

УДК 53.092; 544.30.01; 621.77.04

ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ГАЗОВАЯ ЭКСТРУЗИЯ РЕАКЦИОННОСПОСОБНОЙ ПОРОШКОВОЙ СМЕСИ Ni + Al

Ф. Ф. Галиев^{1,*}, И. В. Сайков¹, В. Д. Бербенцев², А. В. Гулютин², В. И. Бугаков²,
Н. В. Сачкова¹, С. В. Коновалихин¹, член-корреспондент РАН М. И. Алымов¹

Поступило 09.08.2019 г.

Представлены результаты исследования интерметаллидных стержней в стальной оболочке, полученных методом высокотемпературной газовой экструзии, который впервые был применён для реакционно-способных порошковых смесей. Испытания были проведены на основе модельной системы Ni–Al.

Ключевые слова: высокотемпературная газовая экструзия, СВС, микроструктура, интерметаллиды.

DOI: <https://doi.org/10.31857/S0869-56524894358-361>

Процесс ВТГЭ (высокотемпературная газовая экструзия) позволяет обрабатывать как сплошные, так и порошковые материалы с одновременной их консолидацией [1–3] с получением изделий в виде длинномерных стержней и проволоки. Материал продавливается через матрицу, где происходит локальный нагрев заготовки с возрастающим градиентом температур перед входом в неё [4, 5]. Длинномерные стержни из керамических и керметных материалов получают методом СВС-экструзии (СВС — самораспространяющийся высокотемпературный синтез) [5]: сначала инициируется синтез в порошковой смеси, затем после прохождения волны горения начинается процесс экструзии. Как указано в [5–7], экструдированный материал приобретает свойства, отличные от материала, полученного методом СВС.

Работа посвящена комбинированию ВТГЭ и СВС для получения длинномерных интерметаллидных стержней в оболочке в процессе экструзии реакционноспособных порошковых смесей.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве модельной была взята система Ni–Al, так как она является хорошо изученной, а её продукты обладают высокой жаропрочностью и жаростойкостью, малой плотностью [5, 8].

Применялись порошки марок ПНК-УТЗ (Ni) и АСД-1 (Al) в стехиометрическом массовом соот-

ношении 68,5/31,5. В качестве оболочки использовался стальной стержень диаметром 10 мм с просверлённым глухим отверстием диаметром 5 мм, который заполнялся спрессованными таблетками из порошковой смеси, затем герметично закрывался заглушкой. В заглушке крепилась термопара, которая измеряла температуру начала ВТГЭ.

Исходный образец вместе с матрицей и нагревателем помещались в камеру высокого давления, куда подавался инертный газ [2, 3]. После достижения 200 МПа включался нагреватель и фиксировалась температура начала экструзии, которая составила 780 °С. В экспериментах использовалась матрица с диаметром 6 мм, степень деформации образца составила 64%.

Полученные образцы подвергались рентгенофазовому анализу на дифрактометре ДРОН-3М (излучение $Cu_{K\alpha}$) с шагом по углу $0,02^\circ$, временем экспозиции 1 с и исследованию микроструктуры на оптическом и автоэмиссионном сканирующем электронном микроскопе Zeiss Ultra Plus с приставкой рентгеновского микроанализатора INCA 350 Oxford Instruments.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В ходе экспериментов были получены интерметаллидные стержни в стальной оболочке.

Из рис. 1 видно, что сердечник неоднороден, визуально выделяются более тяжёлые элементы на фоне более лёгких. Предположительно, это непрореагировавший Ni на фоне интерметаллидов Ni и Al. Также по длине стержня можно различить трещины, что, возможно, связано с остаточными напряжениями, термическим расширением при локальном нагреве образца в процессе экструзии

¹ Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мерджанова

Российской Академии наук, Черноголовка Московской обл.

