

УДК 66-669.1

DOI dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2020-3-76-84

Наноструктурированные деформационно-упрочняемые алюминий-магниевого сплавы, модифицированные фуллереном C₆₀, полученные методом порошковой металлургии

Часть 1. Влияние концентрации магния на структуру и фазовый состав порошков

© 2020 г. И.А. Евдокимов, Р. Р. Хайруллин, Р.Х. Баграмов, В.В. Аксененков, С.А. Перфилов, А.А. Поздняков, Б.А. Кульницкий, А.Н. Кириченко

Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов (ТИСНУМ), г. Москва, г. Троицк

Статья поступила в редакцию 09.10.19 г., доработана 23.10.19 г., подписана в печать 01.11.19 г.

Аннотация: Представлена первая часть проведенных исследований о влиянии магния на структурно-фазовый состав и физико-механические свойства наноструктурных алюминий-магниевого композиционных материалов состава Al_xMg_y + 0,3 мас.% фуллерена C₆₀. Порошки композитов были получены методом совместной механоактивационной обработки исходных материалов в планетарной шаровой мельнице в среде аргона. Установлено, что они обладают сложной иерархической структурой, представляющей собой агрегаты размером 50–200 мкм, состоящие из прочных высокоплотных агломератов величиной 5–10 мкм, которые, в свою очередь, являются совокупностью наноразмерных (30–60 нм) кристаллитов. Выявлено, что увеличение концентрации магния в композите до 18 мас.% обеспечивает в процессе измельчения получение кристаллитов со средним размером менее 30 нм, при этом величина агрегатов составляет менее 50 мкм. Предельная растворимость магния в алюминии с размером кристаллитов 30–70 нм при механоактивации составила 15 мас.% (17 ат.%). Методом дифференциальной сканирующей калориметрии установлено, что при термической обработке в диапазоне температур 250–400 °С исследуемые наноструктурные композиционные материалы претерпевают необратимые структурно-фазовые превращения: рекристаллизацию, распад α-твёрдого раствора магния в алюминии и образование интерметаллидных β-(Al₃Mg₂), γ-(Al₁₂Mg₁₇) и карбидной (Al₄C₃) фаз. Кроме того, на спектрах комбинационного рассеяния света присутствуют пики, соответствующие, согласно некоторым литературным источникам, ковалентным соединениям алюминия с фуллереном C₆₀ – алюминий-фуллереновым комплексам. На основании полученных данных в дальнейших работах будут определены параметры термобарической обработки порошковых смесей нанокompозитов для получения объемных образцов и их испытаний.

Ключевые слова: алюминий, композит, наноструктура, углерод, механоактивация, фуллерен C₆₀, карбид.

Евдокимов И.А. – канд. техн. наук, науч. сотрудник отдела конструкционных и функциональных наноматериалов ТИСНУМ (108840, г. Москва, г. Троицк, Центральная ул., 7а). E-mail: ivan_911@mail.ru.

Хайруллин Р.Р. – стажер-исследователь отдела конструкционных и функциональных наноматериалов ТИСНУМ. E-mail: khayrullin@phystech.edu.

Баграмов Р.Х. – канд. техн. наук, науч. сотрудник отдела конструкционных и функциональных наноматериалов ТИСНУМ. E-mail: bagramov@tisnum.ru.

Аксененков В.В. – науч. сотрудник отдела структурных исследований ТИСНУМ. E-mail: aksvv@tisnum.ru.

Перфилов С.А. – канд. техн. наук, зав. отделом конструкционных и функциональных наноматериалов ТИСНУМ. E-mail: nhoots@mail.ru.

Поздняков А.А. – канд. техн. наук, зав. лабораторией синтеза новых сверхтвёрдых материалов ТИСНУМ. E-mail: pozdnjakov@yandex.ru.

Кульницкий Б.А. – докт. физ.-мат. наук, науч. сотрудник отдела структурных исследований ТИСНУМ. E-mail: boris@tisnum.ru.

Кириченко А.Н. – канд. хим. наук, науч. сотрудник отдела структурных исследований ТИСНУМ. E-mail: akir73@mail.ru.

Для цитирования: Евдокимов И.А., Хайруллин Р.Р., Баграмов Р.Х., Аксененков В.В., Перфилов С.А., Поздняков А.А., Кульницкий Б.А., Кириченко А.Н. Наноструктурированные деформационно-упрочняемые алюминий-магниевого сплавы, модифицированные фуллереном C₆₀, полученные методом порошковой металлургии. Часть 1. Влияние концентрации магния на структуру и фазовый состав порошков. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2020. No. 3. С. 76–84. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2020-3-76-84.

Nanostructured strain hardened aluminum-magnesium alloys modified by C₆₀ fullerene obtained by powder metallurgy. Part 1. Effect of magnesium concentration on the structure and phase composition of powders

I.A. Evdokimov, R.R. Khayrullin, R.Kh. Bagramov, V.V. Aksenonkov, S.A. Perfilov,
A.A. Pozdnyakov, B.A. Kulnitskiy, A.N. Kirichenko

Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials (TISNCM), Moscow

Received 09.10.2019, revised 23.10.2019, accepted for publication 01.11.2019

Abstract: This paper provides the first part of the study on the magnesium effect on the structural phase composition, physical and mechanical properties of nanostructured aluminum-magnesium composite materials with the composition Al_xMg_y + 0.3 wt.% C₆₀ fullerene. Composite powders were obtained by the simultaneous mechanical activation of initial materials in a planetary ball mill in an argon atmosphere. It was found that the obtained powders have a complex hierarchical structure made up of 50–200 μm aggregates consisting of 5–10 μm strong high-density agglomerates, which in turn are a combination of nanoscale (30–60 nm) crystallites. It was found that the increase in magnesium concentration in the composite up to 18 wt.% makes it possible to obtain crystallites with an average size of less than 30 nm during mechanical activation, while the size of aggregates is less than 50 μm. The maximum solubility of magnesium in aluminum with a crystallite size of 30–70 nm during mechanical activation was 15 wt.% (17 at.%). Using the differential scanning calorimetry method, it was found that nanostructured composites undergo irreversible structural phase transformations during heat treatment in a temperature range of 250–400 °C: recrystallization, decomposition of the α-solid solution of magnesium in aluminum and formation of intermetallic β-(Al₃Mg₂), γ-(Al₁₂Mg₁₇) and carbide (Al₄C₃) phases. In addition, the Raman spectra contain peaks that, according to some sources, correspond to covalent compounds of aluminum with C₆₀ fullerene – aluminum-fullerene complexes. The data obtained will be used in further research to determine parameters for the thermobaric treatment of nanocomposite powder mixtures in order to obtain and test bulk samples.

Keywords: aluminum, composite, nanostructure, carbon, mechanical activation, C₆₀ fullerene, carbide.

Evdokimov I.A. – Cand. Sci. (Eng.), Research scientist, Department of functional and constructional nanomaterials, Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials (TISNCM) (108840, Russia, Moscow, Troitsk, Tsentral'naya str., 7a). E-mail: ivan_911@mail.ru.

Khayrullin R.R. – Research engineer, Department of functional and constructional nanomaterials, TISNCM. E-mail: khayrullin@phystech.edu.

Bagramov R.Kh. – Cand. Sci. (Eng.), Research scientist, Department of functional and constructional nanomaterials, TISNCM. E-mail: bagramov@tisnum.ru.

Aksenonkov V.V. – Research scientist, Department of structural research, TISNCM. E-mail: aksvv@tisnum.ru.

Perfilov S.A. – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Department of functional and constructional nanomaterials, TISNCM. E-mail: nhoots@mail.ru.

Pozdnyakov A.A. – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Laboratory for the synthesis of new superhard materials, TISNCM. E-mail: pozdnjkov@yandex.ru.

Kulnitskiy B.A. – Dr. Sci. (Phys.-Math.), Research scientist, Department of structural research, TISNCM. E-mail: boris@tisnum.ru.

Kirichenko A.N. – Cand. Sci. (Chem.), Research scientist, Department of structural research, TISNCM. E-mail: akir73@mail.ru.

For citation: Evdokimov I.A., Khayrullin R.R., Bagramov R.Kh., Aksenonkov V.V., Perfilov S.A., Pozdnyakov A.A., Kulnitskiy B.A., Kirichenko A.N. Nanostructured strain hardened aluminum-magnesium alloys modified by C₆₀ fullerene obtained by powder metallurgy. Part 1. Effect of magnesium concentration on the structure and phase composition of powders. *Izvestiya Vuzov. Poroshkovaya Metallurgiya i Funktsional'nye Pokrytiya (Powder Metallurgy and Functional Coatings)*. 2020. No. 3. P. 76–84 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2020-3-76-84.

Введение

На сегодняшний день одним из перспективных путей повышения прочностных свойств композиционных материалов является уменьшение размера зерен матрицы до нанометрового масштаба в совокупности с дополнительным модифицированием различными наноразмерными высокомолекулярными и химически активными частицами — оксидами, нитридами, карбидами, углеродными

наноструктурами (УНС) и т.д. Такие металломатричные наноструктурные композиционные материалы (НКМ) могут превосходить традиционные металлы и сплавы по целому ряду свойств и характеристик [1–4].

В работах [5–7] показана возможность получения высокопрочных алюмоматричных сплавов, модифицированных фуллереном C₆₀, методами

порошковой металлургии, включающими высокоэнергетическую обработку в планетарной шаровой мельнице и последующую горячую экструзию. В процессе такой обработки происходят не только смешивание компонентов и измельчение материала матрицы, но также и интенсивный наклеп зерен, приводящий к повышению их физико-механических свойств. Высокие прочностные свойства (пределы прочности при растяжении до 750 МПа, при изгибе до 900 МПа, твердость до 2200 МПа) были достигнуты при использовании деформационно-упрочняемого алюминиевого сплава марки АМг6 в качестве матричного материала и фуллера C_{60} в роли упрочняющей фазы. При этом определенная оптимальная концентрация фуллерена составляла $0,3 \pm 0,05$ мас. %.

Выбор марки АМг в качестве матричного материала обусловлен тем, что в зависимости от содержания магния сплавы данной серии характеризуются высокими прочностью, пластичностью, коррозионной стойкостью, температурной стабильностью, хорошей свариваемостью и т.д. Основным легирующим компонентом этой группы сплавов является магний, который образует α -твердый раствор в решетке алюминия в широком диапазоне концентраций и различные интерметаллидные фазы.

Промышленно выпускаемые сплавы типа АМг содержат до 11 мас. % магния. Если его концентрация до 6 мас. %, то сплавы относятся к конструкционным деформационно-упрочняемым, а если магния больше, то они, как правило, применяются в литом состоянии с дополнительной термообработкой. Такое условное деление обусловлено тем, что при комнатной температуре в алюминии с размером зерен 100–200 мкм в виде пересыщенного α -твердого раствора может находиться около 7 ат. % Mg [8]. Дальнейшее увеличение концентрации магния в твердом растворе возможно лишь за счет закалки пересыщенного α -твердого раствора вплоть до 16,23–18,60 ат. % [9, 10]. Повышение содержания магния в α -твердом растворе ведет к улучшению прочностных характеристик, однако пластичность сплавов резко снижается [11].

