

На правах рукописи



Огнева Татьяна Сергеевна

**ФОРМИРОВАНИЕ МНОГОСЛОЙНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ
МАТЕРИАЛОВ «МЕТАЛЛ – ИНТЕРМЕТАЛЛИД» НА ОСНОВЕ
НИКЕЛЯ И АЛЮМИНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДОВ СВАРКИ
ВЗРЫВОМ И ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ**

Специальность: 05.16.09 – материаловедение (в машиностроении)

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Новосибирск – 2016

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном
образовательном учреждении высшего образования
«Новосибирский государственный технический университет»

Научный руководитель: кандидат технических наук, доцент
Батаев Иван Анатольевич

Официальные оппоненты: Мейснер Людмила Леонидовна,
доктор физико-математических наук, профессор,
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт физики прочности и
материаловедения Сибирского отделения
Российской академии наук,
главный научный сотрудник лаборатории
материаловедения сплавов с памятью формы

Сайков Иван Владимирович,
кандидат технических наук,
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт структурной
макрокинетики и проблем материаловедения
Российской академии наук, старший научный
сотрудник лаборатории ударно-волновых
процессов

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт машиноведения
Уральского отделения Российской академии
наук, г. Екатеринбург

Защита состоится «20» октября 2016 г. в 14⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета Д 212.173.13 в Новосибирском государственном техническом университете по адресу: 630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте Новосибирского государственного технического университета,
http://www.nstu.ru/science/dissertation_sov/dissertations/view?id=15661.

Автореферат разослан «___» сентября 2016 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Тюрин Андрей Геннадиевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Задачи, требующие применения новых материалов с высоким комплексом механических и эксплуатационных характеристик, во многих случаях эффективно решаются за счёт применения композитов. Одним из наиболее востребованных видов композитов являются материалы, состоящие из пластичной матрицы и упрочняющего компонента, обеспечивающего прочностные или функциональные свойства.

В настоящее время повышенное внимание уделяется металл-интерметаллидным материалам на основе никеля и алюминия, что обусловлено благоприятным сочетанием свойств алюминидов никеля, отличающихся высокими значениями модуля упругости и твердости, повышенной жаропрочностью, высоким уровнем износостойкости и стойкостью к окислению (в том числе при повышенных температурах). Основным недостатком алюминидов никеля, существенно ограничивающий область их применения, заключается в низкой пластичности и трещиностойкости при комнатной температуре. Формирование слоистой металл-интерметаллидной структуры является одним из эффективных способов решения этой проблемы.

В представленной диссертационной работе в качестве эффективных технологий получения слоистых композитов с интерметаллидными прослойками предлагается использовать сварку взрывом пластин никеля и алюминия с последующей термической обработкой сварных соединений, а также искровое плазменное спекание пакетов чередующихся никелевых и алюминиевых фольг. Отмеченные технологические процессы обладают рядом преимуществ, среди которых следует особо подчеркнуть кратковременность термического воздействия на материал. Важное обстоятельство, характерное лишь для процесса сварки материалов взрывом, связано с формированием кумулятивной струи между соединяемыми пластинами, которая, воздействуя на поверхности заготовок, удаляет из зоны их соединения оксиды и поверхностные загрязнения. Процесс искрового плазменного спекания сопровождается эффективной очисткой соединяемых поверхностей в результате испарения нагретых до высоких температур материалов.

При анализе литературных данных было установлено, что, в отличие от других подробно изученных технологических процессов, исследований, выполненных с использованием методов сварки взрывом и искрового плазменного спекания, крайне мало. В то же время многие особенности строения и поведения композитов на основе никеля и алюминия, изготовленные с применением отмеченных технологий, важны с различных точек зрения. Решению этих актуальных задач, имеющих как научный, так и прикладной характер, посвящена настоящая диссертационная работа.

Исследования выполнены в Новосибирском государственном техническом университете в соответствии с проектами: ФЦП «Исследование и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технического комплекса России на 2014–2020 годы» (проект RFMEFI60414X0135); проектная часть государственного задания «Обоснование и разработка высокопрочных компо-

зиционных материалов системы «алюминид никеля – никель», модифицированных бором, с использованием технологии искрового плазменного спекания» (проект № 11.1892.2014/К), а также по государственному заданию Минобрнауки РФ № 2014/138 (проект № 257).

Степень разработанности темы исследования

Исследования слоистых композитов на основе однородных и разнородных металлов, полученных сваркой взрывом, интенсивно проводятся отечественными и зарубежными специалистами со второй половины XX века по сегодняшний день. По данной тематике опубликовано большое количество работ (А.А. Дерibas, Л.М. Гуревич, И.Д. Захаренко, Ю.А. Конон, В.И. Калита, В.М. Кудинов, С.В. Кузьмин, В.И. Лысак, Л.Б. Первухин, В.С. Седых, А.П. Соннов, Ю.П. Трыков, А.Д. Чудновский, В.Г. Шморгун, *B. Crossland*, *A.S. Bahrani* и др.). Научные задачи, связанные с получением слоистых металл-интерметаллидных композитов на основе никеля и алюминия методом сварки взрывом и последующим отжигом, решались специалистами из Волгоградского государственного технического университета. Однако количество публикаций, посвященных структурным особенностям многослойных материалов, сваренных взрывом, а также подробному исследованию тонкой структуры зон соединения никеля и алюминия при сварке взрывом, крайне ограничено. Следует отметить также малый объём экспериментальных данных о структурных изменениях, происходящих на границах сваренных взрывом композитов на основе никеля и алюминия в процессе их отжига.

Особенности искрового плазменного спекания порошков на основе никеля и алюминия активно исследуются на протяжении последних 20–30 лет. Однако данные о взаимодействии тонколистовых заготовок никеля и алюминия, спекаемых электрическими импульсами, были найдены лишь в работах *K. Mizuuchi*. Кроме того, в литературе отражено малое количество экспериментальных данных по влиянию режимов искрового плазменного спекания на структуру и свойства получаемых материалов.

Ограниченный объем исследований в анализируемой области не позволяет в полной мере сформулировать совокупность обоснованных представлений о процессах, происходящих при формировании композитов, а также о влиянии особенностей технологических процессов на структуру и свойства материалов на основе алюминия и никеля.

Цель диссертационной работы заключается в выявлении механизмов формирования соединений между никелем и алюминием, роста интерметаллидных слоёв при сварке взрывом и искровом плазменном спекании, а также в определении роли интерметаллидных прослоек в формировании комплекса механических свойств многослойных композитов

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Исследование методами электронной микроскопии и дифракции электронов структурно-фазового состояния материала на границах сваренных взрывом пластин никеля и алюминия. Совместный анализ материалов структурных исследований и результатов численного моделирования процесса сварки взрывом пластин никеля и алюминия.

2. Изучение эволюции структуры и фазового состава композиционного материала при отжиге сваренных взрывом образцов «никель – алюминий». Определение последовательности структурных преобразований интерметаллидных соединений на границах сваренного взрывом композита.

3. Выявление роли толщины оксидных плёнок, присутствующих на поверхности никелевых пластин, на кинетику роста и особенности формирования интерметаллидов при термической обработке никель-алюминиевых композиций.

4. Исследование влияния режимов искрового плазменного спекания никелевых и алюминиевых фольг на структуру и комплекс механических свойств многослойных композитов «никель – алюминид никеля».

5. Анализ поведения слоистых металл-интерметаллидных композитов на основе никеля и алюминия в условиях статического и динамического нагружения. Исследование особенностей пластической деформации и разрушения металлической и интерметаллидной составляющих композитов.

Научная новизна

1. Методом просвечивающей электронной микроскопии показано, что в зонах перемешивания на границах сваренных взрывом пластин никеля и алюминия формируются наноразмерные включения интерметаллидных фаз $NiAl_3$ и $NiAl$, частицы квазикристаллической декагональной фазы и микрообъёмы метастабильного соединения Ni_2Al_9 . Установлено, что структура такого рода может быть сформирована в том случае, если материал в зонах перемешивания во время сварки взрывом находился в жидком состоянии, а скорость охлаждения при затвердевании была сопоставима со скоростью охлаждения при спининговании.

