

**REPORTS OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES  
OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN**

ISSN 2224-5227

Volume 3, Number 307 (2016), 45 – 52

UDC 621.771

**OBTAINING OF COMPOSITE MATERIALS BASED  
ON ALUMINUM DIE WITH USING  
OF ULTRADISPERSED RAW MATERIALS****A.B. Nayzabekov<sup>1</sup>, S.N. Lezhnev<sup>1</sup>, G.G. Kurapov<sup>2</sup>,  
A.V. Volokitin<sup>2</sup>, I.E. Volokitina<sup>2</sup> E.P. Orlova<sup>2</sup>,**<sup>1</sup>Rudny Industrial Institute, Rudny;<sup>2</sup>Kazakh National Research Technical University named after K.I. Satpayev, Almaty,  
[naizbekov57@mail.ru](mailto:naizbekov57@mail.ru), [sergev\\_legnev@mail.ru](mailto:sergev_legnev@mail.ru), [kurapov1940@mail.ru](mailto:kurapov1940@mail.ru),  
[dvusha.vav@mail.ru](mailto:dvusha.vav@mail.ru), [irinka.vav@mail.ru](mailto:irinka.vav@mail.ru), [ULARBEKSULTANBEK@mail.ru](mailto:ULARBEKSULTANBEK@mail.ru)

**Key words:** fullerene, fullerene soot, black, microcrystalline carbon, composite, aluminum, microstructure, micro-hardness, properties.

**Abstract.** In this study complex research of processing of aluminum alloys (silumins) by ligatures containing various carbon modifications (microcrystalline in the form graphite and nanocarbon additives in the form of fullerenes, fullerene soot, fullerene black) at the casting deformational manufacturing technology products developed by the PTI NAS of Belarus is carried out.

Elemental, phase composition, structural condition and indicators of mechanical and tribological properties of the original components of the charge in the system Al-C after its mechanical activation, ligatures after severe plastic deformation (extruding) the charge and cast aluminum workpieces after ligatures processing were studied.

Incrementally the processes of structure formation of ligatures in the system Al-C in their preparation and thermomechanical effect were studied. At the same particular interest was the formation of super-hard carbon phases in ligatures, where instead of microcrystalline graphite nanocarbon additives were used. Such structural condition of ligatures obtained by activation of the charge (mechanical activation in the dispersing devices and severe plastic deformation) determines the prospects of their usage as additives to ensure not only the dispersion hardening, but also modifying the alloy when creating composites, differing by a set of high anti-friction, plastic and strength properties.

The results of studies have not revealed principal differences in the structure formation of aluminum composites obtained by using expensive fullerenes, compared to composites obtained by using cheap nanocarbon materials (fullerene soot, fullerene black).

УДК 621.771

**ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ  
НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЕВОЙ МАТРИЦЫ  
С ПРИМЕНЕНИЕМ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО СЫРЬЯ****А.Б.Найзабеков<sup>1</sup>, С.Н.Лежнев<sup>1</sup>, Г.Г.Курапов<sup>2</sup>,  
А.В.Волокитин<sup>2</sup>, И.Е.Волокитина<sup>2</sup>, Е.П.Орлова<sup>2</sup>**<sup>1</sup>Руднеский индустриальный институт, Рудный;<sup>2</sup>Казахский национальный исследовательский технический университет имени  
К.И. Сатпаева, г. Алматы

**Ключевые слова:** фуллерен, фуллереновая сажа, чернь, микрокристаллический углерод, композит, алюминий, микроструктура, микротвердость, свойства.

**Аннотация.** В данной работе проведен комплекс исследований обработки алюминиевых сплавов

(силуминов) лигатурами, содержащими углерод различных модификаций (микрористаллический в виде графита и наноуглеродные добавки в виде фуллеренов, фуллереновой сажи, фуллереновой черни) при литейно-деформационной технологии изготовления изделий, разработанной ФТИ НАН Беларуси.

Исследованы элементный, фазовый состав, структурное состояние и показатели механических и триботехнических свойств исходных компонентов, шихты в системе Al-C после ее механоактивации, лигатур после интенсивной пластической деформации (экструдирования) шихты и литейных алюминиевых заготовок после обработки лигатурами.

Поэтапно изучены процессы структурообразования лигатур в системе Al-C при их получении и термомеханическом воздействии. При этом особый интерес вызывало образование сверхтвердых углеродных фаз в лигатурах, где вместо микрористаллического графита использовались наноуглеродные добавки. Такое структурное состояние лигатур полученных при активации шихты (механоактивации в диспергирующих устройствах и при интенсивной пластической деформации) определяет перспективность их использования в качестве добавок обеспечивающих не только дисперсное упрочнение, но и модифицирование сплава при создании композитов отличающихся набором высоких антифрикционных, пластических и прочностных свойств.

