

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА ім. І. М. ФРАНЦЕВИЧА

ТОЛОЧИНА Олександра Валеріївна



УДК 621.762.8

**ТЕХНОЛОГІЧНІ ЗАСАДИ СТВОРЕННЯ ПОРОШКОВИХ
МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ ІНТЕРМЕТАЛІДУ СИСТЕМИ Fe–Al**

Спеціальність: 05.16.06 – «Порошкова металургія та композиційні матеріали»

АВТОРЕФЕРАТ

дисертації на здобуття наукового ступеня

кандидата технічних наук

Київ – 2021

Дисертацією є рукопис.

Роботу виконано в Інституті проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича Національної академії наук України, м. Київ.

Науковий керівник доктор технічних наук, професор, заступник директора з наукової роботи, **Баглюк Геннадій Анатолійович**, Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича, м. Київ.

Офіційні опоненти: доктор технічних наук, професор, **Медовар Лев Борисович**, завідувач відділу «Фізико-металургійних проблем електрошлакових технологій» Інституту електрозварювання ім. Є. О. Патона НАН України, м. Київ

доктор технічних наук, доцент, **Богомол Юрій Іванович**, виконуючий обов'язки завідувача кафедри «Високотемпературних матеріалів та порошкової металургії» Інституту матеріалознавства та зварювання ім. Є. О. Патона Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут ім. Ігоря Сікорського» МОН України, м. Київ

Захист відбудеться « 12 » травня 2021 р. о 10⁰⁰ годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д.26.207.03 в Інституті проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України за адресою: 03142, м. Київ-142, вул. Кржижановського, 3.

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Інституту проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України: 03142, м. Київ-142, вул. Кржижановського, 3.

Автореферат розісланий « 9 » квітня 2021 року.

Вчений секретар спеціалізованої
вченої ради Д. 26.207.03
кандидат технічних наук



Хоменко О. В.

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Алюмініди заліза представляють технічний інтерес через їх привабливі механічні та корозійностійкі властивості, а також відносно низьку вартість, оскільки містять мало або взагалі не містять дорогих легуючих елементів. Вони відносно легкі, з щільністю близько 75–85% щільності заліза, і мають дуже високі питомі модулі пружності. Протягом останнього десятиліття інтерес перейшов до розробки матеріалів для застосування при більш високих температурах (600–700 °С) на електростанціях з надкритичною парою та при дуже високих температурах (близько 1000 °С), таких як нафтохімічна обробка та обладнання для переробки вугілля / деревини.

Найбільш розвинуті промислові схеми отримання алюмініду заліза до останнього часу базувались на ливарній технології. В літературі існує велика кількість оглядів та експериментальних робіт, які стосуються структури та властивостей цих сплавів. Найвідоміші роботи наукової школи інституту МРІЕ (Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Німеччина), яку очолює Martin Palm. Високотемпературні властивості найбільш ґрунтовно проаналізовані D. G. Morris із співр. Структурні моделі деформації та руйнування в широкому діапазоні температур розглянуто U. Messerschmidt та іншими. Порошкові технології поки менш опрацьовані. Є певні технологічні напрацювання, які представлені в роботах Haiyan Gao зі співр., J. Wang, H. Song та інші. Але ґрунтовний аналіз різних порошкових технологій та науково обґрунтований підхід до оптимізації технологічних параметрів на кожному етапі отримання кінцевого продукту поки відсутній. Переваги порошкової технології у випадку отримання виробів з алюмініду заліза пов'язані не тільки зі спрощенням обробки виробів складної форми з відносно крихкого напівфабрикату, але й через унікальні можливості отримання за допомогою порошкових методів композитів, які зміцнені дисперсними частинками. Саме така структура розглядається як найбільш перспективна для підвищення високотемпературних властивостей. Вищенаведене обумовило *актуальність* теми дисертаційної роботи, яка присвячена вирішенню науково-технічної задачі з розробки та удосконалення технологічних процесів виготовлення виробів з Fe–Al інтерметалідів на основі результатів аналізу впливу технологічних схем та режимів їх отримання на особливості структуроутворення та основні фізико-механічні і експлуатаційні властивості.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Дисертаційна робота відповідає основним науковим напрямкам робіт Інституту проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича та виконана відповідно до відомчих та пошукових тем: «Розробка фізико-хімічних основ процесів консолідації та структуроутворення високозностійких металоматричних композитів на основі сплавів заліза, алюмінію та титану з високомодульними наповнювачами» (№ державної реєстрації 0115U000101, шифр теми III–3–15), «Розробка технологій синтезу та дослідження

властивостей високотносостійких дисперснозміцнених порошкових композитів конструкційного і електротехнічного призначення на основі сплавів міді та алюмінію» (№ державної реєстрації 0112U002398, шифр теми III-21-12(Ц)), «Сталі на основі системи Fe–Al, армовані високомодульними тугоплавкими сполуками для автомобіле- та літакобудування» (№ державної реєстрації 0118U003205, шифр теми III-12-18), «Перспективні композиційні матеріали на основі інтерметалідів систем Ni–Al, Ni–Ti, Ti–Al, Fe–Al для захисту та відновлення деталей двигунів автомобільної, авіаційної та гідроенергетичної промисловості» (№ державної реєстрації 0117U006184, шифр теми II-7-17).

Мета роботи: дослідити вплив технологічних факторів на особливості фазоутворення, структуроутворення та фізико-механічні властивості інтерметалідів алюмініду заліза, отриманих з використанням методів порошкової металургії; оптимізувати технологічні параметри та створити матеріали з високими механічними та службовими характеристиками.

Для досягнення мети в роботі необхідно було виконати наступні задачі:

- ✓ дослідити вплив температури та часу витримки при термічному синтезі на процеси утворення Fe–Al фаз;
- ✓ розробити технологічні режими спікання зразків алюмініду заліза з порошкових сумішей Fe+Al, які поєднують високу міцність та задовільну пластичність;
- ✓ встановити оптимальні режими імпульсного гарячого пресування та наступного відпалу;
- ✓ проаналізувати вплив умов нагрівання та температури штампування на структуроутворення та властивості алюмініду заліза;
- ✓ дослідити високотемпературні властивості алюмінідів заліза, що отримані за різними технологіями;
- ✓ відпрацювати технологію отримання порошкового композиту Fe–15% Al–TiB₂ та провести дослідно-промислову апробацію технології в умовах промислового підприємства.

Об'єкт дослідження: фізико-хімічні процеси та механізми деформації та руйнування, що визначають умови структуроутворення та комплекс механічних властивостей порошкових алюмінідів заліза.

Предмет дослідження: термо-кінетичні параметри технологічних процесів отримання алюмінідів заліза з вихідних порошків шляхом спікання, імпульсного гарячого пресування (ІП) або гарячого штампування (ГШ).

Методи дослідження. В роботі використані наступні фізико-механічні методи досліджень: диференційний термічний аналіз (ДТА), дилатометрія, рентгенофазовий аналіз, локальний рентгеноспектральний аналіз, хімічний аналіз, дослідження електроопору, скануюча мікроскопія, механічні випробування на триточковий вигин, тріщиностійкість, одновісне стискання та повзучість.

Наукова новизна

1. Дістали подальшого розвитку уявлення щодо механізму фазоутворення при термічному синтезі алюмініду заліза із суміші порошків заліза та алюмінію. Встановлено, зокрема, що як при ізотермічному спіканні такої порошкової суміші, так і в разі неізотермічного спікання в процесі нагрівання спостерігається послідовне утворення фаз за механізмом: $(\text{Fe} + \text{Al}) \rightarrow \text{Fe}_2\text{Al}_5 \rightarrow \text{FeAl} (\text{A2}, \text{B2}) \rightarrow \text{Fe}_3\text{Al} (\text{A2})$.
2. Вперше встановлені загальні закономірності еволюції об'ємних та фазових змін при нагріванні реакційної системи Fe–Al. Показано, що зі збільшенням температури спікання до 600 °C відбувається спочатку незначне (обумовлене проявом ефектів Френкеля та Кіркендала), а в області температури плавлення алюмінію (при 660–680 °C) – стрибкоподібне збільшення лінійних розмірів (і, відповідно, поруватості), обумовлене високою реакційною здатністю алюмінію, що викликає високоінтенсивну екзотермічну реакцію та відповідні фазові перетворення в системі Fe–Al. З подальшим підвищенням температури до 900–1000 °C об'ємні зміни зразків характеризуються тенденцією до незначного ущільнення, що інтенсифікується при подальшому підвищенні температури до 1100–1450 °C за рахунок впливу рушійних сил, що сприяють ущільненню пористого тіла (лапласівських сил та дифузійних транспортних механізмів).
3. Вперше встановлено закономірності впливу режимів термічної обробки гарячештампованих алюмінідів заліза на особливості формування міжзеренних границь. Показано, що в вихідних гарячештампованих зразках чітко виявляється практично суцільна сітка межзеренних границь, що складається головним чином з плоских пор, скупчення неметалічних включень та крихких оксидних (шпінельних) фаз. Після відпалу зразків при температурах до 1350 °C у суцільній сітці спостерігається помітна кількість елементів міжчастинкового зрощування, а з підвищенням температури відпалу до 1450 °C сітка міжзеренних границь перетворюється в суттєво розривну.
4. Отримано експериментальне підтвердження гіпотези щодо суттєвого впливу на властивості спечених матеріалів (нарівні із величиною поруватості матеріалу) міжзеренних площинних дефектів. Так, зокрема, експериментальні дані залежності значень електроопору матеріалу від температури спікання показали суттєву відмінність величин електроопору для зразків, спечених при відносно низьких температурах (1250–1350 °C), від розрахункових значень, отриманих з відомих теоретичних залежностей, тоді як з підвищенням температури спікання до 1400–1450 °C вказана відмінність суттєво зменшується внаслідок поліпшення якості міжчастинкових границь, зменшення їх сумарної протяжності та кількості площинних дефектів в структурі матеріалу, спеченого при більш високих температурах.

5. Вперше показано та науково обґрунтовано ефективність застосування технологічних методів порошкової металургії для отримання алюмінідів заліза з підвищеним рівнем жароміцності у порівнянні із аналогічними сплавами, отриманими з використанням ливарних технологій. За результатами оцінки механічних властивостей сплавів у діапазоні температур 20–600 °С показано, що як для спечених інтерметалідів, так і для литих сплавів аналогічного складу з підвищенням температури випробувань до 500 °С границя текучості сплавів зменшується незначно, а помітне її падіння спостерігається тільки при більш високих температурах випробувань. При цьому, границя текучості сплавів, отриманих з використанням технології порошкової металургії, перевищує значення $\sigma_{0,2}$ для литого сплаву на величину від 10 % (при 200 °С) до 50 % (при 600 °С).

Практична цінність

1. На основі результатів проведених експериментальних досліджень розроблено ряд технологічних схем та обґрунтовано технологічну доцільність використання методів порошкової металургії для отримання високощільних виробів з Fe–Al інтерметалідів, що за своїми фізико-механічними властивостями як при кімнатних, так і при підвищених температурах помітно перевищують рівень властивостей аналогічних сплавів, отриманих за традиційними ливарними технологіями.
2. Результати виконання комплексних теоретичних та експериментальних досліджень знайшли практичне застосування при розробці технології виготовлення з використанням методу гарячого штампування проставки форсунки дизельного двигуна з дисперсно-зміцненого композиту на основі алюмініду заліза, армованого диборидом титану. Запропонована технологія пройшла успішні дослідно-промислові випробування. (Акт дослідно-промислової апробації результатів дисертаційної роботи від 27 січня 2021 р.).

Особистий внесок здобувача. Основні результати, викладені в роботі, отримані особисто автором або за його безпосередньої участі в Інституті проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України. Постановка задачі, планування експериментів, вибір об'єктів досліджень, обговорення результатів та підготовка публікацій до друку проводилась спільно з науковим керівником, д.т.н. Баглюком Г. А. Згідно з результатами проведених етапів досліджень здобувачем було сформульовано основні висновки щодо роботи. Зразки за технологією гарячого штампування та імпульсного гарячого пресування були виготовлені спільно з к.т.н. Толочиним О. І та к.т.н. Яковенко Р. В. Дослідження механічної поведінки були виконані спільно із зав. відділу, д.ф.-м.н. Подрезовим Ю. М. та к.ф.-м.н. Євичем Я. І., електронну мікроскопію виконано спільно з н.с. Окунем І. Ю, рентгенологічні дослідження проведено спільно з к.т.н. Мамоною А. А.

