

МИКРОСТРУКТУРНЫЕ, МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КОМПОЗИТОВ С ГИБРИДНОЙ МАТРИЦЕЙ Al/Cu, УПРОЧНЕННЫХ КЕРАМИЧЕСКИМИ ЧАСТИЦАМИ

© 2024 г. Эсад Кайя^а, *, Пелин Чагум Токат Биргин^б

^аФакультет машиноведения, Эскишехирский университет Османгази, Эскишехир, 26480 Турция

^бФакультет металлургии и металловедения, Университет Кютахья Думлупинар, Кютахья, 43020 Турция

*e-mail: esatkaya@ogu.edu.tr

Поступила в редакцию 14.09.2023 г.

После доработки 10.01.2024 г.

Принята к публикации 02.02.2024 г.

Алюминий и его сплавы имеют широкий диапазон применения благодаря его низкой плотности, стоимости и высокой удельной прочности. Особенно перспективными являются композиты с матрицей Al–Cu с превосходными микроструктурными и механическими характеристиками. За счет образования интерметаллида, содержащего Cu, свойства сплавов на основе Al были значительно улучшены. В данном исследовании композиты с матрицей из чистого алюминия и Cu, упрочненные керамическими микрочастицами на основе карбида SiC и оксида ZrO₂, были изготовлены методами порошковой металлургии. Исходные смеси Al–Cu трех различных составов были подвергнуты жидкофазному спеканию в трубчатой печи при температурах 380°C и 580°C в течение 4 ч в инертной атмосфере. Согласно результатам, полученным с помощью сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии, все образцы имеют однородную микроструктуру. Было обнаружено, что повышение температуры спекания увеличивает плотность композита. Добавление в композит преимущественно Cu и керамических упрочняющих частиц повысило твердость почти в 2 раза. За счет образования интерметаллидов были получены самые высокие значения твердости, например 173.73 HV, для образцов с большим содержанием Cu. В ходе испытаний на износ было обнаружено, что образцы, спеченные при высоких температурах, имеют лучшие трибологические характеристики. Так, увеличение содержания Cu улучшает фрикционное поведение образцов. Увеличение содержания Cu усиливает образование интерметаллидов в образцах с высоким содержанием Cu, спеченных при более высоких температурах, износостойкость возросла в 2–6 раз. По результатам проведенных испытаний были определены оптимальные химические составы и параметры изготовления.

Ключевые слова: порошковая металлургия (ПМ), интерметаллиды, композиты с матрицей из гибридных металлов

DOI: 10.31857/S0015323024070116, EDN: JRCFPC

ВВЕДЕНИЕ

Вторым, наиболее распространенным в земной коре элементом, является алюминий [1]. Поэтому сплавы Al нашли широкое применение для изготовления различных деталей машин с начала индустриальной эпохи и до настоящего времени [2]. Плотность Al и его сплавов варьируется от 2.5 г/см³ до 2.7 г/см³, при этом плотность стали (7.83 г/см³) в три раза выше. Благодаря приемлемой стоимости алюминиевые сплавы являются наиболее востребованными сплавами после стали [1]. Al и его сплавы имеют множество применений, в том числе при работе в тяжелых условиях, где требуется пластичность и способность выдерживать большие

нагрузки, например, внутренние детали автомобилей, поршни двигателей внутреннего сгорания и лопатки компрессоров газовых турбин [1]. Сплавы алюминия широко используются в промышленном секторе благодаря небольшому весу, высокой коррозионной стойкости и исключительным механическим свойствам [2, 3]. В качестве примера можно привести авиационную и автомобильную промышленность и морскую индустрию — во всех случаях приходится иметь дело с воздействием экстремальных факторов окружающей среды [1]. Использование сплавов алюминия позволяет повысить производительность и снизить расход топлива в системах с движущимися частями, в основном за счет сни-

жения их веса [2]. Хотя монолитные сплавы Al обладают приемлемыми механическими свойствами, они не отвечают требованиям к трибологическим характеристикам. Таким образом, простые монолитные сплавы Al нуждаются в улучшении свойств на растяжение, износостойкость, усталость и разрыв [4, 5]. Во многих случаях в промышленности возникает потребность в разработке новых материалов, обладающих одним или несколькими из перечисленных выше свойств [5]. Например, машиностроительные отрасли нуждаются в сплавах Al с более высокими или улучшенными характеристиками. С этой целью были разработаны композиты с алюминиевой матрицей (АМС) [5, 6]. Развивается промышленное изготовление материалов на основе АМС [7]. По литературным данным [5, 8, 9] исследователями были разработаны монолитные традиционные сплавы Al с различными оксидными и карбидными упрочняющими фазами. Однако предельное содержание твердой фазы отрицательно влияет на вязкую матрицу. К полезным свойствам АМС можно отнести повышенную жесткость, электропроводность, коррозионную стойкость, стойкость к тепловому удару, трибологические характеристики и пониженную плотность по сравнению с материалами из монолитного алюминия [5, 10, 11]. Во многих исследованиях использовали различные упрочняющие материалы, такие как оксиды [12], карбиды [13], графен [14], алюминиды [15], интерметаллиды [16] и различные элементы [17]. Исследования показали, что характеристики АМС улучшаются за счет образования алюминатных соединений при добавлении в химический состав сплава чистых элементов [18–21]. Дополнительные упрочняющие фазы улучшают трибологические характеристики полученных АМС. Исследования в основном направлены на повышение прочности, износостойкости, электропроводности и пластичности. К сожалению, в литературе недостаточно исследований и критических замечаний о том, как наиболее часто исследуемые упрочняющие оксиды и карбиды могут быть использованы вместе с интерметаллидами. Лишь в немногих исследованиях сочетают оксидную и карбидную керамику с алюминиевым сплавом. Видно, что не очень типично использовать такие фазы, как керамические частицы на основе оксидов или карбидов, и интерметаллиды, которые легко получать и внедрять в Al матрицу.

В рамках данного исследования в Al матрицу планируется добавлять в основном, чистый элемент Cu, ZrO_2 и SiC в различных количествах. Для получения требуемых химических соединений были использованы методы порошковой

металлургии. Химический состав получаемых образцов и параметры обработки оптимизировали с использованием микроструктурных исследований, механических и трибологических испытаний. В результате проведенных анализов были определены оптимальный химический состав и параметры получения композитов.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве исходных порошков использовали порошок Al (40 мкм, 99.9%, изготовитель Nanokar), порошок Cu (44 мкм, 99.9%, изготовитель Nanokar), SiC (5 мкм, изготовитель Siko UF10), и ZrO_2 (25 мкм 99.99%, изготовитель Metco). В данном исследовании применяли метод порошковой металлургии. Для матрицы Al/Cu были определены три различных состава, приведенные в табл. 1. Содержание упрочняющих добавок поддерживалось неизменным и составляло 2% по объему для SiC и 5% по объему для ZrO_2 . Смеси порошков помещали в полиэтиленовый контейнер для смешивания, содержащий шарики диаметром 10 мм, добавляли спирт и смесь гомогенизировали в мельнице тонкого помола, вращающейся со скоростью 100 об/мин. Образцы формовали в таблетки на гидравлическом осевом прессе (изготовитель Carver) путем приложения давления 8 МПа. Затем таблетки подвергали прессованию на холодном изостатическом прессе (MSE-CIP) при давлении 200 МПа. Полученные образцы помещали в глиноземных тиглях в трубчатую печь с атмосферой Ar. Использовали метод жидкофазного спекания. Спекание трех различных составов выполняли при двух различных температурах: 4 ч при 380°C и 4 ч при 580°C. Плотность спеченных композитов рассчитывали по методу Архимеда.

Температура плавления спекаемых компонентов Al, Cu, ZrO_2 и SiC составляет 660°C, 1085°C, 2730°C и 2715°C, соответственно. Были получены данные о морфологии поверхности, микроструктурные характеристики образцов, определены присутствие и местонахождение добавок (ZrO_2 , SiC и интерметаллидов на основе Cu) в Al матрице, а также общий химический состав и морфология фаз.

Для определения фаз композитных образцов применяли рентгеновский дифрактометр (Rigaku Miniflex), работающий при напряжении 30 кВ и токе 30 мА с использованием излучения Cu K α . Дифрактограммы получали сканированием образцов при углах 2 θ между 20° и 80°, с шагом 2 град/мин. Дифрактограммы идентифицировали с помощью программы Panalytical X'pert high score и программы индексирования.

Исследование микроструктуры выполняли на оптическом микроскопе Nikon Clemex, на скани-

Таблица 1. Химический состав образцов

Образец	Параметры спекания	Al, вес. %	Cu, вес. %	SiC, об. %	ZrO ₂ , об. %
1	380°C, 4 ч	баланс	10	2	5
2			20		
3			30		
4	580°C, 4 ч	баланс	10	2	5
5			20		
6			30		

рующем электронном микроскопе FEI NovaNano-SEM650 и на рентгеновском энергодисперсионном спектрометре EDAX Trident, с разрешением от 0.8 нм при 15 кВ до 3.5 нм при 100 В.