Результаты исследований не выявили принципиальных отличий в структурообразовании алюминиевых композитов, полученных с использованием дорогостоящих фуллеренов, в сравнении с композитами, полученными с использованием дешевых наноуглеродных материалов (фуллереновая сажа, фуллереновая чернь).

**Введение.** В настоящее время в мире намечена тенденция к возрастанию исследований в области создания и широкого применения металлматричных композиционных материалов [1-3]. Наиболее дешевыми и надежными являются материалы на основе алюминиевых сплавов, подвергнутых модифицированию и армированию тугоплавкими дисперсными частицами [4]. Среди отличительных свойств таких материалов можно выделить высокие антифрикционные и прочностные свойства, жаропрочность, жесткость, малую плотность, которые обеспечивают существенное снижение массы изделий и конструкций, уменьшают расход материала на изделие с одновременным повышением надежности и увеличением ресурса их работы.

Необходимость создания новых композиционных алюминиевых материалов (КАМ) и технологий их получения продиктована как получением конкурентоспособной продукции, так и ситуацией постепенного истощения природного элитного сырья, его удорожания. В этом плане составляющие КАМ должны быть доступны и дешевы. С этих позиций состав поверхности земной коры содержит до 50% SiO<sub>2</sub>, около 30% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и только 10% Fe. По этой причине человечество в последние годы более интенсивно осваивает добычу Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> для получения алюминия и материалов на его основе.

Применение графита в антифрикционных сплавах на основе алюминия дало новый импульс к разработке и внедрению технологий, направленных на замену дефицитных и дорогостоящих бронз, используемых в парах трения [5-6]. Несмотря на успехи, достигнутые в этой области, необходимо отметить основные недостатки таких материалов: повышенная газонасыщенность сплава, низкая прочность и износостойкость получаемых изделий, а также невозможность применения данного способа для получения изделий сложной конструкции.

Поэтому задачей настоящих исследований является повышение износостойкости изделий из силуминов и их прочности за счет измельчения структуры материала и ее стабилизации при последующей пластической деформации и термообработке [7].

**Методы исследования.** В соответствии с поставленной задачей исследовалась возможность замены при создании новых материалов дорогостоящего фуллерена на более дешевый фуллеренсодержащий материал. Для получения разрабатываемых композитов использовалась литейно-деформационная технология (технология in-suit), включающая смешивание порошковых компонентов шихты и проведение механоактивации полученной смеси, экструдирования шихты с получением лигатуры и получение композиционных материалов на основе алюминиевой матрицы при литье [8].

Образцы готовились из порошков алюминия с размером частиц основной фракции 5–100 мкм или измельченной стружки сплава АК9 и ряда наноуглеродных материалов в соотношении Al – до 10 масс. % C в исходной смеси.

В качестве углеродных материалов использовали:

- фуллереносодержащая сажа, производства института им. Иоффе, Санкт-Петербург;
- фуллерены C60 [9], производства института им. Иоффе, Санкт-Петербург;
- фуллереновая чернь, института им. Иоффе, Санкт-Петербург;
- углеродные микрочастицы размером 3, 4, 9 мкм, производства ASBURY GRAPHITE MILLS, INC., США.

Для получения разрабатываемого композиционного материала в качестве базового использовали сплав АК9. Расплав готовили в индукционной печи ИСВ 0,004.

Лигатуры, содержащие 10 мас.% углерода, вводили в расплав АК9 при температуре 750–780°C, время расплавления лигатур составило 3-5 мин. Количество вводимой лигатуры в алюминиевый расплав рассчитывалось из условия 1 мас.% углерода в композите. Температуру контролировали многоканальным регистратором РМТ 39D, подключенным к ПК.

Технология получения лигатуры включала: механоактивационную обработку исходных материалов в планетарной мельнице, компактирование в жестких пресс-формах и горячее экструдирование. Механоактивированные порошки компактировали в таблетки при P=450 МПа. Далее таблетки экструдировали при температуре 450-500°C с коэффициентом вытяжки  $\geq 10$  и получали лигатуру в виде прутков.

Механоактивационная обработка проводилась 30-40 минут при частоте вращения центрального вала 400-600 об/мин и соотношении массы мелющих тел к массе загружаемых компонентов 20:1.

**Результаты исследований и их обсуждение.** 1. Результаты исследований исходных компонентов шихты.

1.1 Алюминиевый порошок. Образцы готовились из порошков алюминия с размером частиц основной фракции 5–100 мкм. Топограмма исходного порошка алюминия приведена на рисунке 1а.