Апробація роботи. Основні результати роботи були представлені та обговорені на семінарах Інституту проблем матеріалознавства

ім. І.М. Францевича НАН України і фахових конференціях: II конференція молодих учених «Реальність та перспективи матеріалознавства», Бурлівщина, Переяслав-Хмельницький, 21–25 червня 2011; III-я міжнародна Самсоновська конференція "Матеріалознавство тугоплавких сполук", Київ, Україна, 23–25 травня, 2012; міжнародна конференція «Порошкова металургія: сучасне становище і майбутнє», Київ, 22–25 квітня, 2014; V Міжнародна науково-технічна конференція «Теоретичні та практичні проблеми в обробці матеріалів тиском і якості фахової освіти», Київ, 19–25 травня, 2014; European Materials Research Society (E-MRS) Fall Meeting and Exhibit, September 15–19, Warsaw, Poland, 2014; XI Всероссийская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов "Физико-химия и технология неорганических материалов", Москва, 16–19 сентября, 2014; 9-й Международный симпозиум «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы, сварка», Минск, Беларусь, 8–10 апреля, 2015; XII Всероссийская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов "Физико-химия и технология неорганических материалов", Москва, 13–16 октября, 2015; 5-я международная конференция HighMatTech, Киев, 5–8 октября, 2014; European Materials Research Society (E-MRS) Fall Meeting and Exhibit, Warsaw, Poland, September 15–18, 2015; XIV international congress "Machines. Technologies. Materials" Bulgaria, Varna, September 13–16, 2017.

Публікації. Матеріали дисертації викладені в **20** наукових працях, з них **13** статей у фахових вітчизняних та закордонних періодичних виданнях в галузі технічних наук, з яких **4** статті у виданнях, що індексуються в наукометричних базах даних "Scopus", **7** тез доповідей у збірниках наукових конференцій.

Структура та об'єм дисертації. Дисертація складається із вступу, п'яти розділів, висновків та переліку використаних джерел. Викладена на 6,5 авторських аркушах, містить 79 рисунків, 18 таблиць та 3 додатка. Список посилань містить 156 найменувань.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У вступі розкрито суть і стан наукової задачі, обґрунтовано актуальність роботи, сформульовано мету, основні завдання та методи досліджень, визначено новизну отриманих результатів та обґрунтовано їх практичну цінність, наведено відомості про апробацію та публікації за матеріалами дослідження.

У першому розділі проведено огляд науково-технічної літератури, щодо інтерметалідів системи Fe–Al, їх кристалічної структури, фізико-механічних та функціональних властивостей. Показано, що останнім часом наукові дослідження спрямовані на розробку алюмініду заліза Fe₃Al для застосування при підвищених температурах до 800–1000 °С. Проаналізовано сучасні методи отримання алюмініду заліза. Технологія виготовлення виробів із

інтерметалідів системи залізо-алюміній, багатостадійна та трудомістка. Основним технологічним напрямком в світі є ливарні технології з наступною деформаційною обробкою. Таку схему було обрано тому, що виливки з алюмініду заліза без подальшого деформування мають крупнозернисту структуру, та наявність ряду дефектів, що значно знижує механічні характеристики матеріалу. В той же час алюмініди заліза відносяться до матеріалів, які складно деформуються. Тому проводиться багато робіт з оптимізації режимів деформації. Порошкові технології ще не набули широкого застосування з ряду причин. Основна з яких – низька здатність до спікання. Основними перевагами порошкової технології при отриманні виробів з алюмініду заліза є можливості управління структурою та отримання дисперсно-зміцнених композиційних матеріалів. Обґрунтована актуальність теми, визначена мета та задачі досліджень.

У другому розділі описано матеріали, устаткування та експериментальні методи дослідження. Для отримання інтерметаліду Fe_3Al використовували елементарні порошки заліза ПЖРВ–3.200.28 та алюмінію ПА–4, з наступним синтезом інтерметалідної фази та консолідацією синтезованого порошку. Порошки змішували в середовищі ацетону за двома схемами – звичайне бездеформаційне змішування протягом трьох годин та розмелювання в планетарному млині протягом 20 хв. Суміші порошків пресували при нормальних умовах в заготовки діаметром 25 та 35 мм і висотою 10 та 16 мм з питомим зусиллям 150 та 500 МПа.

Для розробки оптимальних технологічних режимів отримання якісних виробів із інтерметаліду складу Fe_3Al або композиту на його основі вивчали вплив деяких факторів на синтез інтерметалідних фаз. Нагрівання та спікання зразків $Fe+Al$ проводили в діапазоні температур 500–1500 °С, а синтез інтерметалідів відбувається при температурах 500–1000 °С в залежності від швидкості нагрівання порошкової суміші $Fe+Al$. Швидкість нагрівання порошкових зразків змінювалася в діапазоні 10–200 °С/хв. Використовували різні ізотермічні витримки при кінцевій температурі спікання в діапазоні 30–180 хв та неізотермічний тип нагрівання зразків.

Консолідацію синтезованих порошкових зразків алюмініду заліза проводили декількома методами (рис. 1). Першим методом ущільнення порошків було обрано спікання у вакуумі. Із-за значного впливу реакційного синтезу на усадку порошкових зразків спікання проводили за двома схемами. Одностадійне спікання полягає в безперервному нагріванні зразків до кінцевої температури зі сталою швидкістю. При двостадійному спіканні зразки нагрівалися до 1050 °С з ізотермічною витримкою 60 хв, потім допресовувалися до пористості 30% і знову спікалися до температур 1150–1500 °С.

Наступні методи консолідації базувалися на використанні схем деформаційної обробки порошкових заготовок: імпульсне гаряче пресування у вакуумі та гаряче штампування в напівзакритому штампі на повітрі. Імпульсне гаряче пресування проводилося на лабораторній

експериментальній установці, що виконана за схемою безшаботного молота. Зразки нагрівалися із швидкістю $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{хв}$ і після ізотермічної витримки, що складала 20 хв ущільнювалися шляхом ударного навантаження при температурах 850, 950, 1050, 1150 $^{\circ}\text{C}$. Енергія удару складала 9 кДж, а початкова швидкість деформування – 6,5 м/с. Частина зразків проходила термічну обробку – відпал при температурі 1250 $^{\circ}\text{C}$ з витримкою 60 хв, а також при 1350 $^{\circ}\text{C}$ та 1450 $^{\circ}\text{C}$ з витримкою 20 хв.

Ущільнення гарячим штампуванням проводилося при температурах 750, 950, 1100 та 1200 $^{\circ}\text{C}$ на дугостаторному пресі ФА–1732 зусиллям 1600 кН із швидкістю повзуна в кінці ходу – 1 м/с. Нагрівання зразків для штампування проводилося занурюванням в нагріту до необхідної температури піч з аргоном. Поряд з неізотермічним нагріванням перед штампуванням використовували ізотермічну витримку 40 хв. Для частини ущільнених зразків проводили термообробку у вигляді відпалу при 1300 $^{\circ}\text{C}$ з витримкою 30 хв.

Алюмінід заліза Fe_3Al також отримували шляхом аргонно-дугового переплаву порошкової суміші.

Описані методики дослідження структури, фазового та хімічного складу, дослідження фізико-механічних властивостей.

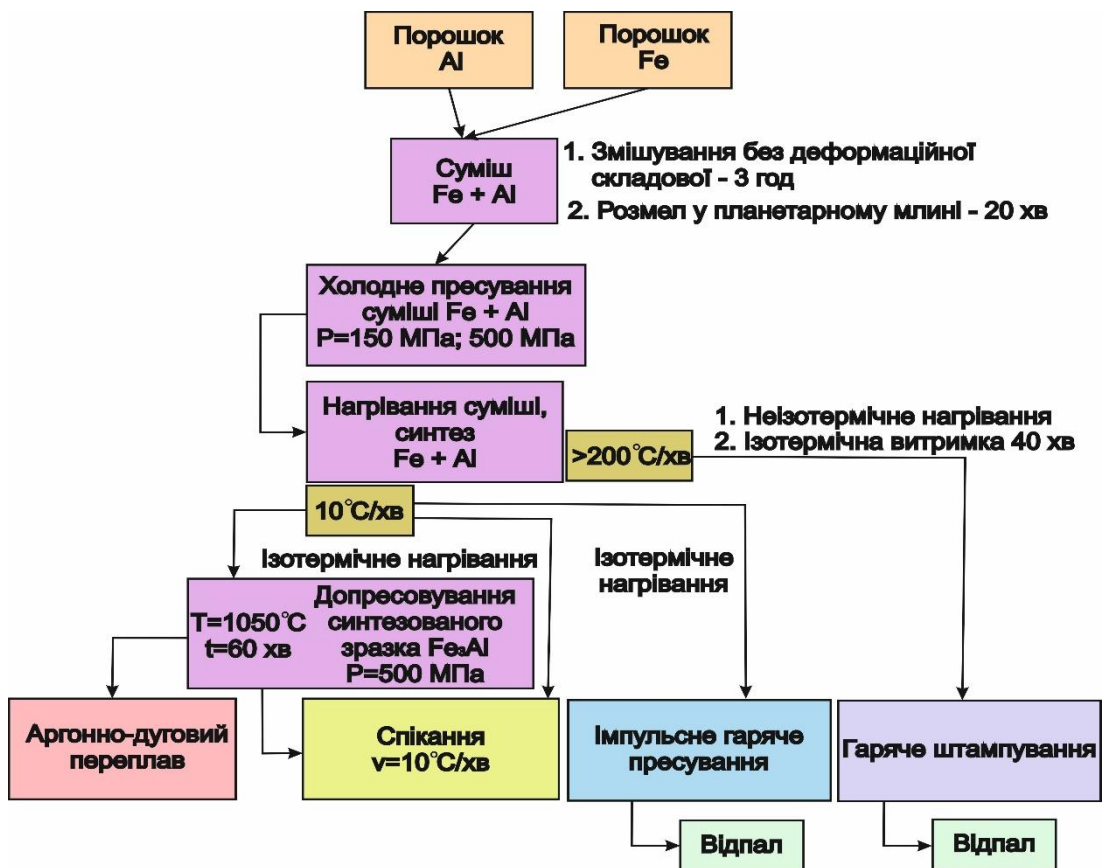
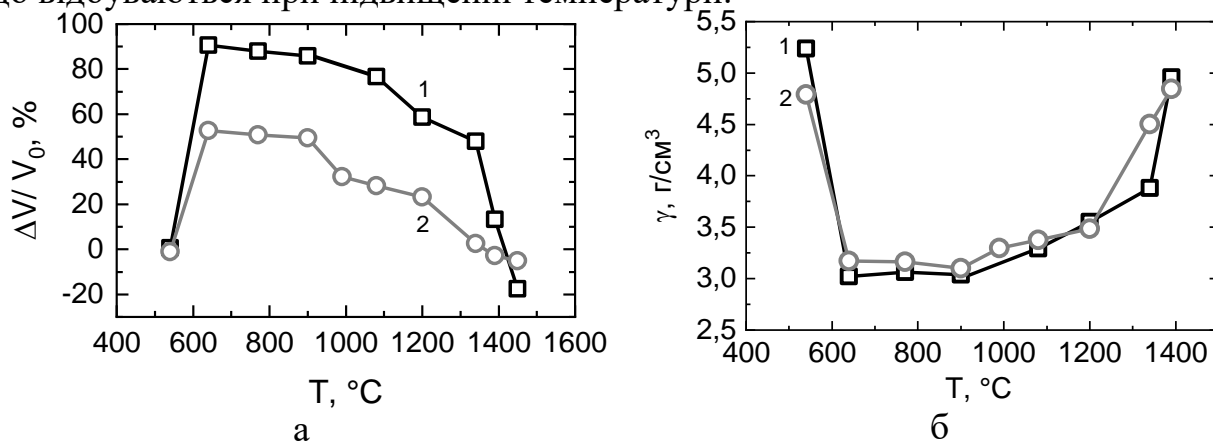


Рисунок 1 – Технологічні схеми консолідації порошкових зразків Fe+Al

У третьому розділі особливу увагу приділено дослідженню об'ємних змін при нагріванні і, пов'язаної з ними еволюції порового простору. Розглянуто фізико-хімічні фактори, які зумовлюють складний характер зміни фазового складу, структури і пористості. Встановлено, що при температурах

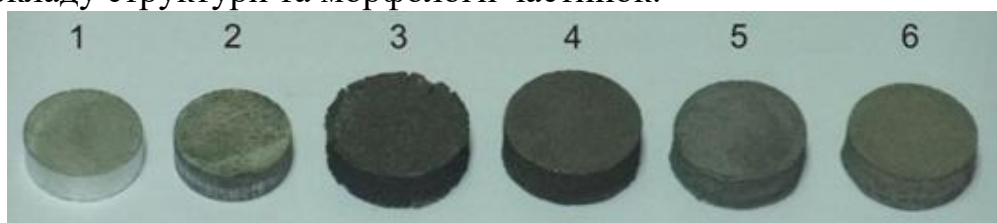
близьких до температури плавлення алюмінію, відбувається різка зміна об'єму зразків в напрямку їх розбухання. Подальше нагрівання показує, що процес ущільнення починається з температури 900–1000 °С, а суттєве ущільнення або реальне спікання матеріалу спостерігається вже після 1400 °С (рис. 2, а). Розмел порошоків дещо прискорює ущільнення, але кінцева пористість цих зразків, що спечені при 1450 °С виявилась вищою, можливо через більше забруднення (рис. 2, б).

Дилатометричний аналіз підтвердив цю загальну тенденцію та показав, що при збільшенні швидкості нагрівання процеси ущільнення незначно зміщуються в область більш високих температур. Результати диференційного термічного аналізу (ДТА) підтверджують, що при температурах близьких до температур плавлення алюмінію відбувається екзотермічна реакція. При збільшенні швидкості нагрівання ці піки дещо зміщуються в область більш високих температур. Інші яскраво виражені піки при більш високих температурах не спостерігаються, очевидно через безперервні фазові зміни, що відбуваються при підвищенні температури.



