

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОРОШКОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ХИМИЧЕСКИМ ДИСПЕРГИРОВАНИЕМ АЛЮМИНИЕВО-КРЕМНИЕВОГО СПЛАВА С 20 % КРЕМНИЯ

Р.А. Новоселов, А.Ю. Омаров, А.Д. Шляпин

Работа посвящена изучению структуры и фазового состава порошков, полученных путем химического диспергирования сплава алюминия с 20 вес. % кремния после декантации и высокотемпературного синтеза по сравнению с аналогичными данными для сплава с 12 вес. % кремния. Установлено, что основной кристаллической формой гидроксида алюминия, образующейся в процессе химического диспергирования сплава Al-20Si, является гиббсит, так же, как это имеет место и в случае сплава Al-12Si. Режим синтеза порошков определяли с помощью дифференциально-сканирующей калориметрии и термогравиметрии. После синтеза при 1000 °C в порошке из сплава Al-12Si не было обнаружено нефелина NaAlSiO₄, он появляется только в процессе высокотемпературного спекания и его содержание достигает 25 вес. %. В то же время в порошке из сплава Al-20Si после синтеза при 1000 °C содержание нефелина составляет 100 %. Сделан вывод о необходимости уточнения зависимости количества нефелина в порошке от содержания кремния в сплаве в интервале 12–20 % кремния (например, для 15 и 17 %).

Ключевые слова: сплав алюминия, оксид алюминия, нефелин, керамика.

STRUCTURE AND PROPERTIES OF POWDERS OBTAINED BY CHEMICAL DISPERSION OF AL-20 % SI ALLOY

R.A. Novoselov, A.Yu. Omarov, A.D. Shlyapin

The paper is devoted to the structure and phase composition of powders obtained by chemical dispersion of aluminum alloy with 20 wt % of silicon that studied after decanting and high-temperature synthesis in comparison with similar data for the alloy with 12 wt. % of silicon. The main crystal form of aluminum hydroxide formed in the process of chemical dispersion of Al-20Si alloy is found to be gibbsite, as well as in the case of Al-12Si alloy. The synthesis conditions of the powders were determined using differential scanning calorimetry and thermogravimetry. After synthesis at 1000 °C no nepheline NaAlSiO₄ is revealed in the powder made of Al-12Si alloy, it appears only in the run of high-temperature sintering and its amount reaches 25 wt %. At the same time in the powder made of Al-20Si alloy after synthesis at 1000 °C its content equals 100 %. The conclusion has been made about the need to clarify the dependence of the amount of nepheline in powder on silicon content in the alloy in the range of 12–20 % of silicon (e.g., 15 and 17 %).

Keywords: aluminium alloy, aluminium oxide, nepheline, ceramics.

Введение

Ранее в работе [1] было показано, что с помощью химического диспергирования сплава АК12 в 10 % водном растворе натриевой щелочи получается наноразмерный порошок бемита, в состав которого входит значительное количество (до 13 %) силиката натрия Na₂SiO₃. В процессе последующего спекания этого по-

рошка получается алюмооксидная керамика на основе оксида алюминия, содержащая равномерно распределенные включения нефелина NaAlSiO₄, окаймляющие закрытые сферические поры (доля которых достигает 25 %), благодаря чему керамика приобретает высокие механические свойства, позволяющие использовать ее даже при ударном нагружении.

Введение в практику производства алюмооксидных керамик метода химического диспергирования различных алюминиевых сплавов как альтернативного метода производства исходных порошков [2–5] позволило получать уникальные керамические материалы с уровнем свойств, не достижимым ранее традиционными методами. Это стало возможным благодаря тому, что в результате химического диспергирования сплавов алюминия получается наноструктурированный легированный бемит, который в процессе последующей термообработки способствует образованию специальных фаз, придающих керамике уникальные свойства, зависящие от вида легирующего элемента. Так, в сплавах с кремнием получался нефелин (в количестве до 25 вес. %), значительно упрочняющий керамику и увеличивающий их коррозионную стойкость. До настоящего времени изучали процессы диспергирования и свойства получаемых порошков для сплавов с максимальным содержанием кремния до 12 вес. %.

Целью данной работы является изучение связи между количеством возникающей в процессе синтеза специальной фазы и содержанием легирующего элемента в сплаве, а также структуры и фазового состава порошков, получающихся из высоколегированных сплавов.

Методика эксперимента

Химическое диспергирование алюминиево-кремниевого сплава с содержанием кремния 20 % по массе осуществляли путем обработки 20 % водным раствором щелочи едкого натра в термо- и химически стойкой емкости при непрерывном перемешивании и отводе тепла.