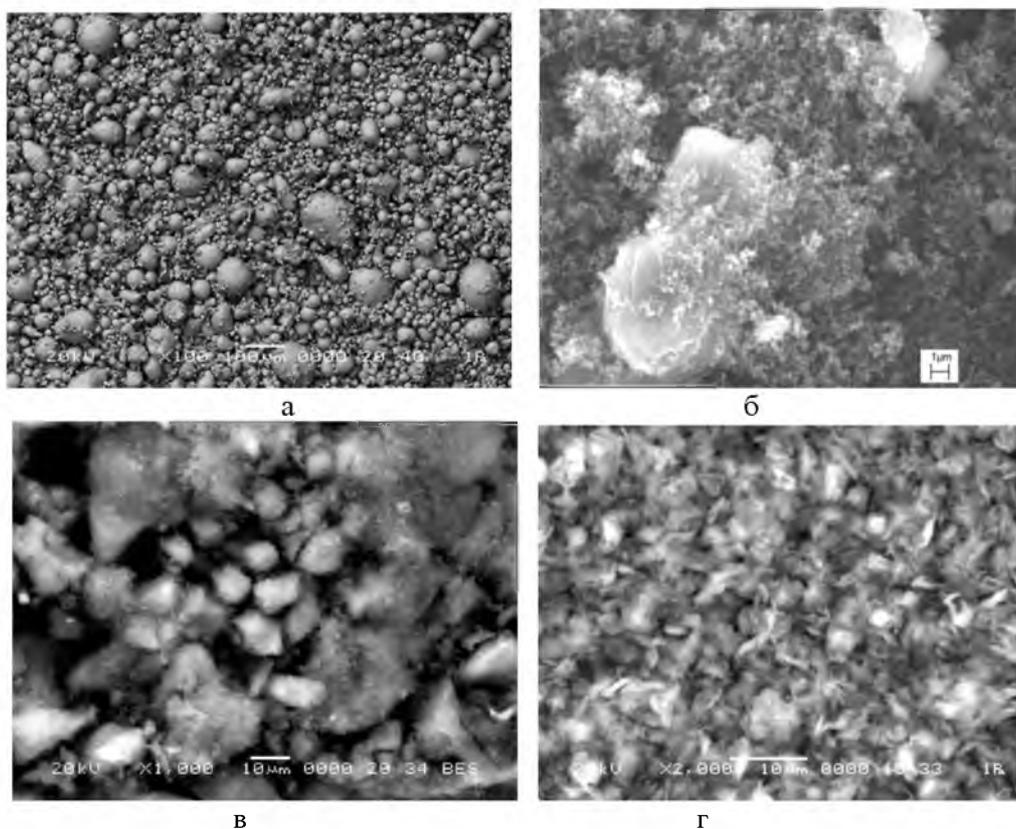


Рисунок 1 – Топограммы порошка: а – исходный порошок алюминия, б – тонкая структура фуллереновой сажи, в – тонкая структура порошка фуллереновой черни, г – порошок микрокристаллического углерода

1.2 Фуллереновая сажа. Результаты исследования порошка фуллереновой сажи ФТИ им. А.Ф. Иоффе, РАН в сканирующем электронном микроскопе приведены на рисунке 1б. Порошок состоит из дисперсных частиц сажи и крупных частиц фуллеренов.

1.3 Фуллереновая чернь (ФЧ). Исследования показали, что фуллереновая чернь на 100% состоит из сажистого углерода, какие-либо другие примеси в ФЧ не обнаружены. Порошок состоит из частиц небольшого размера от 3-5 мкм и очень больших частиц, но все это только конгломераты.

По данным [1], фуллереновая чернь представляет собой черный мелкодисперсный порошок с размерами частиц 40–50 нм, что следует из данных сканирующей электронной микроскопии (рисунок 1в).

1.4 Микрокристаллический углерод. Результаты исследования порошков микрокристаллического углерода различной дисперсности показали, что частицы углерода имеют как вид пластинок, чешуек, типичных для гексагонального кристаллического строения, так и микрогранул сферической формы. На рисунке 1г в качестве примера приведена топограмма микрокристаллического углерода.

## 2. Результаты исследований шихты после ее механоактивации.

Исследования показали, что в шихте системы Al-Спри ее механоактивации протекают процессы пластического деформирования исходных порошковых компонентов и не наблюдается изменений элементного и фазового составов. При этом полученные топограммы порошков шихты с различными углеродными добавками схожи. На рисунке 2 в качестве примера приведены топограммы порошка шихты Al + 10% фуллереновой сажи.