1 – зразки з нерозмеленої суміші; 2 – зразки з суміші після розмелювання
Рисунок 2 – Залежність об'ємної усадки (а) та густини (б) від температури спікання

Розпушення матеріалу під час реакційного синтезу (рис. 3) пояснюється проявом ефектів Кіркендала та Френкеля – внаслідок відмінності коефіцієнтів взаємної гетеродифузії складових сплаву утворюється вторинна пористість. З підвищенням температури спікання переважають рушійні сили, які сприяють ущільненню пористого тіла. Очевидно, що поділ на стадії по температурі умовний, оскільки зазначені механізми діють одночасно і є чутливими до фазового складу структури та морфології частинок.



1 – початковий стан; 2 – 550 °С; 3 – 750 °С; 4 – 950 °С; 5 – 1250 °С; 6 – 1350 °С
Рисунок 3 – Зразки із суміші порошоків Fe+Al в початковому стані та після спікання при різних температурах

Розглянуто вплив температурно-кінетичних умов спікання на зміну фазового складу сплавів в системі Fe+Al (рис. 4, табл. 1). Результати досліджень показали, що утворення інтерметалідних фаз внаслідок твердофазної дифузії алюмінію в залізо спостерігається при температурах близько 600 °С. У випадку нагрівання зі швидкістю 10 °С/хв сліди фази Fe₂Al₅ з'являються ще за температури 550°С при ізотермічній витримці 60 хв.

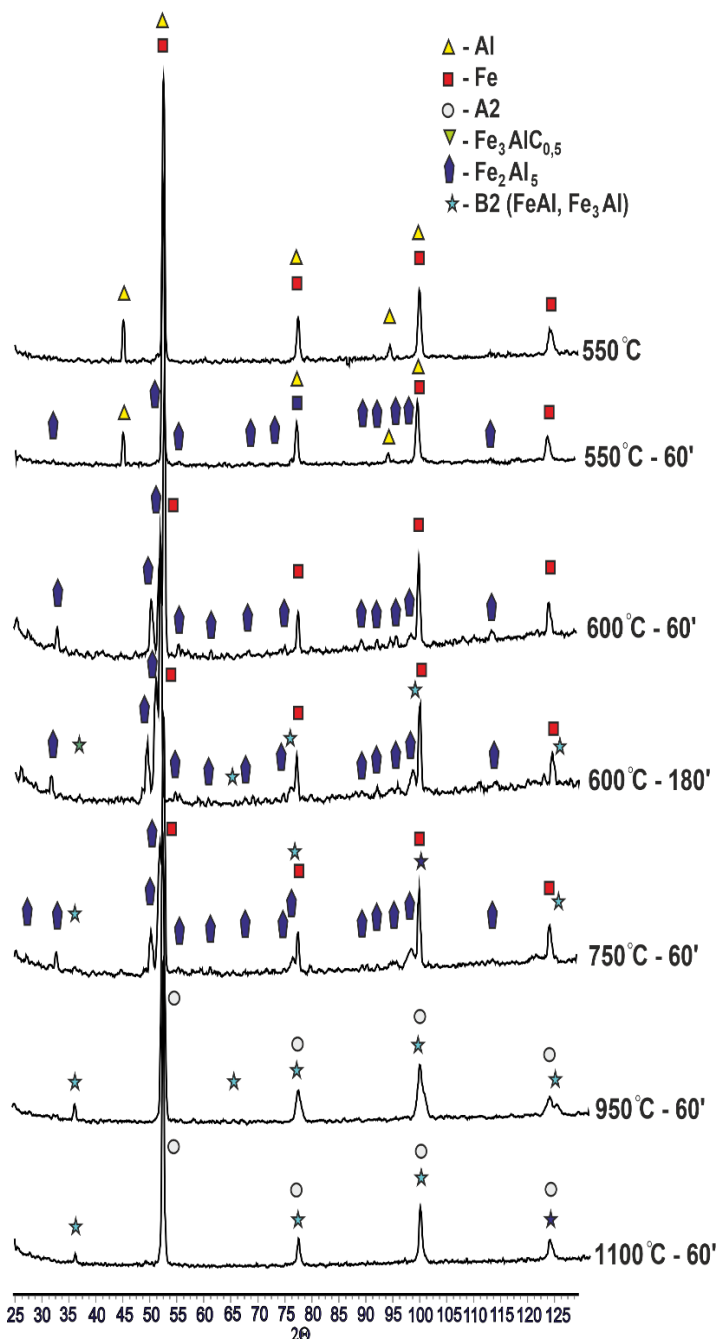


Рисунок 4 – Ренгенофазовий аналіз алюмініду заліза при температурах спікання 500–1100 °С та швидкості нагрівання 10 °С/хв

Таблиця 1
Фазовий склад спеченого при температурах 600–1450 °С алюмініду заліза при швидкості нагрівання 10°С/хв

T °C	Фаза	Кільк. Фази, %	Парам. нм
Исх.	Fe	83,51	0,28652
	Al	16,49	0,40591
600	Fe	47,19	0,28637
	Fe ₂ Al ₅	52,81	--
600	Fe	67,82	0,28700
	Fe ₂ Al ₅	17,25	--
	B2 (FeAl)	14,93	0,29100
750	Fe	52,60	0,28600
	Fe ₂ Al ₅	25,50	--
	B2	21,90	0,29000
950	A2 (Fe(Al))	82,60	0,28800
	B2	17,40	0,29100
950	A2	86,08	0,28880
	B2	13,92	0,29100
1050	A2	85,92	0,28936
	B2	14,08	0,28930
1200	A2	92,77	0,28910
	B2	7,23	2,8800
1450	A2	100	0,28982

При збільшенні ізотермічної витримки до 180 хв при температурі 600 °С спостерігаються сліди фази FeAl. В той же час при швидкісному неізотермічному нагріванні фаза Fe₂Al₅ з'являється не раніше 600°С, але до температури плавлення алюмінію. А фаза FeAl також з'являється при швидкісному нагріванні лише у випадку застосування ізотермічної витримки при температурі 750 °С. І при температурі 950 °С незалежно від швидкості нагрівання в зразках спостерігається наявність двох фаз FeAl та твердий розчин алюмінію в залізі. По досягненні температури вище 1050 °С матеріал являє собою алюмінід Fe₃Al з неупорядкованою структурою A2.

У четвертому розділі розглянуто вплив фізико-хімічних чинників, які зумовлюють складний характер зміни фазового складу, а також технологічних факторів, які зумовлюють еволюцію порового простору на стан і якість границь між частинками та міцність матеріалу в цілому. Отримані знання покладені в основу вибору оптимальних технологічних режимів виготовлення якісних порошкових виробів із сумішей елементарних порошоків для проведення випробувань на службові і функціональні властивості.

Консолідацію пористих порошкових тіл здійснювали традиційним спіканням в вакуумі, а також з використанням технологій, заснованих на прикладанні до пористого тіла зовнішнього тиску – імпульсне гаряче пресування в вакуумі (ІГП) і гаряче штампування в звичайних умовах (ГШ).

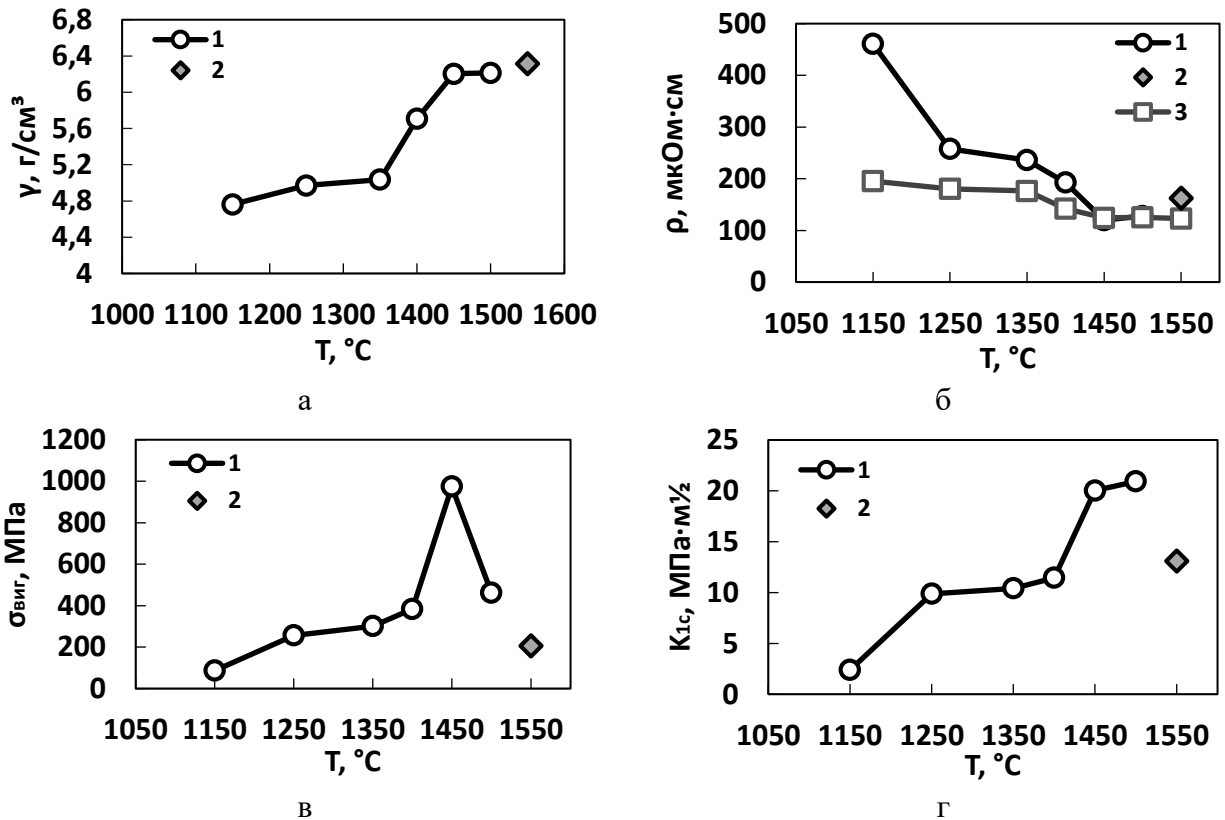
Закономірності структуроутворення та формування властивостей при спіканні порошкових заготовок розглянуті в першому підрозділі.

Встановлено, що при застосуванні схеми двостадійного спікання (попереднє спікання при 1050 °С – допресовування – повторне спікання) суттєве збільшення щільності алюмініду заліза спостерігається при температурах, що перевищують 1350 °С (рис. 5, а). А при температурі 1450 °С пористість спечених алюмінідів складає 5%. Характер залежності питомого електроопору вказує на очікуване падіння значень ρ із підвищенням температури спікання (рис. 5, б), що цілком узгоджується із залежністю “густина – температура спікання”. Заслужує на увагу той факт, що електроопір спечених при низьких температурах (1200–1400 °С) зразків суттєво перевищує величини, що отримані із теоретичної залежності електроопору пористого зразка ρ_p від пористості Θ , яку запропонував В. В. Скороход:

$$\rho_p = \rho_0 / (1 - 1,5 \cdot \Theta), \quad (1)$$

де ρ_0 – електроопір зразка із аналогічного матеріалу з нульовою пористістю.

Таке відхилення від теоретичних даних пояснюється наявністю в структурі матеріалу значної кількості плоских дефектів у вигляді міжчастинкових пор та оксидних прошарків.