² Институт физики высоких давлений им. Л.В. Верещагина

Российской Академии наук, Троицк, Москва

*E-mail: fanis.galiev@mail.ru

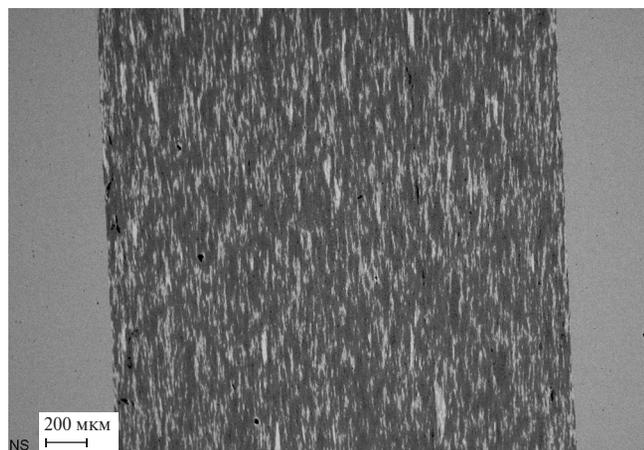


Рис. 1. Фотография микроструктуры стержня.

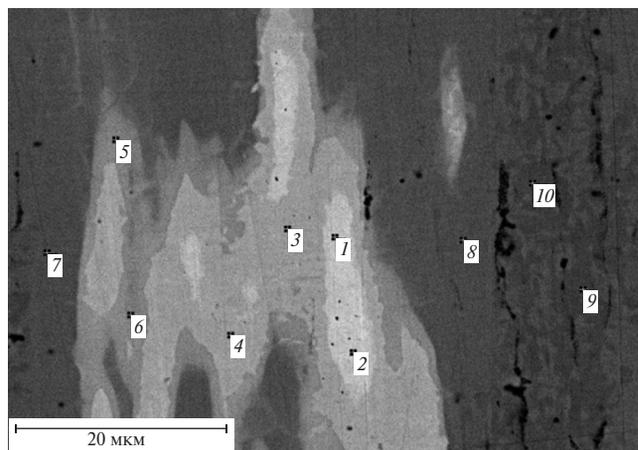


Рис. 2. Фотография микроструктуры в сердцевине сердечника.

и дальнейшим охлаждением. Граница между сердечником и оболочкой чётко видна, таким образом, можно утверждать, что активного взаимодействия между сердечником и оболочкой не происходит. Количественный фазовый анализ (с уточнением по методу Ритвельда) показал, что сердечник состоит из интерметаллидов NiAl (63%), Ni₃Al (20%), Ni₂Al₃ (17%).

На рис. 2 представлена фотография микроструктуры сердцевинки образца, полученного методом ВТГЭ, с точечным анализом в электронном микроскопе.

Анализ распределения химических элементов показывает, что светлые области — с большим содержанием Ni, тёмные — с большим содержанием Al. Согласно диаграмме состояния двойной системы Ni–Al [9] в данном образце вероятны интерметаллиды Ni₂Al₃ (точки 9, 10), NiAl (точки 7, 8), Ni₅Al₃ (точки 5, 6), Ni₃Al (точки 3, 4). Также в образце со-

держатся непрореагировавшие сердцевинки зёрен Ni (> 89% Ni — точки 1, 2) с растворёнными в них Al (твёрдый раствор Al в Ni), что может быть связано как с дисперсностью частиц, так и с большими скоростями ВТГЭ. Предположительно для более равномерного распределения фазового состава необходимо повысить температуру и снизить гидростатическое давление в камере высокого давления.

На рис. 3 представлены фотографии микроструктуры границы между стальной оболочкой и сердечником с точечным рентгеновским микроанализом.

Как видно из фотографий, границы могут быть разные: на первой (рис. 3а) чёткой границы не видно, на второй (рис. 3б) прослеживается резкий переход от оболочки к сердечнику. Такое различие границ связано с тем, что в разных участках стальная оболочка контактирует с разными частицами сердечника (преимущественно либо Ni, либо Al). На фотографиях рис. 3 точки 1–4 соответствуют

(а)

(б)

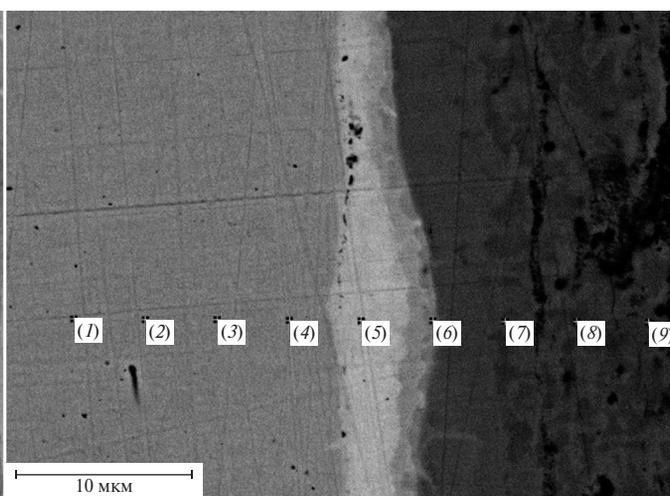
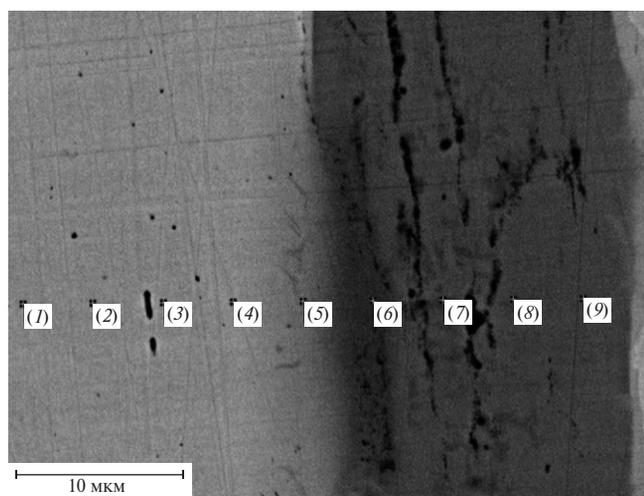


Рис. 3. Фотографии образца на границе между сердечником и стальной оболочкой.

стали. Точки 7–9 соответствуют интерметаллидам Ni_2Al_3 и NiAl с небольшим содержанием железа ($< 1\%$).

Согласно диаграмме состояния двойной системы Al-Fe [9] и микроанализу в ней могут образоваться интерметаллиды Fe_3Al и Fe_2Al_3 (точки 5 и 6 на рис. За соответственно).

При контакте Ni со стальной оболочкой (рис. 3б) образуется более резкая граница. Согласно диаграмме состояния Ni-Fe [9] и микроанализу интерметаллиды системы Ni-Fe не обнаружены, поэтому можно сказать, что Ni и Fe друг с другом не реагируют, только лишь диффундируют вследствие нагрева. Стоит добавить, что рентгенофазовый анализ не в состоянии определить интерметаллиды Fe и Al , так как их концентрация может быть слишком низкой.

Микротвёрдость сердечника варьируется в диапазоне 500–1000 $\text{HV}_{0,1}$ в зависимости от области индентирования. Микротвёрдость более тёмных областей, приходящихся на NiAl и Ni_2Al_3 , выше — до 1020 $\text{HV}_{0,1}$, а светлых зёрен с большим содержанием Ni — на уровне 500 $\text{HV}_{0,1}$. Микротвёрдость стальной оболочки составляет порядка 280 $\text{HV}_{0,1}$.

ВЫВОДЫ

Впервые на модельной системе Ni-Al была проведена высокотемпературная газовая экструзия реакционноспособной порошковой смеси и получены длинномерные цилиндрические стержни из интерметаллидов Ni-Al в стальной оболочке.