Из полученного маточного раствора отделяли осадок путем фильтрации и многократной отмывки методом декантации под вакуумом. После каждой промывки измеряли pH среды с использованием pH-метра.

Синтез порошка, полученного в результате химического диспергирования и декантации, проводили в печи сопротивления на воздухе при температуре 1000 °C при скорости нагрева 300 °C/ч с выдержкой 1 ч. Режим синтеза порошка подбирался опытным путем в соответствии с данными синхронного термического анализа исходного порошка на дифференциально-сканирующем калориметре *Setaram Labsys TG-DTA/DSC*. Такие условия синтеза обеспечивают полное осуществление всех фазовых превращений. Микроструктуру порошков изучали

с помощью сканирующего электронного микроскопа *FEI Versa 3D*, фазовый анализ проводили с помощью рентгеновского дифрактометра *Bruker D2 PHASER*.

Результаты исследований

Изучали структуру и фазовый состав исходного порошка, полученного в результате химического диспергирования сплава Al-20 % Si, микроструктура которого показана на рисунке 1.

На рисунках 2 и 3 представлены микроструктуры порошков до и после синтеза, полученные методом растровой электронной микроскопии.

Порошок, полученный после химического диспергирования и декантации, имеет агломераты в виде правильных шестигранников, состоящие из частиц пластинчатой формы. После синтеза в порошке наблюдаются частично оплавленные агломераты. Во всех образцах порошков присутствуют частицы наноразмерного диапазона.

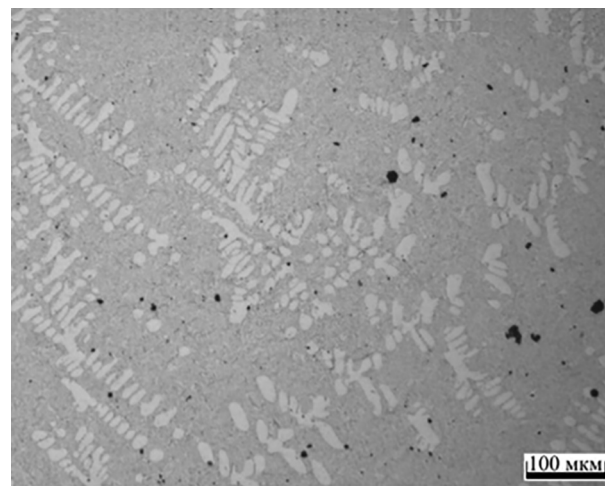


Рис. 1. Микроструктура исходного сплава Al-20Si

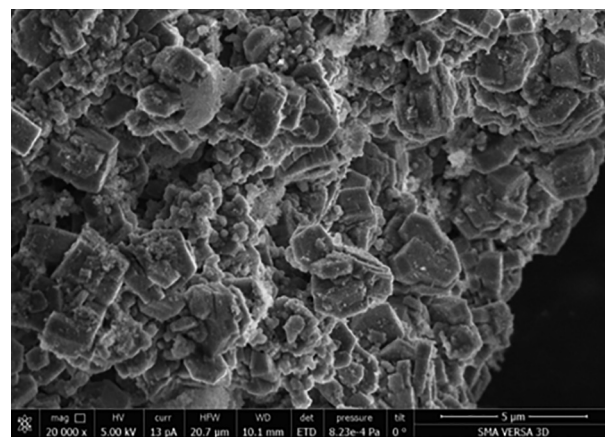


Рис. 2. Микроструктура порошка, полученного в результате химического диспергирования и декантации сплава Al-20 Si