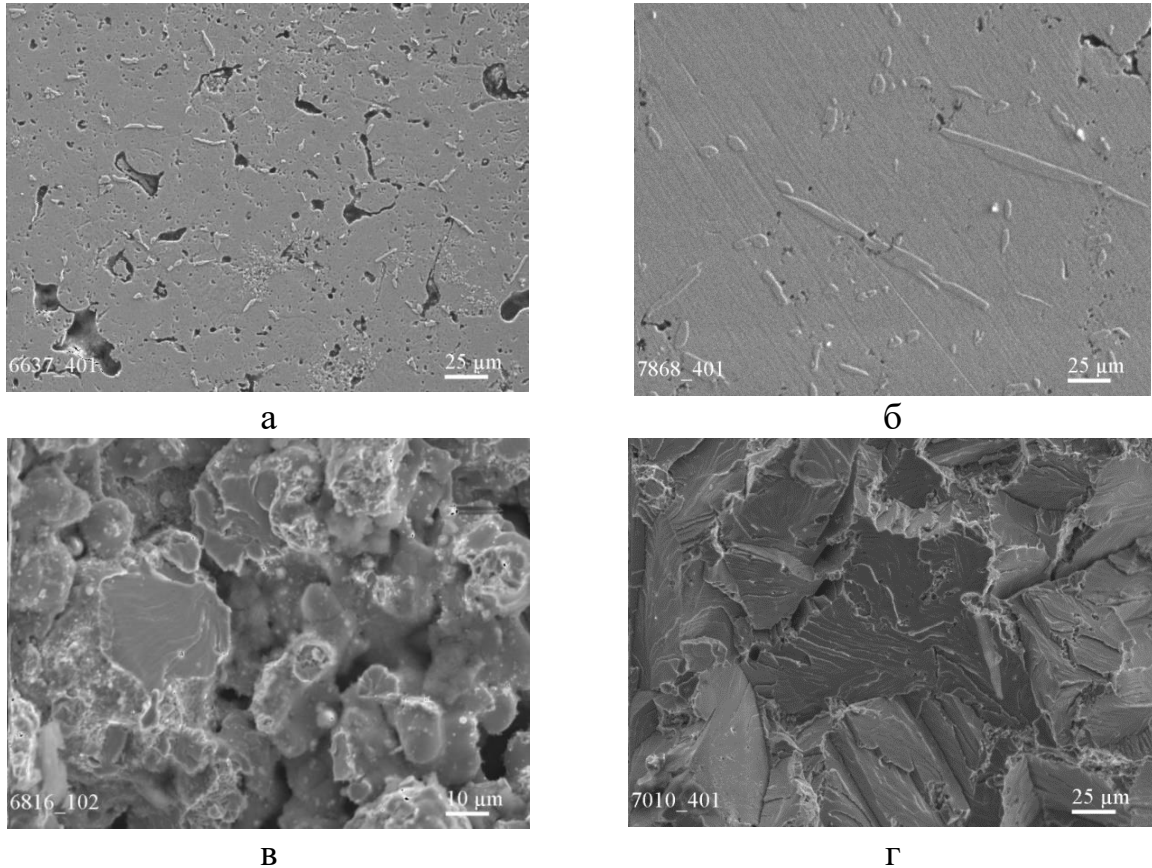


1 – спікання у вакуумі, 2 – аргонно-дуговий переплав, 3 – теоретичний розрахунок питомого електроопору за формулою (1)

Рисунок 5 – Фізико-механічні властивості зразків Fe–Al після спікання при різних температурах

З підвищенням температури спікання до 1450 °C зменшується кількість вказаних дефектів з утворенням міцного міжчастинкового механічного контакту аж до формування довершеного (фізичного) контакту між порошинками, внаслідок чого в матеріалі досягаються найвищі механічні характеристики (рис. 5 в, г). В цьому випадку алюмінід заліза має структуру A2 і демонструє високу міцність і задовільну пластичність: $\sigma_{\text{виг}} = 940$ МПа, $K_{1c} = 23,8$ МПа м^{1/2}, $\sigma_{02\text{ст}} = 810$ МПа, $\varepsilon_{\text{ст}} = 10,5$ %. Більш високі температури спікання в тому числі і переплав показали нижчий рівень міцності у зв'язку з суттєвим укрупнення структури (рис. 6, а, б). Підвищення міцності та тріщиностійкості зразків із збільшенням температури спікання супроводжується зміною механізму руйнування – від інтеркристалітного при 1250 °C до транскристалітного при 1450 °C (рис. 6, в, г).

В другому підрозділі розглянуті технологічні особливості консолідації порошкового алюмініду заліза методом імпульсного гарячого пресування. Встановлено, що ІПП забезпечує ущільнення до густини близької до теоретичної. Міцнісні властивості збільшуються з ростом температури ущільнення ІПП, але найкращі властивості досягаються при використанні додаткового відпалу (рис. 7).



а, г – 1450 °С, б – 1500 °С, в – 1350 °С

Рисунок 6 – Структура (верхній ряд) та фрактографія (нижній ряд) алюмініду заліза після спікання при різних температурах

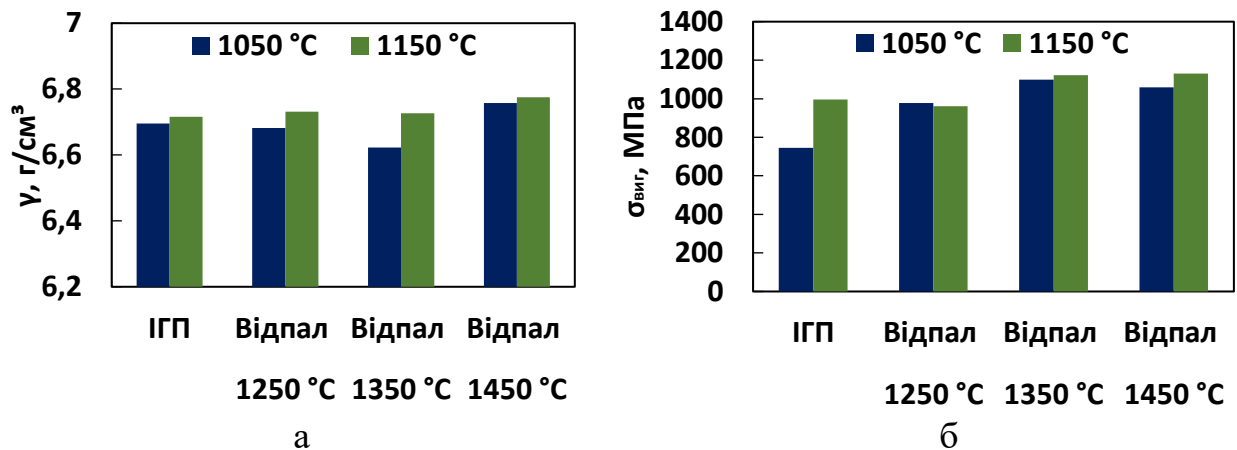
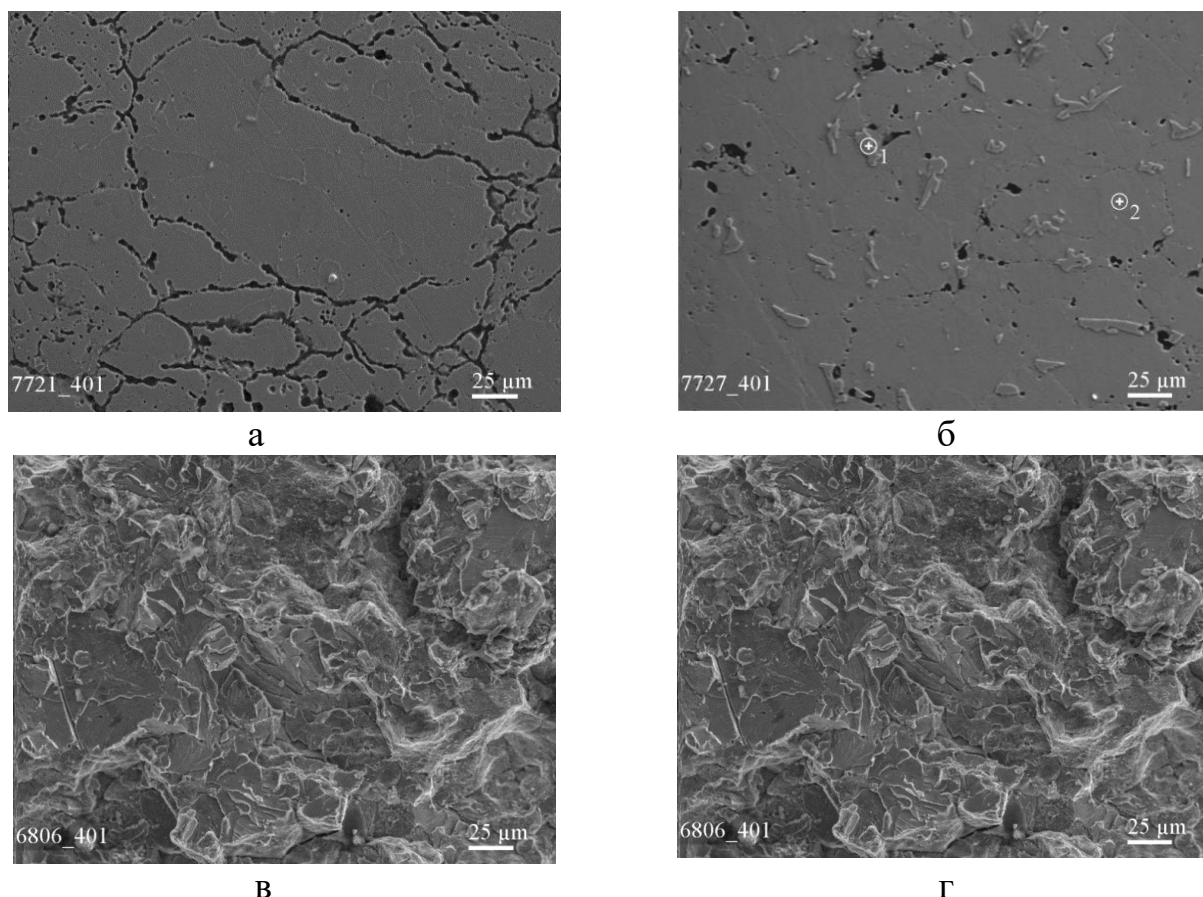


Рисунок 7 – Густина (а) та міцність на вигин (б) алюмініду заліза після імпульсного гарячого пресування та термообробки

ІГП при $T_{\text{ущ}} = 1050$ °С або 1150 °С та подальшим відпалом при $T_{\text{відп}} = 1350$ °С дозволили отримати якісний контакт та підвищити механічні властивості: $\sigma_{\text{виг}} = 1000$ МПа, $K_{1c} = 30$ МПа м^{1/2}, $\sigma_{02ст} = 810$ МПа, $\epsilon_{ст} = 10,5\%$. Особливістю структури інтерметалідів після ІГП є наявність міжзеренної прошарку (рис. 8, а). В склад цього прошарку можуть входити плоскі пори, скупчення різного роду неметалічних включень, домішкових атомів та оксидних фаз. Подальший відпал гарячепресованих зразків призводить до

укрупнення структури та підвищення ступеню міжчастинкового зрощування і відбувається помітна коагуляція пор та неметалевих включень. Результати локального мікрорентгеноспектрального аналізу свідчать про рівномірний розподіл заліза і алюмінію по перетину зразка вже на стадії динамічного удару. Виділення другої фази ідентифікуються як карбід $Fe_{2,9}Al_{1,1}C_{0,7}$ (рис. 8, б, спектр 1).



а, в – ІГП 1150 °С; б, г – відпал 1350 °С

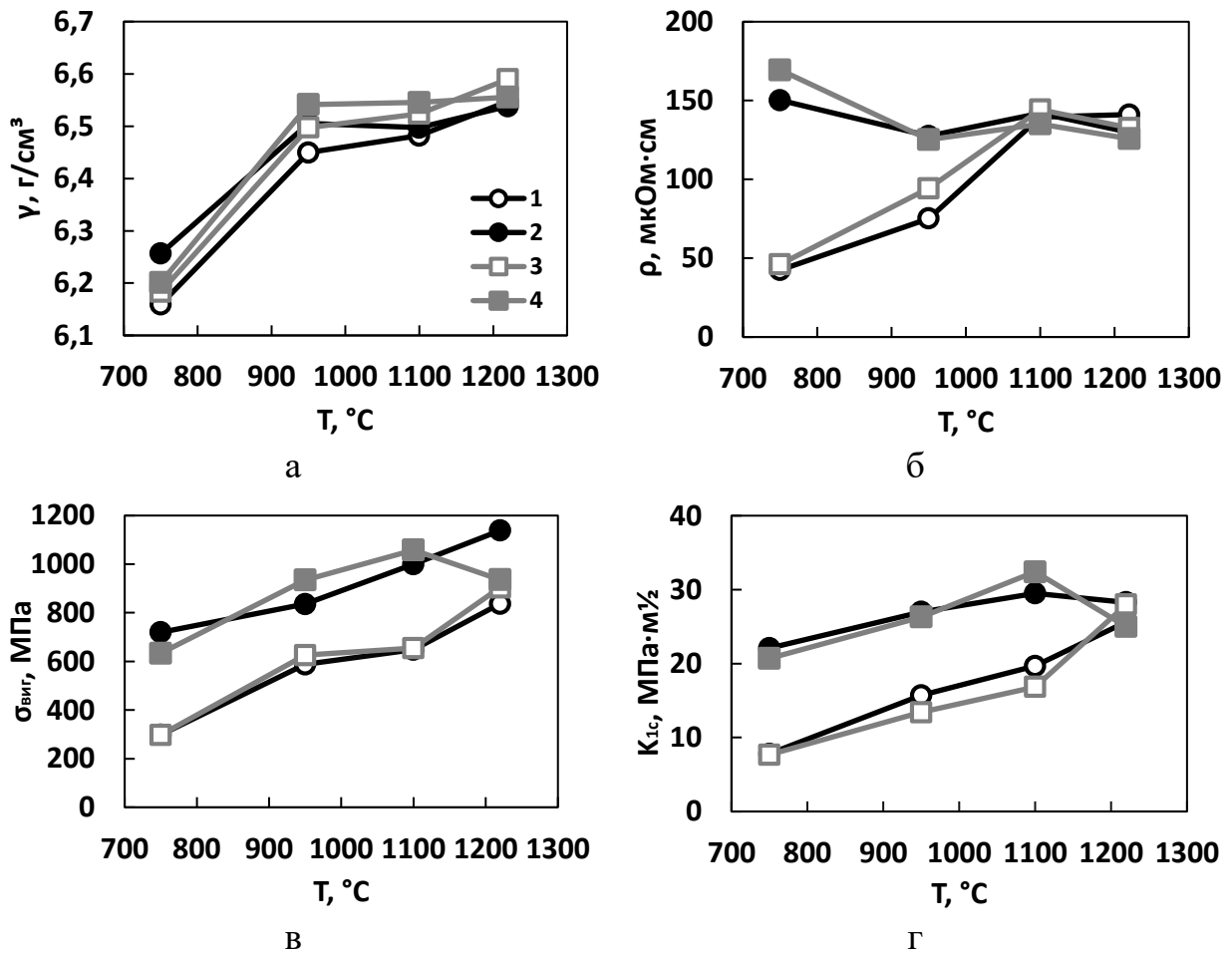
Рисунок 8 – Структура (верхній ряд) та фрактографія (нижній ряд) зразків алюмініду заліза після імпульсного гарячого пресування та термообробки

Такі структурні стани зразків, що отримано за різними технологічними режимами, зумовлюють і характер механізму руйнування останніх. Так, після ІГП зразки руйнуються переважно по міжчастинковим границям внаслідок існування значної кількості площинних пор і слабких міжчастинкових контактів. Після відпалу при 1250 °С характер руйнування змішаний, однак великі міжчастинкові включення все одно служать джерелом зародження крихких тріщин. При підвищенні температури відпалу до 1350 °С і вище – руйнування, значною мірою, транскристалітне (рис. 8, в, г).

