

УДК 54.055: 621.762.01

СИНТЕЗ Ti_2Ni МЕТОДОМ МЕХАНИЧЕСКОГО ЛЕГИРОВАНИЯ

Е.В. Абдульменова^{1,2}, К.Е. Поповичев²,

Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. С.Н. Кульков

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

²Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН

Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055

E-mail: eva5@tpu.ru

SYNTHESIS OF Ti_2Ni BY THE METHOD OF MECHANICAL ALLOYING

E.V. Abdulmenova^{1,2}, K.E. Popovichev²

Scientific Supervisor: Prof., Dr. S.N. Kulkov

¹National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

²Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences

Russia, Tomsk, Academic str., 2/4, 634055

E-mail: eva5@tpu.ru

Abstract. *It has been studied a synthesis of Ti_2Ni by the method of mechanical alloying and annealing of powders. The average size of the powder particles measured by SEM decreases from 15,7 μm to 9,6 μm at 7 % mass. Ti and increases to 19,2 μm at 25 % mass Ti. Mechanical alloying and annealing of powders lead to the formation of the main Ti_2Ni phase. The lattice parameter of the Ti_2Ni phase decreases with increasing titanium content from $1,1294 \pm 5 \cdot 10^{-4} nm$ to $1,1251 \pm 5 \cdot 10^{-4} nm$. The CDD size of the Ti_2Ni phase is $53 \pm 10 nm$.*

Введение. Известно [1], что система Ti-Ni вблизи эквиатомного состава может состоять из смеси нескольких фаз, TiNi (аустенит, мартенсит), Ti_2Ni , $TiNi_3$. В [2] обнаружено, что из всех фаз возможных в системе Ti-Ni вблизи эквиатомного состава в порошке только фаза Ti_2Ni активно взаимодействует с водородом. Это позволяет предположить, что увеличение содержания фазы Ti_2Ni в порошковой смеси позволит определить изменение во взаимодействии ее с водородом. Для подобных экспериментов наилучшим методом изменения содержания фаз в системе Ti-Ni является метод механохимического легирования, поэтому цель настоящей работы – изучить изменение фазового состава при добавлении титана в Ti-Ni вблизи эквиатомного состава.

Материалы и методы исследования. Смеси промышленных порошков никелида титана марки ПН55Т45 и титана марки ПТО-1 (АО «Полема») в весовых концентрациях (до 25 % масс.) смешивались в планетарной шаровой мельнице «АГО-2» в течение 300 секунд. Скорость вращения барабана составляла 1820 об./мин, что обеспечило ускорение 60g. Механически активированные (МА) порошки отжигали в вакуумной печи СНВЭ 1.3.1/16 при 1000 °С с выдержкой 30 минут. Распределение частиц по размерам определяли по снимкам с растрового микроскопа TESCAN VEGA 3SBH. Частицы порошков ПН55Т45 и ПТО-1 в исходном состоянии имеют гладкие поверхности со средним размером частиц 11,1 мкм (дисперсия по размеру составляет 7,5 мкм) и 6,5 мкм (дисперсия по размеру составляет 6,7 мкм)

соответственно. Анализ фазового состава и параметров кристаллической структуры порошка проводили на дифрактометре с CuK_α излучением. Для оценки относительного содержания фаз определялись значения интегральных интенсивностей всех фаз в диапазоне углов $15\text{-}100^\circ$. Параметры кристаллической решётки определяли с использованием программы для рентгеноструктурных расчётов RTP. Область когерентного рассеяния (ОКР) рассчитывали по уравнению Шеррера. Точность относительного содержания фаз составляет не хуже 5 %, точность рассчитанных областей когерентного рассеяния составляет 5 нм.