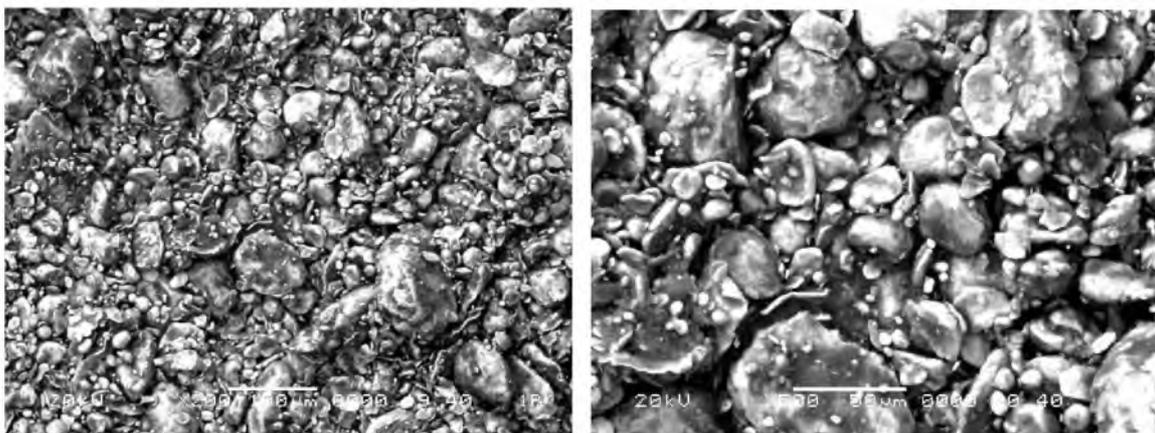
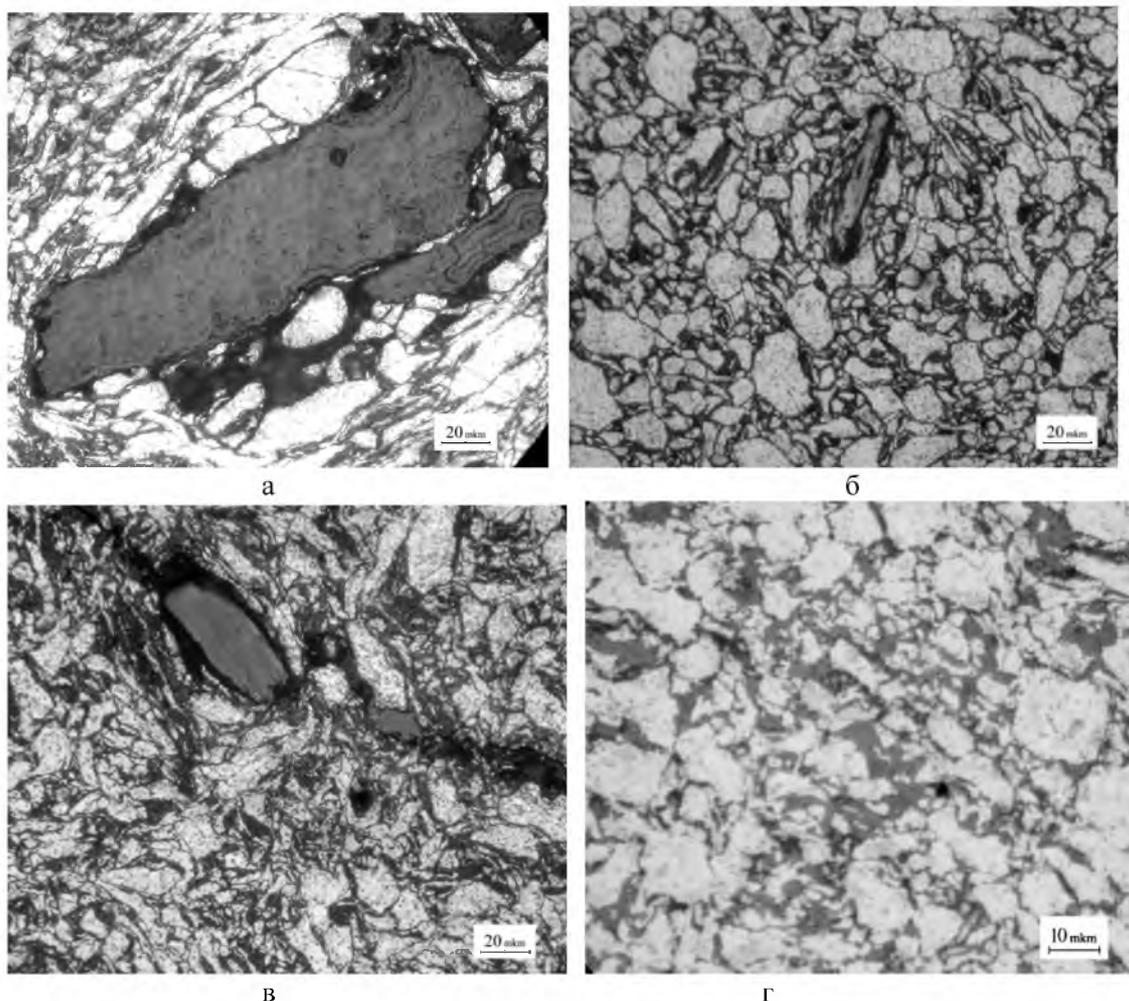