В третьому підрозділі проаналізовані технологічні особливості гарячого штампування зразків в напівзакритому штампі. Особливістю даного методу є швидкісне нагрівання.

В низькотемпературній області штампування 750–950°С спостерігається стрімке збільшення густини та досить низький питомий електроопір

(рис. 9 а, б), що може бути пов'язане з залишками чистого заліза, яке не встигло прореагувати через велику швидкість нагрівання (його наявність підтверджують результати рентгеноструктурного аналізу зразків, що нагріті зі швидкістю >200 °C/хв).

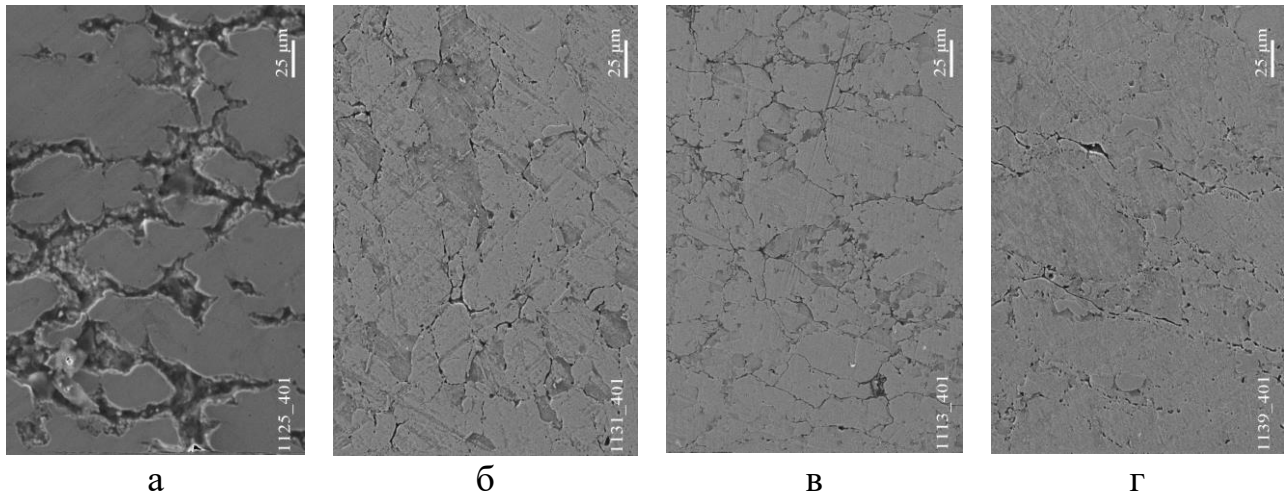


1 – ГШ, неізотермічне нагрівання, 2 – ГШ, ізотермічна витримка 40 хв,
3 – відпал зразків 1 при 1300 °С, 4 – відпал зразків 2 при 1300 °С

Рисунок 9 – Фізико-механічні властивості зразків алюмініду заліза після гарячого штампування при температурах 750–1220 °С та відпалу при 1300 °С

Структура демонструє, що сплав неодноразний, має пори і витравлену корозійно-нестійку фазу (залізо, яке не дореагувало) (рис. 10, а). Проведення відпалу дозволило отримати однофазний матеріал (рис. 10, в, г), але для найнижчої температури ущільнення в структурі залишилась плоска пористість, на що вказують характеристика густини та електроопору (рис. 9, а, б).

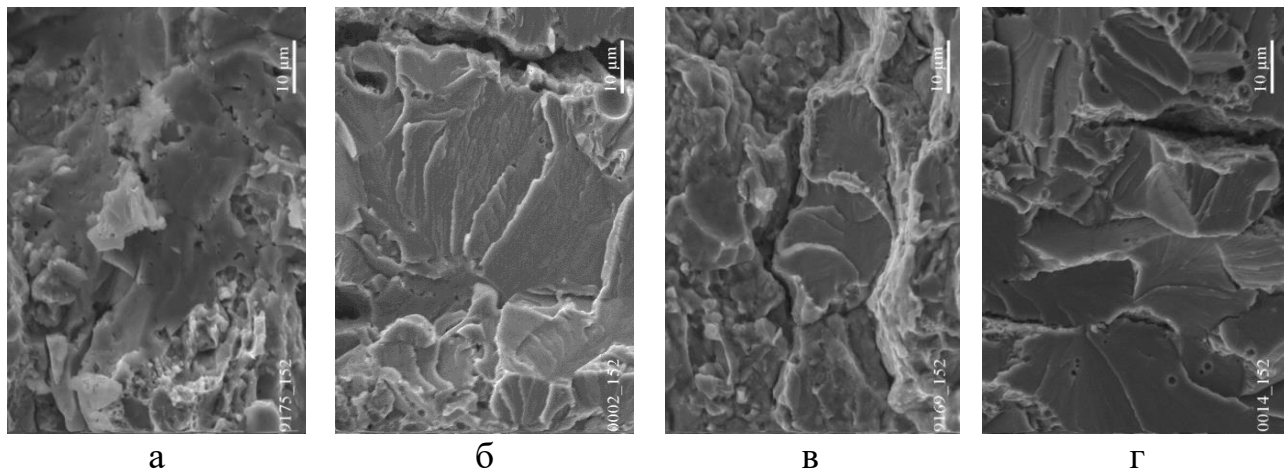
Механічні властивості зростають зі збільшенням температури штампування (рис. 9, в, г). Як і у попередньому випадку властивості покращуються після додаткового відпалу при 1300 °С. При оптимальних технологічних режимах штампування міцність досягає рівня 1000–1200 МПа. Максимальне значення напруги руйнування 1500 МПа. Тріщиностійкість відпалених зразків 28–32 МПа м^{1/2}, при максимумі до 35 МПа м^{1/2}.



а – ГШ 750 °С, б – ГШ 750 °С +відпал 1300 °С,
в – ГШ 1100 °С, г – ГШ 1100 °С +відпал 1300 °С

Рисунок 10 – Структура зразків алюмініду заліза після гарячого штампування та відпалу

Структурний стан отриманих зразків зумовлює їх механізм руйнування. Після штампування при 750 °С зразки руйнуються по міжчастинковим границям, а в структурі видно присутність декількох фаз (рис. 11, а). Для температури ущільнення 1100 °С, де утворена однофазна структура, спостерігається змішаний тип руйнування (рис. 11, в). Після проведення відпалу зразки руйнуються за транскристалітним механізмом (рис. 11, б, г).

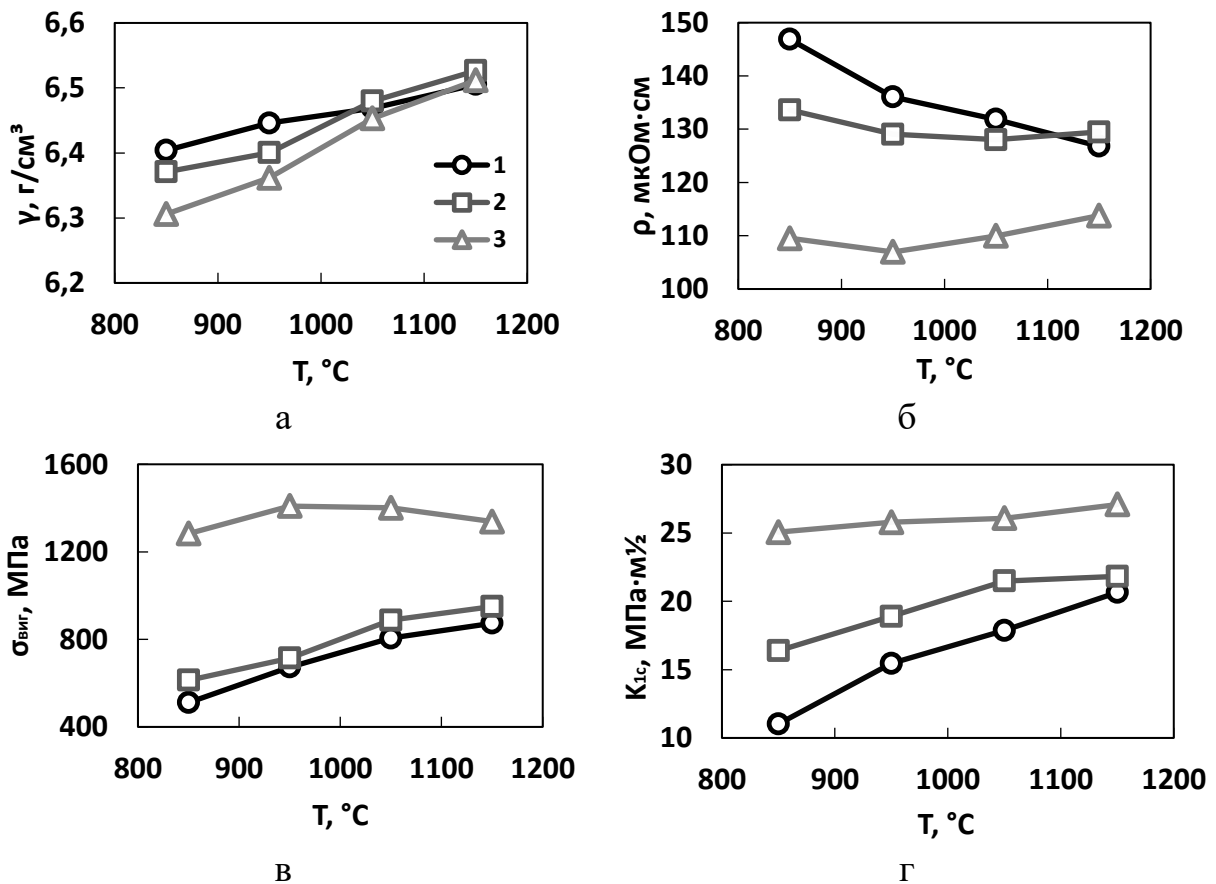


а – ГШ 750 °С, б – ГШ 750 °С +відпал 1300 °С,
в – ГШ 1100 °С, г – ГШ 1100 °С +відпал 1300 °С

Рисунок 11 – Фрактографія зразків алюмініду заліза після гарячого штампування та відпалу

На прикладі технології ІГП в роботі розглянуто вплив механоактивації на структуроутворення та механічні властивості зразків. Із збільшенням температури ущільнення ІГП спостерігається зростання густини (рис. 12, а). Звертає увагу, що в зразках, які ущільнені при низькій температурі, термічна обробка веде до зменшення густини. Очевидно, ефект Френкеля продовжує

діяти в процесі високотемпературного нагрівання при формуванні інтерметалідних фаз.