2. Экспериментально установлено, что в процессе сварки взрывом в поверхностных слоях никелевых пластин, прилегающих к границам соединения металлических заготовок, формируется дислокационная структура ячеистого типа. При этом в сильнодеформированных зонах алюминия возникает полигонизованная дислокационная структура. Средний размер субзерен, сформированных при кратковременном деформационном и высокотемпературном воздействии на приграничные микрообъёмы металла, составляет ~ 500 нм.

3. Методами структурного анализа показано, что на начальном этапе отжига при 550 °C сваренного взрывом композита « $Ni - Al$ » метастабильный интерметаллид Ni_2Al_9 и квазикристаллическая декагональная фаза преобразуются в стабильные соединения $AlNi$, Ni_2Al_3 и $NiAl_3$. Дальнейшая изотермическая выдержка приводит к диффузионному преобразованию соединения $AlNi$ в интерметаллиды типа Ni_2Al_3 и $NiAl_3$ и последующему укрупнению этих фаз.

4. Установлено, что в процессе отжига при 620 °C сваренного взрывом композита « $Ni - Al$ » скорость роста интерметаллидных прослоек на начальных этапах термической обработки в 5 раз превышает скорость роста прослоек в композитах, полученных с использованием технологии литья. Основная причина интенсивного роста интерметаллидных прослоек в сваренных взрывом многослойных пакетах связана с формированием в процессе динамического взаимодействия металлических заготовок зон перемешивания.

5. Установлено, что оксидные плёнки, образующиеся на поверхности никелевых пластин при их предварительной термической обработке в воздушной атмосфере, существенно замедляют рост интерметаллидных слоёв. Толщина оксидной плёнки, сформированной на поверхности никеля в течение часового отжига при 400 °С, достаточна для полного предотвращения процесса формирования алюминидов никеля при последующей изотермической выдержке композитов в течение 1 часа при 620 °С.

6. Установлена последовательность формирования интерметаллидов при искровом плазменном спекании алюминиевых и никелевых фольг. Показано, что среди полученных данным методом композитов типа «металл – интерметаллид» в условиях растягивающих нагрузок наилучшими свойствами обладают образцы, состоящие из чередующихся слоёв никеля, интерметаллида Ni_3Al , а также из модификаций $L1_0$ и $B2$ фазы $NiAl$.

Теоретическая и практическая значимость работы

1. Зафиксированное впервые в работе явление формирования декагональной фазы при динамическом взаимодействии никелевых и алюминиевых пластин расширяет представления о механизмах формирования тонкой структуры в процессе сварки взрывом разнородных материалов. Полученные результаты, свидетельствующие о высоких скоростях охлаждения микрообъёмов перемешанных при сварке материалов, могут быть использованы для прогнозирования структуры, возникающей при комбинировании материалов других типов.

2. Выявленные закономерности зарождения и роста интерметаллидных соединений в слоистых композиционных материалах могут быть использованы при оптимизации структуры никель-алюминиевых сплавов, получаемых методами твердофазного синтеза. Контроль значений температуры и времени выдержки материалов в печи является ключевым фактором, определяющим скорость роста интерметаллидных соединений.

3. Особенности формирования структуры сварных соединений, установленные на примере композиции «никель – алюминий», свидетельствуют о многообразии структурных преобразований, происходящих при сварке взрывом разнородных материалов. Полученные в работе данные позволяют сделать вывод о целесообразности избегания сочетаний материалов, склонных к формированию структур квазикристаллического типа. Результаты работы используются конструкторско-технологическим филиалом Института гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН при разработке технологии сварки взрывом разнородных материалов, склонных к формированию квазикристаллических соединений.

4. Изучено влияние основных технологических параметров процесса искрового плазменного спекания (длительности, давления, температуры нагрева и толщины спекаемых фольг) на структуру и комплекс механических свойств многослойных материалов. Полученные результаты могут быть востребованы при оптимизации режимов спекания и получении композитов на основе других пар металлических материалов с высоким уровнем прочностных характеристик.

5. Результаты проведенных исследований используются в учебном процессе Новосибирского государственного технического университета при вы-

полнении лабораторных работ и в лекционных курсах по дисциплинам «Порошковая металлургия и композиционные материалы», «Прогрессивные материалы и технологии» и «Диффузия в металлах и сплавах».

Личный вклад автора состоял в формулировании задач, подготовке исходных материалов, проведении математического моделирования, подготовке образцов и выполнении структурных исследований, проведении термической обработки материалов, проведении механических испытаний материалов, обобщении и анализе экспериментальных данных, сопоставлении результатов проведенных исследований с известными литературными данными, формулировании выводов по результатам исследований.

Методология и методы исследования

Эксперименты по получению образцов на основе тонколистовых заготовок никеля и алюминия методами сварки взрывом и искрового плазменного спекания были проведены в Институте гидродинамики им. М. А. Лаврентьева СО РАН. Для выполнения аналитических исследований образцов использовалось оборудование, уровень которого соответствует современным отечественным и зарубежным лабораториям. Для проведения структурных исследований применяли металлографический микроскоп *Carl Zeiss Axio Observer Z1m*, растворный электронный микроскоп *Carl Zeiss EVO 50 XVP*, оснащенный детектором для микрорентгеноспектрального анализа *Oxford Instruments X-Act*, а также просвечивающий электронный микроскоп *Tecnai G2 20 TWIN* с приставкой для микрорентгеноспектрального анализа *EDAX*. Фазовый состав полученных композитов изучали с использованием рентгеновского дифрактометра *ARL X'TRA*. Микротвердость полученных материалов измеряли на приборе *Wolpert Group 402 MVD*. Испытания на растяжение и трехточечный изгиб были проведены на универсальном комплексе *Instron 3369*, испытания на ударную вязкость - на копре *Metrocom*.

Положения, выносимые на защиту:

1. Сварка взрывом алюминиевых и никелевых пластин сопровождается формированием тонких сварных швов, характеризующихся многообразием структурных составляющих, нетипичным для процессов спекания. Причины возникновения многофазной структуры обусловлены изменением температурно-деформационных условий в направлении движения точки контакта.

2. На границе сваренных взрывом пластин никеля и алюминия возникают зоны перемешивания, структура и фазовый состав которых формируются в условиях высокоскоростного затвердевания жидкой фазы. Результатом процессов ускоренного нагрева и охлаждения является образование квазикристаллических и метастабильных кристаллических фаз. Присутствие этих фаз влияет на уровень механических свойств многослойных материалов «никель – алюминий».

3. Наличие зон перемешивания на межслойных границах, сформированных на этапе сварки взрывом, а также отсутствие оксидных плёнок являются основными структурными факторами, объясняющими многократное ускорение процессов роста интерметаллидных фаз при высокотемпературной изотермической выдержке многослойных сварных пакетов «никель – алюминий».

4. Искровое плазменное спекание тонких фольг никеля и алюминия позволяет получать слоистые композиты типа «никель – алюминид никеля» с повышенным содержанием никеля в интерметаллидной составляющей. Композиты такого типа обладают наилучшими прочностными свойствами в условиях растяжения.

5. Основным типом дефектов, характерным для слоистых композитов «никель – алюминид никеля», является пористость. Повышение давления на этапе спекания является важнейшим технологическим фактором, обеспечивающим снижение пористости интерметаллидных прослоек и повышение комплекса механических свойств композиционных материалов.

Степень достоверности и апробация результатов

Все результаты экспериментальных исследований получены с использованием современного аналитического оборудования. Представленные в работе численные значения результатов исследований основаны на применении статистических методов определения погрешности измерений. Достоверность результатов обеспечивалась применением взаимодополняющих методов структурных исследований и математического моделирования. Все результаты диссертационной работы были получены на основании материалов экспериментальных исследований и подтверждены литературными данными, представленными в отечественных и зарубежных источниках.