Рисунок 2 – Топограммы порошка Al + 10% фуллереновой сажи после механоактивации

## 3. Результаты исследований композиций Al-C после экструдирования шихты.

На этом этапе исследований проводилось изучение структурного состояния полученных экструдированием лигатур. При этом в образцах выявлены необычные для Al-C сплавов сверхтвердые частицы серого цвета различных модификаций (рисунок 6). При замерах микротвердости (представляют большую трудность) этой фазы обнаружен эффект восстановления отпечатка индентора, что указывает на ее весьма высокие упругие свойства. Микрорентгеноспектральным анализом EDX установлено, что эта сверхтвердая фаза – углеродная (рисунок 3).



а

б

в

г

Рисунок 3 – Микроструктура образцов лигатур Al-C:

а – Al + 10% фуллереновой черни,  $\times 500$ ; б – Al + 10% фуллеренов,  $\times 500$ ; в – Al + 10% фуллереновой сажи,  $\times 500$ ; г – Al + 10% микрокристаллического углерода,  $\times 500$

В микроструктуре ряда образцов (особенно в серии с фуллереновой чернью) наблюдались частицы серой фазы с волнистой (глобулярный рельеф), без следов шлифования-полирования поверхностью (рисунок 3, а), имеющие очень высокую микротвердость: отпечатки индентора на изображении практически не видны, отпечатки съезжают с частицы, оставляя кресты со сколом. Такое поведение этой фазы при измерении микротвердости свидетельствует о том, что их твердость близка к твердости алмаза.

Такую фазу содержат все изготовленные с нанокристаллическими добавками образцы – и с фуллереносодержащей сажей, и с фуллереновой чернью, и с фуллеренами  $C_{60}$  (рисунок 3). Анализ показал, что размеры, форма и количество особотвердой чисто углеродной фазы с высокой упругостью различны в лигатурах разных составов.

Анализ результатов исследования структурного состояния образцов композиций Al-микрокристаллический углерод после экструдирования шихты показал равномерное распределение углеродной составляющей (черных и серых включений) в алюминиевой матрице (рисунок 3г). При этом малые размеры углеродных включений не позволяют произвести замеры их микротвердости, что не дает возможности идентифицировать их как сверхтвердые углеродные фазы, которые были получены в случае использования нанокристаллических добавок.

4. Результаты исследований алюминиевых сплавов, полученных литьем с использованием сплава АК9 в качестве базового и лигатур Al-C.

На этом этапе исследований проводилось изучение методами световой и сканирующей электронной микроскопии, рентгеновской дифракции и микрорентгеноспектрального анализа,

измерения микротвердости структурного состояния сплавов полученных литьем с использованием сплава АК9 в качестве базового и лигатур Al-C, вводимых в расплав из расчета 10% мас. от общей массы сплава.

Результаты исследования микроструктуры приведены на рисунке 4. Анализ этих исследований показал, что все полученные композиты системы Al-С имеют модифицированную структуру металлической основы с распределенной в ней углеродной структурной составляющей.

Как видно из представленных рисунков, наблюдаются существенные отличия в количестве, структуре и характере распределения этих углеродных включений в объеме сплавов, полученных с использованием различных модификаций применяемого углеродного сырья. При этом все образцы композитов, полученные с использованием микрокристаллического углерода различной дисперсности, имеют схожее строение и распределение углеродных фаз: наибольшее, по сравнению с остальными образцами, количество углеродных включений, преимущественно компактной формы, близкой к шаровидной и незначительные по объему дисперсные выделения (рисунок 4а).

