

3. Yoshimura H., Nakahigashi J. Ultra-fine grain refinement, superplasticity and its application of titanium alloys obtained through protium treatment // *Mat. Sci. Forum.* – 2003. – V. 426–432. – P. 673–680.
4. Грабовецкая Г.П., Мельникова Е.Н., Колобов Ю.Р. и др. Эволюция структурно-фазового состояния сплава Ti-6Al-4V в процессе формирования субмикроструктурной структуры с использованием обратимого легирования водородом // *Известия вузов. Физика.* – 2006. – Т. 49. – № 4. – С. 86–91.
5. Скворцов С.В., Ильин А.А., Гуртовая Г.В. и др. Фазовые и структурные превращения, происходящие в титановом сплаве VT20L под действием водорода // *Металлы.* – 2005. – № 2. – С. 45–53.
6. Носов В.К., Колачев Б.А. Водородное пластифицирование при горячей пластической деформации титановых сплавов. – М.: Металлургия, 1986. – 118 с.
7. Колачев Б.А., Носов В.К. Водородное пластифицирование и сверхпластичность титановых сплавов // *Физика металлов и металловедение.* – 1984. – Т. 57. – Вып. 2. – С. 288–297.
8. Колачев Б.А., Ливанов В.А., Буханов А.А. Механические свойства титана и его сплавов. – М.: Металлургия, 1974. – 554 с.
9. Ильин А.А., Мамонов А.М. Температурно-концентрационные диаграммы фазового состава водородсодержащих многокомпонентных сплавов на основе титана // *Металлы.* – 1994. – № 5. – С. 71–78.
10. Пресняков А.А. Локализация пластической деформации. – М.: Машиностроение, 1983. – 56 с.

Поступила 21.12.2006 г.

УДК 536.46

## ФОРМИРОВАНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА В СИСТЕМЕ Ti-3Al НА ЭТАПЕ ВТОРИЧНОГО СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ ПРИ СИНТЕЗЕ В РЕЖИМЕ ТЕПЛООВОГО ВЗРЫВА

В.Ю. Филимонов, М.В. Логинова

Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова, г. Барнаул

E-mail: VYFilimonov@rambler.ru

*С использованием технологического реактора, дающего возможность мгновенного отключения источника разогрева, установлены особенности процессов фазообразования в системе Ti-3Al при реализации самораспространяющегося синтеза в режиме теплового взрыва. Анализ конечных продуктов синтеза позволяет сделать вывод, что фазовый состав шихты аномально зависит от размеров частиц титана. Однофазный продукт, соответствующий исходной стехиометрии, синтезируется на мелкой и крупной фракциях за индукционный период. На промежуточной фракции продукт синтеза является многофазным.*

### Введение

В последнее время интерес исследователей в области фундаментального и прикладного материаловедения к соединениям на основе алюминидов титана значительно возрос. Использование интерметаллидных соединений на основе титана и алюминия в различных отраслях машиностроения имеет широкие перспективы, благодаря сочетанию ряда механических и физико-химических свойств. Алюминиды титана характеризуются малым удельным весом, высокой жаропрочностью, термостойкостью, стойкостью к воздействию агрессивных сред при высоких температурах, что делает возможным их применение в авиастроении, судостроении [1].

В то же время, изучению самораспространяющегося (СВ) синтеза в указанной системе посвящено сравнительно мало публикаций, несмотря на то, что основной областью применения указанных соединений является детонационно-газовое или плазменное напыление для получения защитных покрытий. С этой точки зрения, основной задачей экспериментатора является получение монофазных порошковых материалов определенного состава. Здесь следует иметь в виду, что процесс фазообразования может являться неравновесным.

В работе [2] были сформулированы критерии, определяющие два предельных механизма протекания процессов СВ-синтеза, в зависимости от соотношения характеристических времен горения  $t_c$  и

структурообразования  $t_s$ . В случае  $t_s/t_c \ll 1$ , имеет место равновесный механизм структурообразования. В процессе горения образуются все фазы, известные на диаграмме состояния (механизм Мержанова). В противоположном случае  $t_s/t_c \gg 1$  в ходе реакции горения образуются продукты, находящиеся в метастабильном состоянии. После завершения химической реакции, в этих продуктах происходят физические и химические превращения, которые определяются диффузионными процессами (механизм Боровинской). Именно на этом этапе, процессы структурообразования могут зависеть от внешних условий, прежде всего от условий теплоотвода и размеров частиц тугоплавкого компонента. Изменение соотношения указанных времен может дать возможность управления составом конечного продукта в режиме послыйного горения или теплового взрыва. При этом необходимо иметь в виду, что времена структурообразования будут определяться коэффициентами диффузии при образовании фазы в процессах реакционной диффузии или растворения. Если характерное время теплоотвода значительно меньше времени структурообразования, имеется возможность получения метастабильных фаз [3].