Значительно более пересыщенный магнием α -твердый раствор может быть получен различными методами. Так, в работе [12] путем механоактивационной обработки был приготовлен твердый раствор с содержанием магния до 20 мас. %, в [13] кристаллизацией под давлением до 3 ГПа концентрация магния в растворе достигала 25 мас. %, а в [14] показана возможность ее повышения вплоть до 40 ат. %.

При этом авторы отмечают зависимость предельной концентрации Mg от типа исходных материалов и условий осуществления процессов механоактивации и механолегирования [15, 16]. Стоит отметить, что полученные экстремальные растворы были метастабильны и при незначительном тепловом воздействии резко распадались с образованием элементарного магния, γ -($Al_{12}Mg_{17}$) и промежуточной β' -фазы.

Дополнительным упрочняющим фактором НКМ является применение углеродных наноструктур. Как показано в работах [5, 6, 17], молекулы фуллерена C_{60} при определенных условиях формируют с атомами алюминия прочные и стабильные ковалентные связи. Кроме того, при размоле присутствие УНС способствует измельчению зерен Al, а при последующей термообработке — препятствует протеканию процессов рекристаллизации [17, 18].

Таким образом, комбинирование различных механизмов упрочнения позволяет достичь значительного повышения ряда ключевых физико-механических свойств НКМ, однако на сегодняшний день механизмы и особенности межфазных взаимодействий и превращений при характерном размере структурных элементов порядка нескольких десятков нанометров, требуют дополнительного всестороннего изучения.

Настоящая работа направлена на исследование влияния концентрации магния на структурно-фазовый состав порошков наноструктурных алюминий-магниевого композиционных материалов, модифицированных фуллереном C_{60} .

Методика исследований

В качестве исходных материалов для получения НКМ применяли токарную стружку сплавов АМг3 и АМг6 (ГОСТ 4784-97) размером в среднем $3 \times 3 \times 1$ мм. Для изменения концентрации Mg при размоле к стружке сплава АМг6 добавляли 3, 6, 9, 12, 15 и 18 мас. % стружку магния (СТП ТУ КОМП 3-303-10, ХЧ, чистота 99,9 %, размер $5 \times 15 \times 0,5$ мм). Далее в работе эти материалы обозначены как АМг 3, 6, 9, 12, 15 и 18 соответственно.

В качестве модифицирующей фазы в состав НКМ дополнительно вводили 0,3 мас. % фуллерена C_{60} (99,5 %, фракция порошка — 100 мкм).

Совместную обработку исходных материалов — механолегирование (МЛ) — проводили в плане-

тарной шаровой мельнице АГО-2У. Суммарное время МЛ доходило до 60 мин (циклами по 5 мин с перерывами по 3 мин) при частоте вращения водила 1800 об/мин. Соотношение масс обрабатываемого материала и размольных тел составляло 1 : 20.

Для снижения степени натира в процессе МЛ контейнеры и размольные тела были предварительно футерованы исходным алюминиевым сплавом АМгЗ, что позволяло минимизировать загрязнение НКМ сторонними примесями.

Для предотвращения окисления и протекания других нежелательных реакций все манипуляции с исходными материалами и полученными порошками проводили в заполненном аргоном изолирующем перчаточном боксе, поддерживающем чистоту атмосферы по кислороду и парам воды не хуже 0,1 ppm.

Структурные исследования полученных образцов осуществляли методами оптической (Olimpus BX51), сканирующей (JSM-7600F) и просвечивающей (JEM-2010) электронной микроскопии. Рентгенофазовый анализ (РФА) порошков проводили на дифрактометре PANalytical Empyrean в $\text{CuK}\alpha$ -излучении. На основании полученных дифрактограмм с помощью программы MAUD методом функциональных параметров определяли величину областей когерентного рассеяния (ОКР) — средний размер кристаллитов. Исследования с использованием спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) проводили с помощью установки на базе спектрометра TRAIX 552 и детектора CCD Spec-10, 2KBUV 2048x512. В качестве возбуждающего излучения применяли лазеры BeamLok 2065-7S (Spectra-Physics) с длиной волны $\lambda = 512$ нм и WaveTrain с $\lambda = 257$ нм. Термическую стабильность полученных НКМ изучали методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) на установке Perkin Elmer DSC8000.

Результаты и их обсуждение

В процессе МЛ средний размер ОКР алюминия уменьшается от исходного значения 200—250 нм до 25—80 нм в зависимости от концентрации магния (рис. 1). Как видно из представленных данных, на начальном этапе размола (первые 10—20 мин) при повышении концентрации Mg средний размер ОКР всех исследуемых материалов уменьшается от исходных 200—250 нм до 85—90 нм для образца АМгЗ + 0,3%С₆₀ и до 50—55 нм для

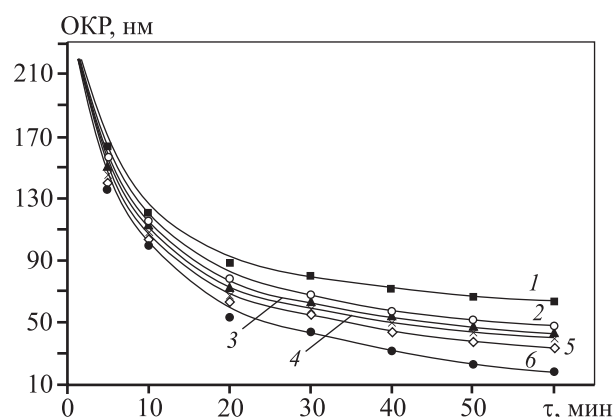


Рис. 1. Изменение ОКР кристаллитов алюминия в НКМ, модифицированных 0,3 мас.% С₆₀, в зависимости от концентрации магния в процессе МЛ