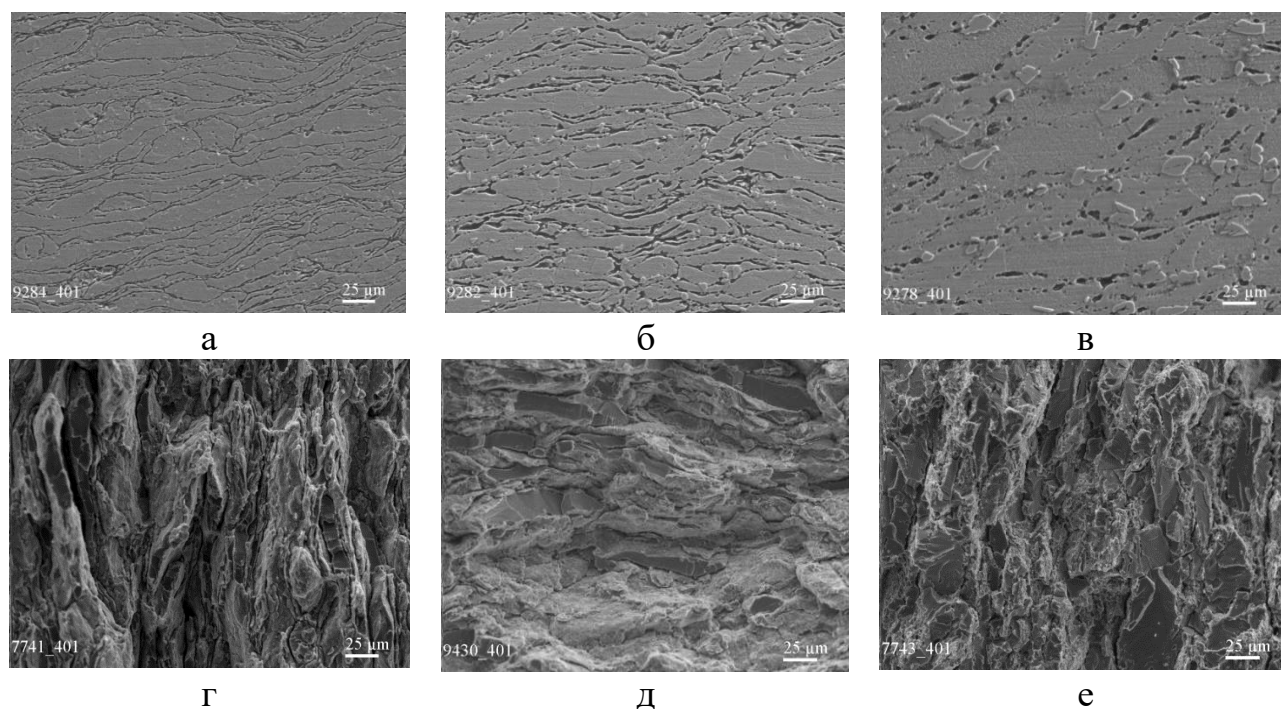


1 – ІГП, 2 – ІГП + відпал 1350 °С, 3 – ІГП + відпал 1450 °С

Рисунок 12 – Вплив температури імпульсного гарячого пресування та термообробки на фізико-механічні властивості порошкового алюмініду заліза, що отримано із механоактивованої суміші Fe+Al

Структура інтерметаліду істотно анізотропна, оскільки зберігається спадковість морфології початкових розмелених частинок пластинчастої форми (рис. 13). Виявлена суцільна сітка міжзерених границь, з великою кількістю оксидної фази типу шпінель. Відпали підвищують якість міжчастинкових контактів. При 1350 °С спостерігається міжчастинкове зрощування, а при 1450 °С внаслідок перекристалізації форма зерен перетворюється в округлу. Також в структурі спостерігається карбідна фаза, вміст і розмір частинок якої зростає з ростом температури відпалу. Характеристика питомого електроопору підтверджує покращення якості міжчастинкового контакту з ростом температури ущільнення та проведеною термічною обробкою (рис. 12, б).

Внаслідок активного заліковування плоских пор при високотемпературному відпалі спостерігаємо різке зростання характеристик міцності (рис. 12, в, г). Після відпалу при 1450 °С значення $\sigma_{\text{виг}} = 1000$ МПа, а $K_{1c} = 27$ МПа м^{1/2}.



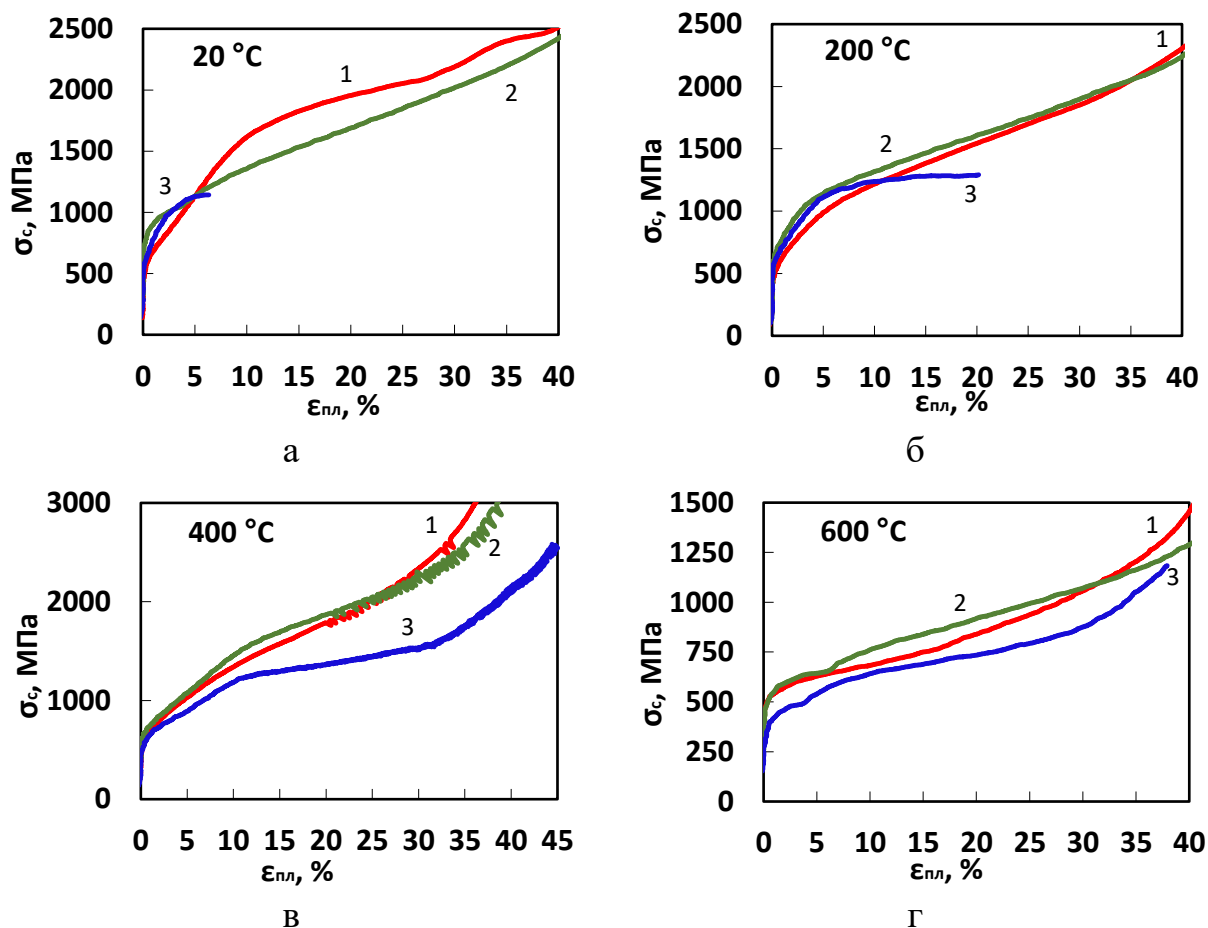
а, г – ІГП 1050 °С; б, д – ІГП 1050 °С + відпал 1350 °С;
в, е – ІГП 1050 °С + відпал 1450 °С

Рисунок 13 – Структура (верхній ряд) та фрактографія (нижній ряд) порошкового алюмініду заліза із механоактивованої суміші Fe+Al після імпульсного гарячого пресування та термообробки

П'ятий розділ присвячений дослідженню високотемпературних властивостей отриманих інтерметалідів та результатам дослідно-промислової апробації розробленої технології. В експериментах на стискання при підвищених температурах визначали границю плинності алюмінідів заліза, що отримані за різними технологіями. Всі матеріали демонструють високу жароміцність до температур 600 °С.

Як показали результати випробувань (рис. 14), при кімнатній і відносно низьких температурах випробувань (до 200 °С) на початковій стадії деформації (при $\varepsilon \leq 2,5\%$) інтенсивність наростання напруження помітно вище для спеченого і литого сплавів (рис. 14, а, б). Причиною зазначеного ефекту, ймовірно, може бути ущільнення при осаджуванні зразків із залишковою пористістю для спеченого матеріалу і підвищена концентрація елементів вкорінення в матриці литого сплаву, що сприяє гальмуванню дислокацій при відносно низьких температурах випробувань. Однак, при досягненні деяких значень деформації ущільнення пористого матеріалу припиняється, а механізм гальмування дислокацій при низьких температурах є ефективним тільки на початковій ділянці плинності, коли відбувається відрив дислокацій від атмосфер домішок. При підвищенні ступеня деформації понад 2,5% ці переваги зникають. У той же час, матеріал, отриманий гарячим штампуванням, проявляє значно більшу інтенсивність зміцнення зі зростанням ступеня деформації понад 5%, що можна пояснити позитивною роллю дисперсних частинок в підвищенні щільності дислокацій в дисперсно-

зміцнених матеріалах. Необхідно зазначити, що якщо інтерметаліди, отримані методами порошкової металургії, не руйнуються при випробуваннях на стискання з деформаціями $\epsilon > 40\%$, то литий зразок руйнується вже при $\epsilon \approx 6\%$ при кімнатній температурі (рис. 14, а) і $\epsilon \approx 10\%$ – при $200\text{ }^\circ\text{C}$ (рис. 14, б) внаслідок крупнозернистої структури і наявності крихких виділень в області міжзеренних границь.



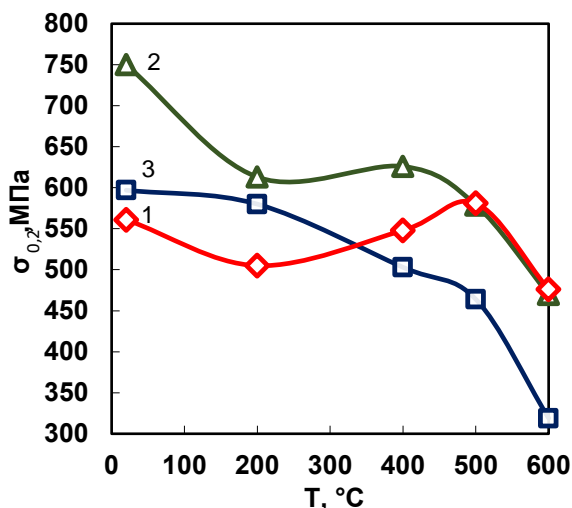
1 – ГШ $1100\text{ }^\circ\text{C}$ + відпал $1300\text{ }^\circ\text{C}$, 2 – спікання $1450\text{ }^\circ\text{C}$, 3 – переплав
Рисунок 14 – Криві навантаження «напруження – деформація» при різних температурах випробування на стискання порошкового алюмініду заліза

Звернемо увагу, що всі діаграми навантаження, які отримані при $400\text{ }^\circ\text{C}$, мають ділянку де проявляється характерна «зубчастість» (рис. 14, в). Це є ознакою прояву механізму динамічного деформаційного старіння (ДДС), зумовленого ефектами динамічного блокування вільних дислокацій домішковими атомами і включеннями. Ці частинки можуть мати технологічну природу, або утворюватися в результаті статичного і динамічного старіння. У цьому сенсі саме в разі застосування технології порошкової металургії, коли в якості вихідної сировини використовуються комерційні порошки технічної чистоти, наявність домішок в їх складі є основним структурним чинником, що сприяє прояву додаткових механізмів зміцнення в області підвищених температур. Зазначений ефект підтверджується тим фактом, що саме в області температур близько $400\text{ }^\circ\text{C}$ зміцнення порошкових матеріалів зі збільшенням

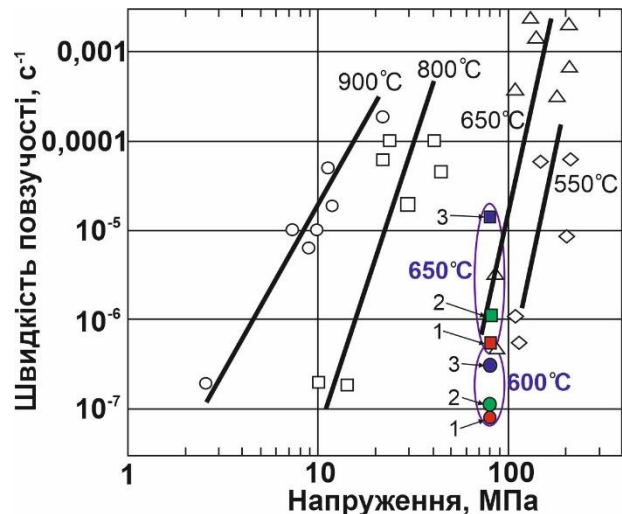
ступеня деформації проявляється в значно більшому ступені в порівнянні з литим інтерметалідом аналогічного складу. Значення інтенсивності росту напружень (деформаційного зміцнення) порошкових матеріалів в області температур (близько 400 °С) і деформацій (20–30%), де реалізується ефект ДДС, значно вище, ніж при більш низьких температурах (200–300 °С). В литому стані перехід до цього механізму (ймовірно, внаслідок суттєво крупнозернистішої структури) відбувається при великих значеннях ступеня деформації (близько 30%) і супроводжується більш різким збільшенням швидкості зміцнення (рис. 14, в).

З підвищенням температури випробувань до 600 °С (рис. 14, г) «зубчастість» окремих ділянок діаграм навантаження повністю зникає внаслідок збільшення дифузійної рухливості точкових дефектів, що обумовлює перехід до стадії дислокаційної повзучості і супроводжується значним зниженням напруги при деформації.