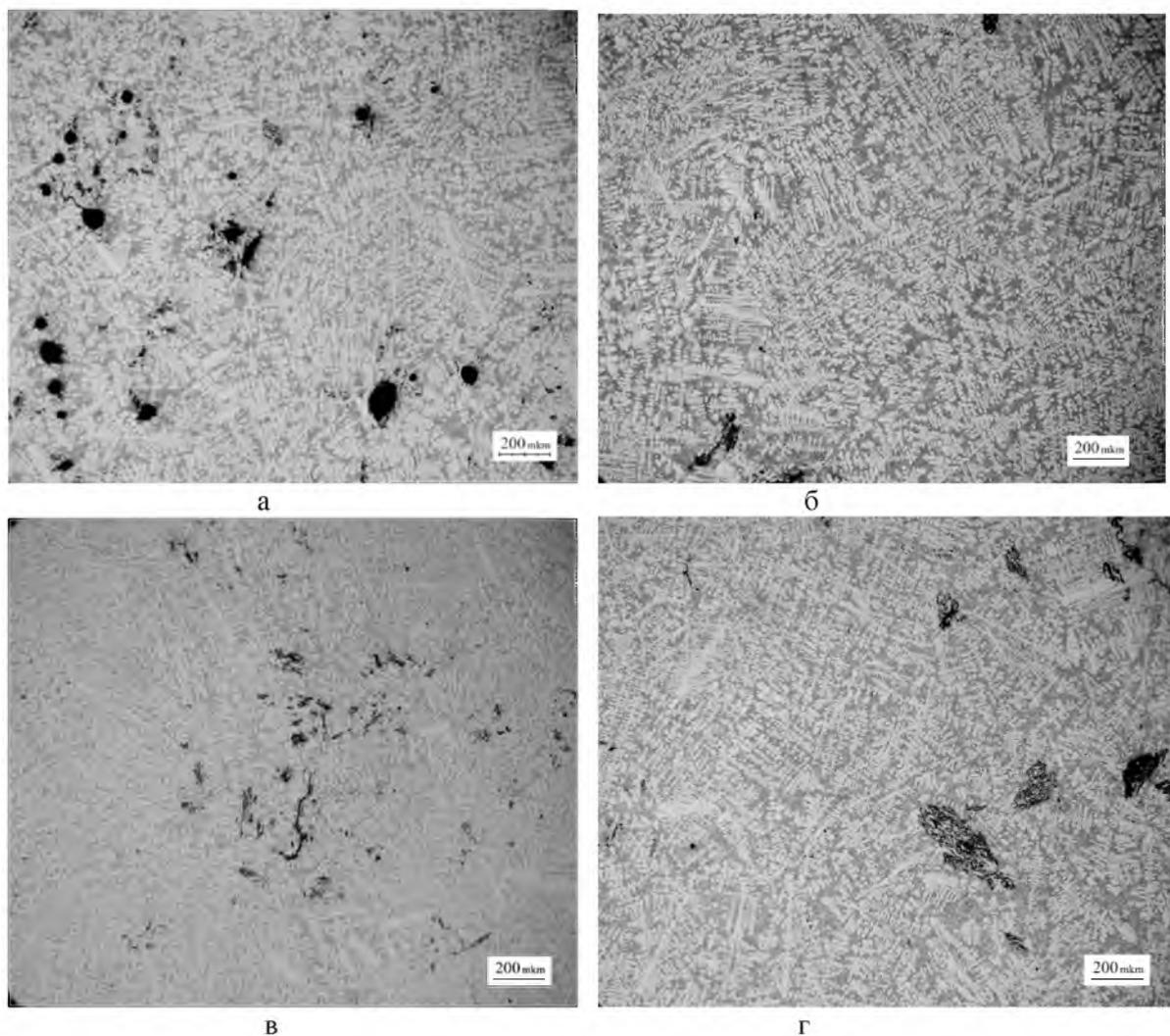


Рисунок 4 – Микроструктура образцов композитов, после травления:

а – с использованием микрокристаллического углерода; б – с использованием S60; в – с использованием фуллереновой сажи; г - с использованием фуллереновой черни;

С другой стороны, образцы композитов, полученных с использованием наногуглеродных материалов (фуллеренов, фуллереной сажи и черни) также имеют схожее строение и распределение углеродных фаз: существенно меньшее, по сравнению с образцами, полученными с

использованием микрокристаллического углерода, количество углеродных дисперсных включений, распределенных отдельными колониями в виде сетки (рисунок 4). В ходе перегрева расплава на 120–180°C выше температуры ликвидуса происходит полное усвоение лигатуры и равномерное распределение ее составляющих по всему объему расплава. Данный интервал перегрева расплава также способствует повышению степени растворимости газов, что уменьшает газонасыщенность сплава. Перегрев расплава на большую температуру, например 200°C, приводит к всплыванию дисперсных частиц углеродосодержащего материала на поверхность расплава, дополнительным энергозатратам и снижению производительности. Перегрев на меньшую температуру, например 100°C, не обеспечивает полного растворения лигатуры и оптимальной однородности расплава, что отражается на свойствах заготовки.