Твердость образцов оценивали по методу Виккерса. Среднее значение твердости определяли по результатам трех вдавливаний с учетом стандартного отклонения. Измерения выполняли с помощью стандартного устройства Future Tech FM-800 при нагрузке 25 кГс и времени выдержки 10 секунд.

Трибологические характеристики также были проверены с помощью стандартных испытаний на износ. Были выполнены испытания износостойкости согласно стандарту ASTM G99 методом “шарик по диску” с помощью трибометра CSM. В качестве контртела использовался шарик из карбида вольфрама (WC-Co) диаметром 3 мм. Все испытания выполнялись на диске диаметром 6 мм. Нагрузка при испытании составляла 3 Н, скорость вращения 196 об/мин (линейная скорость 3 см/сек). Путь трения составлял 100 метров. Поперечное сечение образовавшейся после экспериментов изношенной поверхности определяли с помощью профилометра для измерения шероховатости Mitutoyo SJ-400. При измерении шероховатости изношенной поверхности использовался фильтр Гаусса. В ходе испытаний регистрировались мгновенные значения коэффициента трения. Для детального исследования трибологических свойств полученных образцов была проведена оценка изношенных поверхностей на сканирующем электронном микроскопе (SEM) и с помощью рентгеновского энергодисперсионного анализа (EDS). Охарактеризован механизм износа.

Теоретическую плотность образцов рассчитывали по правилу смеси, согласно уравнения (1). d_{mmc} и V_{mmc} — это плотность и объемная доля образца, соответственно, d_m — плотность матрицы, d_r — плотность упрочняющей добавки, V_m — объемная доля матрицы и V_r — объемная доля упрочняющей добавки:

$$d_{mmc} \cdot V_{mmc} = (d_m \cdot V_m) + (d_r \cdot V_r). \tag{1}$$

Экспериментальное значение плотности образцов определяли с использованием метода Архимеда по формуле, согласно уравнения (2):

$$\rho = (\rho_1 \cdot W_s) / (W_s - W_a), \tag{2}$$

где W_s и W_a представляют собой массу образцов, взвешенных в воздухе и в воде, соответственно. Так как образцы взвешивали в чистой воде, ρ_1 — плотность чистой воды. Относительное значение плотности рассчитывали как отношение экспериментального значения плотности к теоретическому значению плотности, согласно уравнению (3):

$$\rho_{relative} = \left(\frac{\rho_{experimental}}{\rho_{theoretical}} \right) \cdot 100. \tag{3}$$

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 показаны теоретические, экспериментальные и относительные значения плотности для композитов с гибридной матрицей Al–Cu, изготовленных при двух различных температурах. Влияние температуры спекания оценивали отдельно при 380°C и 580°C; теоретические значения плотности имели тенденцию к увеличению при увеличении объема Cu (при уменьшении объема Al) для всех температур спекания. Если сравнить относительные плотности композитов всех трех составов, то можно сделать вывод, что относительные плотности увеличиваются по мере повышения температуры. При увеличении температуры спекания с 380°C до 580°C плотность образцов могла немного увеличиться из-за возрастания скорости диффузии. В данном исследовании относительная плотность образцов варьируется в пределах от 90 до 93%. Относительная плотность в этом интервале является предельно достижимой для образцов, содержащих два легирующие элемента и две упрочняющие фазы.

На рис. 2 показаны рентгеновские дифрактограммы изготовленных образцов. Образцы были классифицированы в зависимости от температу-

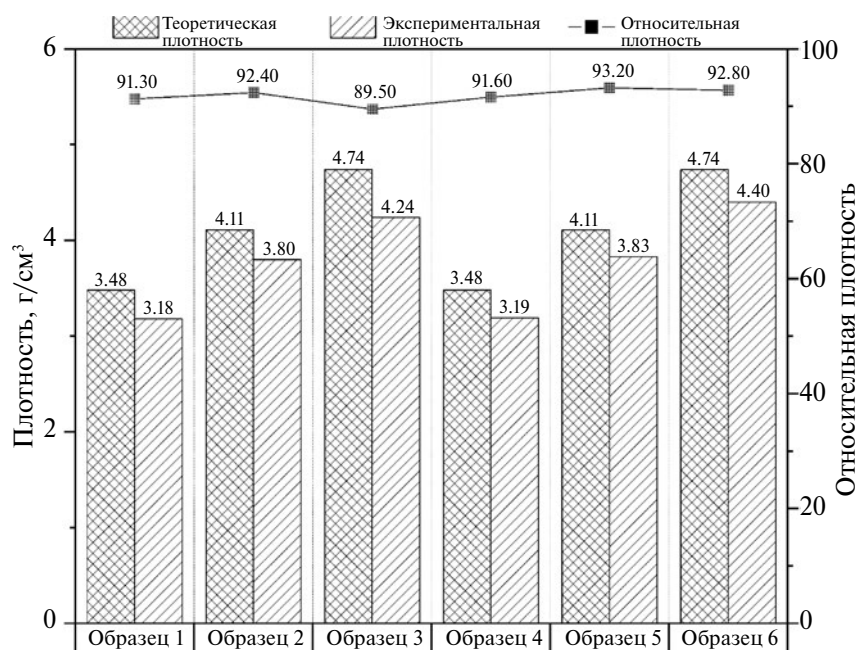


Рис. 1. Значения плотности образцов.

Таблица 2. Данные для пиков с максимальной интенсивностью

Фазы	Температура спекания			
	380°C		580°C	
	Параметр решетки, Å	Плоскости	Параметр решетки, Å	Плоскости
Al	2.3382	(111)	2.0880	(111)
Cu	2.0686	(111)	2.3371	(111)
CuAl ₂	2.1450	(220)	4.2902	(110)
ZrO ₂	2.9515	(101)	2.9465	(101)
SiC	2.6642	(102)	2.6644	(101)

ры спекания. Видно, что ширина пиков уменьшается, а их интенсивность увеличивается с ростом температуры спекания. Для всех образцов были выявлены чистые элементы Al, Cu, упрочняющие оксиды и карбиды, а также сформированная интерметаллидная фаза, содержащая Al и Cu. Как и ожидалось, наиболее интенсивные пики принадлежат Al и Cu, по причине их наибольшего содержания в химическом составе. Также было определено наличие SiC и ZrO₂. Кроме того, наблюдается образование соединения CuAl₂. Интерметаллические соединения обеспечивают улучшение трибологических и механических характеристик. Видно, что интенсивность пиков повышается с увеличением содержания Cu при обеих температурах спекания. Выполненная оценка дифрактограмм согласуется с результатами предыдущего исследования [22–24]. Параметры решетки и кристаллографические плоско-

сти для пиков с максимальной интенсивностью приведены в табл. 2.

На рис. 3 и рис. 4 приведены оптические изображения микроструктуры изготовленных образцов и аналогичные изображения с выделенными интерметаллидами, соответственно. Во всех образцах не наблюдаются разрывы, трещины или пустоты. Это свидетельствует о том, что выбранные параметры изготовления образцов являются вполне приемлемыми. Видно, что образцы становятся более мелкозернистыми при повышении температуры спекания. Повышение температуры спекания способствует образованию межзеренных перешейков, делая структуру зерна более тонкой (рис. 3г, д и е). На рис. 4 показаны выборочно окрашенные фазы, имеющиеся в микроструктуре. Интерметаллическая фаза в микроструктуре изображена красным цветом. Как можно видеть, эта фаза обычно образуется по границам зерен. Границы зерен имеют высо-

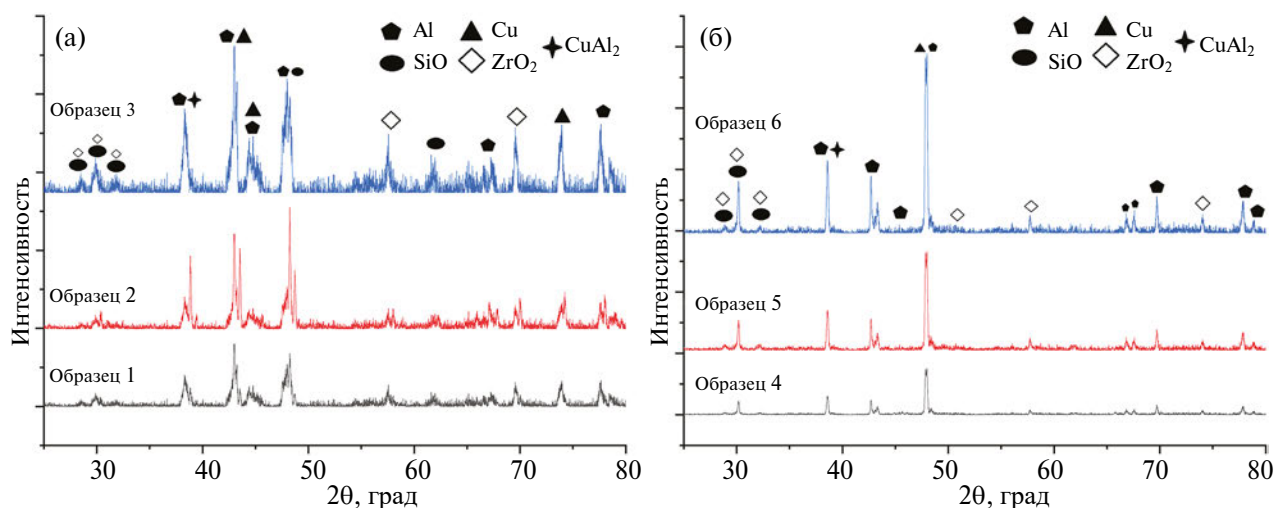


Рис. 2. Рентгеновские дифрактограммы образцов, полученных при различных температурах спекания: (а) 380°C; (б) 580°C. [по оси абсцисс 2θ , град.