В настоящей работе проведено исследование процессов структурообразования в порошковой системе Ti-Al при синтезе компонентов в режиме статического теплового взрыва, при различной продолжительности процессов синтеза и различных размерах частиц тугоплавкого компонента.

### Экспериментальная методика

Реактор представлял собой металлический цилиндр – 1, на боковую поверхность которого наматывалась нихромовая спираль – 2 через изолирующий слой – 3. Для того, чтобы прогрев системы приводил к объемному тепловому взрыву, торцевые поверхности прогревались специальными нагревательными элементами – 4, представляющими собой слои асбокартона, «прошитые» нихромовой проволокой, которая последовательно соединялась со спиралью, намотанной на боковую поверхность. Температурные измерения проводились с использованием двух хромель-алюмелевых термопар – 5, одна из которых находилась в объеме шихты – 6, другая зачеканивалась в стенку реактора (7 – компенсационные спаи). Между шихтой и торцевым нагревателем прокладывался слой асбеста – 8. Отключение питания спирали производилось выключателем – 9. Сигнал с термопар через нормализатор – 10 подавался в компьютер со встроенной многоканальной платой ЛА 1,5 РСІ.

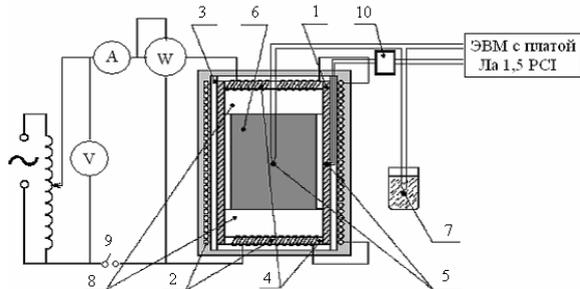


Рис. 1. Блок-схема технологического реактора для проведения СВ-синтеза в режиме теплового взрыва

Внутренний диаметр полости реактора составлял 3,8 см, высота полости 5 см.

Характерной особенностью конструкции реактора является то, что боковая поверхность и торцы цилиндра прогревались одной и той же спиралью, что позволило максимально приблизить систему к режиму статического теплового взрыва, поскольку в этом случае идет равномерный прогрев реакционного объема. Для контроля однородного распределения температуры, при проведении синтеза, на расстоянии 1 мм от торцевой поверхности помещался спай контрольной термопары, при этом различие в показаниях с термопарой, расположенной в центре реактора, в процессе развития теплового взрыва не превышало 3%. Наличие в схеме выключателя – 9 позволяет отключить питание спирали в любой момент времени, при этом происходит быстрое охлаждение шихты.

### Результаты эксперимента

В эксперименте использовались порошки титана трех марок ПТХ трех фракций:  $55 \pm 7$ ,  $130 \pm 23$ ,  $242 \pm 42$  мкм и порошки алюминия АСД-1 со средним размером частиц 12 мкм. На первом этапе эксперимента изучалась динамика теплового взрыва и фазовый состав конечного продукта для средней фракции

частиц титана  $1300 \pm 23$  мкм. На рис. 2 представлена соответствующая термограмма. Отключение источника питания спирали производилось в момент достижения шихтой максимальной температуры.

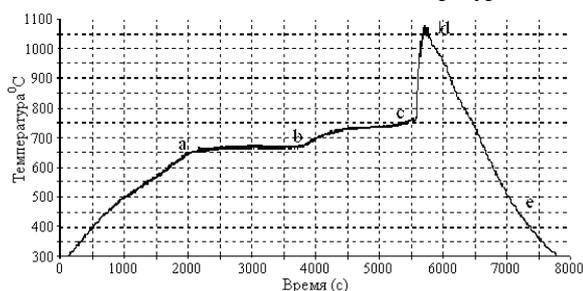


Рис. 2. Термограмма процесса синтеза в режиме теплового взрыва с отключением источника разогрева в момент достижения реагирующей шихтой максимальной температуры. Температура стенки реактора  $750^\circ\text{C}$ , размер частиц титана  $130 \pm 23$  мкм

Участок *ab* соответствует плавлению алюминия. Участок *bc* соответствует прогреву шихты до температуры стенки (алюминий в жидкой фазе). Участок *cd* – тепловой взрыв (первичное структурообразование), участок *de* – остывание шихты до комнатной температуры после отключения источника питания спирали.