Результаты и их обсуждение. На рис. 1 показаны СЭМ изображения порошковых смесей после отжига с разным содержанием титана в исходной смеси. Видно, что после отжига размер частиц порошка при содержании титана 7 % масс. (рис. 1, а) уменьшился и составляет 9,6 мкм, дисперсия по размеру составляет 6,6 мкм. С увеличением содержания титана в смеси средний размер значительно увеличивается, по-видимому, вследствие агрегации более мелких частиц титана, так при 25 % масс. титана в смеси средний размер составляет 19,2 мкм, а дисперсия по размеру 12,4 мкм (рис. 1, б).

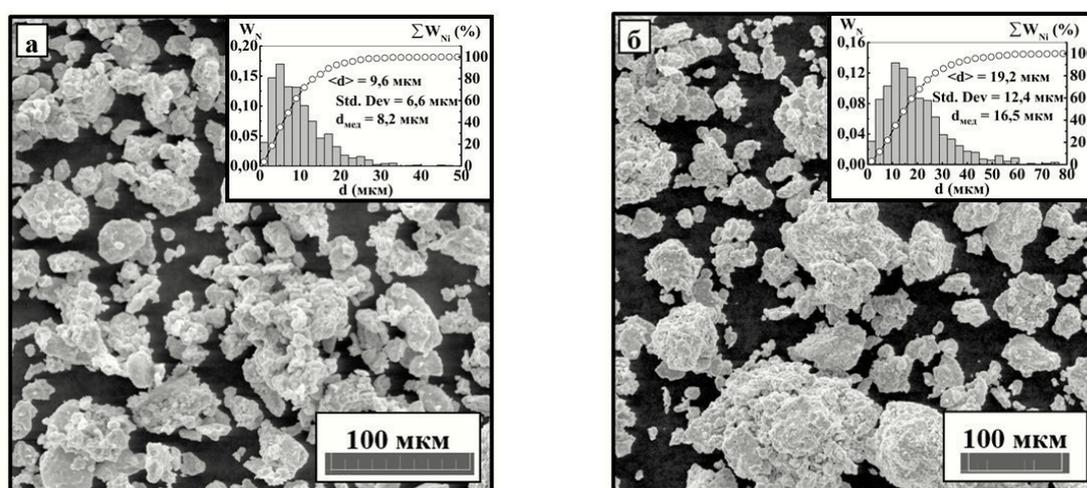


Рис. 1. СЭМ изображение, полученных порошков: 7 (а) и 25 (б) масс. Ti в исходной смеси

На рис. 2, а представлены рентгенограммы, полученных порошков. Видно, что на рентгенограмме исходного порошка после отжига преобладают дифракционные отражения фазы TiNi , которая при комнатной температуре может существовать в трёх формах B_2 , B_{19}' , R согласно [3], так же, имеются дифракционные отражения, принадлежащие Ti_2Ni . С увеличением содержания титана в порошковой смеси начинают преобладать дифракционные отражения фазы Ti_2Ni . На рис 2, б представлена зависимость отношения интегральных интенсивностей фаз TiNi ($B_2+B_{19}'+R$) к Ti_2Ni от содержания введенного в порошковую смесь титана. Из рисунка видно, что можно выделить два участка – с содержанием титана от 0 до 15 % масс. Ti и от 15 до 25 % масс. Ti. Пересечение аппроксимирующих прямых при содержании титана $\sim 15,3$ % масс., по-видимому, соответствует составу, при котором относительное содержание фазы Ti_2Ni максимально. Оценка содержания фаз в полученных порошках по правилу «отрезков» согласно известной диаграмме состояния Ti–Ni [1], показала, что при добавлении 25 % масс. титана к порошку никелида титана, при отжиге формируется фаза Ti_2Ni с относительным содержанием 71 % и фаза TiNi ($B_2+B_{19}'+R$) относительное содержание которой 29 %. При добавлении

15 % масс. титана к порошку никелида титана, при отжиге формируется фаза Ti_2Ni с относительным содержанием 41 % и фаза $TiNi$ ($B_2+B_{19'}+R$) относительное содержание которой 59 %. Это расхождение может быть связано с тем, что частицы порошка после МА имеют градиентную структуру, когда на поверхности частиц присутствует фаза Ti_2Ni , а внутри частиц фаза $TiNi$ ($B_2, B_{19'}, R$). Параметр решетки фазы Ti_2Ni с увеличением содержания введенного титана в смесь порошков уменьшается с $1,1294 \pm 5 \cdot 10^{-4}$ нм до $1,1251 \pm 5 \cdot 10^{-4}$ нм, что несколько меньше чем в [3]. Размер ОКР фазы Ti_2Ni с увеличением титана не изменяется и составляет 53 ± 10 нм.