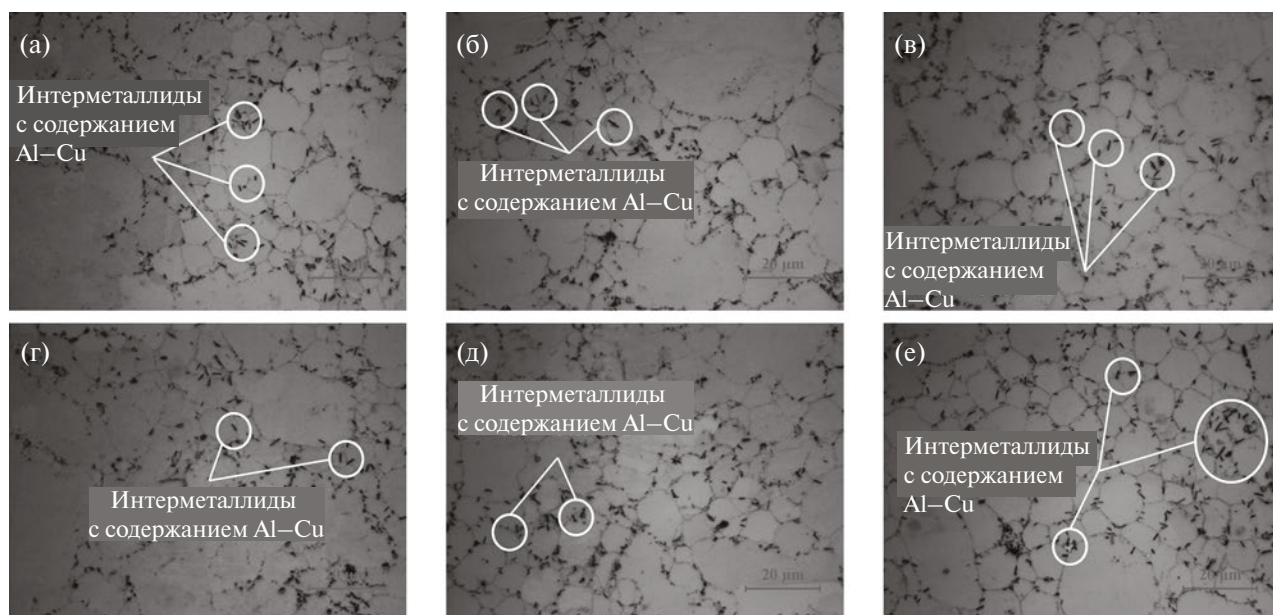


Рис. 3. Оптические изображения микроструктуры изготовленных образцов: (а) образец 1; (б) образец 2; (в) образец 3; (г) образец 4; (д) образец 5; (е) образец 6.

коэнергетическую дислокационную структуру, что стимулирует кинетику образования интерметаллидов. Кроме того, увеличение содержания Cu в композите способствует увеличению количества интерметаллических образований на основе Al–Cu. Соответственно, количество интерметаллидов, образующихся в микроструктуре, в целом повышается.

На рис. 5 приведены полученные на сканирующем электронном микроскопе изображения структуры композитов, спекенных при 380°C и 580°C. На SEM-изображениях структуры спекенных образцов не наблюдалось резких изме-

нений в зависимости от температуры, что касается наличия пустот, разрывов и примесей. Кроме того, на SEM-изображениях структуры образцов, полученных при различном содержании Al/Cu, не наблюдалось различий в распределении зерен по размеру для упрочняющих фаз на основе оксида и карбида. Интерметаллиды алюминий/медь распределены равномерно. На всех образцах выявлено наличие частиц ZrO_2 . Они более светлые, чем матрица и визуально выделяются края частиц. Частицы SiC практически не видны, но однородно распределены по границам зерен матрицы. В то время как границы, на

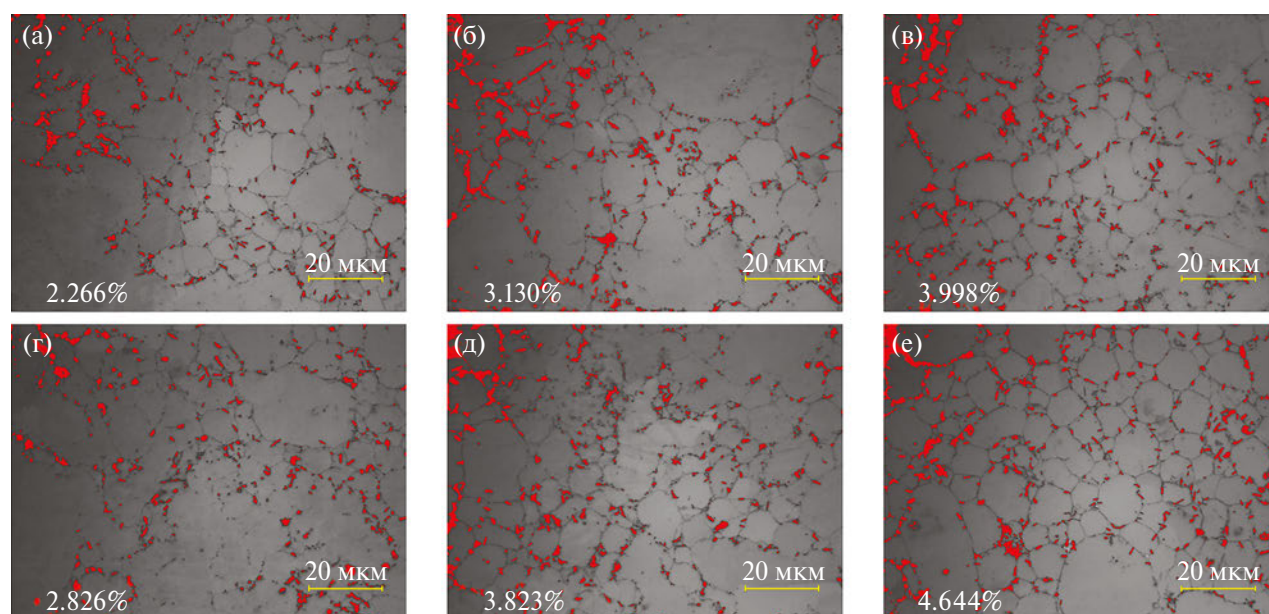


Рис. 4. Предельные оптические изображения интерметаллидов, присутствующих в изготовленных образцах: (а) образец 1; (б) образец 2; (в) образец 3; (г) образец 4; (д) образец 5; (е) образец 6.

