

## КОМПЛЕКСНАЯ МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В СВС-МАТЕРИАЛАХ

И.В.Милюкова

В современной технологии поверхностного упрочнения широкое применение находят покрытия на основе порошковых материалов интерметаллидного класса. Метод СВ-синтеза дает возможность производства таких материалов. Для получения покрытий с прогнозируемыми свойствами необходим комплексный подход в исследовании СВС и плазменных технологий.

Целью работы являлось исследование механизма структурообразования в процессе СВ-синтеза и оценка воздействия низкотемпературной плазмы на структурно-фазовые изменения дисперсных СВС-материалов при напылении.

СВ-синтез для получения дисперсных материалов проводился в бинарных и легированных реакционных смесях на основе Ti-Al. Покрытия получали методом плазменного напыления. Нами предложена комплексная методика экспериментальных исследований структурно-фазовых превращений (рис.1). Основной предлагаемой методики исследования быстропротекающих процессов реагирования является устройство для контроля температурно-скоростных параметров СВС - процессов.

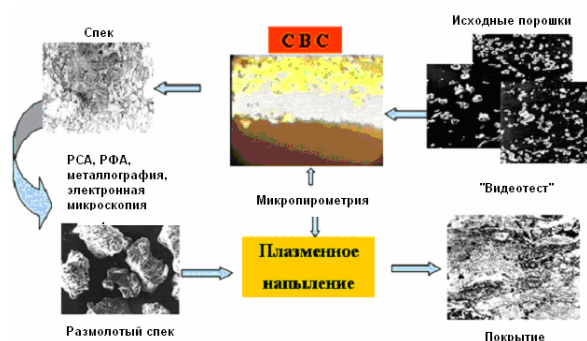


Рис. 1. Обобщенная методика экспериментальных исследований структурно-фазовых превращений

На первом этапе проводился СВ-синтез в реагирующей смеси. Волна горения анализировалась оптическими методами яркостной пирометрии и цифровой видеосъемки на экспериментальном стенде (рис.2).



Рис.2. Экспериментальный стенд для исследования структуры волны горения СВС

Экспериментальный стенд для исследования структуры волны горения и температурного поля СВ-синтеза (рис. 2) представляет собой комплекс оборудования, размещенный на оптической скамье. Комплекс включает в себя оптическую систему стереоскопического микроскопа МБС-9, разделенную на два канала: к одному подключается видеосистема на основе ПЗС-матрицы (видеокамера, работающая в телевизионном стандарте VHS), а к другому - пирометр. На оптической скамье закрепляется столик для установки оснастки с исходной шихтой, а также муфельная печь для предварительного нагрева шихты. Пирометры, обладая высокой скоростью получения и обработки данных, наиболее пригодны для описания временной динамики температуры в точке, но не дают сведений о пространственной динамике фронта горения. Таким образом, для расширения возможностей пирометрии и визуализации процесса синтеза целесообразно использование пирометрического оборудования совместно с телевизионными системами.

Экспериментальный стенд для исследования процесса СВ-синтеза позволяет наблюдать и фиксировать тепловые структуры различных типов. Стационарный режим горения характеризуется постоянной скоростью перемещения волны горения, причем, структура ее континуальна, в которой не удается выделить индивидуальные реакционные

ячейки. Ширина зоны реакции остается примерно постоянной в течение всего процесса распространения фронта и составляет 3-4 характерных размера "активированного комплекса", включающего в себя частицу, окруженную слоем раствора-расплава (рис.3). Реакционная система не обнаруживает оптически регистрируемых пульсаций яркости; при прямом наблюдении процесса набор максимальной температуры выглядит практически монотонным.

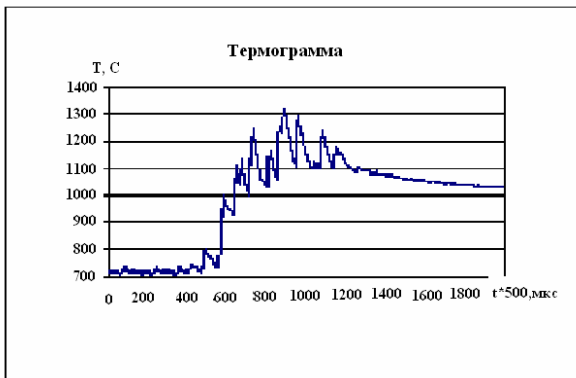


Рис. 3. Структура волны и термограмма горения в стационарном режиме

Нестационарный режим горения (автоколебательный, спиновый) характеризуется наличием локальных очагов горения с высокой адиабатической температурой в центре и более низкой на периферии (рис.4), возникающих вследствие больших теплопотерь. Распространение фронта горения происходит путем возникновения новых очагов взаимодействия в области исходных компонентов, светимость (яркость) которых в течение короткого момента времени достигает максимальной величины. При реализации данного режима взаимодействия зона реакции не имеет четко выраженной ширины; размер области взаимодействия постоянно варьирует-

ся от одного до двух-трех средних размеров реакционной ячейки.