Основные результаты и положения работы докладывались и обсуждались на X и XI всероссийской научно-практической конференции «Проблемы повышения эффективности металлообработки в промышленности на современном этапе», г. Новосибирск, 2012, 2013 г.; на XIII, XIV и XV всероссийской научно-технической конференции «Наука. Промышленность. Оборона», г. Новосибирск, 2012, 2013, 2014 г.; на XIX и XX международной научно-практической конференции «Современная техника и технологии», г. Томск, 2013, 2014 г.; на IX российской конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов», г. Москва, 2012 г.; на XII всероссийской школе-семинаре с международным участием «Новые материалы. Создание, структура, свойства», г. Томск, 2012 г.; на VII международном форуме по стратегическим технологиям IFOST-2014, г. Томск (Россия) 2012 г.; на XIV международной научно - технической Уральской школе-семинаре металловедов – молодых учёных, г. Екатеринбург, 2013 г.; на IV международной научно-практической конференции «Инновации в машиностроении», г. Новосибирск, 2013 г.; на III международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике», г. Томск, 2014 г.; на XIX международном семинаре «Advanced materials synthesis processes and nanostructures» [Современные процессы синтеза материалов и наноструктур], г. Сендай (Япония), 2014 г.; на IX международной научно-технической конференции «Современные проблемы машиностроения», г. Томск, 2015 г.

По результатам исследований опубликованы 22 печатные научные работы, из них: 9 статей в журналах, входящих в перечень изданий, рекомендован-

ных ВАК РФ, в том числе 7 статей в зарубежных журналах; 13 – в сборниках трудов международных и всероссийских научно-технических конференций.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, семи разделов, заключения и приложений. Работа изложена на 237 страницах основного текста, включая 79 рисунков, 24 таблицы и библиографический список из 186 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении отражена актуальность диссертационной работы и дана характеристика области исследования.

В первом разделе выполнен аналитический обзор литературы, посвященный проблемам формирования многослойных металл-интерметаллидных материалов на основе никеля и алюминия. Подробно рассмотрены способы получения слоистых композитов с интерметаллидными прослойками на основе никеля и алюминия. Оценено влияние методов формирования на структуру и механические свойства получаемых композитов.

Во втором разделе дана характеристика используемых в работе материалов, описаны технологические процессы получения многослойных композитов, представлены методы исследования их структуры и механических свойств. В качестве исходных материалов использовались никель марки НП2 и алюминий марки А5. Технологические эксперименты по сварке взрывом и искровому плазменному спеканию выполнены в Институте гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН.

Многослойные композиционные материалы «никель – алюминий» формировались из чередующихся между собой четырех пластин никеля толщиной 1 мм и трех пластин алюминия толщиной 0,5 мм. Сварка взрывом осуществлялась по схеме с параллельным расположением заготовок. С целью формирования интерметаллидных прослоек на границах соединения пластин никеля и алюминия проводилась термическая обработка сваренных взрывом композитов. Процесс литья был выбран в качестве альтернативной (контрольной) технологии формирования слоистых композитов типа «никель – алюминий».

Для получения образцов в виде совокупности чередующихся слоев никеля и алюминид никеля был реализован ряд экспериментов по *SPS*-спеканию многослойных пакетов из алюминиевых и никелевых фольг толщиной 25, 100, 200 мкм на установке *Spark Plasma Sintering System Labox-1575*. При проведении экспериментов изменялась температура спекания (от 900 °С до 1100 °С), давление (от 10 до 20 МПа), длительность выдержки при максимальной температуре (от 0,5 до 8 минут).

Третий раздел работы посвящен исследованию структурных особенностей соединения «никель – алюминий», полученного при сварке взрывом, а также моделированию процесса формирования слоистых композитов в программном комплексе *ANSYS AUTODYN 15.0* с использованием метода гидродинамики сглаженных частиц.

С применением математического моделирования был выполнен анализ процесса сварки трёхслойного композита «*Ni-Al-Ni*». Показано, что данный

подход позволяет адекватно воспроизвести вихревой характер течения материалов на межслойных границах, процессы пластической деформации сплавов в приграничных слоях, а также образование кумулятивной струи. Установлено, что наиболее высокие значения температуры, давления, степени и скорости пластической деформации достигаются в узких зонах толщиной 0,1 мм, прилегающих к границам соединяемых между собой пластин алюминия и никеля.

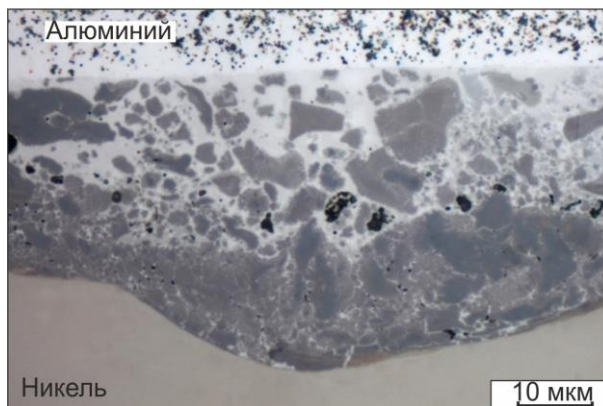
В ходе структурных исследований было установлено, что на границах соединения пластин никеля и алюминия в процессе сварки взрывом формируются протяженные зоны перемешивания материалов, толщина которых колеблется от 7 до 70 мкм (рисунок 1 а). В тех случаях, когда пластина никеля метается на пластину алюминия, толщина зон перемешивания меньше по сравнению с обратным случаем. Установлено, что размеры зон перемешивания тесно коррелируют с величиной кинетической энергии, теряемой движущейся пластиной при соударении с неподвижной.

Зоны перемешивания материалов состоят из неравномерно распределённых включений различной формы и химического состава, имеющих размеры от 300 нм до 20 мкм (рисунок 1 б). В отдельных случаях в зонах перемешивания зафиксированы следы вихревого течения материалов (рисунок 1 в). Включения величиной до 1 мкм представляют собой кристаллы дендритной морфологии (рисунок 2 а, б). Крайне неоднородный элементный состав зон перемешивания (6...70 % Ni, 30...94 % Al) объясняется неравновесностью процессов, развивающихся при динамическом взаимодействии пластин.

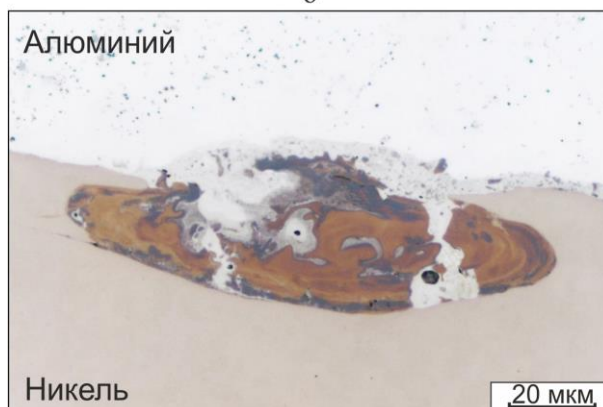
Методом дифракции электронов от отдельных включений в области перемешивания материалов обнаружено присутствие интерметаллидных соединений $NiAl_3$, $NiAl$, Ni_2Al_9 и декагональной фазы, обладающей квазикристаллической структурой (рисунок 2 в). Среднее содержание никеля и алюминия в дека-



а



б



в

Рисунок 1 – Структура границ соединения пластин никеля и алюминия в композите, полученном сваркой взрывом (а), строение зоны перемешивания (б) и вихревой зоны (в)