На рис. 3 приведена соответствующая дифрактограмма конечного продукта синтеза.

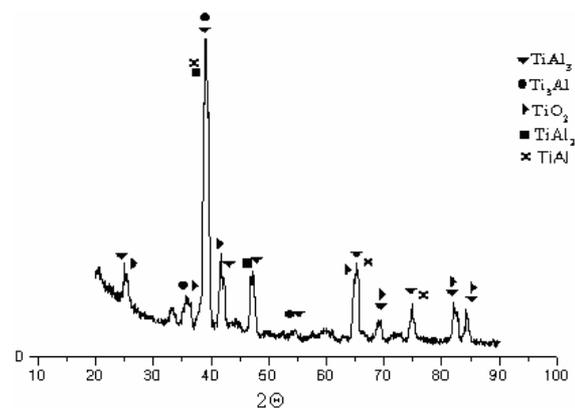


Рис. 3. Дифрактограмма конечного продукта синтеза, при отключении источника мощности в момент достижения реагирующей шихтой максимальной температуры. Размер частиц титана  $130 \pm 23$  мкм

Из вида дифрактограммы следует, что конечный продукт является многофазным, с содержанием всех фаз, имеющих на диаграмме состояния [4], при этом рефлексов алюминия не наблюдается. Из этого можно сделать вывод, что сформировавшиеся фазы пересыщены алюминием, поскольку исходный состав соответствует стехиометрии фазы  $\text{TiAl}_3$ .

На рис. 4 представлена термограмма синтеза для частиц того же размера, но со временем выдержки 4300 с после достижения системой максимальной температуры при температуре стенки реактора  $800^\circ\text{C}$ . На термограмме имеется хорошо выраженное плато, которое соответствует тепловыделению от образования фаз при вторичном структурообразовании.

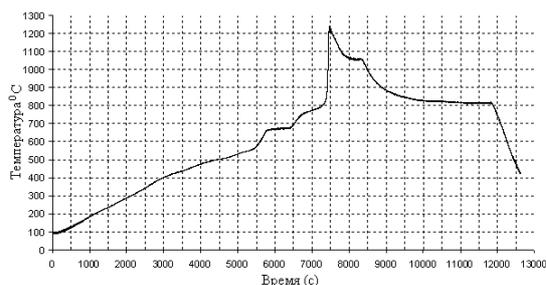


Рис. 4. Термограмма процесса теплового взрыва при выдержке температуры стенки реактора (800 °C) в течение 4300 с. Размер частиц титана  $130 \pm 23$  мкм

Возможность вторичного структурообразования обусловлена тем, что температура стенки поддерживается относительно высокой, следовательно уменьшается скорость теплоотвода по сравнению с предыдущим случаем. Из вида соответствующей дифрактограммы следует (рис. 5), что в конечном продукте остаются лишь две фазы.

Далее, система выдерживалась 6600 с после достижения максимума температуры, при этом термограмма качественно ничем не отличается от приведенной на рис. 4. Соответствующая дифрактограмма представлена на рис. 6.

При отжиге продукта синтеза, полученного в режиме отключения источника в точке максимума термограммы, дифрактограмма полностью идентична, продукт синтеза монофазный. Таким образом, можно сделать вывод, что метастабильные фазы, пересыщенные алюминием, релаксируют при длительном отжиге к равновесному состоянию, которое определяется исходной стехиометрией.

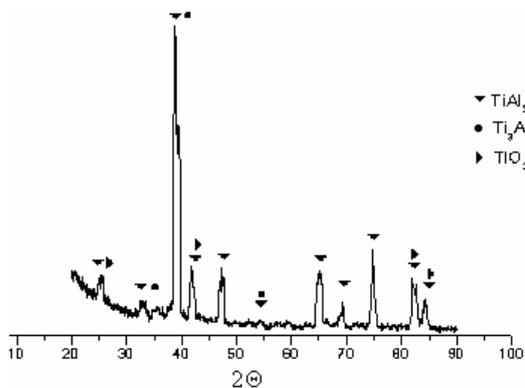


Рис. 5. Дифрактограмма конечного продукта синтеза при выдержке температуры стенки реактора (800 °C) в течение 4300 с. Размер частиц титана  $130 \pm 23$  мкм

На следующем этапе эксперимента был реализован синтез для мелкой фракции  $55 \pm 7$  мкм в режиме отключения источника. Результатом синтеза явился монофазный продукт состава  $TiAl_3$ . Дифрактограмма продукта синтеза полностью соответствовала представленной на рис. 6.