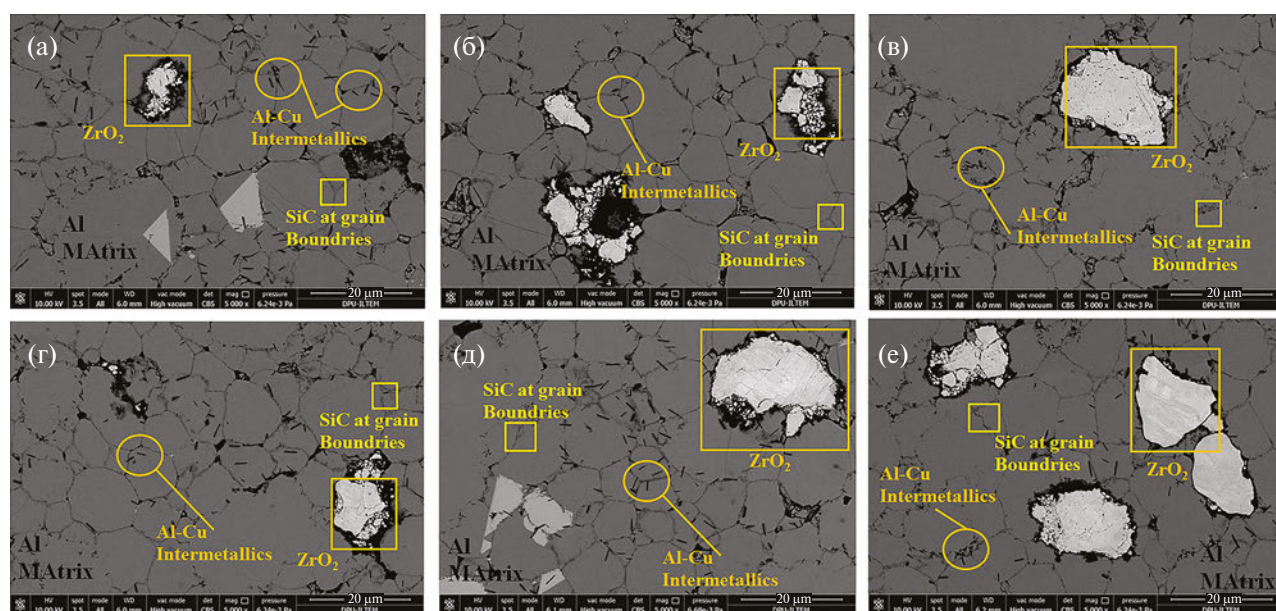


Рис. 5. SEM-изображения структуры изготовленных образцов: (а) образец 1; (б) образец 2; (в) образец 3; (г) образец 4; (д) образец 5; (е) образец 6.

которых выделились интерметаллиды Al/Cu, в большинстве мест имеют четкую линию, линия границ зерен матрицы, где расположены частицы SiC, нечеткая, и очевидно, что присутствует другая фаза. Частицы ZrO_2 не имеют определенного местоположения, например, на границе зерен или внутри. Аналогичная картина наблюдалась и в предыдущих исследованиях. Частицы SiC наблюдались в гибридной матрице и идентифицировались на границах зерен гибридной

матрицы [8]. Для оценки упрочнения внедренным SiC и сформированными интерметаллидами на основе Al—Cu были проведены детальные исследования с использованием сканирующего электронного микроскопа и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (SEM—EDS). На рис. 6 показаны результаты EDX-анализа образца 6 с наибольшим содержанием интерметаллидов. На рис. 6а анализ для лучшего определения зерна SiC выполнялся при увеличении 1000

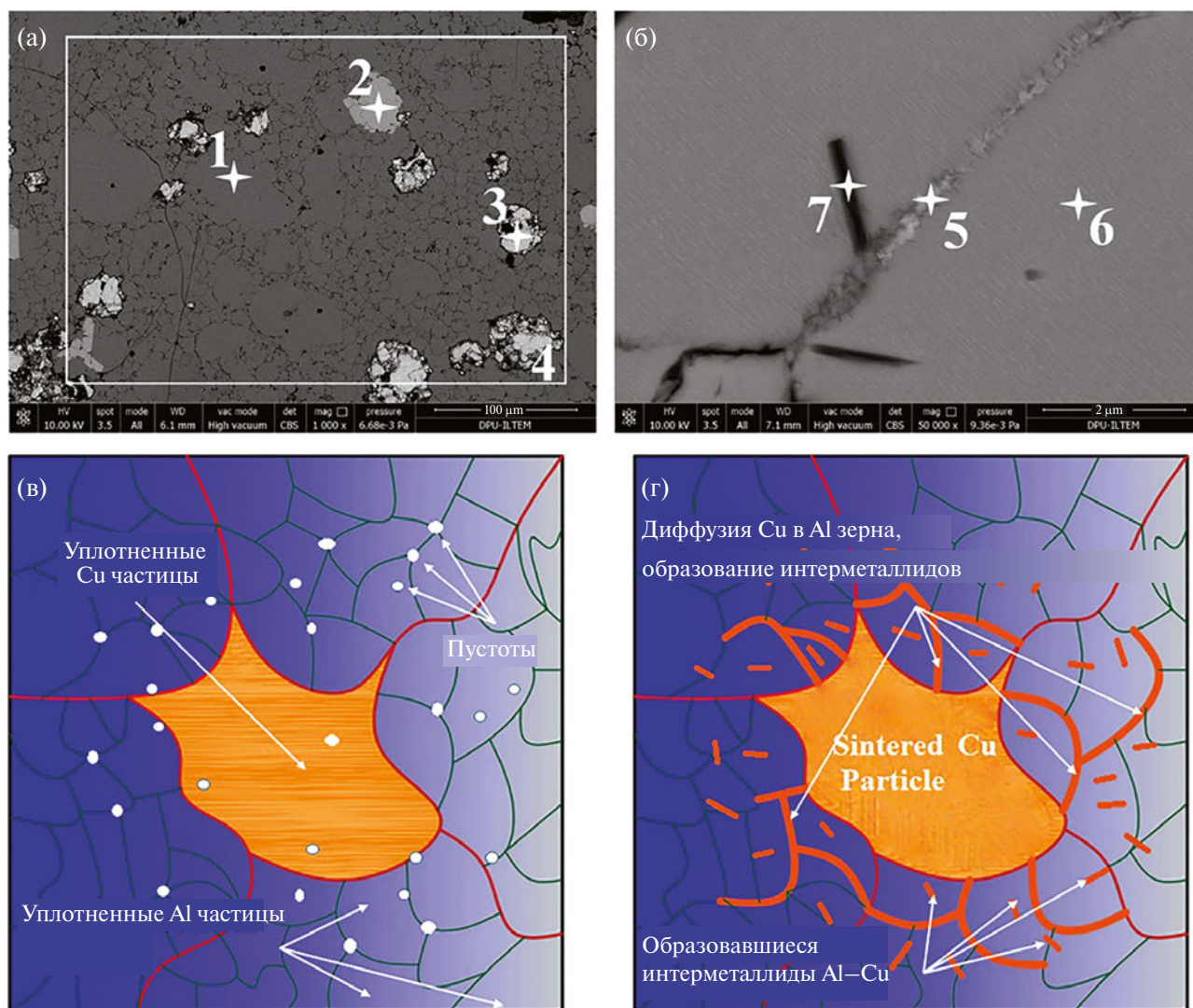


Рис. 6. (а) SEM и (б) EDX-анализы и (в) схематическая иллюстрация механизма компактирования и (г) процесса спекания с формированием интерметаллидов в образце.

крат и EDX-анализ выполнялся при увеличении 50 000 крат (рис. 6б). Химический состав матрицы определялся в точках 1, 2 и 6; среднее содержание Al составляет 56–65%, и среднее содержание Cu составляет 34–42%. EDX-анализ более светлой области показал, что пятно представляет собой интерметаллическое соединение, содержащее Al–Cu. Аналогичным образом исследовалась точка 7 и видно, что в ней образуется интерметаллическое соединение Al–Cu. Показано, что точка 3 является зерном ZrO_2 ; следовательно, она содержит Zr и O. При анализе участка, обозначенного цифрой 4, обнаружены элементы Al, Cu, Zr, O, Si и C, причем их количество соответствует результатам других анализов. Видно, что частицы SiC однородно распределены по матрице Al–Cu. Кроме того, фаза ZrO_2 оста-