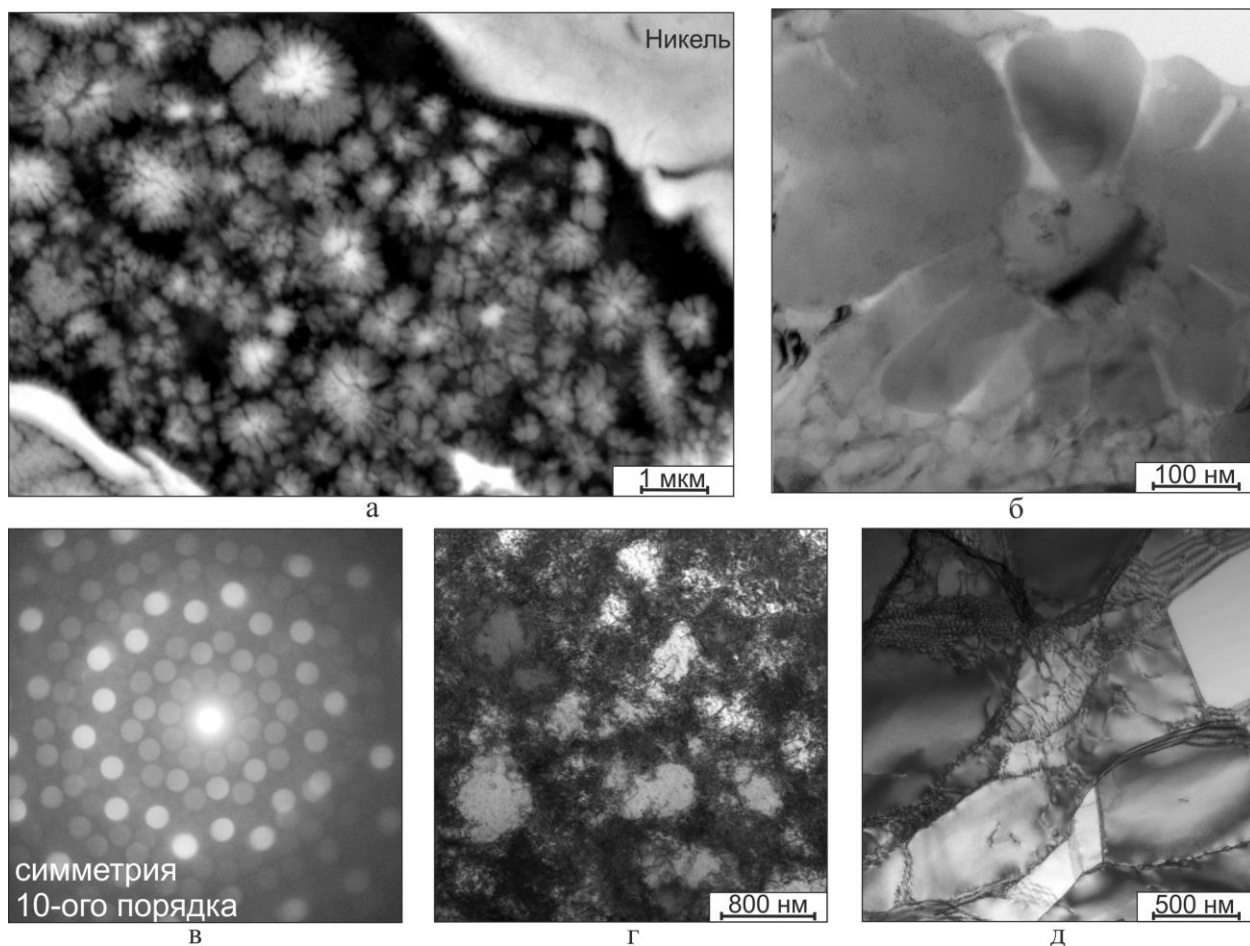


Рисунок 2 – Тонкая структура композита « $Ni-Al$ », полученного методом сварки взрывом. Дендритное строение высокодисперсных включений в области перемешивания материалов (а, б), картина дифракции декагональной квазикристаллической фазы (в), субзеренная структура никеля (г) и алюминия (д) в околошовных зонах

гональной фазе составляет 39 и 61 ат. % соответственно. Образование метастабильной квазикристаллической фазы и неравновесного соединения Ni_2Al_9 обусловлено высокой скоростью охлаждения при затвердевании зон перемешивания. Увеличение микротвердости в зонах перемешивания до 3500...7000 МПа также подтверждает факт формирования твердых интерметаллидных фаз.

В результате одновременного воздействия деформации и повышенной температуры при сварке взрывом в околошовных участках никеля возникает дислокационная ячеистая структура. В приграничных областях алюминиевых слоев формируется дислокационная структура полигонального типа (рисунок 2 г, д). Увеличение уровня микротвердости слоев никеля в результате сварки взрывом от ~ 1000 МПа (в отожженном состоянии) до 1900 МПа является следствием пластической деформации материала.

В четвертом разделе описаны структурно-фазовые преобразования, происходящие при отжиге многослойных композитов «никель – алюминий».

Отжиг сваренных взрывом композитов при температуре 620 °С приводит к формированию алюминидов никеля на границах раздела разнородных по составу металлов. Со стороны алюминия уже через 5 минут отжига образуется соединение $NiAl_3$, со стороны никеля – Ni_2Al_3). Микротвердость фаз $NiAl_3$ и Ni_2Al_3 находится на уровне 5000 МПа и 7500...9000 МПа соответственно. Мик-

ротвердость никеля и алюминия после отжига снижается до 1000 МПа и 300 МПа, что свидетельствует о релаксации напряжений в материале и снижении степени его наклепа.

Снижение температуры отжига до 550 °С позволяет существенно замедлить диффузионные процессы и следить за зарождением и ростом интерметаллидов. Показано, что после пятиминутной выдержки метастабильное соединение Ni_2Al_9 и декагональная фаза распадаются. Согласно данным рентгенофазового и микрорентгеноспектрального анализа в структуре образцов после пяти минут выдержки присутствуют только интерметаллиды $NiAl_3$ и $NiAl$ (рисунок 3,а). Процесс образования фазы $NiAl_3$ сопровождается постепенным растворением включений в зоне перемешивания (рисунок 4 а, б). В то же время со стороны

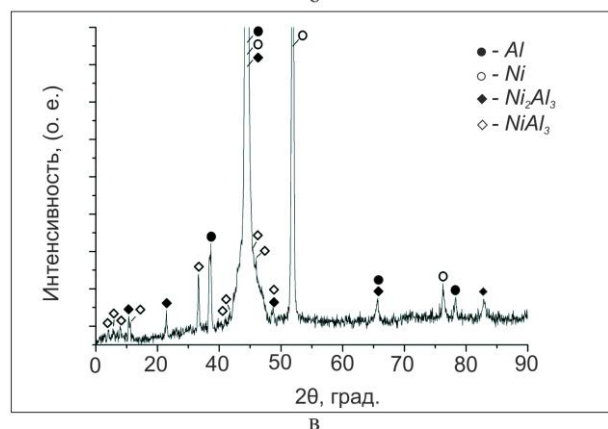
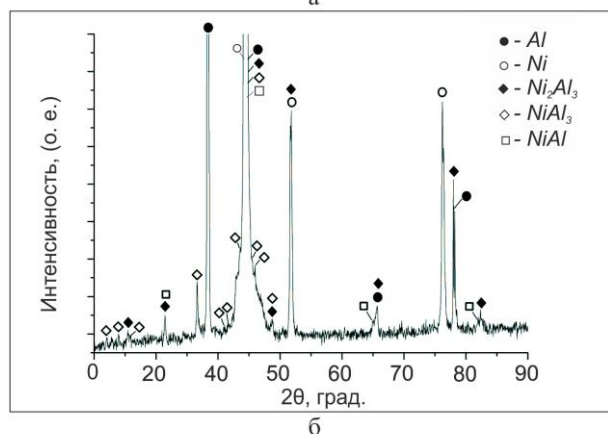
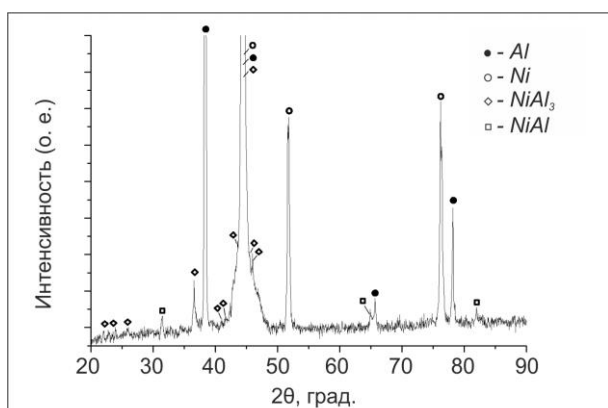