Далее производился синтез для самой крупной фракции частиц титана  $180 \pm 32$  мкм.

На рис. 7 приведена термограмма, полученная в режиме отключения источника, на рис. 8 – соответствующая дифрактограмма.

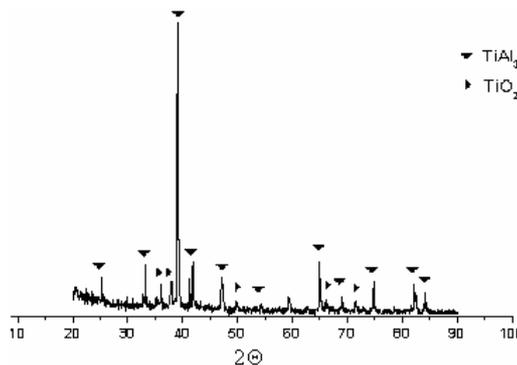


Рис. 6. Дифрактограмма конечного продукта синтеза при выдержке температуры стенки реактора (800 °C) в течение 6600 с. Размер частиц титана  $130 \pm 23$  мкм

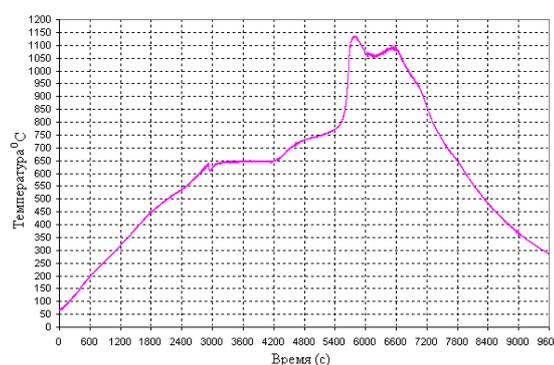


Рис. 7. Термограмма процесса синтеза в режиме теплового взрыва с отключением источника разогрева в момент достижения реагирующей шихты максимальной температуры. Температура стенки реактора 700 °C, размер частиц титана  $242 \pm 42$  мкм

Из вида дифрактограммы следует, что продукт синтеза является монофазным. На первый взгляд такой результат может показаться неожиданным, поскольку с ростом размеров частиц следовало бы ожидать широкий спектр синтезируемых фаз по причине относительно большого времени структурообразования.

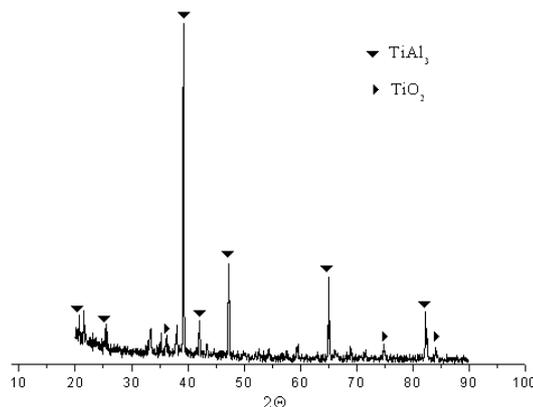


Рис. 8. Дифрактограмма конечного продукта синтеза, полученного в режиме отключения источника. Температура стенки реактора 700 °C. Размер частиц титана  $242 \pm 42$  мкм

Однако, большой размер частиц дает возможность для реализации процессов вторичного структурообразования и в точке минимума термограммы скорости процессов тепловыделения и теплоотдачи сравниваются. Далее начинает доминировать ско-

рость тепловыделения, что стимулирует образование основной фазы в соответствии со стехиометрическим составом. Последнее определяет наличие второго максимума на термограмме, который дает возможность дореагирования системы. В дальнейшем происходит остывание продукта как инертного тела.

Сравнительно быстрое остывание шихты при размерах частиц  $130 \pm 23$  мкм не дает возможности реализации процесса вторичного структурообразования, вместо второго пика появляется плато, система не успевает перейти в равновесное состояние в соответствии с исходной стехиометрией.