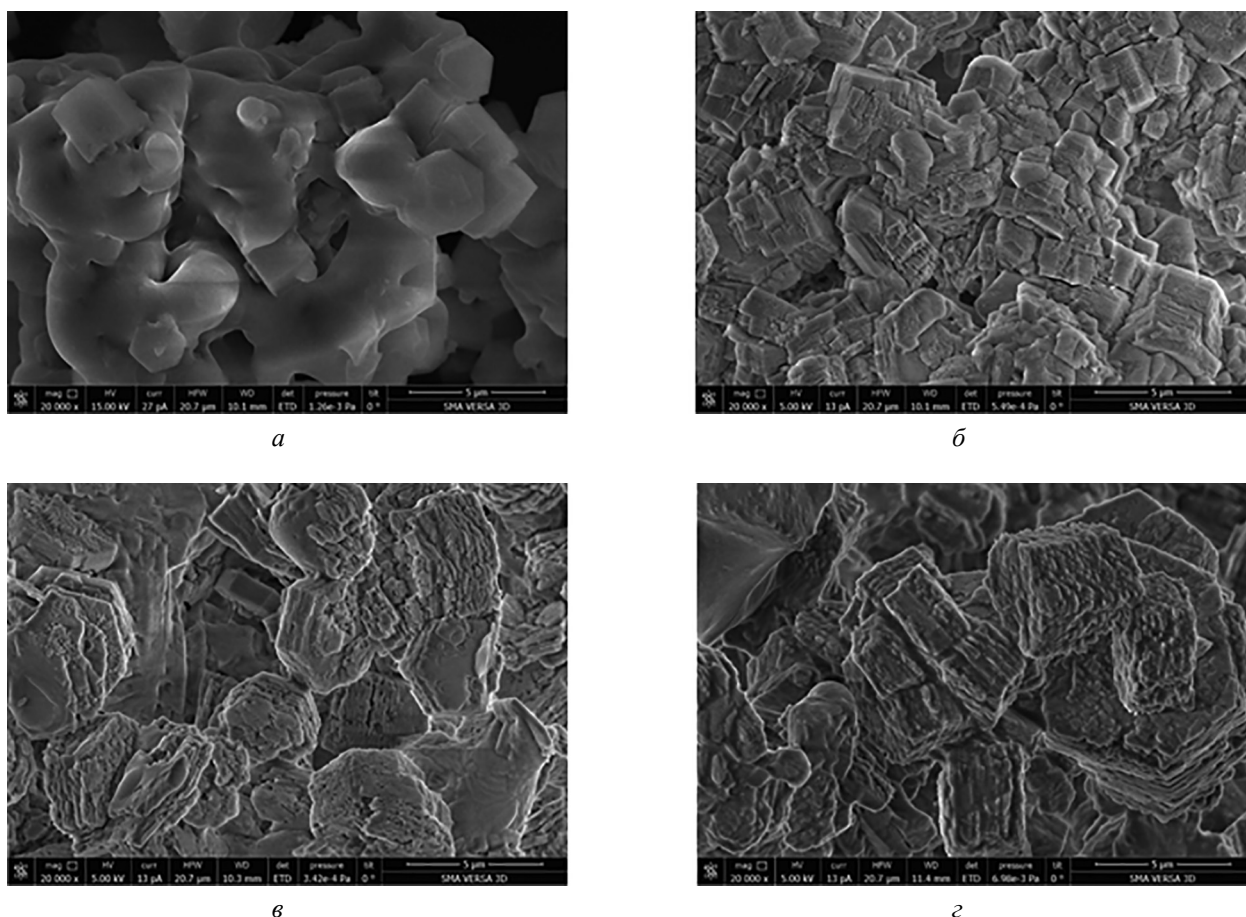


Рис. 3. Микроструктура порошка, полученного в результате синтеза при 1000 °C (а), 1100 °C (б), 1250 °C (в), 1300 °C (г)

Для выбора температуры синтеза порошка был проведен термический анализ методом дифференциально-сканирующей калориметрии и термогравиметрии (рис. 4). В порошке присутствует достаточно большое количество

кремния, который по данным рентгенофазового анализа находится в виде аморфной фазы. Поэтому необходимо определить условия синтеза порошка для получения керамики с высокими функциональными параметрами.

