Al obtenidas por aleación mecánica / G. González [etc.] // Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales. – 1999. – Vol. 19. – P. 17–24.
14. Structural transformation of Al-Fe alloys analysed by neutron diffraction and Mössbauer spectroscopy / S. Enzo [etc.] // Journal of Materials Science. – 2004. – Vol. 39, № 20. – P. 6333–6339.
15. Microstructural and kinetic aspects of the transformations induced in a FeAl alloy by ball-milling and thermal treatments / S. Gialanella [etc.] // Acta Materialia. – 1998. – Vol. 46, № 9. – P. 3305–3316.
16. Point defect structure and Fe hyperfine parameters of Fe-Al powders doped with Ni, Cu and Cr additions / A. Hanc [etc.] // Chemistry of Metals and Alloys 1. – 2008. – Vol. 1. – P. 128–132.
17. Mössbauer and structure studies on metallic powders from Fe-Al-X (X = Ni, Cu, Cr) / A. Hanc [etc.] // Archives of Materials Science and Engineering. – 2008. – Vol. 31, Issue 1. – P. 21–24.
18. Electron microscopy and x-ray diffraction characterization of FeAl – BN nanocomposites produced by mechanical alloying / G. Rosas [etc.] // Acta Microscopica. – 2010. – Vol. 19, № 3. – P. 285–290.
19. Characterization of High-Temperature Abrasive Wear of Cold-Sprayed FeAl Intermetallic Compound Coating / Li Chang-Jiu [etc.] // Journal of Thermal Spray Technology. – 2011. – Vol. 20 (1–2). – P. 227–233.
20. **Каталымов, А. В.** Дозирование сыпучих и вязких материалов / А. В. Каталымов, В. А. Любартович. – Л. : Химия, 1990. – 240 с. : ил.

21. **Кудинов, В. В.** Нанесение плазмой тугоплавких покрытий / В. В. Кудинов, В. М. Иванов. – М. : Машиностроение, 1981. – 192 с. : ил.
22. Газотермические покрытия из порошковых материалов / Ю. С. Борисов [и др.]. – Киев : Наукова думка, 1987. – 544 с.