#### Выводы

Из проведенной серии экспериментов следует, что фазовый состав продукта СВ-синтеза, проведенного в режиме теплового взрыва в системе Ti+3Al, зависит от размера частиц, причем моно-

фазный продукт стехиометрии  $TiAl_3$  получается как на мелких (в условиях эксперимента  $55 \pm 7$  мкм), так и на крупных ( $180 \pm 32$  мкм) размерах частиц титана по окончании индукционного периода. На промежуточной фракции ( $130 \pm 23$  мкм) по окончании индукционного периода продукт синтеза является многофазным. Подобный аномальный эффект объясняется тем, что при малых размерах частиц время полного выгорания сопоставимо со временем индукции и теплоотвод не успевает оказать существенного влияния на процесс фазообразования. Синтез заканчивается на этапе первичного структурообразования. При больших размерах частиц большое время диффузии создает условия для интенсивного протекания процесса вторичного структурообразования, что проявляется в появлении второго пика на термограмме. Связанный с этим рост температуры стимулирует образование фазы, соответствующей исходной стехиометрии.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Анциферов В.Н., Сметкин А.А. Механически легированные интерметаллические сплавы алюминидов титана // Перспективные материалы. – 2003. – № 6. – С. 12–15.
2. Мержанов А.Г. Процессы горения конденсированных систем. Новое направление исследований // Вестник АН СССР. – 1979. – № 8. – С. 10–18.

3. Евстигнеев В.В., Вольпе Б.М., Милюкова И.В., Сайгутин Г.В. Интегральные технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. – М.: Высшая школа, 1996. – 274 с.
4. Титановые сплавы. Металлография титановых сплавов / Е.А. Борисова, Г.А. Бочвар, М.Я. Брун и др.; под ред. С.Г. Глазунова и Б.А. Колачева (отв. ред.). – М.: Металлургия, 1980. – 464 с.

Поступила 14.11.2006 г.

УДК 538.9:621.785.6

## ИЗМЕНЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ ПРУЖИННОГО Cr-Ni СПЛАВА ПОСЛЕ СТАРЕНИЯ

М.К. Скаков, Е.Б. Мукажанов, Д. Ерболатулы, Ж.М. Исаева

Восточно-Казахстанский государственный университет им. С. Аманжолова, г. Усть-Каменогорск, Казахстан

*Установлено, что старение закаленного сплава 47ХНМ при температуре 500 °С в течение 5...10 ч не приводит к распаду пересыщенного твердого раствора, при повышении температуры старения до 600 °С начинают проявляться признаки распада в частях  $\alpha$ -фазы гомогенного типа. Показано, что после старения при 700 °С закаленных образцов интенсивно развивается прерывистый распад с выделением некогерентной  $\alpha$ -фазы на основе хрома, причем объемная доля его возрастает с увеличением времени старения, достигая максимальных значений за 5...10 ч старения.*

Как известно [1], из-за высоких упругих свойств дисперсионно-твердеющие сплавы на Ni-Cr основе применяются при изготовлении упругочувствительных элементов различных приборов и машин. Помимо этого сплавы Ni-47Cr-Mo являются перспективными материалами для элементов конструкции ядерных и термоядерных реакторов [2]. В работе [3] показано, что можно существенно улучшить радиационную стойкость сплава 47ХНМ, путем изменения исходного структурно-фазового состояния.

Исследования [4] закаленного сплава 47ХНМ показывают, что на фазово-структурное состояние образцов влияют температура закалки, время выдержки под закалку и скорости охлаждения. В работе [5] выявлены особенности изменения механических свойств сплава 47ХНМ в зависимости от режимов закалки, определены оптимальные условия закалки.

Целью настоящей работы является исследование изменений микроструктуры пружинного сплава 47ХНМ при старении в интервале температур 500...700 °С.

#### Материал и методика исследования

В качестве материала исследования в настоящей работе выбран дисперсионно-твердеющий сплав 47ХНМ стандартного химического состава (47 % – Cr, 5 % – Mo, ост. – Ni).

При проведении термических обработок сплава 47ХНМ нагрев под закалку от 1250 °С в течение 1...2 мин и старение в интервале температур 500...700 °С производили в лабораторных трубчатых электропечах сопротивления типа СУОЛ-0,4.4/12-М2-У4.2 в вакууме с остаточным