Аналіз температурної залежності границі плинності досліджених матеріалів є відправною точкою для оцінки їх потенціалу стосовно високотемпературного використання. Алюмініди заліза, отримані за різними порошковими технологіями, демонструють характерну для даного класу матеріалів аномальну температурну залежність границі плинності з максимумом при 500 °С (рис. 15). Найбільші значення високотемпературної міцності демонструють спечені і штамповані порошкові матеріали, створені за оптимальними технологічним режимами. Значення границі плинності порошкового алюмініду заліза при стисканні при підвищених температурах становлять 500–600 МПа, що на 25–40% перевершує границю плинності литих матеріалів аналогічного складу.



1 – ГШ 1100 °С + відпал 1300 °С, 2 – спікання 1450 °С, 3 – переплав,
Рисунок 15 – Температурні залежності границі плинності при випробуванні на стиснення алюмініду заліза



Світлі символи – літературні дані,
Темні символи – експеримент
Позначення як і на рис. 15
Рисунок 16 – Прямі повзучості при різних температурах та навантаженнях

Для визначення потенціалу досліджених матеріалів для високотемпературного використання були проведені експрес-тести на повзучість. Експерименти показали, що швидкість деформації зразків, які випробувані при температурі 600 °С змінюється в діапазоні 10^{-7} – 10^{-6} с⁻¹ (на графіку нижній еліпс), а при 650 °С в діапазоні 10^{-6} – 10^{-5} с⁻¹ (на графіку верхній еліпс) (рис. 16). Встановлено, що найбільший опір повзучості при обох температурах демонструють гарячештампований та спечений порошкові зразки. За здатністю опиратися повзучості отриманий штампуванням порошковий алюмінід заліза показав кращі результати порівняно з існуючими литими аналогами (рис. 16, точка 1).

Відпрацьовані на двокомпонентних системах технологічні режими штампування були застосовані для отримання дисперсно-зміцнених композитів на основі алюмінідів заліза. Високоенергетичне розмелювання суміші порошоків Fe, Al та TiB₂ сприяло рівномірному розподілу дисперсної фази. Показано, що найбільш високі властивості композиту отримані при введенні 2% дисперсних частинок (рис. 17). Найбільша міцність зразків, що випробовувалися на вигин, становить 1300 МПа. При збільшенні або зменшенні об'ємної частки частинок міцність знижується до 1000–1100 МПа.

Характерна структура та рівномірний розподіл частинок разом з отриманим комплексом механічних властивостей свідчать про перспективність використання цього матеріалу.

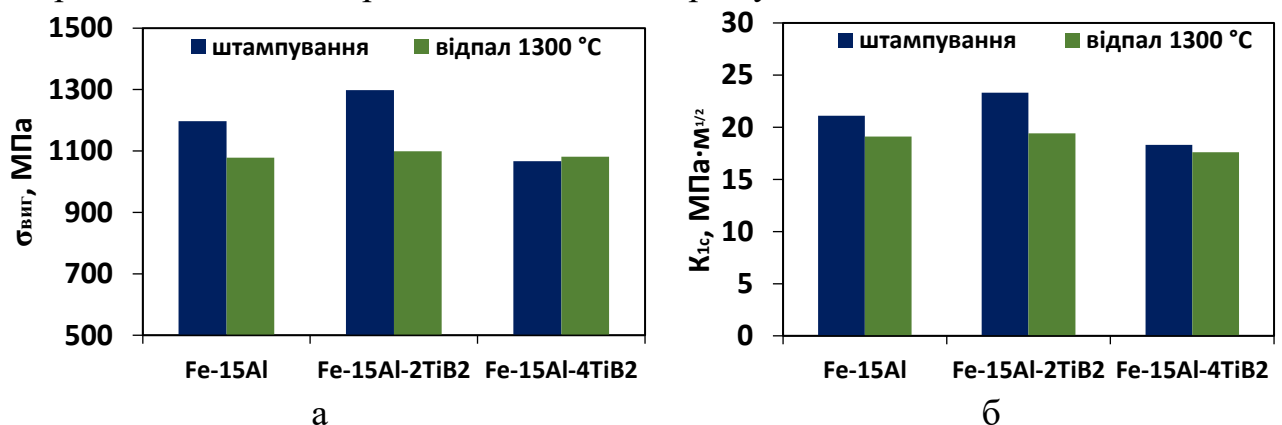


Рисунок 17 – Міцність на вигин (а) та тріщиностійкість (б) алюмініду заліза і композитів на його основі після гарячого штампування при 1150°С та відпалу

Зокрема з нього нами були виготовлені проставки форсунки дизельного двигуна (рис. 18).

В результаті порівняльних випробувань в умовах ТОВ «Інженерний центр «Композит–Сервіс» було встановлено, що після 1000 мотогодин експлуатації інтенсивність зносу проставки форсунки, виготовленої із композиту на основі алюмініду заліза в 1,6 рази нижча, ніж промислової проставки із сталі 18Х2Н4МА.



Рисунок 18 – Штампована заготовка (а) та проставка форсунки (б) із композиту Fe–15%Al–2%TiB₂ (мас. %)

Результати порівняльних випробувань показали перспективність використання композиту алюмініду заліза для заміни легованих сталей в умовах експлуатації при підвищених температурах і в корозійно-активних середовищах та рекомендовані до впровадження (Акт дослідно-промислової апробації результатів дисертаційної роботи від 27 січня 2021 р.).

ВИСНОВКИ

В дисертаційній роботі реалізований комплексний підхід до вирішення проблеми структуроутворення та формування механічних властивостей в порошковому алюмініді заліза, який полягає в послідовному аналізі та оптимізації складу та структури на кожному технологічному етапі та вирішена актуальна науково-технічна задача отримання виробів шляхом спікання, імпульсного гарячого пресування або гарячого штампування.

1. Нагрівання спресованих зразків з порошкових сумішей Fe + Al, внаслідок високої екзотермічності реакції взаємодії елементів суміші, супроводжується різким зростанням об'єму останніх, і наступним збільшенням густини з ростом температури спікання до 950 °С. Різка усадка до щільного стану відбувається вище температур 1350–1400 °С.
2. Результати аналізу рентгенограм зразків, спечених при різних температурах, показала, що при підвищенні температури спікання відбувається поступова зміна фазового складу. При температурі спікання 560 °С утворюється фаза Al₅Fe₂. Після тривалої витримки при температурі 600 °С поряд з цією фазою з'являється невелика кількість фази FeAl (A2). При підвищенні температури до 700 °С кількість даної фази збільшується до 25%. І, нарешті, при температурах спікання 930 °С і вище спостерігається тільки фаза FeAl (A2).
3. Різке збільшення густини і зменшення електроопору відбувається після спікання при 1350–1450 °С, при температурі спікання 1450 °С відбувається практично повне закриття площинної пористості і утворення довершених міжчастинкових контактів. Отриманий алюмінід заліза характеризується

структурою А2 і має високу міцність та задовільну пластичність. Отримано комплекс механічних властивостей: $\sigma_{\text{виг}} = 940$ МПа, $K_{1C} = 23,8$ МПа $\text{м}^{1/2}$, $\sigma_{0,2\text{ст}} = 810$ МПа, $\epsilon_{\text{ст}} = 10,5$ %.

4. Імпульсне гаряче пресування дозволяє отримувати практично безпористі зразки при температурах ущільнення 1050 °С і 1150 °С. Подальший відпал при температурі 1350 °С дозволяє отримати якісний контакт між частинками і, як наслідок, підвищити механічні властивості. Міцність на вигин для цих зразків становить близько 1000 МПа, тріщиностійкість – 30 МПа·м^{1/2}.
5. Встановлено, що при використанні технології гарячого штампування з високошвидкісним нагріванням суміші порошків Fe+Al безпористий та однофазний алюмінід заліза можна отримати при температурах штампування не нижче 1100 °С. Ізотермічний відпал штампвок при 1300 °С покращує якість контактів і підвищує міцність і тріщиностійкість на 30–50 %. При оптимальних технологічних режимах міцність штампвок досягає 1000–1200 МПа, а тріщиностійкість 28–32 МПа·м^{1/2}.
6. Відпрацьовані на двокомпонентних системах технологічні режими штампування були використані для отримання дисперсно-зміцнених композитів на основі алюмінідів заліза. Високоенергетичне розмелювання суміші порошків Fe, Al і TiB₂ сприяло рівномірному розподілу дисперсної фази. Показано, що найбільш високі властивості композиту отримані при введенні 2% дисперсних частинок. Найбільша міцність зразків, що випробовували на вигин, становить 1300 МПа. При збільшенні або зменшенні об'ємної частки частинок міцність знижується до 1000–1100 МПа.
7. Результати оцінки механічних характеристик в діапазоні температур 20–600 °С алюмініду заліза, який отримували із застосуванням різних технологій, показали, що у всіх трьох випадках з підвищенням температури випробувань до 500 °С межа плинності алюмінідів зменшується незначно, а помітне її падіння спостерігається тільки при більш високих температурах випробувань. Значення межі плинності при стисканні при підвищених температурах для порошкових алюмінідів становить 500–600 МПа, що на 25–40% перевершує границю плинності литих матеріалів аналогічного складу.
8. При випробуваннях на стискання отриманих матеріалів в діапазоні температур 20–600 °С встановлено прояви ознак механізму динамічного деформаційного старіння при температурі деформації 400 °С, який характеризується "зубчастою" формою кривої навантаження і підвищеною інтенсивністю наростання напруження, що свідчить про включення додаткового механізму зміцнення, пов'язаного зі стримуванням руху дислокацій включеннями іншої фази. За здатністю опиратися повзучості отримані порошкові матеріали показали кращі результати порівняно з існуючими литими аналогами.

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

Іноземні видання:

1. Bagliuk G. A., Tolochin A. I., Iakovenko R. V., **Tolochina A. V.**, Kurikhin V. S. Hot Forging of Powdered Fe₃Al Intermetallic Alloys. *Materials Science. Non-Equilibrium Phase Transformations*. Varna, Bulgaria: 2015. Volume 1. Issue 2. pp. 53–57. Режим доступу: <https://stumejournals.com/journals/ms/2015/2/53> (Особистий внесок здобувача: виготовлення сплавів, участь у дослідженні фазового складу та мікроструктури, побудова кривих залежностей густини матеріалу та температури гарячої штамповки від термічної обробки).

2. **Tolochina A. V.**, Bagliuk G. A., Tolochin A. I., Gripachevsky A. N. Formation of structure and properties of powdered iron aluminide Fe–14% Al at vacuum sintering and hot forging. *Machines. Technologies. Materials*. 2017. Volume 11. Issue 9. pp. 465–469. Режим доступу: <https://stumejournals.com/journals/mtm/2017/9/465> (Особистий внесок здобувача: дослідження мікроструктури та основних фізико-механічних властивостей, обробка результатів, написання статті).

Статті, що входять до міжнародних наукометричних баз даних:

3. Baglyuk G. A., Tolochin A. I., **Tolochina A. V.**, Yakovenko R. V., Gripachevckii A. N., Golovkova M. E. Effect of Process Conditions on the Structure and Properties of the Hot-Forged Fe₃Al Intermetallic Alloy. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 2016. Volume 55. Issue 5. pp. 297–305. SCOPUS. DOI. <https://doi.org/10.1007/s11106-016-9805-0> (Особистий внесок здобувача: виготовлення сплавів і шліфів, аналіз мікроструктури та рентгенограм, дослідження механічних характеристик, участь у написанні статті).

4. Tolochyn O. I., **Tolochyna O. V.**, Bagliuk H. A., Yevych Ya. I., Podrezov Yu. M., Mamonova A. A. Influence of Sintering Temperature on the Structure and Properties of Powder Iron Aluminide Fe₃Al. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 2020. Volume 59. Issue 3. pp. 150–159. SCOPUS. DOI. <https://doi.org/10.1007/s11106-020-00150-9>. (Особистий внесок здобувача: підготовка сумішей для виготовлення сплавів, аналіз мікроструктури, фазового складу та розрахунок дифрактограм алюмініду заліза, участь у написанні статті).

5. Tolochin A. I., **Tolochina A. V.**, Bagliuk G. A., Yevich Ya. I., Podrezov Yu. N., Molchanovskaya G. M. Influence of the modes of impact sintering on the patterns of structure formation and properties of the Fe–14% Al intermetallic compound obtained from iron and aluminum powders. *Materials Science*. 2020. Volume 56. Issue 4. pp. 496–504. SCOPUS. (Особистий внесок здобувача: дослідження фазового складу інтерметаліду при нагріванні, аналіз мікроструктури, кривих ДТА та дилатогам алюмініду заліза, участь у написанні статті)

6. Tolochyn O. I., Bagliuk H. A., **Tolochyna O. V.**, Yevych Ya. I., Podrezov Yu. M., Okun I. Yu. Effect of processing parameters on the structure and properties

of powder Fe–Al intermetallic compounds obtained by sintering and impulse hot pressing. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 2020. Volume 59. Issue 7. pp 375–385. SCOPUS. DOI. <https://doi.org/10.1007/s11106-020-00171-4> (Особистий внесок здобувача: виготовлення алюмініду заліза за різними технологічними схемами, побудова графіків залежностей основних фізико-механічних властивостей алюмініду заліза від технологічних режимів імпульсного гарячого пресування, участь у написанні статті)

Статті у наукових фахових виданнях України:

7. Полярус О.М., Мініцький А.В., Гавриленко О.Г., **Жидельова О. В. (Толочина О. В.)**. Вплив обробки в магнітному полі на характеристики міцності детонаційних покриттів систем WC–Co і Fe–Al. *Наукові вісті НТУУ “КПІ”*. 2012. №1. С. 99–103. <https://ela.kpi.ua/handle/123456789/36183>. (Особистий внесок здобувача: дослідження мікроструктури та визначення впливу магнітного поля на механічні властивості детонаційних покриттів, участь у написанні статті).