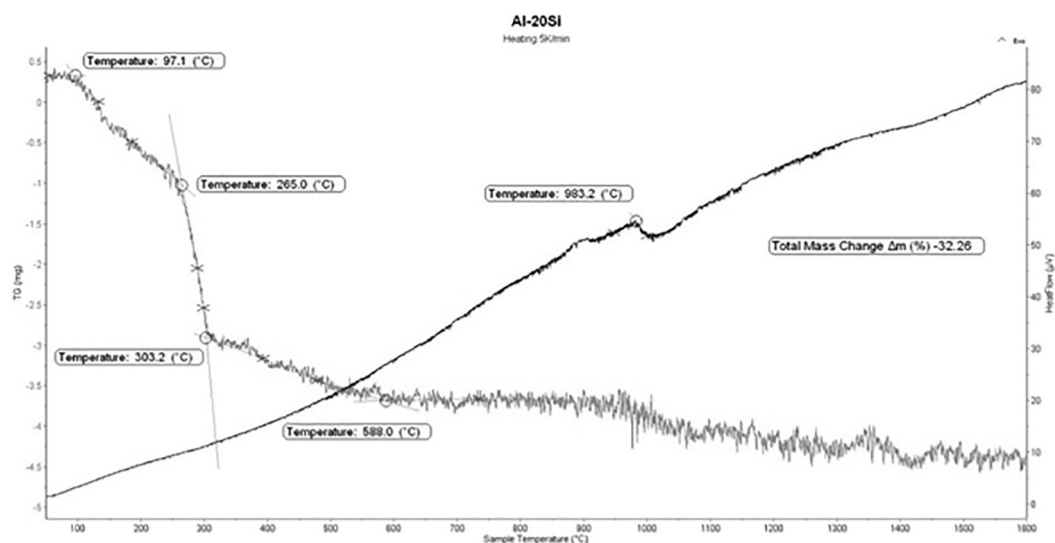


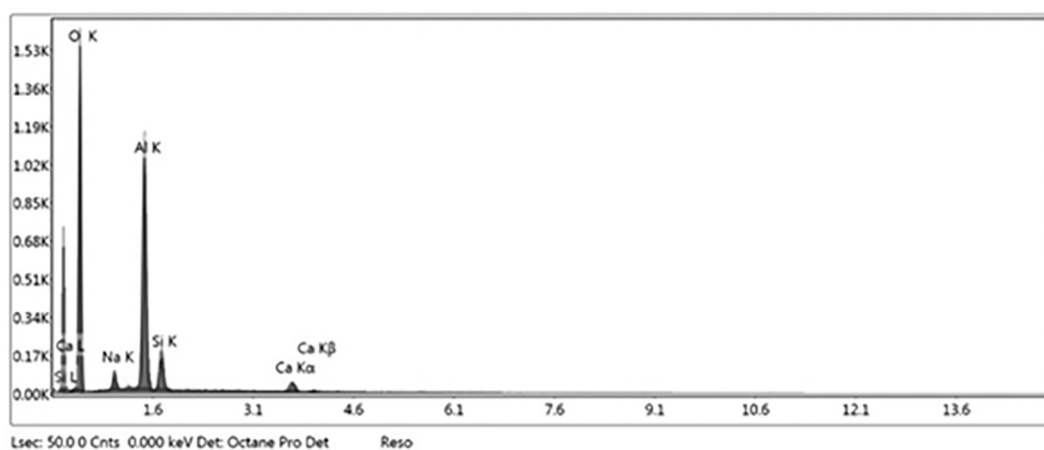
Рис. 4. Дифференциально-сканирующая калориметрия и термогравиметрия порошков после диспергирования и декантации

Из представленных данных следует, что основная потеря массы в процессе синтеза происходит в интервале температур 97,1–303,2 °С, где происходит удаление адсорбированной воды, а при температуре от 265 °С наблюдается резкое поглощение энергии, что обусловлено распадом структурной и химически связанной воды. Общая потеря массы составляет 32,26 %. При температуре 983,2 °С наблюдается переход, характеризующий изменение фазового состава и начало кристаллизации нефелина. При

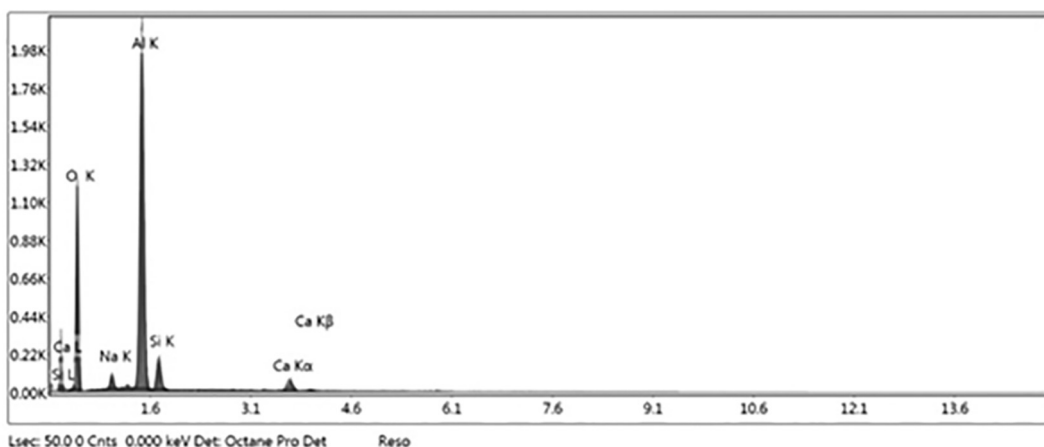
увеличении температуры выше 1400 °С наблюдается объемная усадка больше 50 %.

