

Д.С. ГОРБУНОВ^{1*}, А.Н. СУЧКОВ¹, Е.А. БАЗДНИКИНА¹,
О.Н. СЕВРЮКОВ¹, П.С. ДЖУМАЕВ¹, В.Н. КАЗАКОВА¹,
И.В. КОЗЛОВ¹, А.В. САМОХИН²

¹*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

²*ИМЕТ РАН, Москва, Россия*

*e-mail: dima07gorbunov@gmail.com

ПОИСК ОПТИМАЛЬНЫХ РЕЖИМОВ ПОЛУЧЕНИЯ ОБЪЕМНЫХ АМОРФНО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ ИЗ ПОРОШКА СОСТАВА $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27,5}Cu_{7,5}$ МЕТОДОМ ИПС

Объемные аморфные металлические сплавы (ОАМС) на основе циркония представляют большой интерес благодаря своим уникальным характеристикам: высокой твердости, высокой прочности, хорошей износостойкости и коррозионной стойкости. По этой причине они являются перспективными материалами для использования в медицине, аэрокосмической отрасли, автомобилестроении, электронике и энергетике, в производстве спортивных товаров и часовых механизмов, а также – в качестве износостойких и коррозионностойких покрытий [1].

Актуальность работы обусловлена необходимостью получать из ОАМС изделия желаемых форм и размеров с сохранением аморфной или аморфно-кристаллической структуры, что невозможно осуществить традиционными методами (литьем). Большой потенциал отмечается у метода искрового плазменного спекания (ИПС), позволяющего изготавливать ОАМС при температурах ниже температуры их кристаллизации [2].

Цель работы заключалась в выборе оптимальных режимов ИПС-консолидации сфероидизированного аморфного порошка фракции 63–100 мкм состава $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27,5}Cu_{7,5}$ для получения наиболее плотных аморфно-кристаллических компактов с высокой степенью аморфности и с наилучшим сочетанием механических свойств.

Для этого методами электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии и измерения механических характеристик исследовано влияние параметров ИПС на формирование аморфно-кристаллической структуры полученных компактов и их свойств. Образцы для исследования получали спеканием в интервале температур 320–400 °С, давлений 50–125 МПа и времени спекания 7–20 минут.

Установлено, что образцы, полученные при искровом плазменном спекании в интервале температур 320–340 °С, рентгеноаморфы (степень аморфности более 80 %). Однако при консолидации в интервале 320–325 °С получаемые компакты имеют высокую внутреннюю пористость, которая не устраняется путём повышения давления. Наибольшее уплотнение при постоянном давлении в 50 МПа достигается при температуре 340 °С. Необходимая и достаточная величина времени спекания при

этом составила 15 минут. С увеличением давления растет плотность компактов, полученных ИПС-консолидацией при 340 °С в течение 15 минут.

В ходе механических испытаний образцов, спеченных при давлениях 60 и 70 МПа, получены их пределы прочности на сжатие: 480–640 МПа и 760–800 МПа, соответственно. Данные значения в 1,5–2 раза ниже прочности образцов, вырезанных из кристаллического слитка сплава $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27.5}Cu_{7.5}$.

Кроме того, отмечено, что разрушение происходит по границам частиц спеченного порошка. Сопоставление результатов спектроскопии характеристических потерь энергии электронов (EELS) и рентгенофазового анализа (РФА) приводит к выводу о наличии на границах между частицами порошка после консолидации хрупкого оксида бериллия (BeO), который может быть основной причиной ухудшения механических характеристик. Из результатов синхротронных исследований получено, что BeO присутствует в порошке и до спекания. Анализ содержания кислорода в материале на различных этапах создания ОАМС показывает, что его значительный рост происходит во время плазменной сфероидизации осколочного порошка.

Сделан вывод о необходимости снижения накаливания в ходе производства порошка для улучшения качества границ между частицами получаемых компактов. Также необходимы дальнейшие исследования свойств образцов, полученных ИПС-консолидацией при 340 °С в течение 15 минут при давлениях 100 МПа и выше.

1. Greer, A.L., Ma, E. Bulk Metallic Glasses: At the Cutting Edge of Metals Research. *MRS Bulletin* 32, 611–619 (2007). <https://doi.org/10.1557/mrs2007.121>
2. Е. А. Базданикина [et al.] Obtaining parameters for the production of bulk amorphous and amorphous-crystalline alloys of the composition $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27.5}Cu_{7.5}$ by spark plasma sintering of powders. New materials: advanced technologies for obtaining and processing materials: Collection of abstracts of the 19th International School-Conference for Young Scientists and Specialists, 145–146 (2021). EDN: [TNATNB](#).

D.S. GORBUNOV^{1*}, A.N. SUCHKOV¹, E.A. BAZDNIKINA¹,
O.N. SEVRUKOV¹, P.S. DZHUMAEV¹, V.N. KAZAKOVA¹,
I.V. KOZLOV¹, A.V. SAMOHIN²

¹National research nuclear university «MEPhI», Moscow, Russia

²Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Moscow, Russia

*e-mail: dima07gorbunov@gmail.com

SEARCHING FOR OPTIMAL MODES OF PRODUCING BULK AMORPHOUS-CRYSTALLINE ALLOYS FROM $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27.5}Cu_{7.5}$ POWDER BY SPS METHOD

Bulk metal glasses (BMGs) based on zirconium are of great interest due to their unique characteristics: high hardness, high strength, good wear resistance and corrosion resistance. For this reason, they are promising materials for using in medicine, aerospace and automotive industries, electronics, power engineering, in the production of sports goods and watch mechanisms, as well as wear-resistant and corrosion-resistant coatings [1].

The relevance of the work is due to the need to obtain products of desired shapes and sizes from BMGs with preservation of amorphous or amorphous-crystalline structure, what can not be done by traditional methods (casting). A great potential is noted for the spark plasma sintering (SPS) method, which makes it possible to fabricate BMGs at temperatures below their crystallization temperature [2].

The aim of this work was to select the optimal modes of SPS consolidation of a spheroidized amorphous powder of the 63–100 μm fraction of the $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27.5}Cu_{7.5}$ alloy composition in order to obtain the densest amorphous-crystalline compacts with a high degree of amorphism and with the best combination of mechanical properties.

For this purpose, electron microscopy, X-ray diffractometry, and measurement of mechanical characteristics were used to study the influence of SPS parameters on the formation of the amorphous-crystalline structure of the resulting compacts and their properties. Samples for research were obtained by sintering in the temperature range of 320–400 °C, pressures of 50–125 MPa, and sintering time of 7–20 minutes.

It was established that samples obtained by spark plasma sintering in the temperature range 320 – 340 °C are X-ray amorphous (amorphous phase amount is more than 80%). However, during consolidation in the range of 320–325 °C, the resulting compacts have a high internal porosity, which can not be eliminated by increasing the pressure. The greatest compaction at a constant pressure of 50 MPa is achieved at a temperature of 340 °C. The necessary and sufficient value of the sintering time was 15 minutes. With increasing pressure, the density of compacts obtained by SPS consolidation at 340 °C for 15 minutes increases.

In the course of mechanical testing of samples sintered at pressures of 60 and 70 MPa, their ultimate compressive strength were obtained: 480–640 MPa and 760–800 MPa, respectively. These values are 1.5–2 times lower than the strength of samples cut from a crystalline ingot of the $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27.5}Cu_{7.5}$ alloy.

In addition, it was noted that the destruction occurs along the boundaries of the particles of the sintered powder. Comparison of the results of electron energy loss spectroscopy (EELS) and X-ray diffraction analysis (XRD) leads to the conclusion about the presence of brittle beryllium oxide (BeO) at the boundaries between powder particles after consolidation, which can be the main reason for the deterioration of mechanical characteristics. From the results of synchrotron research, it was found that BeO is present in the powder even before sintering. An analysis of the oxygen content in the material at various stages of the creation of BMGs shows that its significant increase occurs during the plasma spheroidization of the shard powder.

It is concluded that it is necessary to reduce oxygenation during powder production in order to improve the quality of the boundaries between the particles of the resulting compacts. It is also necessary to further study the properties of samples obtained by SPS-consolidation at 340 °C for 15 minutes at pressures of 100 MPa and higher.

1. Greer, A.L., Ma, E. Bulk Metallic Glasses: At the Cutting Edge of Metals Research. *MRS Bulletin* **32**, 611–619 (2007). <https://doi.org/10.1557/mrs2007.121>
2. E. A. Bazdnikina [et al.] Obtaining parameters for the production of bulk amorphous and amorphous-crystalline alloys of the composition $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27.5}Cu_{7.5}$ by spark plasma sintering of powders. New materials: advanced technologies for obtaining and processing materials: Collection of abstracts of the 19th International School-Conference for Young Scientists and Specialists, 145–146 (2021). EDN: TNATNB.