Таким образом, полученные результаты исследований определяют принципиальную возможность введения в структуру алюминиевого сплава ультрадисперсного углеродосодержащего сырья используемых модификаций и дисперсности.

Как было показано выше, все полученные композиты системы Al-C имеют модифицированную структуру металлической основы с дисперсно распределенными включениями интерметаллидов (рисунки 4). Как показали полученные результаты исследований микротвердости, вышеуказанные интерметаллиды характеризуются существенно более высокой микротвердостью по сравнению с основой. Определение истинных значений микротвердости интерметаллидов при проведении исследований вызывало затруднения ввиду малых размеров их включений. Однако при этом были получены значения твердости на уровне 4000-5000 МПа, при твердости основы – 1000-1300 МПа. Таким образом, на основании вышеизложенного можно заключить, что дисперсное распределение вышеуказанных интерметаллидов оказывает упрочняющее действие на структуру композитов Al-C.

#### ЛИТЕРАТУРА

- [1] Курганова Ю.А., Чернышова Т.А., Кобелева Л.И. Дискретно армированный композиционный материал как альтернатива традиционным антифрикционным материалам. *Технология металлов*, 2005, №10, с.30-34.
- [2] Грибков А.Н., Асенов А.А., Жежер М.В., Золотаревский В.С. Структура и свойства дисперсно упрочненного композиционного материала, получаемого методом механического легирования // *Технология легких сплавов*, 1993, №12, с. 53-59.
- [3] Effect of deformation and ceramic reinforcement on work hardening behavior of hot extruded Al-SiC metal matrix composites / Goswami R.K., Dhar Ajay, Srivastava A.K., Gurta Anil K. // *J. Compos. Mater.*, 1999, 33, № 13, с.1160-1172.4
- [4] Microstructure and tensile properties, of squeeze cast SiC particulate reinforced Al Si alloy / Karnezis P.A., Durrant G., Cantor B. // *Mater. Sci. and Technol.*, 1998, 14, № 2, 97-107.
- [5] J.Singh, A.T.Alpas. High-temperature wear and deformation processes in metal matrix composites // *Metallurgical and Materials Transactions, A*, 1996, volume 27A, p3134.
- [6] Sliding, wear response of an Al Cu alloy the influence of SiC particle reinforcement and test parameters / Prasad B. K., Jha A.K., Modi O.P., Das S., Dasgupta R., Yegneswaran A.N. // *J.Mater. Sci. Lett.*- 1998.-17, № 13, p. 1121 - 1123.
- [7] Chuvildeev V.N., Nieh T.G., Gryaznov M.Yu, Kopylov V.I., Sysoev A.N. Superplasticity and internal friction in microcrystalline magnesium alloys processed by ECAP. *Scripta Materialia*, 2004, Vol.50, №6.
- [8] Волочко А. Т. Переработка и использование алюминиевых отходов в производстве порошков, паст, композиционных и керамических материалов. Минск: Беларус. наука, 2006. 302 с.
- [9] Kroto H. C60: Buckminsterfullerene. H. Kroto, J. Heath, S. O'Brien et al. *Nature*. 1985, Vol. 318, 162-163.
- [10] Гусева. И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2009. 416 с.

#### REFERENCES

- [1] Kurganova Y.A., Chernyshova T.A., Soboleva L.I. Discrete reinforced composition the material as an alternative to conventional anti-friction materials. *Metal technology*, 2005, №10, s.30-34. (in Russ.).
- [2] Fungi A.N., Asenov A.A., Zhezhera M.V., Zolotarevskii B.C. The structure and its dispersion reinforced composite material obtained by mechanical alloying. *Technology of Light Alloys*, 1993, №12, p. 53-59. (in Russ.).
- [3] Effect of deformation and ceramic reinforcement on work hardening behavior of hot extruded Al-SiC metal matrix composites. Goswami R.K., Dhar Ajay, Srivastava A.K., Gurta Anil K. *J. Compos. Mater.*, 1999, 33, № 13, с. 1160-1172.4 (in Eng.).
- [4] Microstructure and tensile properties, of squeeze cast SiC particulate reinforced Al Si alloy. Karnezis P.A., Durrant G., Cantor B. // *Mater. Sci. and Technol.*, 1998, 14, № 2, 97-107. (in Eng.).
- [5] J.Singh, A.T.Alpas. High-temperature wear and deformation processes in metal matrix composites. *Metallurgical and*

*Materials Transactions*, 1996, volume 27A, p3134. (in Eng.).

