УДК 621.762.4.045, 621.762.52
DOI 10.17073/1997-308X-2015-1-27-31

Исследование структуры (Ti, Al)-композитов, полученных холодным прессованием порошков и твердофазным спеканием

© 2015 г. Н.А. Панькин, А.Ф. Сигачев, Ю.С. Носов, М.А. Окин, В.А. Юдин

Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарева, г. Саранск

Статья поступила в редакцию 27.02.14 г., доработана 04.07.14 г., подписана в печать 10.07.14 г.

Панькин Н.А. — канд. физ.-мат. наук, доцент кафедры физики твердого тела Мордовского гос. ун-та им. Н.П. Огарева (430005, г. Саранск, ул. Большевикская, 68). Тел.: (8342) 29-05-97. E-mail: panjkinna@yandex.ru.

Сигачев А.Ф. — вед. инженер этой кафедры. E-mail: siaf@mail.ru.

Носов Ю.С. — магистрант этой кафедры. E-mail: ge0rg87@mail.ru.

Окин М.А. — канд. техн. наук, доцент той же кафедры. E-mail: okinma@mail.ru.

Юдин В.А. — канд. физ.-мат. наук, доцент той же кафедры. E-mail: uva201@mail.ru.

Методами металлографии, электронной растровой микроскопии и рентгеновской дифрактометрии исследованы титан-алюминиевые композиционные материалы. Они были получены одноосным прессованием при давлении 520 МПа смеси порошков титана (ПТМ-1) и алюминия (ПА-4) и последующим твердофазным спеканием на воздухе при температуре 600 °С. Концентрация алюминия изменялась от 5 до 50 мас. %.

Ключевые слова: композиционный материал, прессование, спекание, пористость, твердость, фазовый состав, структура.

Titanium–aluminum composite materials are investigated by metallography, electron scanning microscopy, and X-ray diffractometry. They are fabricated by uniaxial compaction of a mixture of powders of titanium (PTM-1) and aluminum (PA-4) at a pressure of 520 MPa with the subsequent solid-phase sintering in air at 600 °C. The aluminum concentration varied from 5 to 50 wt. %.

Keywords: composite material, compaction, sintering, porosity, hardness, phase composition, structure.

Введение

В настоящее время широко исследуются и находят применение многокомпонентные (многоэлементные, многофазные, конструкционные и т.д.) материалы. Среди них можно выделить системы на основе титана и алюминия, обладающие набором уникальных физико-механических, химических и эксплуатационных свойств [1–12]. Большинство научных работ посвящено изучению (Ti, Al)-материалов, полученных при высоких термических воздействиях на исходные компоненты (сплавление, СВС-прессование, жидкофазное спекание и т.д.). Использование данных методов позволяет получать однородные по фазовому и элементному составу материалы, но требует значительных затрат энергии и применения дорогостоящего оборудования. В ряде случаев неоднородность (по элементному и фазовому составу) не является существенным препятс-

твием для последующего использования этих материалов. Например, на основе (Ti, Al)-систем изготавливаются композиционные катоды для генерирования многокомпонентной плазмы, которая применяется при модификации твердых тел созданием на их поверхности уникальных покрытий. При этом элементный состав получаемой пленки должен быть близким к составу распыляемого катода. Для этого структурные элементы последнего должны быть меньше размеров катодных пятен вакуумной дуги (около 100 мкм) [8]. Такую дисперсную структуру можно обеспечить путем холодного прессования порошковых смесей (соответствующих фракций) с последующим их спеканием [13, 14].

Цель настоящей работы — исследование структуры (Ti, Al)-композитов, полученных холодным прессованием смеси порошков титана и алюми-

ния и последующим твердофазным спеканием на воздухе.

Методика эксперимента

Исходными материалами для получения композитов служили смеси предварительно отожженных в вакууме порошков титана (ПТМ-1 по ТУ 14-22-57-92) и алюминия (ПА-4 по ГОСТ 6058-73), приготовленные на смесителе МР-6. Размер частиц этих порошков не превышал 100 мкм (рис. 1), что является положительным фактором для создания композиционных катодов [8]. Содержание алюминия (C_{Al}) в исходной смеси изменялось от 5 до 50 мас. %.

Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение частиц порошков титана (а) и алюминия (б)

Формование порошков в образцы цилиндрической формы диаметром 12,6 мм и высотой 3 мм проводили на машине для механических испытаний «Shimadzu AG-X100kN» при комнатной температуре (20 ± 2 °C). Давление одноосного одностороннего прессования составляло 520 МПа, что превышало пределы текучести титана и алюминия [13, 15]. Выдержка длилась 30 мин и превышала время достижения стабильности значений линейных размеров (вдоль оси прессования) после достижения рабочей нагрузки (порядка 10–12 мин). Скорость движения верхнего пуансона была 0,6 мм/мин.

Далее осуществляли твердофазное спекание на воздухе при температуре 600 °C в течение 2 ч.

Рентгеновскую дифракционную картину получали на дифрактометре ДРОН-6 с фокусировкой по Бреггу—Брентано в медном фильтрованном излучении. Анализ фазового состава проводили с помощью программы «Cards» (версия 3.0, НПП «Буревестник», г. Санкт-Петербург), которая работает с базой дифракционных данных PDF2. Микроструктуру исследовали с использованием металлографического (OLYMPUS GX-71) и сканирующего электронного (Phenom proX) микроскопов. Пористость материалов рассчитывали по формуле

$$P = (1 - \rho/\rho_0) \cdot 100 \%,$$

где ρ — измеренная плотность; ρ_0 — истинная плотность (в нашем случае — расчет для беспористого образца). Плотность (Ti, Al)-композитов определяли гидростатическим взвешиванием на аналитических весах XS-204.

Результаты и их обсуждение

Анализ микроструктуры (Ti, Al)-композита (рис. 2) показал, что помимо зерен титана и алюминия имеется некоторое количество порового пространства. Увеличение содержания алюминия приводит к снижению пористости (рис. 3). Это связано с тем, что алюминий, вследствие большей пластичности [15], при прессовании заполняет пространство между зернами титана.

По данным растровой электронной микроскопии излома композита (рис. 4) в интервале концентраций от 5 до 15 мас. % Al обнаружено присутствие

Рис. 2. Фотографии поверхности (Ti, Al)-композита

1 – поры, 2 – зерна титана, 3 – зерна алюминия

пластинчатых кристаллитов интерметаллида TiAl_3 . При дальнейшем повышении C_{Al} происходит их замуровывание под слоем алюминия (см. рис. 4).

Рентгенографические исследования (рис. 5) указывают на присутствие в (Ti, Al)-композите трех фаз: α -титана (пространственная группа — $R\bar{6}3/mmc$), алюминия (пространственная группа — $Fm\bar{3}m$) и интерметаллического соединения TiAl_3 (пространственная группа — $I4/mmm$). Интенсивность дифракционных линий соответствующих фаз (рис. 6, а) может быть взята в качестве оценки содержания кристаллитов соответствующего фазового состава в исследуемом композите. Первые две фазы являются исходными для используемых порошков (ПТМ-1 и ПА-4 соответственно). Интерметаллид TiAl_3 образуется вследствие диффузии атомов алюминия в кри-

сталлическую решетку титана [3, 6, 7]. При этом протекает экзотермическая реакция

и происходит локальное разогревание системы Ti—Al. В области контакта Ti—Al с меньшим содержанием алюминия возможно появление фаз TiAl и Ti_3Al (на заключительной стадии) [3, 6, 7, 10, 11]. Так как спекание осуществлялось на воздухе, то в композитах образуются оксиды титана и алюминия (из-за большого сродства данных элементов к кислороду). Проведенными рентгенографическими исследованиями присутствие дифракционных линий фаз интерметаллических соединений TiAl и Ti_3Al , а также оксидов титана и алюминия не выявлено. Вероятно, их содержание не превышает пределов обнаружения используемых методов исследования.

Дифракционные линии α -Ti имеют большое уширение β , которое увеличивается с ростом содержания алюминия в (Ti, Al)-композите (см. рис. 6, б). Для

рефлексов от Al-фазы наблюдается обратная зависимость $\beta = f(C_{\text{Al}})$ при существенно меньшей (относительно α -Ti) ширине линии. Рефлекс фазы TiAl_3 имеет максимум в области 25–35 мас.% Al

Рис. 3. Зависимость пористости (Ti, Al)-композитов от содержания алюминия в исходной смеси

Рис. 4. Электронно-микроскопические фотографии излома (Ti, Al)-композита

Рис. 5. Участки рентгеновской дифракционной картины от порошков и (Ti, Al)-композитов

1 – PTM-1; 2 – 5 мас.% Al; 3 – 25 мас.% Al;
4 – 50 мас.% Al; 5 – ПА-4
Внизу – данные PDF2: ▲ – α-Ti; ◆ – Al; ■ – TiAl₃

(см. рис. 6, б). Минимальные значения уширения соответствуют малым содержаниям алюминия в композите.