Рисунок 3 – Результаты рентгенофазового анализа слоистых композитов «Ni-Al», полученных сваркой взрывом и отожженных при 550 °С в течение 5 минут (а), 1 часа (а) и 4 часов (б)

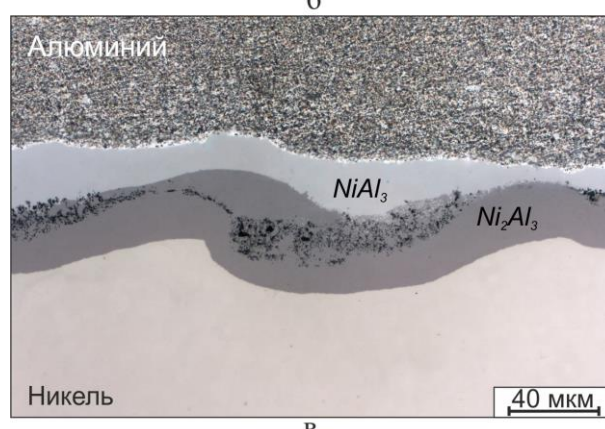
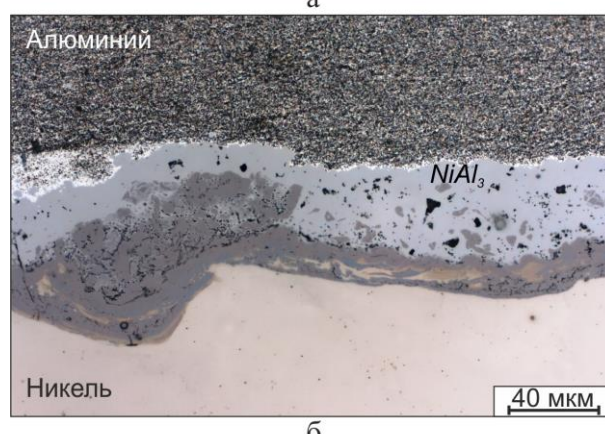
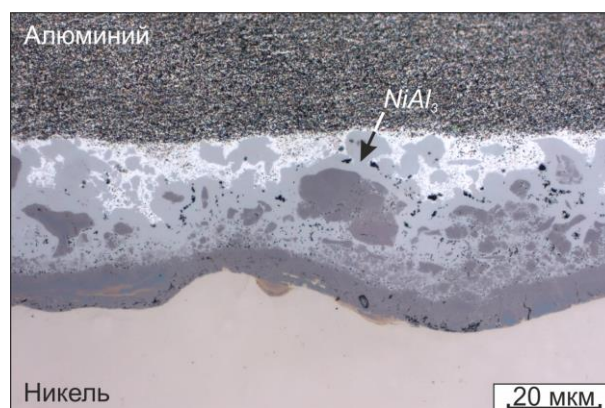


Рисунок 4 – Структурные изменения, происходящие в процессе отжига при 550 °С в слоистых заготовках «Ni – Al», полученных сваркой взрывом: а – отжиг в течение 5 минут, б – 1 часа, в – 4 часов

никеля постепенно формируется стабильный слой фазы Ni_2Al_3 (рисунок 3 б). После 2...4 часов термической обработки фаза $NiAl$ полностью растворяется и интерметаллидный слой состоит из прослоек $NiAl_3$ и Ni_2Al_3 (рисунок 3 в, 4 в).

Скорость образования алюминидов никеля на начальных этапах отжига в сваренных взрывом заготовках существенно выше, чем в заготовках, полученных по технологии литья (рисунок 5). Имеется несколько причин, объясняющих эти результаты.

Во-первых, при сварке взрывом материалы интенсивно перемешиваются, в результате чего удельная площадь поверхности между реагентами существенно возрастает. Во-вторых, при взрывном нагружении происходит очистка поверхностных слоев пластин никеля и алюминия кумулятивной струей. Таким образом, соединяемые пластины не содержат загрязнений и окисленных слоев.

Показано, что оксидные пленки, образующиеся на никелевых пластинах при температурах выше $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, замедляют диффузионные процессы, и, соответственно, скорость роста интерметаллидных прослоек. Толщина оксидной плёнки, сформированной на поверхности никеля в течение часового отжига при $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, достаточна для полного предотвращения процесса формирования алюминидов никеля при последующей изотермической выдержке композитов в течение 1 часа при $620\text{ }^{\circ}\text{C}$.

В пятом разделе диссертации представлены результаты механических испытаний многослойных композитов на основе никеля и алюминия, полученных по технологии сварки взрывом и отжига. Зафиксированный экспериментально уровень прочности композитов после сварки взрывом превышает значения предела прочности и предела текучести, рассчитанные по правилу смесей, в 1,26 раза (325 МПа) и 2,32 раза (245 МПа) соответственно. Обусловлено это деформационным упрочнением материалов в процессе сварки взрывом. В то же время ударная вязкость композита «никель – алюминий» ниже значений, соответствующих этим материалам в исходном перед сваркой состоянии, что связано с хрупким механизмом разрушения никеля. Отжиг многослойных композитов при $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 10 часов приводит к развитию релаксационных процессов в деформационно-упрочнённых пластинах никеля и алюминия и, как следствие, к снижению прочностных характеристик (предел текучести – 105 МПа, предел прочности – 200 МПа).

Шестой раздел диссертационной работы посвящен изучению многослойных композитов «никель – алюминид никеля», полученных методом искрового плазменного спекания никелевых и алюминиевых фольг. Оценено влияние температуры спекания, давления, прилагаемого к образцам, а также длительности выдержки спекаемых фольг на структуру и свойства исследуемых

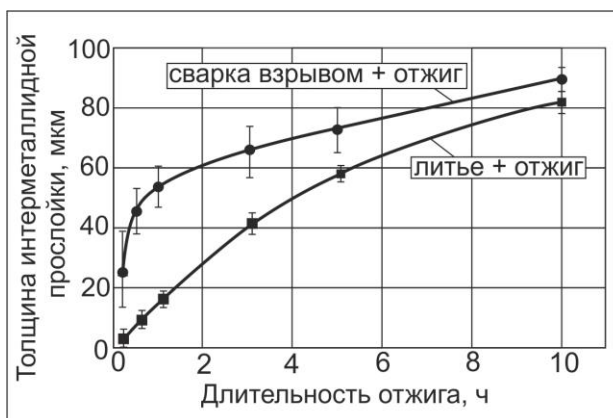


Рисунок 5 – Зависимость толщины интерметаллидной прослойки от длительности отжига при температуре $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ сваренного взрывом «Ni – Al» композита

материалов. При увеличении температуры спекания от 900 до 1100 °С в интерметаллидной прослойке увеличивается содержание никеля, ее фазовый состав меняется от Ni_2Al_3 и $NiAl$ с повышенной концентрацией алюминия (при 900 °С) до $NiAl$ с повышенной концентрацией никеля при (1100 °С). В образцах, спеченных при 1100 °С, формируется двойникованная мартенситная структура. Структура интерметаллидных прослоек в данных образцах представлена на рисунке 6.

Увеличение давления на финальном этапе спекания от 10 до 30 МПа сопровождается снижением количества пор, в результате чего предел прочности композита при растяжении повышается в 1,5 раза, а при испытаниях на изгиб – в 2 раза (рисунок 7). Изменение длительности выдержки от 0,5 до 8 минут существенно влияет на фазовый состав продуктов реакции. Выдержка слоистых пакетов при 1100 °С в течение 0,5 минут приводит к формированию соединения $NiAl$. Результатом увеличения длительности выдержки до 3 минут является образование соединений $NiAl$ и Ni_3Al . Выдержка в течение 8 минут сопровождается полным растворением алюминия в никеле и формированием композита с чередующимися слоями никеля и твердого раствора алюминия в никеле (рисунок 8).

Предел прочности на растяжение отожженных пластин никеля в исходном состоянии составлял 355 МПа. Алуминиды никеля, образующиеся при спекании многослойных пакетов в течение 0,5 и 3 минут, являются причиной роста предела прочности композитов при растяжении до 485 и 575 МПа соответственно.