Исследования показали, что в полученной структуре имеются неоднородности в виде светлых элементов на фоне более тёмной основы. Также отмечено наличие микротрещин.

Рентгенофазовый анализ показал определённую неоднородность образцов по составу от фазы NiAl до Ni_2Al_3 .

Измерение микротвёрдости показало большую разницу в твёрдости по объёму образцов от 500 до 1020 $\text{HV}_{0,1}$.

Полученные данные говорят о том, что требуются дальнейшие поиски и исследования в направлении оптимизации качества материала, получаемого методом ВТГЭ реакционноспособных порошковых смесей. Основными регулирующими факторами перспективного процесса получения керметных

и интерметаллидных стержневых изделий комбинированным способом ВТГЭ + СВС являются давление газа и температура зоны интенсивной пластической деформации. Повышение температуры экструзии позволит проводить процесс с меньшими скоростью и давлением, что обеспечит полноту синтеза и равномерность фазового состава.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Бербенцев В.Д., Коняев Ю.С.* Высокотемпературная газовая экструзия с локальным нагревом // Кузнечно-штамповочное производство. 1980. № 10. С. 10–12.
2. *Бербенцев В.Д.* Обработка газокструзией порошков сверхпроводящих материалов в металлической оболочке // Перспективные материалы. 2019. № 4. С. 67–72.
3. *Бербенцев В.Д., Алымов М.И., Бедов С.С.* Консолидация нанопорошков методом газовой экструзии // Российские нанотехнологии. 2007. Т. 2. № 7/8. С. 116–120.
4. *Sivaprahasam D., Chandrasekhar S.B., Murugan K., et al.* Microstructure and Mechanical Properties of M62 High-Speed Steel Powder Consolidated by High-Temperature Gas Extrusion // Materials Research Innovations. 2019. P. 1–6. DOI: 10.1080/14328917.2019.1580889.
5. *Столин А.М., Бажин П.М.* Получение изделий многофункционального назначения из композитных и керамических материалов в режиме горения и высокотемпературного деформирования (СВС-экструзия) // Теоретические основы химической технологии. 2014. Т. 48. № 6. С. 603–615.
6. *Бажин П.М., Столин А.М., Алымов М.И. и др.* Особенности получения длинномерных изделий из керамического материала с наноразмерной структурой методом СВС-экструзии // Перспективные материалы. 2014. № 11. С. 73–81.
7. *Бажин П.М., Столин А.М., Щербаков В.А. и др.* Композитная нанокерамика, полученная методом СВС-экструзии // ДАН. 2010. Т. 430. № 5. С. 650–653.
8. *Awotunde M.A., Ayodele O.O., Adegbenjo A.O., et al.* NiAl Intermetallic Composites — a Review of Processing methods, Reinforcements and Mechanical Properties // Int. J. Advanced Manufacturing Technology. 2019. P. 1–15.
9. *Лякишев Н.П.* Диаграммы состояния двойных металлических систем. М.: Машиностроение, 1996. Т. 1.

HIGH TEMPERATURE GAS EXTRUSION OF REACTIVE POWDER MIXTURE Ni + AL

**F. F. Galiev¹, I. V. Saikov¹, V. D. Berbentcev², A. V. Gulyutin², V. I. Bugakov²,
N. V. Sachkova¹, S. V. Konovalikhin¹, Corresponding Member of the RAS M. I. Alymov¹**

¹*Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science, Russian Academy of the Sciences,
Chernogolovka, Moscow Region, Russian Federation*

²*Vereshchagin Institute for High Pressure Physics of the Russian Academy of Sciences,
Troitsk, Moscow, Russian Federation*

Received August 9, 2019

The results of the study of intermetallic rods in a steel shell obtained by high-temperature gas extrusion for the first time used for reactive powder mixtures are presented. Tests were conducted on the basis of model system Ni–Al.

Keywords: high-temperature gas extrusion, SHS, microstructure, intermetallic compounds.