

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Новосибирский государственный технический университет»

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**

05.16.09 – материаловедение (в машиностроении)

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель
кандидат технических наук,
доцент Батаев И.А.

Новосибирск – 2016

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	7
1 МНОГОСЛОЙНЫЕ МЕТАЛЛ-ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ И АЛЮМИНИЯ (аналитический обзор).....	20
1.1 Структура и свойства различных фаз системы «никель – алюминий».....	20
1.1.1 Интерметаллидные соединения на основе никеля и алюминия	20
1.1.2 Твердые растворы и эвтектики в системе «никель – алюминий»	26
1.1.3 Никель и сплавы на его основе.....	26
1.1.4 Алюминий и его свойства	29
1.2 Способы получения слоистых композитов с интерметаллидными прослойками на основе никеля и алюминия	29
1.2.1 Процесс формирования интерметаллидных прослоек при реакционном взаимодействии никеля и алюминия.....	30
1.2.1.1 Самораспространяющийся высокотемпературный синтез	31
1.2.1.2 Кинетика диффузионного роста интерметаллидной прослойки в композитах типа «никель – алюминий»	37
1.2.3 Искровое плазменное спекание.....	39
1.2.4 Комплексные технологии получения многослойных металл- интерметаллидных материалов	42
1.2.4.1 Получение многослойных металл-интерметаллидных материалов напылением тонких пленок и последующей термической обработкой	42
1.2.4.2 Формирование многослойных материалов типа «металл- интерметаллид» по технологии сварки прокаткой с последующей термической обработкой	44
1.2.4.3 Создание многослойных металл-интерметаллидных материалов по технологии диффузионной сварки в сочетании с последующей термической обработкой	45

1.2.4.4 Особенности получения слоистых композитов типа «металл –интерметаллид» по технологии сварки взрывом и последующей термической обработки	46
1.3 Механические свойства слоистых композитов типа «никель – алюминид никеля»	52
1.4 Выводы	54
2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	57
2.1 Структура и свойства материалов исследования.....	57
2.2 Формирование многослойных композиционных материалов методом сварки взрывом.....	59
2.3 Получение многослойных композитов по технологии литья алюминия в зазоры между пластинами никеля	61
2.4 Искровое плазменное спекание никелевых и алюминиевых фольг	62
2.5 Методы исследования структуры материалов	68
2.5.1 Оптическая металлография.....	68
2.5.2 Растровая электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ	69
2.5.3 Просвечивающая электронная микроскопия	70
2.5.4 Рентгенофазовый анализ	71
2.6 Методы исследования механических свойств	71
2.6.1 ДюрOMETрические исследования	72
2.6.2 Прочностные испытания	72
2.6.3 Испытания на ударную вязкость	74
3 АНАЛИЗ ОСОБЕННОСТЕЙ СТРУКТУРЫ КОМПОЗИТА «НИКЕЛЬ – АЛЮМИНИЙ», СФОРМИРОВАННОГО МЕТОДОМ СВАРКИ ВЗРЫВОМ.....	76
3.1 Анализ температуры, давления, степени и скорости пластической деформации методом численного моделирования процесса сварки взрывом пластин никеля и алюминия.....	77
3.1.1 Уравнение состояния для описания ударноволновых процессов.....	78
3.1.2 Прочностная модель Джонсона – Кука	78

3.1.3 Метод гидродинамики сглаженных частиц	79
3.1.4 Константы материалов, использованные при моделировании	81
3.1.5 Постановка задачи численного моделирования	82
3.1.6 Результаты численного моделирования	84
3.2. Особенности строения сваренных взрывом многослойных композитов типа «никель – алюминий»	97
3.3 Связь размеров зон перемешивания с величиной потери кинетической энергии при сварке взрывом многослойных композитов «никель – алюминий»	108
3.4. Структурные особенности зон перемешивания.....	112
3.5 Исследование структуры никеля и алюминия вблизи межслойных границ в сваренных взрывом композитах	122
3.6 Выводы	124
4 МЕТАЛЛ-ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ПОЛУЧЕННