

УДК 669.018

***Р. М. Шамсутдинов, С. Л. Демаков*, И. Н. Кириллова,
Ф. В. Водолазский***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,
г. Екатеринбург

* *demakof@mail.ru*

ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОГО КОМПОЗИТА СИСТЕМЫ Ti–Nb–Al

Изучена возможность получения интерметаллидных композитов системы Ti–Nb–Al методом искрового плазменного спекания. Материалом служили фольги сплава ВТИ4 и Al. Синтез производился в два этапа: I этап, 600 °С, выдержки 0, 2, 6 часов; II этап, 900–1100 °С, 0,5 часа. В работе приведены микроструктуры, концентрационные профили перераспределения элементов, фазовый состав композитов. Получена высокая сплошность соединения при отсутствии трещин. Продемонстрирована возможность регулирования фазового состава за счет механического введения алюминия в ходе спекания.

Ключевые слова: искровое плазменное спекание, интерметаллиды, композиционные материалы.

R. M. Shamsutdinov, S. L. Demakov, I. N. Kirillova, F. V. Vodolazsky

THE PHASE CONTENT OF INTERMETALLIC OF Ti–Nb–Al SYSTEM COMPOSITE

The possibility of obtaining the intermetallic composites of the system Ti–Nb–Al by spark plasma sintering was studied. The material was a foil of alloy VTI4 and Al. The synthesis was carried out in two stages: stage 1 T = 600 °C, exposure for 0, 2 or 6 h; stage 2 T = 900...1100 °C, 0,5 h. Microstructures, the concentration profiles of elements, the phase composition of samples are presented. The possibility of controlling phase composition through the mechanical introduction of aluminium during sintering was demonstrated.

Keywords: spark plasma sintering, intermetallic, composite materials.

Материалом исследования служил интерметаллидный композит, полученный методом плазменно-искрового спекания (SPS) фольг толщиной 80 мкм из сплава ВТИ–4(Ti–21Al–25Nb–1V) и промышленной алюминиевой фольги толщиной 6 мкм. Пакеты компоновались чередующимися 4 интерметаллидными и 5 алюминиевыми фольгами, диаметром 20 мм. Процесс спекания проводился на установке FCT-1025. Материалом оснастки служил высокопрочный графит.

Маркировка образцов и режимы синтеза представлены в таблице. Синтез производился в два этапа. Температура первого этапа была ниже температуры плавления алюминия и составляла 600 °С, время выдержки: 0, 2 и 6 ч. Второй этап отжига производился при температурах 900; 950; 1000; 1100 °С – ниже и выше $T_{\text{пл}}$ сплава ВТИ-4. Время выдержки – 0,5 ч. Методами исследования служили растровая электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ.

После первого этапа синтеза структура представлена тремя основными слоями (рис. 1, а, б и 2, б, в, для образцов 2Н и 6Н), два из которых представляют собой исходные компоненты, третий, вновь образованный промежуточный слой, ϵ -фаза (Al_3Ti). Других диффузионных слоев обнаружено не было. В зависимости от времени обработки толщина промежуточного слоя увеличивается от 2 мкм при 2 часовой выдержке, до 4 мкм при 6 часовой выдержке. На рисунках обозначено первоначальное положение границы Al/интерметаллид располагающейся на расстоянии 3 мкм от центра исходной алюминиевой фольги.

Таблица

Режимы синтеза

Номер образца	Маркировка	I этап		II этап	
		Температура, °С	Время, мин	Температура, °С	Время, мин
1	0Н-9	–	–	900	30
2	0Н-9,5	–	–	950	
3	0Н-10	–	–	1000	
4	0Н-11	–	–	1100	
5	2Н	600	120	–	–
6	6Н		360		
7	2Н-9	600	120	900	30
8	2Н-9,5			950	
9	2Н-10			1000	
10	2Н-11			1100	
11	6Н-9	600	360	900	
12	6Н-9,5			950	
13	6Н-10			1000	
14	6Н-11			1100	

Из представленных данных на рис. 2 следует, что полного усвоения Al (его превращения в Al_3Ti) даже при максимальной выдержке – 6 часов не произошло. На втором этапе синтеза, согласно структурным данным и расчетам взаимных потоков Al, Ti, Nb через границу образцов 2Н-9 и 2Н-10 следует, что положение первоначальной границы перемещается в сторону центра алюминиевой фольги. Данный факт показывает, что Al вытесняется на боковую поверхность образца, что подтвердилось визуально при

осмотре синтезированных образцов. При этом 6 часовая предварительная выдержка (рис. 2) практически полностью предотвращает вывод Al на боковую поверхность в ходе протекания второго этапа. Очевидно выводу Al препятствуют выделения интерметаллидных частиц, располагающиеся за границей фронта Al/Al₃Ti, пример такой частицы обозначен стрелкой. В условиях присутствия давления на втором этапе и неполного вывода Al была обеспечена практически 100 % сплошность соединения.

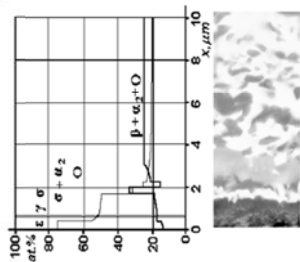
На втором этапе увеличивается количество диффузионных слоев, связанное с перераспределением Al и Nb, порядок их возникновения можно проследить по изотермическим сечениям тройной диаграммы Ti–Al–Nb [1]. Нами зафиксировано наличие фаз ϵ , γ , β_0 , σ , α_2 . Существование τ -фазы не подтверждено.

По мере повышения температуры диапазон крайних точек состава постепенно сужается, из-за усреднения элементного состава. При температуре 1000 °С, образец 6Н-10, зафиксировано значительное диффузионное перераспределение которое привело к уменьшению диффузионных фазовых слоев. Можно наблюдать отдельные прерывистые выделения σ -фазы. Несмотря на высокую скорость перераспределения, использование температур 1000 °С и выше неприемлемо из-за интенсивного роста зерна β -фазы интерметаллида. По-видимому более рациональна температура – 950 °С, которая находится ниже T_m [2].

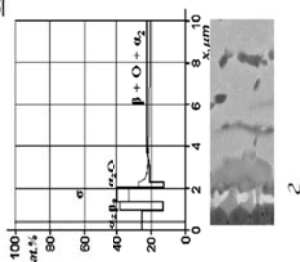
На рис. 3 приведены политермические диаграммы фазового состава синтезированных образцов для различных времен выдержек первого этапа. Обращает на себя внимание, что количество экструдированного алюминия в случаи одноэтапного и двух этапного двухчасового режимов (рис. 3, а и б соответственно) почти одинаково.

В случаи образцов с двухчасовой выдержки и при отсутствии выдержки до 950 °С имеются незначительные отличия. С увеличением температуры фазы с большим содержанием алюминия постепенно растворяются. Состав по алюминию и ниобию выравнивается. Диаграмма шестичасовой выдержки (рис. 3, г) имеет существенные отличия. При 950 °С область неомогенности остается существенной (в пределах 7...8 мкм). Сохраняется большое количество Al₃Ti, это не может считаться удовлетворительным. Образовавшийся сплошной слой должен приводить к охрупчиванию материала и является опасным. Общими для диаграмм с двумя- и шестичасовыми выдержками является сохранение выделений γ , σ и ϵ фаз даже при высоких температурах синтеза. Для устранения подобных потенциально опасных структур необходим дополнительный диффузионный отжиг. Для повышения пластичности необходимым условием является отсутствие сплошных монослоев хрупких фаз (ϵ - и σ -фаз). Этим условиям отвечают образцы, синтезированные при температуре выше 1000 °С, но они имеют крупное β -зерно, а это отрицательно сказывается на пластичности.