1 — АМгЗ + С₆₀; 2 — АМг6 + С₆₀; 3 — АМг9 + С₆₀; 4 — АМг12 + С₆₀; 5 — АМг15 + С₆₀; 6 — АМг18 + С₆₀

Fig. 1. Changes in the coherent scattering region of aluminum crystallites in the nanostructured composite materials (NCM) modified by 0.3 wt.% C₆₀, depending on the magnesium concentration during mechanical alloying

1 — AlMg3 + C₆₀; 2 — AlMg 6 + C₆₀; 3 — AlMg 9 + C₆₀; 4 — AlMg12 + C₆₀; 5 — AlMg15 + C₆₀; 6 — AlMg18 + C₆₀

АМг18 + 0,3%С₆₀. Далее в промежутке времени от 20 до 60 мин темп измельчения замедляется. После 60 мин МЛ средние размеры кристаллитов НКМ составляют от 20 до 70 нм в зависимости от концентрации магния. Дальнейшая обработка не оказывает значимого влияния на средний размер ОКР, что может быть объяснено достижением некоего критического значения, для преодоления которого требуется увеличение энергонагруженности процесса МЛ. Стоит отметить, что средний размер ОКР для НКМ, содержащих 18 мас.% Mg, составил 18—20 нм, что, согласно [19], близко к теоретически возможному значению для кристаллитов алюминия при комнатной температуре.

Увеличение интенсивности измельчения кристаллитов НКМ с повышенной концентрацией магния может быть связано с локальным повышением содержания в них интерметаллидной фазы и концентрации магния в пересыщенном α-твердом растворе [12, 13], что ведет к уменьшению подвижности дислокаций, снижению пластичности частиц порошка и, как следствие, к охрупчиванию материала.

Согласно данным РФА в порошках НКМ после размола изменений фазового состава не обнаружено (рис. 2). По мере повышения концентрации

магния наблюдается уширение пиков алюминия и их смещение в область меньших углов 2θ , что связано с уменьшением среднего размера кристаллитов и увеличением параметра решетки алюминия

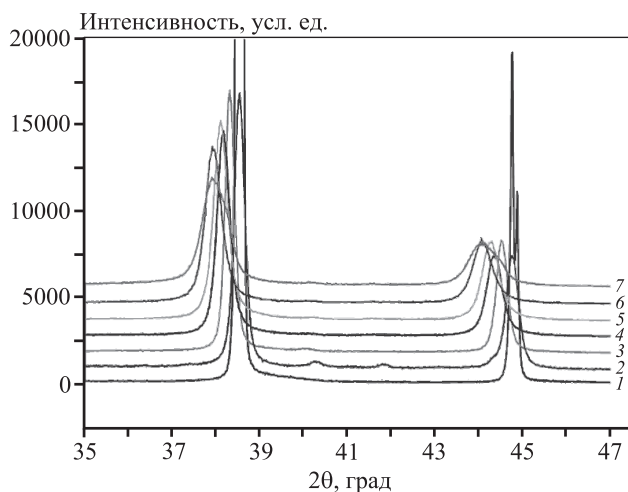


Рис. 2. Дифрактограммы порошков НКМ, модифицированных 0,3 мас.% C_{60} , после МЛ (1800 об/мин, 60 мин)

1 – Al 99,999 (для сравнения); 2 – AlMg6 исходный; 3 – AlMg3 + C_{60} ; 4 – AlMg6 + C_{60} ; 5 – AlMg9 + C_{60} ; 6 – AlMg12 + C_{60} ; 7 – AlMg15 + C_{60}

Fig. 2. XRD patterns of powders of NCM modified by 0.3 wt.% C_{60} , after mechanical alloying (1800 rpm, 60 min)

1 – Al 99,999 (for comparison); 2 – AlMg6 initial; 3 – AlMg3 + C_{60} ; 4 – AlMg6 + C_{60} ; 5 – AlMg9 + C_{60} ; 6 – AlMg12 + C_{60} ; 7 – AlMg15 + C_{60}

вследствие роста концентрации твердого раствора магния в алюминии [20]. Согласно [20, 21] увеличение параметра решетки на 0,0046 Å соответствует растворению 1 ат.% Mg в алюминии. По данным РФА (см. рис. 2) и [20, 21] смещение рентгеновских линий полностью коррелирует со стехиометрией НКМ, свидетельствуя о формировании пересыщенного α -твердого раствора с концентрацией Mg 15 мас.% (17 ат.%). Дальнейшее повышение содержания магния до 18 мас.% (20 ат.%) не приводит к заметному росту концентрации Mg в твердом растворе, о чем свидетельствует отсутствие смещения характеристических линий Al относительно образца НКМ с 15 мас.% Mg.

Таким образом, на основании данных РФА определен предел растворимости магния в наноразмерных зернах алюминия в данных условиях МЛ, который составил 17 ат. %, что близко к равновесному пределу растворимости при $t = 450^\circ\text{C}$ [22].

По данным РФА, ПЭМ и СЭМ полученные порошки НКМ имеют сложную иерархическую структуру. Кристаллиты размером 20–70 нм объединены в прочные высокоплотные агломераты (рис. 3).