[6] Sliding, wear response of an Al Cu alloy the influence of SiC particle reinforcement and test parameters. Prasad B. K., Jha A.K., Modi O.P., Das S., Dasgupta R., Yegneswaran A.N.. *J.Mater. Sci. Lett.* 1998, № 13, p. 1121 - 1123. (in Eng.).

[7] Chuvildeev V.N., Nieh T.G., Gryaznov M.Yu., Kopylov V.I., Sysoev A.N. Superplasticity and internal friction in microcrystalline magnesium alloys processed by ECAP. *Scripta Materialia*, 2004, Vol.50, №6. (in Eng.).

[8] Volochko AT processing and the use of aluminum in the production of waste-stve powders, pastes, composite and ceramic materials. *Minsk: Belarus. Science*, 2006, 302 pp.

[9] Kroto H. C60: Buckminsterfullerene. H. Kroto, J. Heath, S. O'Brien et al. *Nature*. 1985, Vol. 318, 162-163. (in Eng.).

[10] Gusev A.I. Nanomaterials, nanostructures, nanotechnology. М.: *FIZMATLIT*, 2009. 416 p. (in Russ.).

## УЛЬТРАДИСПЕРСТІ ШИКІЗАТ ҚОЛДАНУЫМЕН АЛЮМИНИЙ ҰЯҚАЛЫБЫ НЕГІЗІНДЕ КОМПОЗИЦИЯЛЫҚ МАТЕРИАЛДАРДЫ АЛУЫ

А.Б. Найзабеков<sup>1</sup>, С.Н. Лежнев<sup>1</sup>, Г.Г. Курапов<sup>2</sup>, А.В. Волокитин<sup>2</sup>, И.Е. Волокитина<sup>2</sup>, Е.П. Орлова<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Руднендік индустриалды институты, Рудный қаласы

<sup>2</sup>Қ.И. Сәтбаев атындағы Қазақ Ұлттық Техникалық Зерттеу Университеті,  
Алматы қаласы

**Түйін сөздер:** фуллерен, фуллерен құрымы, қарамтыл, микрокристалды көміртегі, композит, алюминий, микроқұрылым, микроқаттылық, қасиеттер.

**Аннотация.** Бұл жұмыста бұйымдарды құю-деформациялау технологиясымен жасалануының Беларусь ФТИ НАН жобалаған әртүрлі түрлендіру негізінде көміртегі лигатура (силуминдер) құрамымен (графит түрінде микрокристалды және фуллерен, фуллерен құрымы, фуллерен қарамтыл нанокөміртегі қосымшалар түрінде) алюминий қорытпаларын өңдеудің кешенді зерттеулер жүргізуіне арналған.

Элементті, фазалық құрамы, құрылымдық күйі және бастапқы компоненттердің механикалық және триботехникалық көрсеткіштері, механообелсенділігінен кейін Al-C жүйесінің шихтасы, шихтаның (экструдирлеу) қарқынды пластикалық деформациядан кейін лигатураның және лигатурамен өңдеуден кейін құйылған алюминий дайындамалары зерттелген.

Кезеңмен оларды алудың және термомеханикалық әсерінен кейін Al-C жүйесінің құрылымның пайда болу үрдістері зерттелген. Бұл кезде лигатураларда көміртегі асақатты фазалардың пайда болуына үлкен көңіл бөлінді, мұнда микрокристалды графит орнына нанокөміртегі қосымшалар қолданылады. Шихтаның активті болу кезінде алынған лигатураның құрылымдық күйі (механоактивациясы және диспергирлейтін құралдарда және қарқынды пластикалық деформациясы кезінде) оларды қоспа түрінде қолдануы тиімділігін анықтайды, сол сияқты тек дисперсті беріктенуін ғана емес, жоғары үйкеліске қарсы, пластикалық және беріктік қасиеттердің жиынтығына ие композиттер құруы кезінде қорытпаның түрлендіруін қамтамасыз етеді.

Зерттеулер нәтижелері жоғары бағалы фуллерендер қолдануымен алынған алюминий композиттері арзан нанокөміртегі материалдарды (фуллеренді құрымы, фуллеренді қарамтыл) қолдануымен алынған композиттерді салыстырғанда құрылымның пайда болуының принципіалды салыстыруы анықталмады.

Поступила 16.05.2016 г.