Отмечается смещение положения линий α-титана и алюминия в (Ti, Al)-композите относительно соответствующих рефлексов для порошков PTM-1 и ПА-4. Это указывает на наличие остаточных напряжений в исследуемом материале. Данный сдвиг происходит в область малых брегговских углов 2θ, и для титана он больше, чем для алюминия. Это, а также поведение ширины дифракционных линий, связано с термическим воздействием при твердофазном спекании. Используемая температура (600 °С) способствует протеканию в алюминии рекристаллизационных процессов и приводит к частичному снятию внутренних напряжений, но она меньше температуры отжига/рекристаллизации для титана.

Рис. 6. Зависимости интенсивности (а) и ширины (б) дифракционных линий (101) титана (■), (111) алюминия (△) и (112) $TiAl_3$ (●) от содержания алюминия в исходной смеси

Выводы

1. (Ti, Al)-композит состоит из частиц титана, пространство между которыми заполнено алюминием и поровым объемом. Пористость пресованных образцов уменьшается при увеличении доли алюминия в композиционном материале. При малых концентрациях алюминия обнаружено присутствие пластинчатых кристаллитов интерметаллида $TiAl_3$.

2. Обнаружено присутствие трех фаз: α -титана, алюминия и интерметаллида $TiAl_3$, полученного вследствие диффузии атомов алюминия в решетку частиц титана. Различия в ширине и положении дифракционных линий титана и алюминия связаны с отжигом и протеканием рекристаллизационных процессов.

Работа выполнена в рамках государственного контракта № 11-ГК/2013 «Исследование теплопроводящих элементов конструкций силовых полупроводниковых приборов из металломатричных композиционных материалов» (Респ. Мордовия).

Литература

1. Трыков Ю.П., Гуревич Л.М., Жоров А.Н., Рогозин В.Д. // Физика и химия обраб. материалов. 2004. № 3. С. 50.
2. Пачин С.А., Бурков А.А., Комарова В.С. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2013. № 6. С. 16.
3. Максимова С.В. // Автомат. сварка. 2009. № 3. С. 7.
4. Курзина И.А., Козлов Э.В., Попова Н.А. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2012. Т. 76, № 11. С. 1384.
5. Прибытков Г.А., Андреева И.А., Коржова В.В. // Физика и химия обраб. материалов. 2011. № 1. С. 18.
6. Прибытков Г.А., Коростелева Е.Н., Гурских А.В., Коржова В.В. // Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2011. № 4. С. 16.
7. Zhao X.A., So F.C.T., Nicolet M.A. // J. Appl. Phys. 1988. Vol. 63, № 8. P. 2800.
8. Фирсина И.А. Разработка способов получения порошковых катодов Ti—Al, Ti—Al—Si для ионно-плазменного синтеза нитридных покрытий: Автореф. дис. ... канд. техн. наук. Томск: ИФПМ СО РАН, 2012.
9. Амосов А.П., Латухин Е.И., Федотов А.Ф. и др. // Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2011. № 1. С. 46.
10. Veprek S. // Thin Solid Films. 2005. Vol. 476. P. 1.
11. PalDey S., Deevi S.C. // Mater. Sci. Eng. A. 2003. Vol. 342. P. 58.
12. Аникин В.Н., Блинков И.В., Волхонский А.О. и др. // Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2009. № 1. С. 44.
13. Устинов В.С., Олесов Ю.Г., Антипин Л.Н., Дрозденко В.А. Порошковая металлургия титана. М.: Металлургия, 1973.
14. Либенсон Г.А., Лопатин В.Ю., Комарницкий Г.В. Процессы порошковой металлургии. Т. 2. Формирование и спекание. М.: МИСИС, 2002.
15. Бобылев А.В. Механические и технологические свойства металлов. М.: Металлургия, 1987.