Согласно результатам ПЭМ средний размер ОКР алюминия, определенный РФА, соответствует размеру кристаллитов. Агломераты, имеющие преимущественно квазиглобулярную форму, образуют агрегаты, размер которых уменьшается с увеличением содержания магния в порошках НКМ (рис. 4).

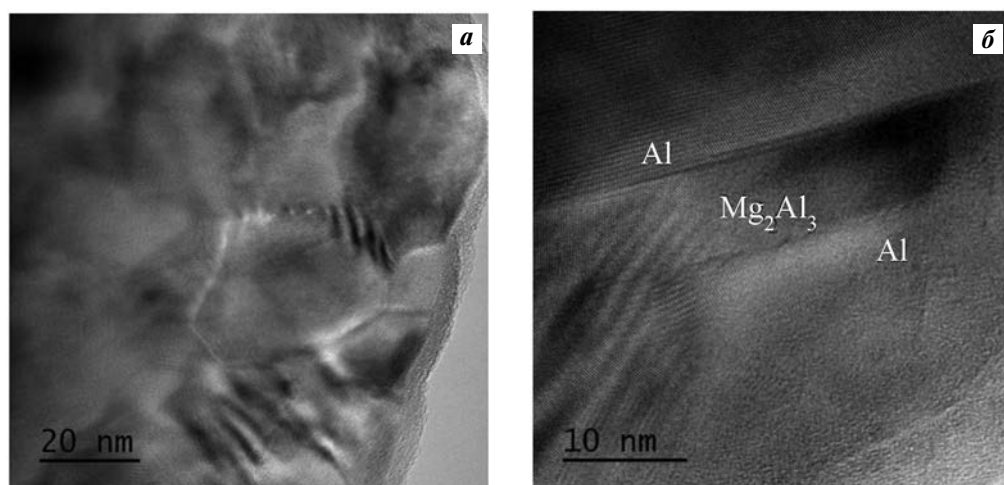


Рис. 3. ПЭМ-изображения структуры НКМ состава AlMg18 + 0,3% C_{60} после 60 мин МЛ-обработки
а – структура НКМ из α -твердого раствора без интерметаллидной фазы; б – с введением интерметаллида Al_3Mg_2

Fig. 3. TEM images of the AlMg18 + 0.3% C_{60} NCM structure after 60 min of mechanical alloying

а – structure of the nanocrystalline material of α solid solution without the intermetallic phase; б – with the Al_3Mg_2 intermetallic added

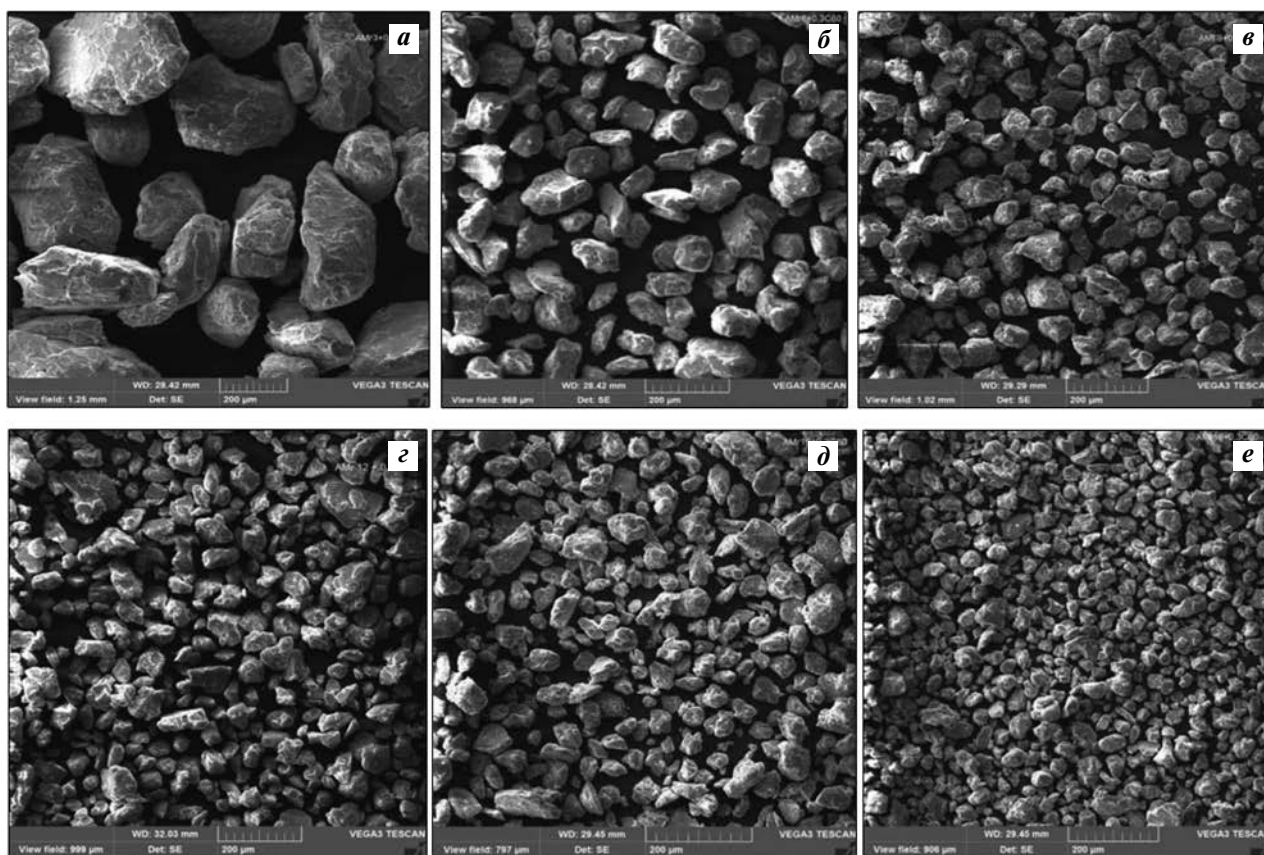


Рис. 4. СЭМ-изображения агрегатов НКМ, модифицированных 0,3 мас.% C_{60} , полученных методом МЛ (1800 об/мин, 60 мин)