LIST OF LITERATURE

1. **Kiparisov, S. S.** Powder metallurgy / S. S. Kiparisov, G. A. Libenzon. – M. : Metallurgiya, 1980. – 495 p.
2. Powder metallurgy. Materials, technology, properties, application: handbook / I. M. Fedorchenko [etc.]. – Kiev : Navukova dumka, 1985. – 624 p.
3. **Portnoi, K. I.** Dispersion strengthened materials / K. I. Portnoi, B. N. Babich. – M. : Metallurgy, 1974. – 200 p.
4. **Lovshenko, G. F.** Nano-structured mechanically alloyed metal-based materials: monograph / G. F. Lovshenko, F. G. Lovshenko, B. B. Khina ; ed. by DSc, prof. F. G. Lovshenko. – Mogilev : Belarus.-Rus. Un-ty, 2008. – 679 p. : il.
5. Intermetallic Compounds – Principles and Practice / J. H. Westbrook [etc.] // Hardcover. – 2001. – Vol. 3, №12. – 1086 p.
6. **Jabloňska, M.** Structures and phases transitions of the alloys on the bases of Fe–Al intermetallic phases / M. Jabloňska, A. Jasik, A. Hanc // Archives of Materials Science and Engineering. – 2008. – Vol. 29, Issue 1. – P. 16–19.
7. Structural, mechanical and magnetic properties of nanostructured FeAl alloys during disordering and thermal recovery / X. Amils [etc.] // NanoStructured Materials. – 1999. – Vol. 11, № 6. – P. 689–695.
8. Hardening and softening of FeAl during milling and annealing / X. Amils [etc.] // Intermetallics. – 2000. – № 8. – P. 805–813.
9. Mechanoactivated SHS of FeAl–Based Nanocomposite Powders / T. L. Talako [etc.] // International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. – 2009. – Vol. 18, № 2. – P.125–132.
10. **Totemeier, T. C.** Residual Stresses in High-Velocity Oxy-Fuel Metallic Coatings / T. C. Totemeier, R. N. Wright, W. D. Swank // Metallurgical and materials transactions A. – 2004. – Vol. 35 A. – P. 1807–1814.
11. **Vityaz, P. A.** Mechanically alloyed Al-Co-based alloys / P. A. Vityaz, F. G. Lovshenko, G. F. Lovshenko // Belarusian science. – 1998. – 351 p.
12. ASM Handbook / Hugh Baker [etc.] // ASM International. – 1992. – Vol. 3. – 501 p.
13. Síntesis y caracterización de aleaciones Fe–Co, Fe–Al obtenidasporaleaciónmecánica / G. González [etc.] // RevistaLatinoamericana de Metalurgia y Materiales. – 1999. – Vol. 19. – P. 17–24.
14. Structural transformation of Al-Fe alloys analyzed by neutron diffraction and Mössbauer spectroscopy / S. Enzo [etc.] // Journal of Materials Science. – 2004. – Vol. 39, № 20. – P. 6333–6339.
15. Microstructural and kinetic aspects of the transformations induced in a FeAl alloy by ball-milling and thermal treatments / S. Gialanella [etc.] // Actamaterialia. – 1998. –Vol. 46, № 9. – P. 3305–3316.
16. Point defect structure and Fe hyperfine parameters of Fe-Al powders doped with Ni, Cu and Cr additions / A. Hanc [etc.] // Chemistry of Metals and Alloys 1. – 2008. – Vol. 1. – P. 128–132.
17. Mössbauer and structure studies on metallic powders from Fe–Al–X (X = Ni, Cu, Cr) / A. Hanc [etc.] // Archives of Materials Science and Engineering. – 2008. –Vol. 31, Issue 1. – P. 21–24.
18. Electron microscopy and x-ray diffraction characterization of FeAl–BN nanocomposites produced by mechanical alloying / G. Rosas [etc.] // ActaMicroscopica. – 2010. – Vol. 19, № 3. – P. 285–290.
19. Characterization of High-Temperature Abrasive Wear of Cold-Sprayed FeAl Intermetallic Compound Coating / Li Chang-Jiu [etc.] // Journal of Thermal Spray Technology. – 2011. – Vol. 20 (1–2). – P. 227–233.
20. **Katalymov, A. V.** Metering of loose and tough materials / A. V. Katalymov, V. A. Lubartovich. – L. : Khimiya, 1990. – 240 p. : il.
21. **Kudinov, V. V.** Application of high-melting coatings by plasma / V. V. Kudinov, V. M. Ivanov. – M. : Mashinostroenie, 1981. – 192 p. : il.
22. Gas-thermal coatings from powder materials / Y. S. Borisov [etc.]. – Kiev : Scientific thought, 1987. – 544 p.

Статья сдана в редакцию 29 ноября 2011 года

Федор Григорьевич Ловшенко, д-р техн. наук, проф., Белорусско-Российский университет.
Тел.: +375-296-25-21-26.

Григорий Федорович Ловшенко, д-р техн. наук, проф., Белорусский национальный технический университет. E-mail: Greg-lovshenko@mail.ru.

Алексей Сергеевич Федосенко, ассистент, Белорусско-Российский университет. Тел.: +375-295-46-96-34.

Fedor Grigoryevich Lovshenko, DSc, Professor, Belarusian-Russian University. Tel.: +375-296-25-21-26.

Grigory Fedorovich Lovshenko, DSc, Professor, Belarusian National Technical University.
E-mail: Greg-lovshenko@mail.ru.

Alexei Sergeevich Fedosenko, assistant lecturer, Belarusian-Russian University. Tel.: +375-295-46-96-34.

РЕПОЗИТОРИЙ БНТУ