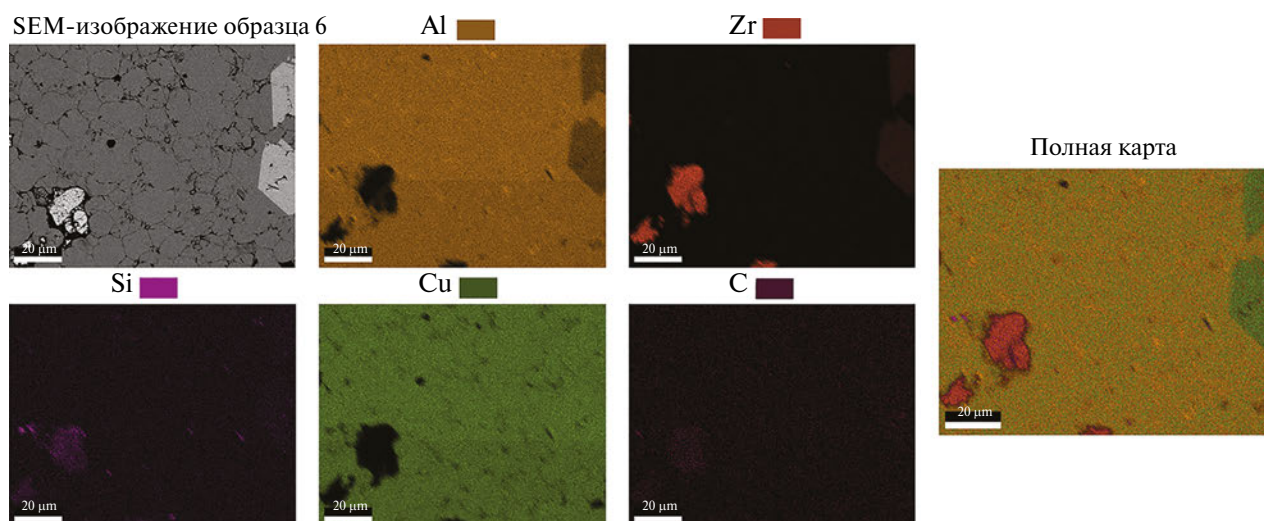
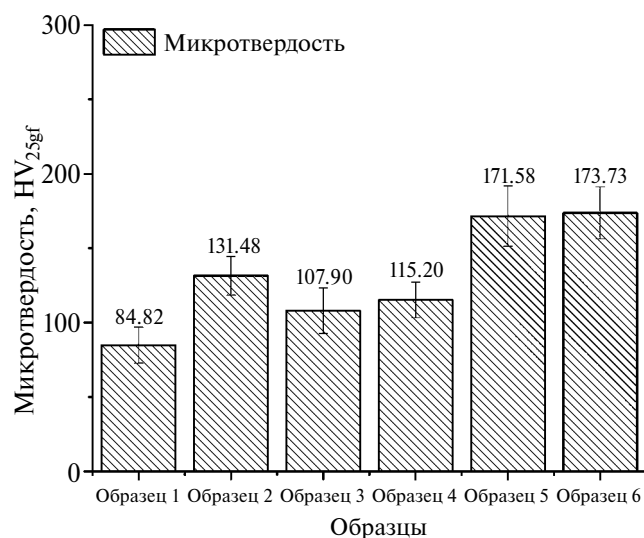
лась в структуре нерасплавленной, как видно на рис. 6а.

В отличие от ZrO_2 , упрочняющая фаза SiC содержит растворенные частицы меди, как показано на рис. 6б. Фаза SiC была обнаружена в разбавленном виде в матрице Al с помощью EDX-анализа, смотри табл. 3. Это подтверждает низкий уровень Si, выявленный при EDX-анализе. Расчетный размер частиц SiC составляет 1.55 мкм. Учитывая наличие Al, Cu, Si и C-содержащих образований на границах зерен, видно, что SiC образовал твердорастворную фазу.

На рис. 6в и г показан механизм образования интерметаллидов в процессе спекания. Жидкофазное спекание является частично активным. По мере повышения температуры жидкая фаза проникает через границы зерен. Благодаря ка-

Таблица 3. Результаты EDX-анализа, выполненного согласно рис. ба и б

Исследуемая точка	Al	Cu	Zr	Si	C	O
1	65.3	34.0				0.7
2	60.2	39.8				
3	1.21	0.9	71.3			26.5
4	55.2	34.3	3.5	2.9	1.6	2.3
5	17.2	8.9		53.6	20.2	
6	55.6	41.7		1.2	0.6	0.7
7	50.4	48.3			1.3	

**Рис. 7.** Полная элементная карта образца 6.**Рис. 8.** Измеренные значения микротвердости образцов.

пильяльному эффекту движущиеся жидкие фазы окружают пустоты и уменьшают их объем. При этом разрывы уменьшаются и даже исчезают.

Равномерное перемешивание порошка перед спеканием обеспечивает распределение частиц меди по всей микроструктуре. Несмотря на высокую температуру плавления, на границах зерен Al наблюдаются образования, вызванные интенсивной диффузией атомов. Такая ситуация схематично показана на рис. 6в для микроструктуры образца, изображенной на рисю 6а. Подобные механизмы образования также были обнаружены в различных исследованиях [9, 25, 26].

Однородность распределения Al и Cu подтверждается рис. 3 и рис. 4. Частица ZrO_2 видна на рис. 5. Частицы SiC были обнаружены на границах зерен матрицы Al/Cu на рис. 6а. На рис. 7 приведена элементная карта образца 6 с наибольшим содержанием интерметаллидов. Границы зерен матрицы не видны на элементной карте на рис. 7. Поскольку содержание SiC невелико, можно предположить, что Si распределен равномерно.

На рис. 8 приведены результаты измерения микротвердости образцов. В целом, самые низкие значения микротвердости обнаружены в образцах, спеченных при 380°C (образцы 1, 2 и 3). В этой группе образцов наименьшую твердость

имеет образец с наименьшим содержанием Си (образец 1 — 84.82 HV). Аналогичная ситуация наблюдалась в группе образцов, спеченных при температуре 580°C. Как можно понять, уменьшение содержания Си свидетельствует о снижении количества образовавшихся интерметаллидов и меньшем измельчении зерна. Поэтому можно говорить об увеличении подвижности дислокаций и снижении прочности. Наибольшие значения микротвердости наблюдались в образцах, спеченных при температуре 580°C. Кроме того, это образцы с наибольшим содержанием Си (образец 3 и образец 6). Наибольшую микротвердость имеет образец 6 — 173.73 HV. При сравнительной оценке групп образцов значения микротвердости увеличиваются по мере повышения температуры спекания. Это указывает на то, что повышение температуры спекания повышает эффективность механизма межзеренного жидкостного спекания образца. Поэтому содержание жидкой фазы между зёрнами увеличивается. Увеличение этих образований приводит к возрастанию плотности образцов. Поэтому образцы с наибольшей относительной плотностью отличаются также высокой микротвердостью (смотри рис. 1 для образца 5 и образца 6, что касается плотности). За счет оптимизации состава сплава и процесса изготовления микротвердость образцов была повышена в 1.3 — 2.1 раза.

Интенсивность изнашивания образцов рассчитывали путем измерения профиля поперечного сечения поверхности, подвернутой износу. В табл. 4 приведены средняя площадь износа и средний коэффициент трения (COF) образцов.

Как можно видеть COF и интенсивность изнашивания изменяются аналогичным образом. Можно сделать вывод, что материалы с большим коэффициентом трения обладают низкими характеристиками изнашивания. Видно, что температура спекания при изготовлении существенно влияет на износостойкость. Повышение температуры спекания уменьшает Интенсивность изнашивания из-за образования межзеренных перешейков. Увеличение содержания Си при низких температурах спекания не оказывало непосредственного влияния на интенсивность изнашивания. Более высокая температура спекания улучшает механические свойства, а также трибологические характеристики. На рис. 9 также показаны интенсивности изнашивания образцов и средние значения COF. Интенсивности изнашивания показаны с основанием 10^{-5} . COF является безразмерной величиной. Наименьшая интенсивность изнашивания обнаружена у образца 6. За этим образцом следуют образцы 4 и 5, соответственно. Такое поведение связано с

Таблица 4. Результаты трибологических испытаний образцов

Номер образца	Средняя площадь износа, 10^{-4}мм^2	COF
1	17.809	0.58
2	11.166	0.33
3	12.278	0.36
4	6.157	0.37
5	3.692	0.29
6	2.993	0.25

температурой спекания. Видно, что износостойкость образцов, полученных при высоких температурах спекания, выше за счет измельчения зерна и образования интерметаллидов и армирования по границам зерен. Кроме того, видно, что износостойкость этой группы образцов улучшается с увеличением содержания Си. При низкотемпературном спекании добавка Си не влияет на износостойкость. В зависимости от температуры спекания и состава сплава интенсивность изнашивания повышается примерно в 1.2–5.9 раза.

На рис. 10 показаны мгновенные изменения COF образцов. Видно, что самые низкие значения COF наблюдались в образцах, спеченных при высоких температурах. Если рассматривать интенсивность изнашивания и COF вместе, то добавление Си и высокотемпературное спекание значительно снизили абразивный износ. С увеличением добавок Си на поверхности образуются легированные медью соединения, которые представляют собой мелкозернистые структуры, повышающие прочность. Поверхности с высокой несущей способностью предотвращают разрушение частиц и косвенным образом обеспечивают стабильность трения и износа. Во время испытаний контролировались мгновенные значения (рис. 10) и видно, что фрикционное поведение остается стабильным на протяжении всего испытания.