a – $AlMg3 + C_{60}$; *б* – $AlMg6 + C_{60}$; *в* – $AlMg9 + C_{60}$; *г* – $AlMg12 + C_{60}$; *д* – $AlMg15 + C_{60}$; *е* – $AlMg18 + C_{60}$

Fig. 4. SEM images of NCM aggregates modified by 0.3 wt% C_{60} , obtained by mechanical alloying (1800 rpm, 60 min)

a – $AlMg3 + C_{60}$; *б* – $AlMg6 + C_{60}$; *в* – $AlMg9 + C_{60}$; *г* – $AlMg12 + C_{60}$; *д* – $AlMg15 + C_{60}$; *е* – $AlMg18 + C_{60}$

Наноструктурные материалы, как правило, находятся в метастабильном состоянии и при приложении к ним какого-либо внешнего воздействия (нагрев, давление, облучение и т.д.) переходят в более энергетически выгодное состояние. В случае наноструктурных металлических материалов такие процессы в основном проявляются в виде рекристаллизации и других структурно-фазовых превращений.

Для исследования термической стабильности полученных порошков НКМ и установления критических параметров дальнейшей обработки (консолидации) были проведены исследования с помощью ДСК (рис. 5). Как видно из представленных данных, в области температур 250–400 °C наблюдается протекание необратимых превращений в НКМ, сопровождающихся эндо- и экзотермическими эффектами. Методами КРС и РФА было

установлено, что наблюдаемые тепловые эффекты связаны с рекристаллизацией матричного сплава, распадом пересыщенного твердого раствора, разрушением алюминий-фуллереновых комплексов и образованием карбида алюминия Al_4C_3 . Эффекты в области $t = 450$ °C связаны с плавлением эвтектики $Al-Al_3Mg_2$ [22].

Стоит отметить, что на структурно-фазовый состав исследуемых НКМ также может оказывать влияние модифицирующая фаза — фуллерен C_{60} . Сами по себе его молекулы весьма стабильны, однако в условиях механосинтеза и термической обработки они могут деградировать до элементарного углерода и образовывать карбид алюминия Al_4C_3 . Появление карбидной фазы может негативно сказаться на прочностных характеристиках НКМ из-за структурных особенностей карбида (игольчатая форма частиц, склонность к гидролизу).

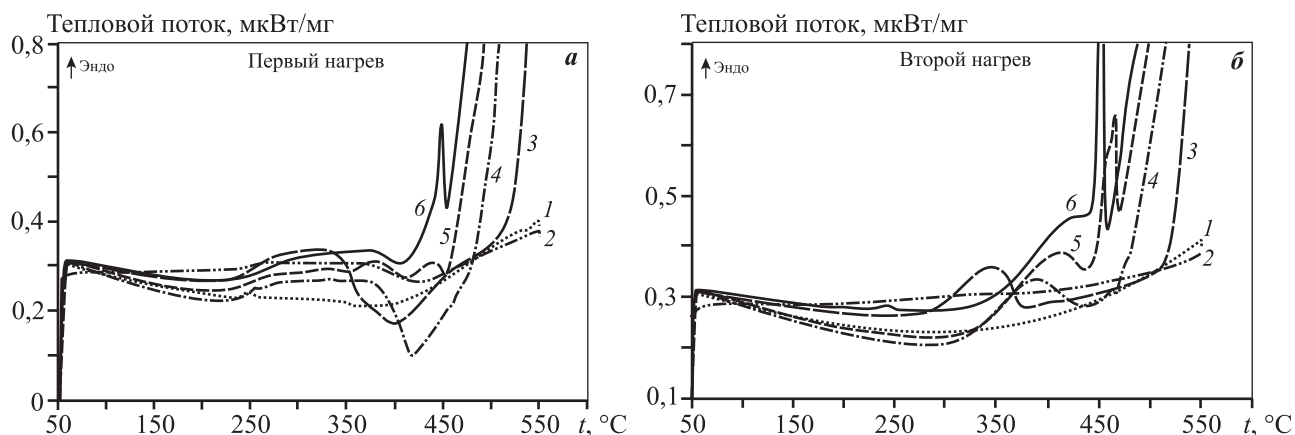


Рис. 5. Исследование термической стабильности НКМ, модифицированных 0,3 мас.% C_{60} , методом ДСК (скорость нагрева 40 К/мин)

1 – AlMg3 + C_{60} , 2 – AlMg6 + C_{60} , 3 – AlMg9 + C_{60} , 4 – AlMg12 + C_{60} , 5 – AlMg15 + C_{60} , 6 – AlMg18 + C_{60}

Fig. 5. Thermal stability study of nanostructured composite materials modified by 0.3 wt% C_{60} , obtained by DSC (heating rate 40 K/min)

1 – AlMg3 + C_{60} , 2 – AlMg6 + C_{60} , 3 – AlMg9 + C_{60} , 4 – AlMg12 + C_{60} , 5 – AlMg15 + C_{60} , 6 – AlMg18 + C_{60}

