

# Синтез фуллереносодержащих фаз в порошковых композициях Fe – чугуна – Ni в процессе высокотемпературного спекания

Л. М. Гревнов, М. Ф. Торсунов

---

Исследован процесс синтеза фуллеренов при спекании порошковой композиции Fe – чугуна – Ni. В качестве легирующего элемента использовали никель электролитический, карбонильный и наноразмерный с размером частиц порошка 1,7, 0,5 и 0,16 мкм, соответственно. Установлено, что синтез фуллеренов наиболее активно идет в композиции, легированной электролитическим никелем. Она обладает наименьшей устойчивостью аустенита. Понижение однородности порошковых композиций Fe – чугуна – Ni способствует активизации синтеза фуллеренов в исследуемых образцах.

**Ключевые слова:** порошковая металлургия, структура, фаза, синтез, аустенит, фуллерен, порошковые композиции.

---

The process of synthesis of fullerenes is investigational at sintering composition of Fe – cast-iron – Ni. As an alloying element electrolytic, carbonyl and nanosize nickel used with the size of powder particles of 1,7, 0,5 and 0,16  $\mu\text{m}$ , accordingly. It is established, that the synthesis of fullerenes goes most actively in the composition alloyed by an electrolytic nickel. She possesses the least stability of austenite. Lowering of homogeneity of powder-like compositions of Fe – cast-iron – Ni assists activation of synthesis of fullerenes in the investigated samples.

**Keywords:** powder metallurgy, powder compositions, synthesis, phase, structure, fullerene, austenite.

---

## Введение

Одной из форм существования углерода являются фуллерены — кластерные сфероподобные образования, сложенные из шести- и пятиугольных колец атомов углерода. В конденсированном виде фуллерены образуют молекулярные кристаллы — фуллериты, наиболее распространенная форма  $\text{C}_{60}$  имеет при комнатной температуре плотноупакованную ГЦК-структуру [1]. В последние годы появились работы, в которых исследуется возможность использования фуллеренов в материаловедении. Так в [2] порошок фуллерена и железа спекали при высокой температуре и давлении. В результате получили композитный материал, где в матрице железа образовывались микрочастицы сверхтвердой фазы углерода. Такой материал обладал большой износоустойчивостью.

В [3 – 5] показано, что в процессе спекания порошковых сталей происходит синтез фуллереносодержащих фаз  $\text{Fe}_x\text{C}_{60}$  (металлофуллерит 1, металлофуллерит 2 с периодами кристаллической ГЦК-решетки 12,3 и 14,3  $\text{\AA}$ , соответственно). Обжиг при высоком давлении образцов с синтезированной фуллереносодержащей фазой приводит к образованию в структуре порошковых сталей алмазной фазы [6].

Среди факторов, которые могут оказать влияние на активность синтеза, наряду с легирующими элементами, пористостью, химической неоднородностью можно назвать размер тех или иных структурных составляющих, в частности, размер легирующих порошков. В связи с этим исследовано влияние размера никелевых порошков на синтез фуллеренов в порошковой композиции Fe – чугуна – 9%Ni. Для легирования использовали никель электролитический с размером частиц 1,7 мкм, никель карбонильный с

размером частиц 0,5 мкм и никель наноразмерный с размером 0,164 мкм.

### Методика эксперимента

Образцы прессовали при давлении 200 МПа и спекали в вакууме по двухступенчатому режиму при температурах 1230 и 1340°C в течение 40 минут при каждой температуре. В процессе спекания чугун расплавлялся, а железный порошок оставался в твердом состоянии. Съемку дифрактограмм проводили на дифрактометре ДРОН 4-13 в  $\text{CoK}_\alpha$ -излучении со шлифов, приготовленных на расстоянии 0,3 мм от поверхности образца. Устойчивость переохлажденного аустенита определяли на анизометре Акулова.

### Результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлена дифрактограмма, снятая со шлифа образца композиции, легированной электролитическим никелем. Видно, что в процессе спекания произошел синтез металлофуллерита 1, которому соответствуют дифракционные линии 7,03 и 3,56 Å. Однако, невысокая интенсивность линий говорит о том, что синтезировано небольшое количество фуллеренсодержащей фазы.

На дифрактограмме, снятой со шлифа образца исследуемой композиции, легированной карбонильным никелем, также есть дифракционные линии металлофуллерита 1 (7,09 и 3,56 Å), но их интенсивность еще слабее, чем у композиции с электролитическим никелем (рис. 2).

На дифрактограмме, снятой со шлифа композиции, легированной наноразмерным никелем, линий фуллеренсодержащей фазы вообще нет (рис. 3).

Анализ дифрактограмм показывает, что тип использованного порошка никеля оказывает влияние на синтез фуллеренов в процессе спекания. Наиболее активно синтез идет в сталях, легированных электролитическим никелем. В сталях с наноразмерным никелем синтез вообще не идет. Учитывая то, что порошок электролитического никеля наиболее крупный по сравнению с порошками карбонильного и наноразмерного никеля, можно предположить, что порошковая сталь с электролитическим никелем менее гомогенизирована, чем порошковые стали с карбонильным и наноразмерным никелем. Если это так, то в менее гомогенной стали, по-видимому создаются более благоприятные условия для зарождения новой фазы — фуллерена.

В связи с этим представляло интерес исследовать устойчивость переохлажденного аустенита порош-

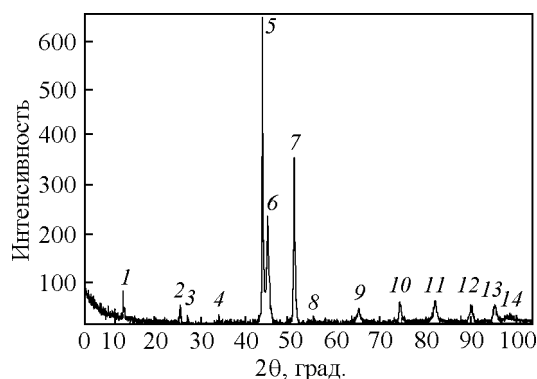


Рис. 1. Дифрактограмма со шлифа образца с электролитическим никелем: 1, 2 — линии 7,03, 3,56 Å фуллеренсодержащей фазы, 5, 7, 10, 12, 13 — линии  $\gamma$ -Fe, 6, 9, 11, 14 — линии  $\alpha$ -Fe.

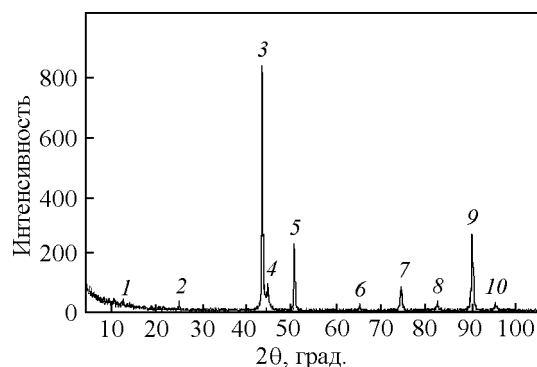


Рис. 2. Дифрактограмма со шлифа образца с карбонильным никелем: 1, 2 — линии 7,09 и 3,56 Å фуллеренсодержащей фазы: 3, 5, 7, 9, 10 — линии  $\gamma$ -Fe, 4, 6, 8 — линии  $\alpha$ -Fe.