8. Баглюк Г. А., Толочин О. І., **Толочина О. В.**, Яковенко Р. В. Вплив технологічних режимів гарячого штампування на структуру та властивості порошкових інтерметалідів Fe₃Al. *Вісник Національного технічного університету «ХПІ»*. Серія: Інноваційні технології та обладнання обробки матеріалів у машинобудуванні та металургії. Харків: НТУ «ХПІ». 2014. №44 (1087). С. 8–15. http://www.kpi.kharkov.ua/archive/Наукова_періодика/vestnik. (Особистий внесок здобувача: виготовлення сплавів за різними технологічними режимами, дослідження термічного синтезу порошкових сумішей інтерметаліду).

9. Баглюк Г. А., **Толочина А. В.**, Толочин А. И., Яковенко Р. В., Кудь В. К., Головкова М. Е., Евич Я. И., Грипачевский А. Н. Влияние диборида титана на структуру и свойства горячештампованного интерметаллида Fe₃Al. *Наукові нотатки, Луцьк*. 2015. Випуск №50. С. 8–17. http://nbuv.gov.ua/UJRN/Nn_2015_50_3. (Особистий внесок здобувача: визначення фізико-механічних властивостей та аналіз поверхні поверхні руйнування інтерметаліду і композитів на його основі після гарячої штамповки).

10. **Толочина О. В.**, Баглюк Г. А., Толочин О. І., Яковенко Р. В. Вплив морфології вихідних порошків на структуру і властивості гарячештампованого інтерметаліду Fe–16Al. *Наукові нотатки, Луцьк*. 2016. Випуск №53. С. 220–225. http://nbuv.gov.ua/UJRN/Nn_2016_53_38. (Особистий внесок здобувача: виготовлення сплавів, підготовка шліфів, дослідження впливу морфології вихідних порошків на структуру інтерметаліду, отриманого гарячою штамповкою).

11. **Толочина О. В.**, Баглюк Г. А., Мамонова А. А., Окунь І. Ю., Евич Я.І. Вплив термомеханічної обробки на властивості і структуру порошкового алюмініду заліза Fe–14Al. *Наукові нотатки, Луцьк*. 2017. Випуск №59. С. 278–287. http://nbuv.gov.ua/j-pdf/Nn_2017_59_47.pdf. (Особистий внесок

здобувача: виготовлення сплавів за різними технологічними схемами, дослідження мікроструктури, вимірювання твердості сплавів, участь у написанні статті).

12. Баглюк Г. А., Толочин О. І., **Толочина О. В.**, Яковенко Р. В. Влияние горячей штамповки на структуру и свойства порошкового интерметаллида Fe_3Al . *Ресурсосберегающие технологии производства и обработки давлением материалов в машиностроении. Луганск ВНУ им. Даля*. 2014. С. 88–96. http://nbuv.gov.ua/UJRN/rtvotmm_2014_1_14. (Особистий внесок здобувача: дослідження особливості структури та механічних властивостей інтерметалідів системи залізо-алюміній, отриманих гарячим штампуванням).

13. **Толочина А. В.**, Мамонова А. А., Окунь И. Ю., Евич Я. И. Получение интерметаллида Fe_3Al методами порошковой металлургии. *Керамика: наука и жизнь*. 2016. Т. 33. №4. С. 28–38. http://nbuv.gov.ua/UJRN/Knizh_2016_4_5. (Особистий внесок здобувача: виготовлення сплавів, шліфів, дослідження впливу дисперсних зміцнюючих частинок на механічні властивості алюмініду заліза).

Матеріали наукових конференцій:

14. Оликер В. Е., Гавриленко А. Г., Полярус Е. Н., **Жидельова О. В.** (**Толочина О. В.**), Тимофеева И. И., Подрезов Ю. Н., Гридасова Т. Я. Повышение механических характеристик покрытий WC–Co и Fe_3Al при обработке в магнитном поле. *Материаловедение тугоплавких соединений: материалы III-й международной Самсоновской конференции* (Киев, 23–25 мая 2012 г.). Киев, 2012. С. 176. (Особистий внесок здобувача: підготовка зразків для магнітної обробки, виготовлення шліфів, аналіз мікроструктури, участь у написанні роботи) (очна участь).

15. **Толочина А. В.**, Баглюк Г. А., Толочин А. И., Яковенко Р. В. Структура и свойства горячештампованного порошкового интерметаллида на основе системы Fe–Al. *Порошковая металлургия: современное состояние и будущее: тезисы докладов международной конференции* (Киев, 22–25 апреля 2014 г.). Киев, 2014. С. 78. (Особистий внесок здобувача: аналіз мікроструктури алюмініду заліза, обговорення експерименту, написання роботи) (очна участь).

16. Баглюк Г. А., **Толочина О. В.**, Толочин О. І., Яковенко Р. В., Куріхін В. С. Горяче штампування порошкових інтерметалідів системи Fe–Al. *Теоретичні та практичні проблеми в обробці матеріалів тиском і якості фахової освіти: тези доповідей V Міжнародної науково-технічної конференції* (Київ, 19–25 травня 2014 р.). Київ, 2014. С. 13–14. (Особистий внесок здобувача: підготовка порошкових сумішей інтерметалідів, обговорення та аналіз результатів експериментів, участь у написанні роботи) (очна участь).

17. **Толочина А. В.** Синтез и горячая штамповка интерметаллида Fe_3Al из порошков с различной морфологией. *Физико-химия и технология неорганических материалов: Материалы XI Всероссийской ежегодной*

конференції молодих наукових співробітників і аспірантів (Москва, 16-19 вересня, 2014 р.). Москва, 2014. С.342-343. *(Особистий внесок здобувача: підготування вихідних порошків для отримання інтерметаліду, аналіз фазового складу матеріалу після термічного синтезу, написання роботи)* (заочна участь).

18. **Толочина А. В.**, Толочин О. І., Баглюк Г. А., Яковенко Р. В. Влияние среды нагрева при термическом синтезе и горячей штамповке на структуру и свойства интерметаллида Fe_3Al . *Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка: Сборник докладов 9-ого Международного симпозиума* (Минск, 8–10 апреля 2015 г.). Минск, 2015. Часть 1. С.212–223. *(Особистий внесок здобувача: підготування суміші порошків для отримання гарячештампованого інтерметаліду Fe_3Al , проведення синтезу та визначення зміни маси алюмініду заліза після термічного синтезу в різних середовищах)* (очна участь).

19. **Толочина А. В.** Ударное горячее прессование порошковых интерметаллидов системы Fe–Al. *Физико-химия и технология неорганических материалов: Материалы XII Всероссийской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов* (Москва, 16-19 сентября, 2014 г.). Москва, 2015. С.111-113. *(Особистий внесок здобувача: виготовлення сплавів, дослідження мікроструктури та міцнісних характеристик)* (заочна участь).

20. **Толочина А. В.**, Баглюк Г. А., Толочин А. И., Яковенко Р. В., Кудь В. К., Мамонова А. А. Горячая штамповка интерметаллида на основе системы Fe–15Al–5Ti. Тезисы докладов 5-ой международной конференции HighMatTech (Киев, 5-8 октября, 2014 г.). Киев, 2014. С. 94. *(Особистий внесок здобувача: досліджено вплив легуючого елементу на основні фізико-механічні властивості інтерметаліду, написання роботи)* (очна участь).

АНОТАЦІЯ

Толочина О. В. Технологічні засади створення порошкових матеріалів на основі інтерметаліду системи Fe-Al. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.16.06 «Порошкова металургія і композиційні матеріали» (13 Механічна інженерія). – Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України, Київ, 2021

Робота присвячена вирішенню актуальної науково-технічної задачі розробки технологічних процесів виготовлення алюмініду заліза з використанням методів порошкової металургії. Реалізовано комплексний підхід до вирішення проблеми структуроутворення та формування механічних властивостей в порошковому алюмініді заліза, який полягає в послідовному аналізі та оптимізації складу та структури на кожному технологічному етапі.

Досліджено синтез інтерметалідних фаз із суміші порошоків заліза та алюмінію при нагріванні. Вивчено процес ущільнення отриманого алюмініду заліза при консолідації традиційним спіканням, імпульсним гарячим пресуванням та гарячим штампуванням.

Показано, що порошкові матеріали, які отримані за розробленими технологіями перевершують литі аналоги, як за високотемпературною міцністю, так і за параметрами, що характеризують опір повзучості.

Відпрацьовані на двокомпонентних системах технологічні режими штампування були використані для отримання дисперсно-зміцнених композитів на основі алюмінідів заліза. Розроблені матеріали та технологічний процес їх виготовлення пройшли успішну дослідно-промислову апробацію та прийняті до впровадження для виготовлення проставки форсунки дизельного двигуна.

Ключові слова: залізо, алюміній, інтерметалід, механоактивація, термічний синтез, спікання, імпульсне гаряче пресування, гаряче штампування, відпал, структура, твердість, міцність, тріщиностійкість, опір повзучості.

АННОТАЦІЯ

Толочина А. В. Технологические основы создания порошковых материалов на основе интерметаллида системы Fe-Al. – Квалификационная научная работа на правах рукописи.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы» (13 Механическая инженерия). – Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины, Киев, 2021

Работа посвящена решению актуальной научно-технической задачи разработки технологических процессов изготовления интерметаллида алюминиды железа с использованием методов порошковой металлургии. Реализован комплексный подход к решению проблемы структурообразования и формирования механических свойств в порошковой алюминиде железа, который заключается в последовательном анализе и оптимизации состава и структуры на каждом технологическом этапе.

Исследован синтез интерметаллидных фаз из смесей порошков железа и алюминия при нагреве. Изучен процесс уплотнения полученного алюминиды железа при консолидации традиционным спеканием, импульсным горячим прессованием и горячей штамповкой.

Показано, что порошковые материалы, полученные разработанными технологиями, превосходят литые аналоги, как по высокотемпературной прочности, так и по параметрам, характеризующим сопротивление ползучести.

Отработанные на двухкомпонентных системах технологические режимы штамповки были использованы для получения дисперсно-

упрочненных композитов на основе алюминидов железа. Разработанные материалы и технологический процесс их изготовления прошли успешную опытно-промышленную апробацию и приняты к внедрению для изготовления проставки форсунки дизельного двигателя.

Ключевые слова: железо, алюминий, интерметаллид, механоактивация, термический синтез, спекание, импульсное горячее прессование, горячая штамповка, отжиг, структура, твердость, прочность, трещиностойкость, сопротивление ползучести.

ANNOTATION

Tolochyna O. V. Technological principles of creating powder materials based on intermetallic system Fe-Al. – The qualification scientific work as a manuscript.

Thesis for Ph.D. degree of technical science on specialty 05.16.06 – “Powder Metallurgy and Composite Materials” (13 Mechanical Engineering). – Frantsevich Institute for Problems of Materials Sciences, NAS of Ukraine, Kyiv, 2021.

The work is devoted to the solution of the actual scientific and technical problem of development of technological processes of production of intermetallide of iron aluminide with use of methods of powder metallurgy. A comprehensive approach to solving the problem of structure formation and formation of mechanical properties in iron powder aluminide is implemented, which consists in sequential analysis and optimization of the composition and structure at each technological stage

The synthesis of intermetallic phases from mixtures of iron and aluminum powders during heating is investigated. The process of compaction of the obtained iron aluminide during consolidation by traditional sintering, pulsed hot pressing and hot stamping has been studied.

It is shown that the powder materials obtained by the developed technologies are superior to cast analogues, both in high-temperature strength and parameters characterizing the resistance of creep.

The technological modes of stamping developed on two-component systems were used to obtain disperse-strengthened composites based on iron aluminides. The developed materials and technological process of their production have passed successful experimental and industrial approbation and are accepted for introduction for production of a spacer of a nozzle of the diesel engine.

Key words: Iron, aluminum, intermetallic, mechanical activation, thermal synthesis, sintering, impact sintering, hot forging, annealing, structure, hardness, strength, fracture toughness, creep resistance.

Підписано до друку 05. 04. 2021. Формат 60×90/16
Ум. друк. арк. 0,9. Обл. – вид. арк. 0,9
Тираж 100 прим. Замовлення № 74

Дільниця оперативної поліграфії Інституту проблем матеріалознавства
ім. І. М. Францевича НАН України
03142, м. Київ – 142, вул. Кржижановського, 3.