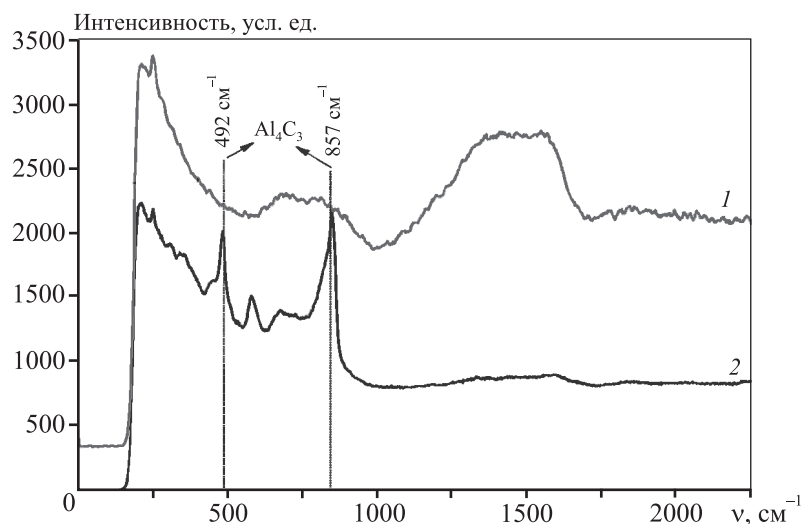


Рис. 6. Спектры комбинационного рассеяния НКМ после отжига при 290 °C (1) и 400 °C (2)

Fig. 6. Raman spectra of nanostructured composite materials after annealing at 290 °C (1) and 400 °C (2)

На спектрах КРС порошков НКМ после размола не наблюдалось пиков Al_4C_3 ($\nu = 492$ и 857 см^{-1}) (рис. 6, спектр 1). Образование карбида алюминия было зафиксировано лишь при нагреве образцов до температур выше 320 °C (рис. 6, спектр 2).

Стоит отметить, что на спектрах КРС также присутствуют широкие пики в области $\nu = 750$ и 1500 см^{-1} , которые, согласно некоторым источникам, могут быть характерны для так называемых алюминий-фуллереновых комплексов — ковалентных соединений типа Al- C_{60} [5]. Согласно

проведенным в [5] расчетам прочность таких соединений может быть выше, чем связь Al-Al, что может оказать положительное влияние на прочностные свойства объемных НКМ.

Закключение

Таким образом, проведены комплексные исследования влияния концентрации магния на структуру и фазовый состав наноструктурированных деформационно-упрочняемых алюминий-маг-

ниевых сплавов, модифицированных фуллереном C_{60} , в том числе при повышенных температурах. На основании полученных результатов сделаны следующие выводы.

1. Динамика изменения среднего размера кристаллитов алюминия в НКМ при механоактивации зависит от концентрации магния, что может быть обусловлено охрупчиванием материала из-за повышенного содержания магния в пересыщенном α -твердом растворе и выпадения наноразмерных включений интерметаллидов Al—Mg по границам зерен.

2. Предел насыщения решетки алюминия атомами магния в процессе механоактивации составил 17 ат.%. При этом полученный пересыщенный твердый раствор является стабильным при комнатной температуре.

3. Структурно-фазовый состав исследуемых образцов НКМ был стабилен до температуры 270 °С, а ее превышение привело к протеканию необратимых структурно-фазовых превращений.

4. Порошки НКМ имеют сложную иерархическую структуру, в которой преобладают крупные частицы (агрегаты), состоящие из прочных высокоплотных агломератов, которые, в свою очередь, являются совокупностью наноразмерных кристаллитов.

На основании полученных данных будут подобраны оптимальные параметры консолидации механоактивированных порошковых смесей НКМ.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках соглашения о предоставлении субсидии от 14.06.2019 г. № 075-15-2019-1307 (№14.574.21.0162). Идентификатор соглашения: RFMEFI57417X0162.

Funding: The research was funded by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation as part of Grant Agreement No. 075-15-2019-1307 (No. 14.574.21.0162) dated 14.06.2019. Agreement identifier: RFMEFI57417X0162.