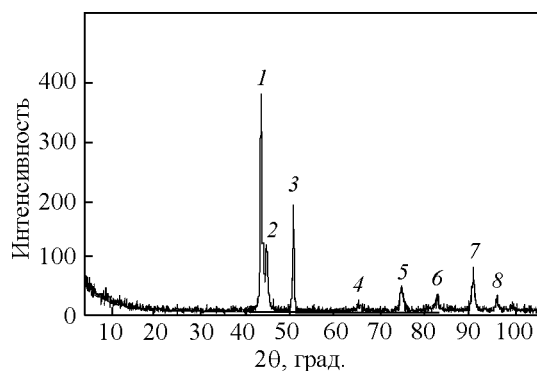


Рис. 3. Дифрактограмма со шлифа образца с наноразмерным никелем: 1, 3, 5, 7, 8 — линии  $\gamma$ -Fe, 2, 4, 6 — линии  $\alpha$ -Fe.

ковых сталей, легированных никелевыми порошками, полученными разными методами и имеющими частицы разных размеров.

На рис. 4 — 6 представлены С-образные кривые порошковых сталей, легированных порошками никеля различной природы и размеров.

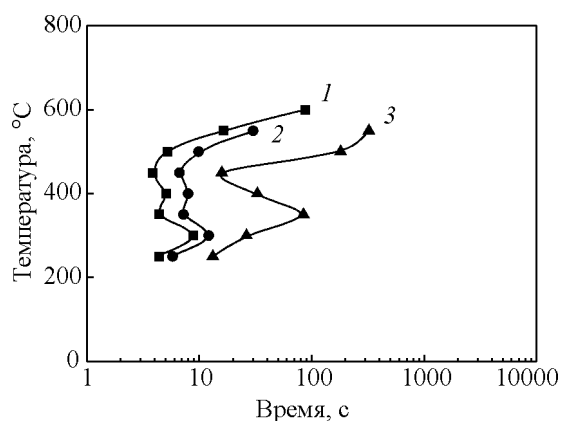


Рис. 4. Диаграмма изотермического распада переохлажденного аустенита порошковой стали PK50H<sub>эл9</sub>: 1 – 10 %, 2 – 25 %, 3 – 45 % распада.

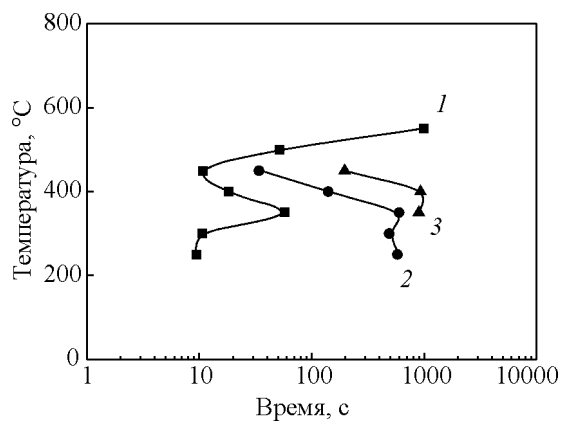


Рис. 5. Диаграмма изотермического распада переохлажденного аустенита порошковой стали PK50H<sub>к9</sub>: 1 – 10 %, 2 – 25 %, 3 – 45 % распада.

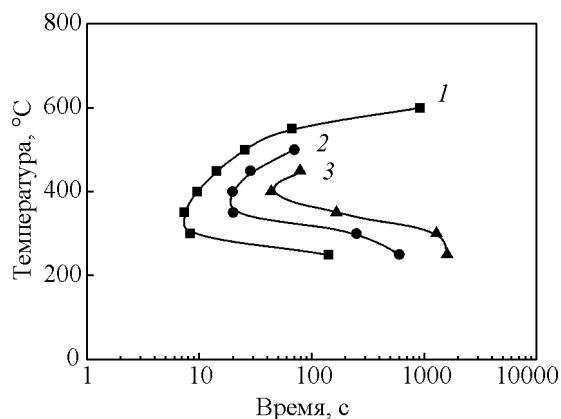


Рис. 6. Диаграмма изотермического распада переохлажденного аустенита порошковой стали PK50H<sub>нано9</sub>: 1 – 10 %, 2 – 25 %, 3 – 45 % распада.