Флуктуации COF отсутствуют. Это свидетельствует об отсутствии разрыва частиц на границах раздела. Структуры, образовавшиеся в результате высокотемпературного спекания, содержащие интерметаллиды с высоким содержанием Си и упрочняющие фазы, уменьшают фактическую площадь контакта и препятствуют увеличению значений COF. Как и ожидалось, самые высокие значения COF наблюдались в материалах, полученных при низких температурах спекания и в образцах с низким содержанием Си (образцы 1, 2 и 3), что объясняется слабой силой связи между зёрнами и недостаточным образованием

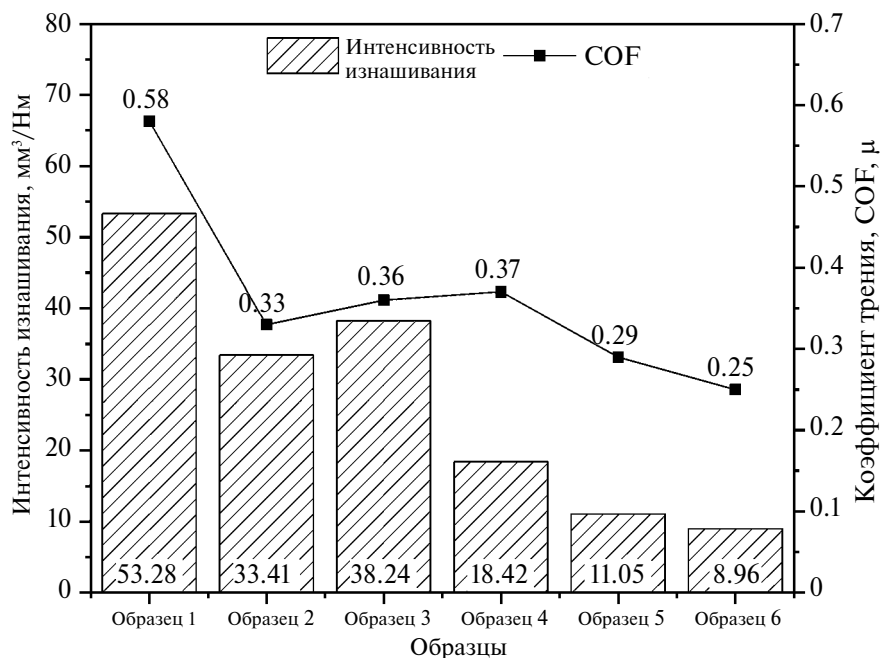


Рис. 9. Интенсивность изнашивания и средний коэффициент трения (COF) образцов.

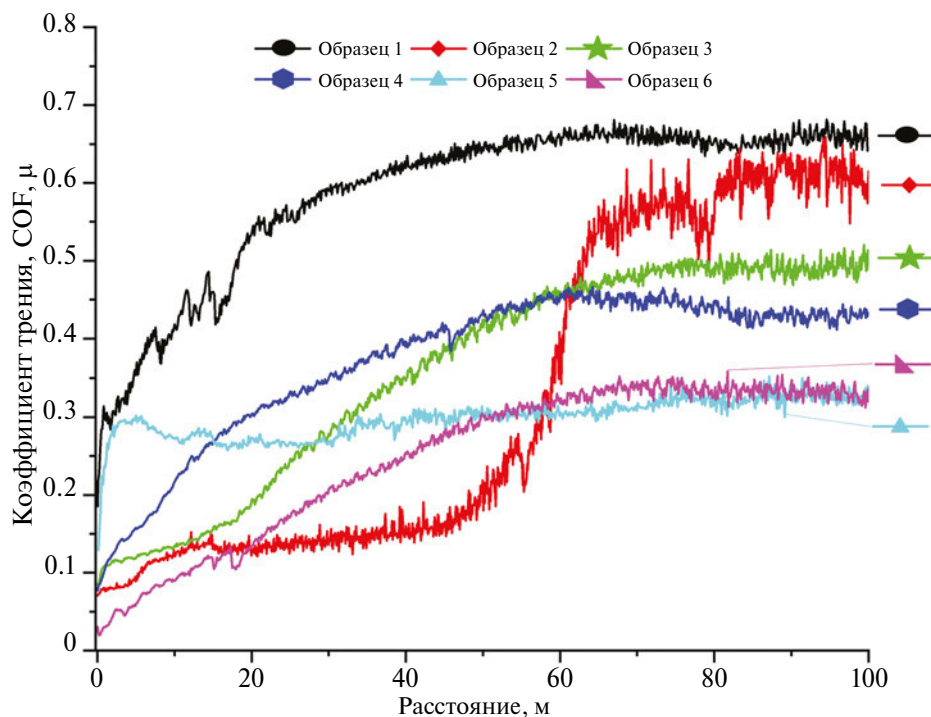


Рис. 10. Изменение COF при износе образцов.

интерметаллидов и упрочняющих фаз. Также аналогичны характеристики COF и износа для образцов, спеченных при низких температурах. При определенном расстоянии наблюдаются

флуктуации. Это свидетельствует о недостаточной несущей способности поверхности и материала матрицы. Эти флуктуации вызваны тем, что остатки, образующиеся при износе и ото-

рвавшиеся от поверхности, остаются на границе раздела и повреждают поверхность. Износ становится по преимуществу абразивным и поэтому является неконтролируемой стадией. Как следствие, образцы 1, 2 и 3 имеют низкую износостойкость и большой коэффициент трения.

На рис. 11 приведены результаты SEM и EDX-анализа поверхностей, подвергнутых износу. Видно, что все образцы имеют каналы на изношенной поверхности, равномерные по ширине. Самые широкие каналы износа наблюдались в образцах 1 и 2. Видно, что эти образцы также имеют самую высокую интенсивность изнашивания. Самые узкие каналы износа наблюдались в образцах 5 и 6. Соответственно, для этих образцов была зафиксирована самая низкая интенсивность изнашивания. Поверхности износа образцов были подвергнуты сравнительному рассмотрению. Следы глубокого абразивного износа выявлены на образцах 1 и 2 (рис. 11а и б, точка 1). Эти царапины образованы в результате контакта с твердым контртелом. EDX-анализ показал наибольшее содержание кислорода в этих образцах. Это указывает на то, что доминирующим механизмом износа является адгезионный. Это свидетельствует о низком химическом сродстве поверхности. Однако трибохимический износ, возникающий на поверхности при увеличении расстояния износа, приводит к тому, что частицы, оторванные от поверхности, становятся абразивом. Поэтому кажущаяся площадь контакта приближается к фактической. Для этих образцов определялось трение и, косвенным образом, наибольшая интенсивность изнашивания. На поверхностях износа образцов 3 и 4 наблюдаются отдельные разрывы (рис. 11в и г). Частично наблюдались фрагменты, отколовшиеся от поверхности из-за недостаточной прочности (рис. 11в точка 2, рис. 1г, точка 3). Это уменьшает фактическую площадь контакта и приводит к некоторому снижению и флуктуации трения, что можно наблюдать на графике COF-расстояние (см. рис. 10). Видно, что эти частицы, оторвавшиеся от поверхности, больше не попадают в зону контакта, что не позволяет износу стать, по преимуществу, абразивным. Износостойкость немного возрастает. Кроме того, видно, что содержание кислорода в этих образцах ниже по сравнению с образцами 1 и 2. Сродство к поверхности немного уменьшилось из-за увеличения содержания меди и температуры спекания. Это свидетельствует о снижении интенсивности трибохимических реакций. Наименьшая расчетная интенсивность изнашивания получена для образцов 5 и 6. Эти образцы спекались при высокой температуре и

содержат большое количество меди. Видно, что каналы износа узкие и поверхностные (рис. 11д и е). Поверхностные царапины и слабое разделение частиц приводят к повреждению поверхности после износа. Такое снижение интенсивности изнашивания объясняется увеличением прочности межзеренного соединения в результате повышения температуры спекания. Высокая прочность сцепления и косвенно повышенная твердость значительно снижают абразивное воздействие при износе. Наибольшая износостойкость наблюдалась у образца 6. Этот образец содержит наибольшее количество Си. Высокая температура спекания и содержание Си привели к увеличению несущей способности поверхности. Кроме того, в этих образцах самое низкое содержание кислорода. Высокая инертность поверхностей значительно снижает интенсивность трибохимических реакций и предотвращает увеличение износа.

Свойства образцов, полученных при двух различных температурах спекания и шести различных химических составах, представлены на рис. 12. Видно, что повышение температуры спекания несущественно влияет на относительную плотность образцов. Увеличение содержания Си повышает микротвердость. Кроме того, образцы имеют высокую износостойкость и низкий уровень трения при увеличении содержания Си. Показатели твердости и износостойкости очень важны при определении оптимального химического состава и параметров изготовления. Видно, что наилучшие характеристики имеют образцы 5 и 6. Поэтому эти образцы могут быть использованы для определения оптимального химического состава и процесса изготовления.