Литература/References

1. Estrin Y., Murashkin M., Valiev R. Ultrafine-grained aluminium alloys: processes, structural features and properties. In: *Fundamentals of Aluminium Metallurgy*. 2011. P. 468—503.
2. Lloyd D.J. Particle reinforced aluminium and magnesium matrix composites. *Int. Mater. Rev.* 1994. Vol. 39. No. 1. P. 1—23.
3. Markusev M.V., Bampton C.C., Murashkin M.Yu., Hardwick D.A. Structure and properties of ultra-fine grained aluminium alloys produced by severe plastic deformation. *Mater. Sci. Eng. A*. 1997. Vol. 234-236. P. 927—931.
4. Murashkin M.Yu., Kil'mametov A.R., Valiev R.Z. Structure and mechanical properties of an aluminum alloy 1570 subjected to severe plastic deformation by high-pressure torsion. *Phys. Metals Metall.* 2008. Vol. 106. No. 1. P. 90—96.
5. Popov M., Medvedev V., Blank V., Denisov V., Kirichenko A., Tat'yanin E., Zaitsev V. Fulleride of aluminum nanoclusters. *J. Appl. Phys.* 2010. Vol. 108. No. 9. P. 094317-1—094317-6.
6. Евдокимов И.А., Перфилов С.А., Поздняков А.А., Бланк В.Д., Баграмов Р.Х., Пережогин И.А., Кульницкий Б.А., Кириченко А.Н., Аксененков В.В. Наноструктурный композиционный материал на основе алюминий—магниевого сплава, модифицированный фуллереном C_{60} . *Физика и химия обработки материалов*. 2017. No. 1. С. 47—55.
7. Евдокимов И.А., Перфилов С.А., Поздняков А.А., Бланк В.Д., Баграмов Р.Х., Пережогин И.А., Кульницкий Б.А., Кириченко А.Н., Аксененков В.В. Nanostructured composite materials based on Al—Mg alloy modified with fullerene C_{60} . *Inorg. Mater.: Appl. Res.* 2018. Vol. 9. No. 3. P. 472—477.
8. Choi K., Shin S., Bae D., Choi H. Mechanical properties of aluminum-based nanocomposite reinforced with fullerenes. *Trans. Nonferr. Met. Soc. China*. 2014. Vol. 24. P. 47—52.
9. Мальцева Т.В., Озеретс Н.Н., Левина А.В., Ишина Е.А. Цветные металлы и сплавы: Учеб. пос. Екатеринбург: Урал, 2019.
10. Maltseva T.V., Ozerets N.N., Levina A.V., Ishina E.A. Nonferrous metals and alloys: Tutorial. Ekaterinburg: Ural, 2019 (In Russ.).
11. Starink M. J., Zahra A.M. β' and β precipitation in an Al—Mg alloy studied by DSC and TEM. *Acta Mater.* 1998. Vol. 46. No. 10. P. 3381—3397.
12. Siyuan L., Fusheng P., Kainer K. U., Yafang H., Wei K. Progress in light metals, aerospace materials and superconductors. *Trans. Tech. Publ. Ltd*, 2007.
13. Mukai T., Higashi K., Tanimura S. Influence of the magnesium concentration on the relationship between fracture mechanism and strain rate in high purity Al—Mg alloys. *Mater. Sci. Eng. A*. 1994. Vol. 176. No. 1-2. P. 181—189.
14. Schoenitz M., Dreizin E.L. Structure and properties of Al—Mg mechanical alloys. *J. Mater. Res.* 2003. Vol. 18. No. 08. P. 1827—1836.
15. Jie J.C., Zou C.M., Wang H.W., Li B., Wei Z.J. Mechanical properties of Al(Mg) solid solution prepared by so-

- lidification under high pressures. *J. Alloys Compd.* 2012. Vol. 510. No. 1. P. 11–14.
14. Scudino S., Sakaliyska M., Surreddi K. B., Eckert J. Mechanical alloying and milling of Al–Mg alloys. *J. Alloys Compd.* 2009. Vol. 483. No. 1–2. P. 2–7.
 15. Calka A., Kaczmarek W., Williams J.S. Extended solid solubility in ball-milled Al–Mg alloys. *J. Mater. Sci.* 1993. Vol. 28. P. 15–18.
 16. Al-Aqeeli N., Mendoza-Suarez G., Drew R.A.L. XRD and TEM characterization of Al–Mg-based nanocomposite alloys. *Rev. Adv. Mater. Sci.* 2008. Vol. 18. P. 231–235.
 17. Evdokimov I. A., Khayrullin R. R., Perfilov S. A., Pozdnyakov A. A., Bagramov R. H., Perezhogin I. A., Blank V. D. Nanostructured aluminum matrix composite materials, modified by carbon nanostructures. *Mater. Today: Proceedings*. 2018. Vol. 5. No. 12. P. 26153–26159.
 18. Aborkin A.V., Evdokimov I.A., Vaganov V.E., Alymov M.I., Abramov D.V., Khor'kov K.S. Influence of mechanical activation mode on morphology and phase composition of Al–2Mg–nC nanostructured composite material. *Nanotechnologies in Russia*. 2016. Vol. 11. P. 297–304.
 19. Gryaznov V.G., Kaprelov A.M., Romanov A.E. Size effects of dislocation stability in small particles and microcrystallinities. *Scripta Metal.* 1989. Vol. 23. P. 1443–1448.
 20. Rabinovich M.K., Markushev M.V., Murashkin M.Yu. Special features of formation of the submicrocrystalline structure in strain-heat treatment of aluminum alloy 1420 in different initial states. *Met. Sci. Heat Treat.* 1997. Vol. 39. No. 4. P. 172–176.
 21. Lapovok R., Timokhina I., McKenzie P.W.J., O'Donnell R. Processing and properties of ultrafine-grain aluminium alloy 6111 sheet. *J. Mater. Proc. Technol.* 2008. Vol. 200. No. 1–3. P. 441–450.
 22. Totten G.E., MacKenzie D.S. Handbook of aluminum. Vol. 1. Physical metallurgy and processes. Ohio: Marcel Dekker Inc., 2003.

Открыт прием заявок <https://umnik.fasie.ru/> для участия в отборе программы «УМНИК» (Фонда содействия инновациям) на площадке НИТУ «МИСиС».

Станьте победителем и получите 500 тыс. руб. в течение 2 лет на развитие своей идеи.

(Участник может стать победителем программы «УМНИК» только один раз вне зависимости от места выступления и конкретного проекта.)

К участию в отборе программы «УМНИК» допускаются граждане Российской Федерации в возрасте от 18 до 30 лет включительно, у которых имеется в разработке собственный научно-инновационный проект.

Срок подачи заявок на участие в конкурсе до 25.10.2020 г.

Куратор программы «УМНИК» в НИТУ «МИСиС» – Емелина Надежда Борисовна

Тел.: +7 (926) 569-31-35. E-mail: nadyafx@mail.ru