Как показало проведенное исследование изотермического распада аустенита порошковых никелевых сталей, легированных никелем разной

дисперсности наименьшей устойчивостью обладает аустенит стали с электролитическим никелем. Инкубационный период распада 10 % аустенита составляет 4 с. Это, очевидно, связано с высокой неоднородностью аустенита. Более высокая неоднородность стали, легированной электролитическим никелем, очевидно, обусловлена большими размерами частиц никелевого порошка, которые медленнее растворяются по сравнению с более мелкими порошками никеля. По-видимому, участки микрон неоднородности и послужили местами зарождения центров синтеза фуллереносодержащей композиции. По мере увеличения устойчивости переохлажденного аустенита количество участков микрон неоднородности становится меньше, в результате чего синтез фуллеренов затухает.

Таким образом, из анализа дифрактограмм и C-образных кривых следует, что чем устойчивее аустенит порошковой композиции, тем менее активно идет синтез фуллеренов в исследуемых образцах.

## Выводы

1. В процессе жидкофазного спекания композиций Fe – чугуна – 9% Ni происходит синтез фуллереносодержащей фазы в образцах композиций с электролитическим и карбонильным никелем.

2. Наиболее активно синтез фуллереносодержащей фазы происходит в композиции с электролитическим никелем. В композиции с наноразмерным никелем синтез фуллеренов не наблюдается.

3. Наименее устойчивый аустенит формируется в процессе спекания композиции Fe – чугуна – 9% Ni<sub>эл</sub>, а наиболее устойчивый — в композиции Fe – чугуна – 9% Ni<sub>нано</sub>.

4. Понижение гомогенности порошковых композиций Fe – чугуна – 9% Ni способствует активизации синтеза фуллеренов в объеме образцов.

*Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 10-08-00634*

## Литература

1. Козырев С.В., Роткин В.В. Фуллерен. Строение, динамика кристаллической решетки, электронная структура и свойства. Физика и техника полупроводников, 1993, т. 27, вып. 9, с. 1409 – 1434.
2. Tchernogorova O. P., Bannykh O. A., Blinov V. M., Drozdova E. I., Dityat'ev A. A., Mel'nik N. N. Superhard carbon particles forming from fullerites in a mixture with iron powder. Mat. Sci. Eng., 2001, v. A299, p. 136 – 140.
3. Анциферов В.Н., Гилев В.Г., Гревнов Л.М., Дунюшкин А.Н. Формирование фаз на основе фуллерена в системах

- Fe – С и Fe – C<sub>60</sub>. Перспективные материалы, 1999, № 6, с. 5 – 8.
4. Анциферов В.Н., Гревнов Л.М. Синтез фуллеренсодержащих фаз в порошковой композиции железочугун. Перспективные материалы, 2002, № 1, с. 84 – 87.
  5. Анциферов В.Н., Гилев В.Г., Оглезнева С.А., Шацов А.А. Низкотемпературный твердофазный синтез металлофуллеритов. Перспективные материалы, 2000, № 1, с. 11 – 15.
  6. Анциферов В.Н., Гревнов Л.М., Мельник Н.Н. Синтез фуллеренсодержащих фаз в порошковых сталях и их трансформация в алмазы. Перспективные материалы, 2008, № 1, с. 5 – 10.

***Гревнов Лев Михайлович** — Научный центр порошкового материаловедения Пермского национального исследовательского политехнического университета (г. Пермь), доктор технических наук, профессор, ведущий научный сотрудник. Специалист в области порошкового материаловедения. E-mail: kpmc@pm.pstu.ac.ru.*

***Торсунов Михаил Федорович** — Научный центр порошкового материаловедения Пермского национального исследовательского политехнического университета (г. Пермь), инженер. Специалист в области порошкового материаловедения, рентгеноструктурного анализа. E-mail: kpmc@pm.pstu.ac.ru.*