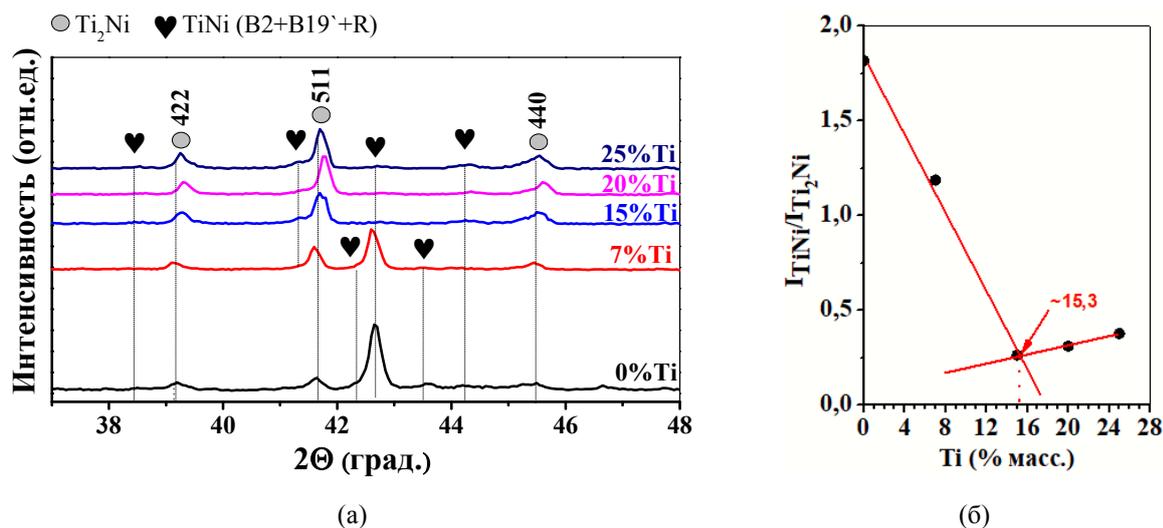


Рис. 2. Рентгенограммы, полученных порошков (а), и зависимость отношения интегральных интенсивностей фаз $TiNi$ ($B_2+B_{19'}+R$) к Ti_2Ni от содержания титана в исходных порошковых смесях (б)

Заключение. Таким образом, показано, что механохимическая активация смеси порошков никелида титана и титана с последующим отжигом приводит к формированию фазы Ti_2Ni , причем максимальное ее содержание составляет при добавлении в $TiNi$ около 15 % масс. титана. По-видимому, полученные порошки имеют градиентную структуру. Эти данные могут быть интересны для изучения взаимодействия водорода с градиентной структурой частиц в системе $Ti-Ni$.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 19-38-90196 Аспиранты и в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, тема номер FWRW-2021-0005

Список Литературы

1. Massalski T.B., Murray J.L. et al. Binary Alloy Phase Diagrams // ASM International. – 1990. – V. 3. – P. 2874–2876.
2. Abdulmenova E.V. Kulkov S.N. Mechanical high-energy treatment of $TiNi$ powder and phase changes after electrochemical hydrogenation // International journal of hydrogen energy. – 2021. – V. 46. – P. 823-836.
3. Otsuka K., Sawamura T., Shimizu K. Crystal structure and internal defects of equatomic $TiNi$ martensite // Phys. Stat. Sol. – 1971. – V. 5. – P. 457-470.