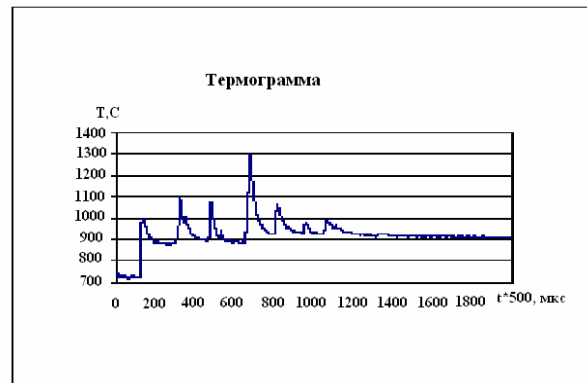
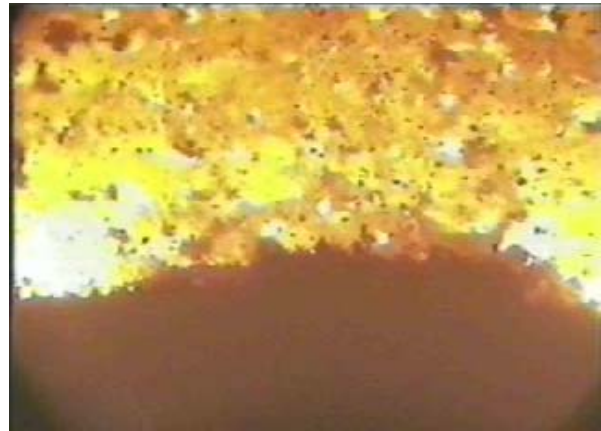


Рис. 4. Структура волны и термограмма горения в нестационарном режиме

В силу высокой скорости разогрева реакционных ячеек не удается зафиксировать с помощью использованной оптической аппаратуры тонкой динамики колебаний температуры (яркости) в ходе достижения максимальной температуры, однако в этом случае недостаток данных легко восполняется с помощью профиля волны горения, получаемого пирометрически.

Различия в структуре реакционной зоны в зависимости от режима СВС-процесса позволяют дать объяснение особенностям механизма взаимодействия и характеру соответствующих термограмм фронта горения.

Результатом исследования является набор характеристических параметров реакции как для бинарных, так и для легированных систем: адиабатическая температура  $T_{ад.}$ , время тепловыделения и теплоотвода, тепловая полуширина (рис.5) При исследовании процесса СВС определялись механизмы взаимодействия реагирующих компонентов, приводящие к той или иной структуре.

## КОМПЛЕКСНАЯ МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В СВС-МАТЕРИАЛАХ

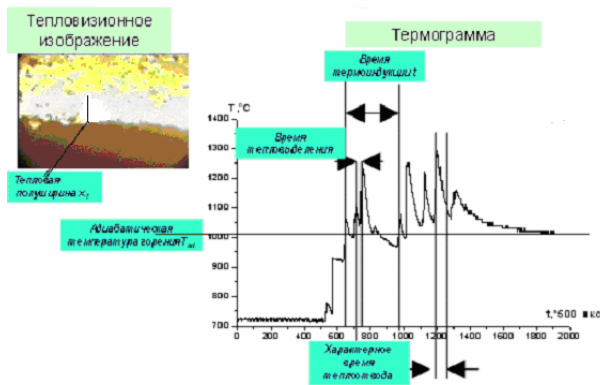


Рис. 5. Экспериментальная оценка характеристических масштабов

С использованием разработанной нами методики сопоставления температурного профиля волны горения и фазовых диаграмм состояния находились точки на кривой температурной динамики, соответствующие температуре фазовых превращений. При выборе режима напыления учитывались данные по температурной динамике процесса синтеза и плазмотрон настраивался на температуру, не превышающую термодинамическую температуру, которую мы регистрируем на термограммах.

Легирование СВС-материалов можно рассматривать как эффективное средство управления свойствами при формировании целевых материалов с гетерофазной структурой. Нами показано, что легирование бинарных СВС-систем с интерметаллидами на диаграмме состояния приводит к качественному изменению механизма структурообразования в реакционной зоне. При этом установлены основные факторы, определяющими смену механизма взаимодействия: существование высокотемпературных эвтектик одного из компонентов базовой системы с легирующим элементом; степень растворимости одного компонента в другом; реализация в рамках одной системы взаимодействий как по активированному, так и по дезактивированному механизму.