В седьмом разделе работы представлены рекомендации по практическому применению многослойных металл-интерметаллидных композитов на основе никеля и алюминия. Материалы исследований используются в конструкторско-технологическом филиале Федерального государственного бюд-

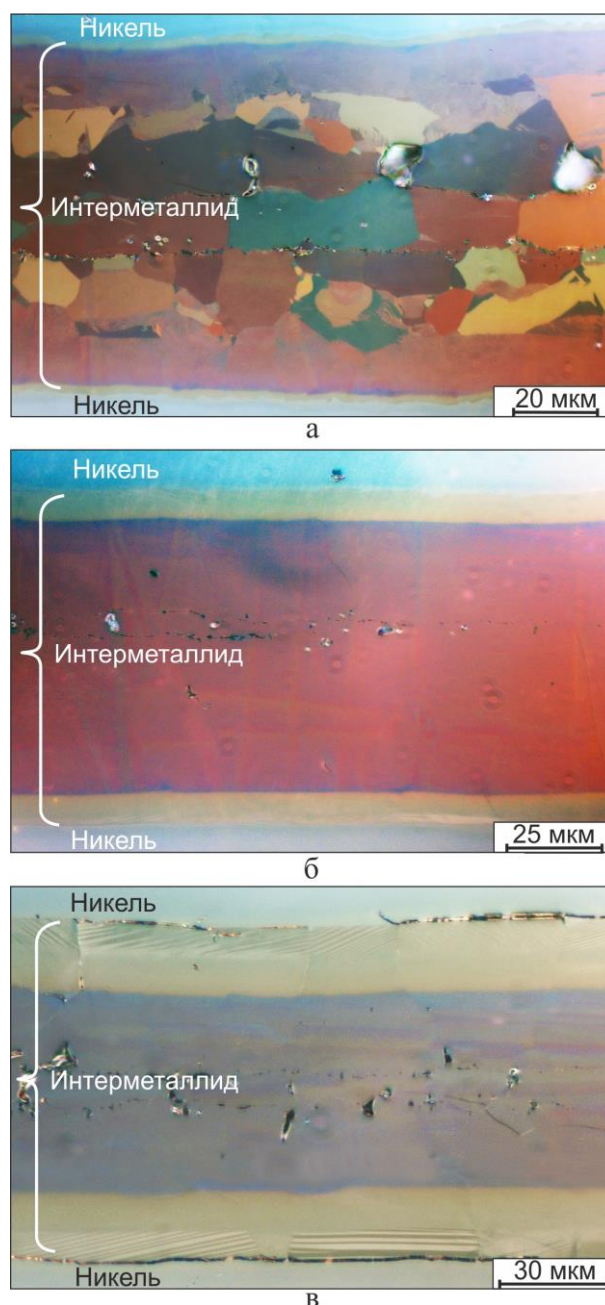


Рисунок 6 – Строение интерметаллидных прослоек образцов, полученных методом искрового плазменного спекания фольг никеля и алюминия при 900 °С (а), 1000 °С (б) и 1100 °С (в)

жетного учреждения науки Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН при решении задач по оптимизации режимов сварки разнородных материалов, склонных к формированию квазикристаллических соединений. Отражено использование результатов диссертационной работы в учебном процессе.

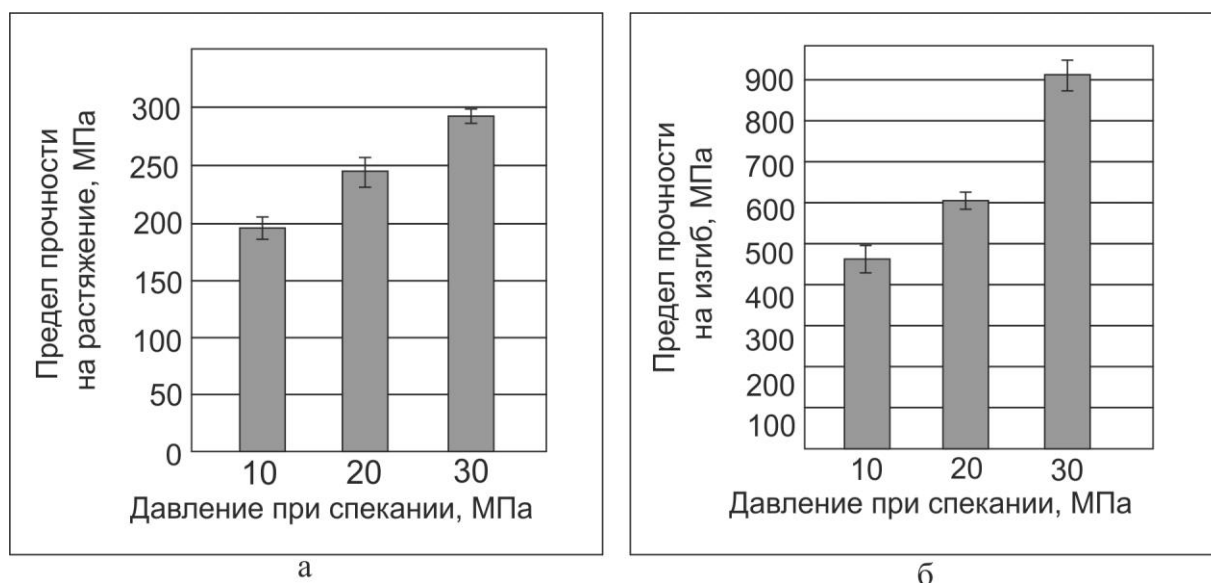


Рисунок 7 – Результаты испытаний на растяжение (а) и изгиб (б) композитов «никель – алюминид никеля», полученных методом искрового плазменного спекания при давлении 10 МПа, 20 МПа и 30 МПа

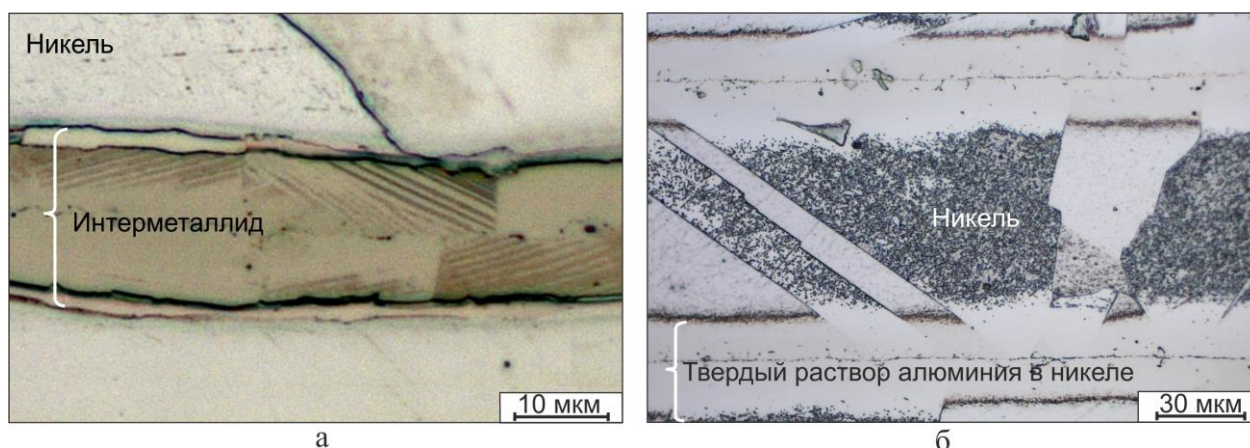


Рисунок 8 – Структура композитов, полученных методом искрового плазменного спекания фольг никеля и алюминия с различной длительностью выдержки: а – 3 минуты, б – 8 минут

Заключение

При выполнении диссертационной работы были получены и исследованы три типа многослойных композиционных материалов: «никель – алюминий» (сварка взрывом), «никель – алюминид никеля – алюминий» (сварка взрывом с последующим отжигом, литье с последующим отжигом), «никель – алюминид никеля» (искровое плазменное спекание). Важные особенности технологических процессов, использованных при получении отмеченных материалов и способствующих формированию соединений высокого качества, заключаются в минимальном загрязнении поверхностных слоёв соединяемых в пакеты пластин. На основании результатов исследований полученных материалов сформулированы следующие выводы.