ВЫВОДЫ

В данном исследовании успешно изготовлены образцы с различными химическими составами и параметрами спекания. Проведена оценка микроструктуры, механических и трибологических свойств образцов, определены оптимальные химические составы и параметры изготовления. Полученные в ходе экспериментальных исследований результаты обобщены следующим образом:

- Минимальная относительная плотность образцов, успешно изготовленных с использованием матрицы Al–Cu, составила почти 90%.
- Наименьшую твердость 84.82 HV имеет образец, содержащий 10% Cu, 2% SiC и 5% ZrO₂ и спеченный при 380°C. Наибольшую твердость 173.73 HV имеет образец, содержащий 30% Cu, 2% SiC и 5% ZrO₂ и спеченный при температу-

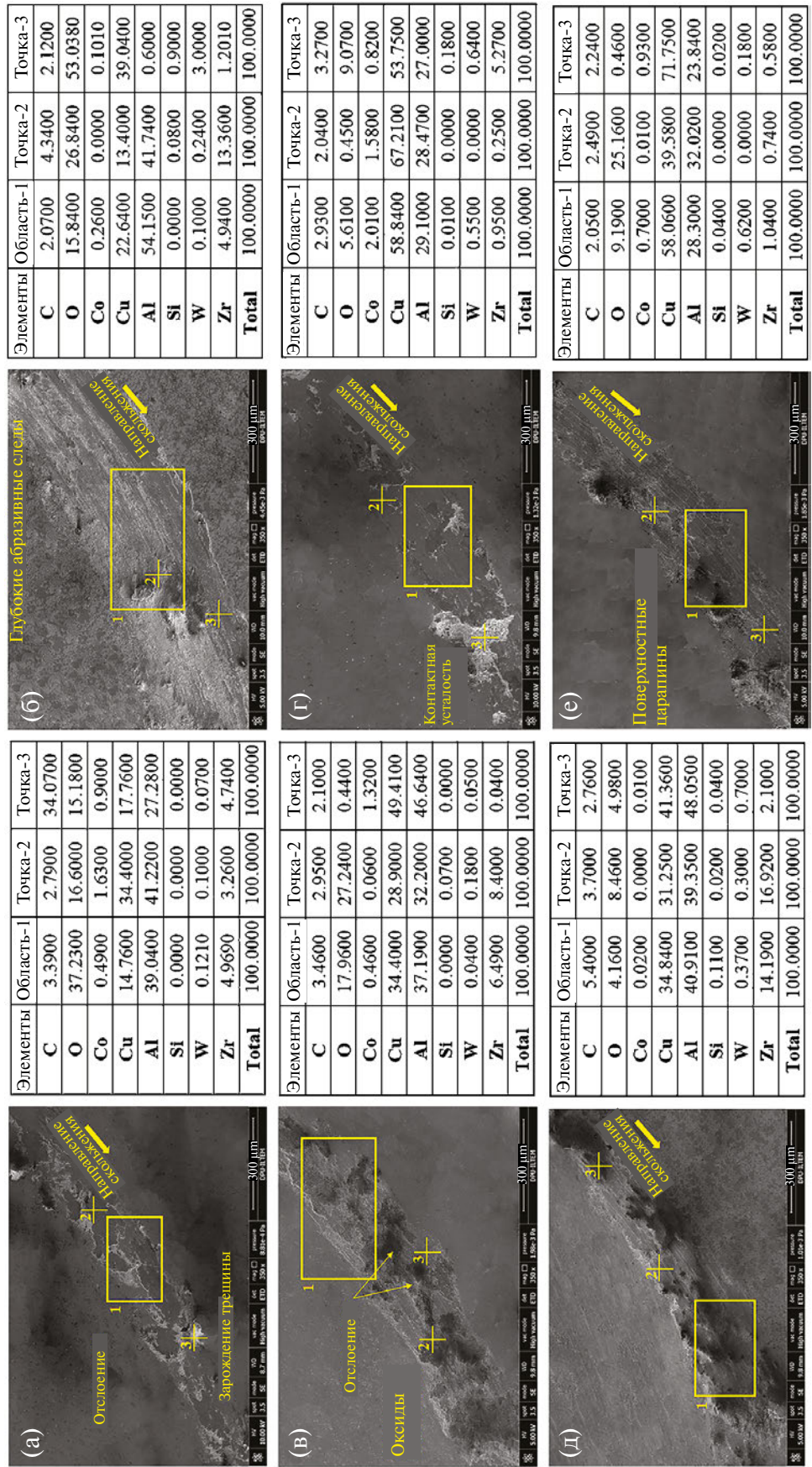


Рис. 11. SEM и EDX-анализ поверхности, подвергнутой износу (а) образец 1; (б) образец 1; (в) образец 2; (г) образец 3; (д) образец 4; (е) образец 5; (ф) образец 6.

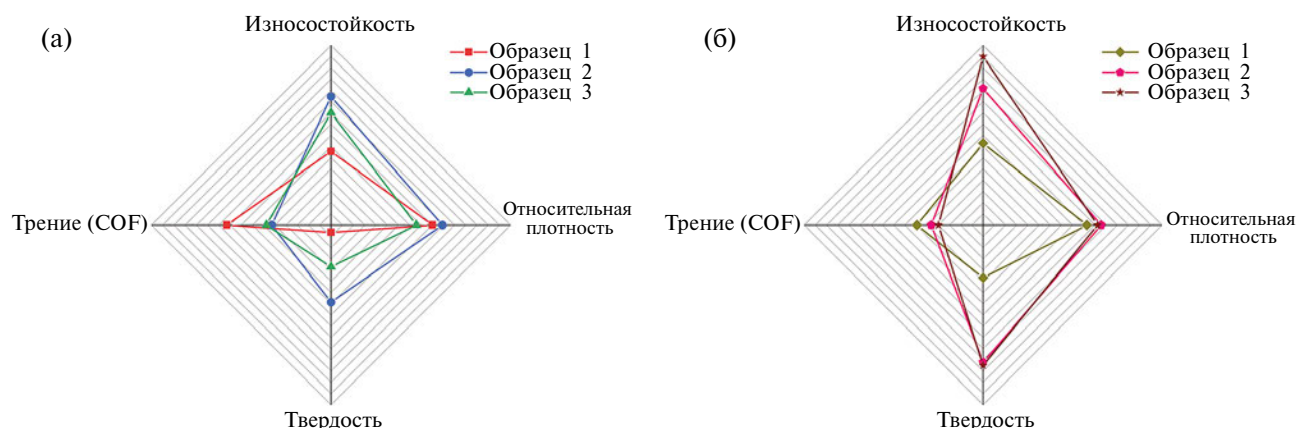


Рис. 12. Сравнение микроструктурных, механических и трибологических характеристик образцов с различным химическим составом: а — спеченных при 380°C, б — спеченных при 580°C.

ре 580°C. Твердость была повышена почти в два раза.

- SEM-изображения структуры образцов показывают, что Al и Cu образуют матрицу как единое целое. Частицы ZrO_2 сохранили свою жесткость в матрице Al–Cu и были однородно распределены. SiC вкраплен по границам зерен Al–Cu. Средние значения содержания элементов, полученные при EDX-анализе, согласуются с исходным составом смеси. Согласно элементной карте Al и Cu распределены равномерно.

- При жидкофазном спекании образуются различные химические соединения, например интерметаллиды на основе Al и Cu. Содержание интерметаллидов в микроструктуре зависит от содержания Cu. Увеличение содержания Cu повышает кинетику образования интерметаллидов.

- Более высокие значения износостойкости наблюдались в образцах, содержащих 20% или 30% Cu, 2% SiC и 5% ZrO_2 , спеченных при температуре 580°C. Более низкие значения износостойкости наблюдались в образцах, содержащих 10% или 20 % Cu, 2 % SiC и 5 % ZrO_2 , спеченных при температуре 380°C. Увеличение содержания Cu и температуры спекания положительно влияет на износостойкость. Износостойкость была повышена в 1.2–5.9 раз с помощью упрочняющих добавок, интерметаллических образований и оптимизации процесса изготовления. Самая высокая износостойкость наблюдалась в образце с наибольшим содержанием Cu, имеющем состав 30% Cu, 2% SiC и 5% ZrO_2 , спеченном при высокой температуре 580°C.

- Более низкие значения COF наблюдались в образцах, содержащих от 10% до 30% Cu, 2% SiC и 5% ZrO_2 , спеченных при температуре 580°C.

Наибольшее значение COF составляет 0.58 для образца, содержащего 10% Cu, 2% SiC и 5% ZrO_2 , спеченного при температуре 380°C и являющегося образцом с самой низкой износостойкостью. Наименьшее значение COF составляет 0.25 для образца, содержащего 30% Cu, 2% SiC и 5% ZrO_2 , спеченного при температуре 580°C и являющегося образцом с самой высокой износостойкостью. В результате сравнения химические составы 20% Cu или 30% Cu, 2% SiC и 5% ZrO_2 и температура спекания 580°C могут быть выбраны в качестве оптимальных для обеспечения высокой износостойкости и низкого значения коэффициента трения в композитах на основе Al.

Авторы не получали поддержки от какой-либо организации при выполнении представленной работы.