При изучении покрытий, нанесенных синтезированными дисперсными материалами, особый интерес представлял вопрос о наследственности фазового состава СВС-материала. Рентгенофазовый анализ полученных покрытий бинарной системы Ti - 39,6 мас. % Al показал, что процесс нанесения покрытия не сопровождается образованием новых фаз. При напылении порошковых материалов Ti-Al-Cr образуется покрытие, фазовый состав которого имеет некоторые отличия

от фазового состава исходного порошкового материала (рис.6).

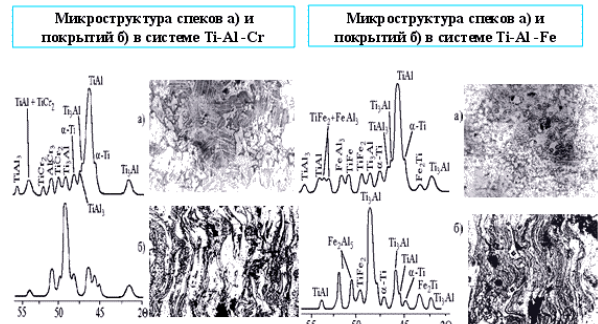


Рис.6. Структура спеков и покрытий в системах Ti-Al-Cr, Ti-Al-Fe

Покртия, полученные в результате плазменного напыления дисперсного материала системы Ti-Al-Fe, по структуре и фазовому составу отличаются от исходного порошкового материала во всем интервале легирования. В структуре напыленных покрытий наблюдается резкое сокращение доли моноалюминида титана при значительном увеличении количества интерметаллида  $Ti_3Al$ , который занимает наибольший объем в структуре покрытий. Плазменное напыление влияет и на образование в структуре интерметаллидов на основе Fe и Al с изменением их стехиометрии (рис. 6).

Структура покрытий, полученных при напылении порошкового материала Ti-Al-Ni, зависит от уровня легирования напыляемого материала, однако под влиянием плазмы произошло лишь количественное перераспределение фазовых составляющих (рис.7). Структура напыленного слоя в системе Ti-Al-Cr, по данным рентгеноструктурного анализа, состоит в основном из смеси моноалюминида титана и карбидных частиц с небольшими включениями интерметаллида  $Ti_3Al$ , объем которого уменьшается с увеличением легирования системы углеродом и, соответственно, с увеличением количества фазы TiC (рис.7). Температурное влияние плазмы привело к количественному и качественному перераспределению фаз, но при этом процесс фазообразования завершился полностью.

Таким образом, обнаружены две группы покрытий с различной степенью наследственности структуры и фазового состава: - однофазные и гетерофазные продукты из тугоплавких соединений, не претерпевающих диффузионного перераспределения компонентов; - материалы с эвтектической структурой

рой, характеризующиеся количественным и качественным изменением соотношения фаз при напылении.

ЛИТЕРАТУРА

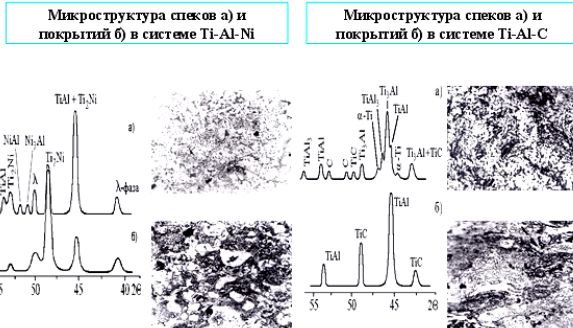


Рис. 7. Структура спеков и покрытий в системах Ti-Al-Ni, Ti-Al-C

1. Евстигнеев В.В., Вольпе Б.М., Милюкова И.В., Сайгутин Г.В. Интегральные технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. – М.: Высш. шк., 1996. – 274 с.

2. Гуляев П.Ю., Евстигнеев В.В., Мухачев А.Б., Гарколь Д.А. Новая методика высокоскоростной яркостной пирометрии для исследования процессов СВС // Физика горения и взрыва.-1994.- 30, № 1.- С.72-77.

3. Гуляев П.Ю., Евстигнеев В.В., Гончаров В.Д. Исследование тонкой тепловой структуры СВ-синтеза методом быстродействующей цифровой тепловизионной съемки // Вестник АНЦ САН ВШ.- 2001.- №4 - С. 3-7.