1. В процессе сварки взрывом на границах соединения никелевых и алюминиевых пластин формируются зоны перемешивания материалов, толщина которых колеблется в диапазоне от 7 до 70 мкм. Установлено, что структура этих зон представляет собой неоднородную смесь алюминидов никеля $NiAl_3$, $NiAl$, Ni_2Al_9 и включений декагональной фазы, обладающей квазикристаллической структурой и содержащей 39 ат. % Ni и 61 ат. % Al . Образование структуры такого типа обусловлено формированием локальных микрообъемов жидкой фазы и их последующим высокоскоростным охлаждением за счёт отвода тепла в слабдеформированные объёмы пластин. Подтверждением наличия жидкой фазы на границе соединяемых пластин является формирование кристаллов дендритной морфологии размером до 1 мкм. Микротвердость зон перемешивания колеблется в широком диапазоне значений (от 3500 до 7000 МПа), что объясняется существенной неоднородностью элементного и фазового состава материала.

2. Экспериментально установлено, что характер зон перемешивания разнородных по составу и свойствам материалов зависит от взаимного расположения пластин в процессе сварки взрывом. Толщина зон, возникающих при метании алюминиевых пластин на никелевые больше, чем в обратном случае. Показано, что размеры зон перемешивания тесно коррелируют с величиной кинетической энергии, теряемой движущимися пластинами при соударении с неподвижными.

3. Численным моделированием с применением метода гидродинамики сглаженных частиц выполнен анализ процесса сварки трёхслойного композита « $Ni - Al - Ni$ ». Использованный подход адекватно воспроизводит вихревой характер течения материала на межслойной границе, процессы пластической деформации в приграничном слое, а также образование кумулятивной струи. Установлено, что в процессе сварки взрывом наиболее высокие значения температуры, давления, степени и скорости пластической деформации достигаются в узких зонах толщиной 0,1 мм, прилегающих к границам соединяемых между собой пластин алюминия и никеля. В результате одновременного воздействия деформации с высокими степенями и повышенной температуры при сварке взрывом в приграничных участках никеля происходит формирование структуры ячеистого типа. В приграничных областях алюминиевых слоев возникает полигональная дислокационная структура. Средний размер субзеренных посторенний, сформировавшихся в приграничных областях, составляет ~ 500 нм.

4. Методами структурных исследований зафиксирована последовательность преобразований, происходящих в зонах перемешивания сваренных взрывом материалов в процессе выдержки при 550 °C. На начальном этапе имеет место превращение метастабильных интерметаллидов (соединения Ni_2Al_9 и декагональной квазикристаллической фазы) в стабильные. Далее происходит преобразование алюминида никеля $NiAl$ в соединения Ni_2Al_3 и $NiAl_3$ и рост этих фаз. Процессы диффузионных превращений в зонах с вихревым течением материала завершаются позднее, чем в остальных микрообъемах зоны перемешивания. Окончательная гомогенизация элементного и фазового состава происходит через 4...5 часов после начала выдержки. При увеличении температуры вы-

держки до 620 °С элементный и фазовый состав прослоек полностью выравнивается уже через 5 минут выдержки.

5. Экспериментально установлено, что на начальном этапе отжига при 620 °С скорость роста интерметаллидных прослоек в сваренных взрывом композитах в 5 раз больше по сравнению прослойками, растущими в слоистых пакетах, полученных методом литья алюминия в зазоры между никелевыми пластинами. Причиной этому является присутствие на границах раздела сваренных взрывом композитов зон перемешивания материалов, которые резко увеличивают удельную площадь реакции между никелем и алюминием. Важным фактором, увеличивающим скорость роста интерметаллидных прослоек, является образование в процессе сварки взрывом кумулятивной струи, очищающей поверхности соединяемых пластин от загрязнений и окислов.

6. На примере композитов, полученных методом литья алюминия в зазоры между никелевыми пластинами, показано, что оксидные пленки, образующиеся на никелевых пластинах при температуре выше 200 °С, замедляют диффузионные процессы, и, соответственно, скорость роста интерметаллидных прослоек. Толщина оксидной плёнки, сформированной на поверхности никеля в течение часового отжига при 400 °С, достаточна для полного предотвращения процесса формирования алюминидов никеля при последующей изотермической выдержке композитов в течение 1 часа при 620 °С.

7. Значения предела прочности и предела текучести композиционных материалов, полученных по технологии сварки взрывом никеля и алюминия, определенные экспериментально, в 1,26 раза и 2,32 раза соответственно превышают значения прочности, рассчитанные по правилу смесей. Зафиксированные различия обусловлены деформационным упрочнением материалов в процессе сварки взрывом. Отжиг многослойных композитов при 620 °С в течение 10 часов приводит к развитию релаксационных процессов в деформационно-упрочнённых пластинах никеля и алюминия и, как следствие, к снижению прочностных характеристик материалов.

8. Экспериментально установлено влияние режимов искрового плазменного спекания никелевых и алюминиевых фольг на структуру и свойства композиционных материалов типа «никель – алюминид никеля». С повышением температуры спекания от 900 до 1100 °С в интерметаллидных прослойках увеличивается содержание никеля, их фазовый состав меняется от Ni_2Al_3 и $NiAl$ (при 900 °С) до $NiAl$ при (1100 °С). При этом в частицах фазы $NiAl$ возрастает объемная доля микрообъемов с высокой концентрацией никеля. Увеличение давления на финальном этапе спекания от 10 до 30 МПа сопровождается снижением пористости, в результате чего прочность композита при растяжении повышается в 1,5 раза, а при испытаниях на изгиб — в 2 раза.

9. Длительность выдержки при искровом плазменном спекании алюминиевых и никелевых фольг существенно влияет на фазовый состав продуктов реакции. Выдержка многослойных пакетов при 1100 °С в течение 0,5 минут приводит к формированию интерметаллида типа $NiAl$. При увеличении длительности выдержки до 3 минут, возникают прослойки, в состав которых входят соединения $NiAl$ и Ni_3Al . Выдержка при 1100 °С в течение 8 минут приводит к

полному растворению алюминиевого слоя толщиной 25 мкм и образованию твердого раствора алюминия в никеле. В условиях растяжения предел прочности слоистых композитов, содержащих 17 % $NiAl$, а также композитов с 14 % $NiAl$ и Ni_3Al , составляет 485 и 575 МПа соответственно, что в 1,37 и в 1,62 раза больше значений предела прочности никеля.

10. Результаты исследований, проведенных в диссертационной работе, используются в лекционных курсах и при выполнении лабораторных работ по дисциплинам «Порошковая металлургия и композиционные материалы», «Прогрессивные материалы и технологии» и «Диффузия в металлах и сплавах» в процессе подготовки бакалавров и магистров по направлениям «Материаловедение и технологии новых материалов» и «Наноинженерия» в Новосибирском государственном техническом университете. Экспериментальные материалы переданы в конструкторско-технологический филиал Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН для практического использования при оптимизации режимов сварки разнородных материалов.

Список работ опубликованных автором по теме диссертации:

В изданиях, рекомендованных ВАК

1. Слоистые металл-интерметаллидные композиты системы «никель-алюминий», полученные методом литья и последующего отжига [Текст] / Т. С. Самейщева, И. А. Батаев, А. А. Батаев, П. С. Ярцев, Р. А. Достовалов // Научный вестник Новосибирского государственного технического университета. – 2012. – № 4. – С. 113–118.

2. Влияние температуры нагрева на структуру и механические свойства материала, полученного искровым плазменным спеканием порошка ПН85Ю15 [Текст] / Л. И. Шевцова, И. А. Батаев, В. И. Мали, А. Г. Анисимов, Д. В. Лазуренко, Т. С. Самейщева // Обработка металлов: технология, оборудование, инструменты. – 2013. – № 4. – С. 35–42.