Авторы данной работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Vijayakumar K., Prabhu L., Subin B.S., Satheen S., and Vaishnav K. Development of Hybrid Aluminium Metal Matrix Composites for Marine Applications // Iop. Conf. Ser.-Mat. Sci. 2020. V. 993. P. 012016.
2. Srivayas P.D. and Charoo M.S. Role of Reinforcements on the Mechanical and Tribological Behavior of Aluminum Metal Matrix Composites — A Review // Mater. Today-Proc. 2018. V. 5. P. 20041–20053.
3. Salleh M.S. Influence Of Short Heat Treatment On The Microstructures And Mechanical Properties Of Thixoformed Aluminum Alloy Composite // Malaysian Tribology Society. 2021. V. 28. P. 96–104.
4. Siva Prasad D. and Shoba C. Hybrid composites — a better choice for high wear resistant materials // J. Mater. Res. 2014. V. 3. P. 172–178.

5. Nagaral M., Shivananda B.K., Jayachandran, Aurali V., and Kori S.A. Effect of SiC and Graphite Particulates Addition on Wear Behaviour of Al2219 Alloy Hybrid Composites // *Iop. Conf. Ser.-Mat. Sci.* 2016. V. 149. P. 012108.
6. Ghosh Sh., Sahoo P., Sutradhar G. Wear Behaviour of Al-SiCp Metal Matrix Composites and Optimization Using Taguchi Method and Grey Relational Analysis // *Jom.-J. Min. Met. Mat. S.* 2012. V. 11. P. 1085–1094.
7. Radhika R.S.N., Venkat Prasat S. Tribological Behaviour of Aluminium/Alumina/Graphite Hybrid Metal Matrix Composite Using Taguchi's Techniques // *Jom.-J. Min. Met. Mat. S.* 2011. V. 10. P. 427–443.
8. Rahman M.H. and Rashed H.M.M.A. Characterization of Silicon Carbide Reinforced Aluminum Matrix Composites // *Procedia Engineer.* 2014. V. 90. P. 103–109.
9. Ogel B. and Gurbuz R. Microstructural characterization and tensile properties of hot pressed Al–SiC composites prepared from pure Al and Cu powders // *Mat. Sci. Eng. A.* 2001. V. 301. P. 213–220.
10. Ramanathan A., Krishnan P.K., and Muraliraja R. A review on the production of metal matrix composites through stir casting — Furnace design, properties, challenges, and research opportunities // *J. Manuf. Process.* 2019. V. 42. P. 213–245.
11. Ashebir D.A., Mengesha G.A., Sinha D.K., and Mohan D.G. An Insight into Mechanical and Metallurgical Behavior of Hybrid Reinforced Aluminum Metal Matrix Composite // *Adv. Mater. Sci. Eng.* 2022. V. 2022. P. 1–31.
12. Yang L.J. The transient and steady wear coefficients of A6061 aluminium alloy reinforced with alumina particles // *Compos. Sci. Technol.* 2003. V. 63. P. 575–583.
13. Shorowordi K.M., Haseeb A.S.M.A., and Celis J.P. Velocity effects on the wear, friction and tribochemistry of aluminum MMC sliding against phenolic brake pad // *Wear.* 2004. V. 256. P. 1176–1181.
14. Shirinkina I.G., Brodova I.G., Rasposienko D.Y., Muradymov R.V., Elshina L.A., Shorokhov E.V., Razorenov S.V., and Garkushin G.V. The Effect of Graphene Additives on the Structure and Properties of Aluminum // *Phys. Met. Metal.* 2021. V. 121. P. 1193–1202.
15. Brodova I.G., Volkov A.Y., Shirinkina I.G., Kalonov A.A., Yablonskikh T.I., Astaf'ev V.V., and Elokhiina L.V. Evolution of the Structure and Properties of Al/Cu/Mg Ternary Composites during Thermomechanical Treatment // *Phys. Met. Metal.* 2019. V. 119. P. 1210–1216.
16. Volkova E.G., Antonov B.D., Zavalishin V.A., Knyazev Y.V., Gavrilova A.A., and Volkov A.Y. The Structure of Cast Al2Au Intermetallic Compound with Added Cu // *Phys. Met. Metal.* 2023. V. 124. P. 544–550.
17. Volkov A.Y., Kalonov A.A., Zavalishin V.A., Glukhov A.V., Komkova D.A., and Antonov B.D. The Influence of Interfaces on the Physicomechanical Properties of Cu/Mg Composites // *Phys. Met. Metal.* 2020. V. 121. P. 568–574.
18. Wang Y., Rainforth W.M., Jones H., and Lieblisch M. Dry wear behaviour and its relation to microstructure of novel 6092 aluminium alloy–Ni3Al powder metallurgy composite // *Wear.* 2001. V. 251. P. 1421–1432.
19. Awotunde M., Adegbenjo A., Ayodele O., Okoro M., Shongwe M., and Olubambi P. Effects of carbon nanotube weight fraction on the fracture toughness of spark plasma sintered nickel aluminide–NiAl3 // *Mater. Today-Proc.* 2020. V. 28. P. 625–629.
20. Volkov A.Y., Kalonov A.A., Komkova D.A., and Glukhov A.V. Structure and Properties of Cu/Mg Composites Produced by Hydrostatic Extrusion // *Phys. Met. Metal.* 2018. V. 119. P. 946–955.
21. Deryagina I.L., Popova E.N., Valova-Zaharevskaya E.G., and Patravov E.I. Structure and Thermal Stability of High-Strength Cu–18Nb Composite Depending on the Degree of Deformation // *Phys. Met. Metal.* 2018. V. 119. P. 92–102.
22. Kim D., Kim K., and Kwon H. Investigation of Formation Behaviour of Al–Cu Intermetallic Compounds in Al–50vol%Cu Composites Prepared by Spark Plasma Sintering under High Pressure // *Materials.* 2021. V. 14. P. 266.
23. Zheng H., Zhang R., Xu Q., Kong X., Sun W., Fu Y., Wu M., and Liu K. Fabrication of Cu/Al/Cu Laminated Composites Reinforced with Graphene by Hot Pressing and Evaluation of Their Electrical Conductivity // *Materials.* 2023. V. 16. P. 622.
24. Khisamov R.K., Khalikova G.R., Kistanov A.A., Korznikova G.F., Korznikova E.A., Nazarov K.S., Sergeev S.N., Shayakhmetov R.U., Timiryayev R.R., Yumaguzin Y.M., and Mulyukov R.R. Microstructure, microhardness and work function of in-situ Al–Cu composite processed by mechanical alloying by means of high-pressure torsion // *Continuum Mech. Therm.* 2022. V. 35. P. 1433–1444.
25. Ortiz E.L., Osório W.R., Bortolozo A.D., and Padilha G.S. Alternative Liquid-Assisted Sintering of Al/Cu Composites Using Selected Powders of As-Cast Al–Zn Alloy // *Metals.* 2022. V. 12. P. 962.
26. Satizabal L.M., Caurin H.F.N., Meyer Y.A., Padilha G.S., Bortolozo A.D., and Osório W.R. Distinct heat treatments and powder size ratios affecting mechanical responses of Al/Si/Cu composites // *J. Compos. Mater.* 2021. V. 55. P. 3589–3605.

MICROSTRUCTURAL, MECHANICAL, AND TRIBOLOGICAL CHARACTERISTICS OF CERAMIC REINFORCED Al/Cu HYBRID MATRIX COMPOSITES

Esad Kaya^{1,*}, Pelin Çağm Tokat Birgin²

¹*Department of Mechanical Engineering, Eskişehir Osmangazi University, Eskişehir, 26480 Türkiye*

²*Department of Metallurgy and Material Engineering, Kütahya Dumlupınar University, Kütahya, 43020 Türkiye*

**e-mail: esatkaya@ogu.edu.tr*

Al and its alloys have a wide range of applications thanks to their low density, cost, and superior specific strength. Especially Al–Cu matrix composites are promising alloys with superior microstructural and mechanical performance. Thanks to the formation of the intermetallic due to the contained Cu, they significantly improve the properties of their Al-based alloys. In this study, Pure aluminum reinforced mainly with Cu and SiC and ZrO₂ oxide and carbide-based ceramic particles were prepared by powder metallurgy. Three different values were determined for the Al–Cu content of the compositions, and these were produced in tube furnaces at 380°C and 580°C for 4 hours under an inert atmosphere using liquid phase sintering. According to the data of SEM and EDS analyses, microstructures formed in all samples were homogeneous. It was found that increasing sintering temperature increased microstructural densification. Adding mainly Cu and ceramic reinforcements to the microstructure significantly improved the hardness up to 2.05 times. Due to their intermetallic formation, the highest hardness values were determined in the samples containing high amounts of Cu, such as 173.73 HV. In the wear tests, it was observed that the samples sintered at high temperatures showed superior tribological performance. Also, the high Cu content improved the samples' friction behavior (COF). Since the increasing Cu content enhances intermetallic formation, superior wear resistance was observed in the samples containing a high amount of Cu sintered at higher temperatures up to 1.59 and 5.94 times. Optimum production parameters and chemical compositions were determined per the tests performed.

Keywords: powder metallurgy (PM), intermetallics, hybrid metal matrix composites