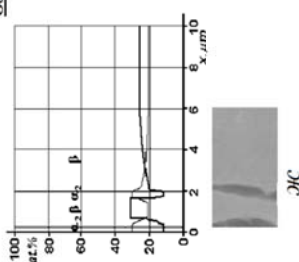
Образец 0Н-9
—Al —Nb



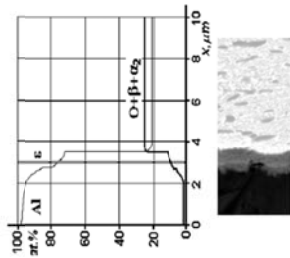
Образец 0Н-9,5



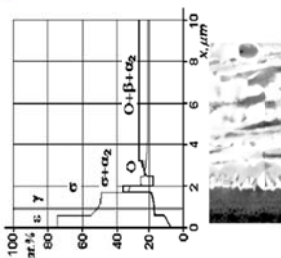
Образец 0Н-10



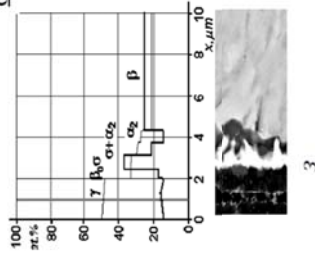
Образец 2Н



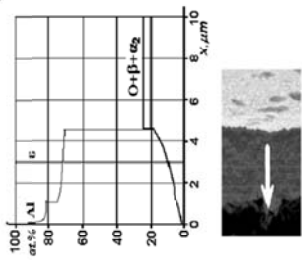
Образец 2Н-9



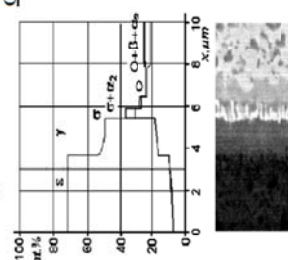
Образец 2Н-10



Образец 6Н



Образец 6Н-9



Образец 6Н-10

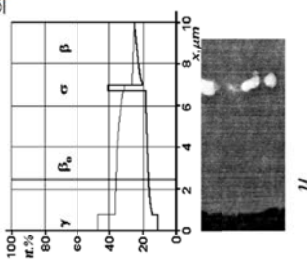


Рис. 1. Микроструктура, концентрационные кривые, изотермические разрезы диаграммы [3] для синтезированных образцов:
a – 0Н-9; *б* – 2Н; *в* – 6Н; *г* – 0Н-9,5; *д* – 2Н-9; *е* – 6Н-9; *ж* – 0Н-10; *з* – 2Н-10;
и – 6Н-10

Очевидно необходим дополнительный отжиг при температуре 950 °С – близкой к $T_{пп}$, направленный на удаление (фрагментацию) ϵ -фазы.

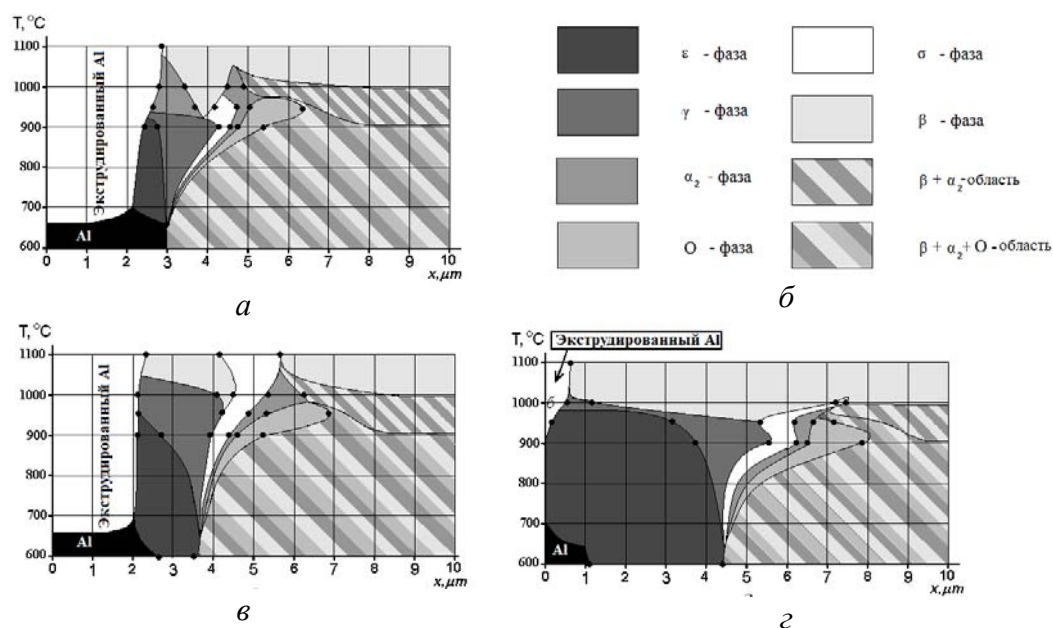


Рис. 2. Диаграммы изменения фазового состава синтезированных образцов для различных времен выдержек на I этапе:
а – 0 часов; *б* – 2 часа; *в* – 6 часов

В серии экспериментов показана возможность синтез композита, состоящего из чередующихся слоев различных интерметаллидных фаз титана ниобия алюминия. Получена высокая сплошность соединения при отсутствии трещин. Продемонстрирована возможность регулирования фазового состава за счет механического введения алюминия в ходе спекания и изменения температуры синтеза. Предложена температура второго этапа – 950 °С ($T_{пп} - 30$). Режимы синтеза могут регулироваться в зависимости от установленных требований. Установлена необходимость увеличения времени второго этапа синтеза или введения дополнительного отжига при температуре второго этапа.

Работа выполнена при поддержке гранта Президента Российской Федерации МК-7923.2016.8

ЛИТЕРАТУРА

1. Hellwig A. Phase equilibria in the Al-Nb-Ti system at high temperatures / A. Hellwig, M. Palm, G. Inden // *Intermetallics* 6. 1998. P. 79–94.
2. Юровских А. С. Особенности структуры и фазового состава слоистого материала Ti23Al26Nb/Al, полученного методом плазменно-искрового спекания / А. С. Юровских, С. Л. Демаков, Е. В. Колосова // *МиТОМ*. 2012. № 9. С. 35–40.
3. Raghavan V. Al–Nb–Ti (Aluminum–Niobium–Titanium) / V. Raghavan // *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*. 2010. Vol. 31, № 1. P. 47–52.