3. *Metallic-intermetallic composites produced by vacuum casting and annealing of Ni and Al [Text] / T. S. Sameyshcheva, A. A. Bataev, P. S. Yartsev, I. A. Bataev, I. A. Polyakov // The 7th international forum on strategic technology, Russia, Tomsk, 17–21 Sept. 2012. – Tomsk : TPU Press, 2012. – Vol. 1. – P. 275–278.*

4. *Influence of the explosively welded composites structure on the diffusion processes occurring during annealing [Text] / D. V. Pavliukova, P. S. Yartsev, V. I. Mali, A. A. Bataev, T. S. Sameyshcheva, L. I. Shevtsova // The 8th International forum on strategic technology, Mongolia, Ulaanbaatar, 28 June. – 1 July 2013. – MUST, 2013. – Vol. 1. – P. 183–186.*

5. *Sameyshcheva, T.S. Influence of spark plasma sintering (SPS) modes on structure of multilayer metal-intermetallic composites based on nickel and aluminum [Text] / T. S. Sameyshcheva, S. I. Bysyina, A. Thömmes // Applied Mechanics and Materials. – 2014. – Vol. 682. – P. 174–177.*

6. *Structure and properties of multilayered composite materials «nickel – nickel aluminide» obtained using sps method T. S. Sameyshcheva, V. I. Mali, A. G. Anisimov M. A. Korchagin, L. I. Shevtsova, S. I. Bysyina [Text] // Advanced Materials Research. – 2014. – Vol. 1040. – P. 161–165.*

7. Shevtsova, L. I. *Spark plasma sintering of mechanically activated Ni and Al nanopowders [Text]* / L. I. Shevtsova, T. S. Sameyshcheva, D. D. Munkueva // *Applied Mechanics and Materials*. – 2014. – Vol. 682. – P. 188–191.

8. *Relation between the structure and mechanical properties of Ti-Al-based MIL composites and a thickness of initial metallic components used for their producing [Text]* / D. V. Lazurenko, T. S. Ogneva, V. S. Lozhkin, D. S. Terentiev, A. A. Kashimbetova, V. I. Mali, A. G. Anisimov / *International Conference on Mechanical Engineering Automation and Control Systems: Source of the document proceedings, MEACS, Russia, Tomsk, 1–4 Dec. 2015– Tomsk : TPU Press, 2015. – Art. 7414955.*

9. *Explosively welded multilayer Ni–Al composites [Text]* / Bataev I. A., Ogneva T. S., Bataev A. A., Mali V.I., Esikov M. A., Lazurenko D. V., Guo Y., Jorge Junior A. // *Materials and Design*. – 2015. – Vol. 88. – P. 1082–1087.

В прочих изданиях

10. Самейщева, Т. С. Особенности образования интерметаллидов при отжиге композитов Ni-Al, полученных методом вакуумного литья [Текст] / Т. С. Самейщева, М. С. Маковкина, Н. В. Степанова // Проблемы повышения эффективности металлообработки в промышленности на современном этапе : материалы 10-й Всероссийской науч. - практ. Конференции, Новосибирск, 28 марта 2012. – С.169–171.

11. Самейщева, Т. С. Формирование интерметаллидных прослоек при отжиге композитов Ni–Al, полученных методом вакуумного литья [Текст] / Т. С. Самейщева, Н. В. Степанова, П. С. Ярцев [Текст] // Наука. Промышленность. Оборона : тр. XIII Всероссийской науч. - техн. конференции, Новосибирск, 18–20 апр. 2012 г. – Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2012. – С. 552–554.

12. Самейщева, Т. С. Исследование структуры слоистого композиционного материала «Никель–алюминид никеля–алюминий», полученного методом литья и термической обработки [Текст] / Т. С. Самейщева // IX Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» : Сборник материалов, Москва, 23–26 октября 2012 г. – Москва : ИМЕТ РАН, 2012. – С. 88–90.

13. Самейщева, Т. С. Получение композиционного материала системы металл-интерметаллид на основе никеля и алюминия [Текст] / Т. С. Самейщева, П. С. Ярцев, И. А. Поляков Новые материалы. Создание, структура, свойства-2012 : сборник трудов XII Всероссийской школы-семинар с международным участием, Томск, 6–8 июня 2012 г. – Томск: Изд-во ТПУ, 2012. –С. 163–165.

14. Самейщева, Т. С. Анализ структурных особенностей интерметаллидных прослоек, сформированных в процессе отжига сваренных взрывом композитов «Ni–Al» [Текст] / Т. С. Самейщева, И. А. Поляков // Наука. Промышленность. Оборона : тр. XIV Всероссийской науч.-техн. конференции, Новосибирск, 24–26 апр. 2013 г. – Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2013. – С. 562–563.

15. Самейщева, Т. С. Структурные особенности слоистых композиционных материалов, полученных методом сварки взрывом никелевых и алюминиевых пластин [Текст] / Т. С. Самейщева ; науч. рук. В. А. Батаев // Студент и научно-технический прогресс : материалы 51-й международной науч. - студ. конференции, секция «Новые материалы и технологии», Новосибирск, 12–18 апр. 2013 г. – Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2013.– С. 64.

16. Самейщева Т. С. Формирование интерметаллидных прослоек в слоистых композиционных материалах на основе *Ni* и *Al* методом реакционного спекания [Текст] / Т. С. Самейщева, С. И. Бысыина // Проблемы повышения эффективности металлообработки в промышленности на современном этапе : материалы 11-й Всероссийской науч. - практ. конференции, Новосибирск, 27 марта 2013 г. – Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2013. – С. 313–315.

17. Самейщева, Т. С. Особенности зарождения и роста интерметаллидных фаз при термической обработке композитов на основе никеля и алюминия, полученных методом сварки взрывом [Текст] / Т. С. Самейщева, Л. И. Шевцова, М. Р. Юркевич // Инновации в машиностроении : тр. 4-ой международной научно-практической конференции, Новосибирск, 2–4 октября 2013 г. – Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2013. – С. 272–275.

18. Самейщева, Т. С. Структурные особенности многослойного композиционного материала «никель – алюминид никеля», полученного методом искрового плазменного спекания [Текст] / Т. С. Самейщева // Сборник научных трудов XIV международной науч.-техн. Уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых, Екатеринбург, 11–15 нояб. 2013 г. – Екатеринбург : УрФУ, 2013. – С. 264–265.

19. *Spark plasma sintering of nickel – nickel aluminide laminated composites [Text] / T. S. Sameyshcheva, V.I. Mali, A. G. Anisimov, A. A. Bataev, L.I. Shevtsova // 19 SPS Forum : Japan-Russia workshop on advanced materials synthesis processes and nanostructures : book abstr., Japan, Sendai, 4–5 Dec. 2014. – Sendai, 2014. – P. 102–111.*

20. *Effect of plastic deformation of the initial components and particle size reduction on the structure and properties of the PN85YU15-Ni composite material produced by spark plasma sintering [Text] / L. I. Shevtsova, T. S. Sameyshcheva, D. S. Terentyev, Iu. N. Malyutina, A. G. Larichkin, V. V. Malikov // Applied Mechanics and Materials. – 2015. – Vol. 788. – P. 151–156.*

21. *Formation of intermetallics at the interface of explosively welded Ni – Al multilayered composites during annealing [Text] / T. S. Ogneva, D. V. Lazurenko, I. A. Bataev, V. I. Mali, M. A. Esikov, A. A. Bataev // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2016. – Vol. 124, iss.1. – Art. 012132.*

22. *Boron-modified Ni₃Al intermetallic compound formed by spark plasma sintering of mechanically activated Ni and Al powders [Text] / L. I. Shevtsova, T. S. Ogneva, D. V. Mul, M. A. Esikov, A. G. Larichkin, V. V. Malikov // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2016. – Vol. 124, iss. 1. – Art. 012139.*

Отпечатано в типографии Новосибирского
государственного технического университета
630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20,
Тел./факс: (383)346-08-57
формат 60x84 1/16, объем 1,25 п.л., тираж 100 экз.
заказ № 1148 подписано в печать 13.07.2016 г.