Рентгенофазовый состав порошков до и после термообработки (проба 1 и проба 2, соответственно) определяли с помощью рентгеновского дифрактометра (рис. 5, таблица 1).

Состав порошка до синтеза представляет собой гиббсит с небольшим количеством гидроксида алюминия и наличием около 20 % аморфной фазы. В результате термообработки порошка образовалась фаза нефелин.



а



б

Рис. 5. Дифрактограммы порошков синтезированных при 1000 °С (а) и 1100 °С (б)

Таблица 1

Результаты исследований фазового состава порошков до и после синтеза

№ пробы	Тип пробы	Доминирующие кристаллические фазы
1	Al-20 % Si + NaOH → осадок	Гиббсит (~90 %), остальное гидроксид алюминия
2	Осадок после термообработки (1000 °С, 1 час, воздух)	Нефелин

Таким образом, главным отличием порошка, полученного химическим диспергированием сплава Al-20 % Si, от порошка из сплава Al-12 % Si является более раннее формирование нефелина (еще на стадии синтеза при 1000 °С) и количество нефелина, достигающее 100 % против 25 % во втором сплаве.

Заключение

В результате проведенных исследований было выявлено, что основной кристаллической формой гидроксида алюминия, образующейся в процессе химического диспергирования сплава Al-20 % Si, является гиббсит. Установлено также наличие аморфной фазы в исходном порошке, что свидетельствует о присутствии кремния. После термообработки основной фазой является нефелин.

Таким образом, дальнейшее повышение содержания кремния в алюминиевом сплаве, предназначенном для диспергирования, можно считать нецелесообразным. Имеются определенные предположения о дальнейшем использовании описанных выше порошков из сплава Al-20 % Si. Однако основные работы будут направлены на изучение порошков, полученных диспергированием сплавов из интервала 12–20 вес. % кремния, для установления зависимости количества нефелина в синтезированном сплаве от содержания кремния в исходном сплаве

и последующего изучения влияния нефелина на свойства спеченных керамик.

Список литературы

1. Омаров А.Ю. Структура и свойства новых материалов, получаемых из отходов рабочего цикла генератора водорода: дисс-я на соискание ученой степени к.т.н., Москва 2010. Московский государственный индустриальный университет.
2. Physicomechanical properties of ceramic materials prepared with chemical dispersion of aluminum alloy grade AK12 / A.D. Shlyapin, A.Yu. Omarov, V.P. Tarasovskii, Yu.G. Trifonov, A.I. Airikh // Refractories and Industrial Ceramics. 2013. Vol. 54. Issue 4. P. 288–290.
3. Иванов Д.А., Омаров А.Ю., Шляпин А.Д. Разработка технологии утилизации продукта отхода рабочего цикла мобильных водородных генераторов // Машиностроение и инженерное образование. 2010. № 1. С. 31–36.
4. Шляпин А.Д., Иванов Д.А., Омаров А.Ю. Свойства гидроксида алюминия, получаемого при производстве водорода // Машиностроение и инженерное образование. 2011. № 2. С. 48–51.
5. Изучение порошков гидроксида алюминия, полученных методом химического диспергирования алюминия и его сплавов / А.Д. Шляпин, А.Ю. Омаров, А.Х. Хайри, Ю.Г. Трифонов // Новые огнеупоры. 2012. № 10. С. 27–32.

Материал поступил в редакцию 13.05.2017

НОВОСЕЛОВ Роман Андреевич

E-mail: deemalfy@gmail.com
Тел.: (915) 252-21-72

Аспирант ФГБОУ ВО «Московский политехнический университет». Сфера научных интересов: материаловедение композиционных материалов, керамические материалы.

ОМАРОВ Асиф Юсифович

E-mail: asif.omarov@yandex.ru
Тел.: (495) 276-34-49

Кандидат технических наук, старший научный сотрудник ФГБОУ ВО «Московский политехнический университет». Сфера научных интересов: материаловедение композиционных материалов, керамические материалы. Автор 65 научных работ.

ШЛЯПИН Анатолий Дмитриевич

E-mail: 688412@mail.ru
Тел.: (495) 276-34-49

Доктор технических наук, профессор. Заведующий кафедрой материаловедения ФГБОУ ВО «Московский политехнический университет». Сфера научных интересов: физика металлов, материаловедение. Автор более 200 научных работ.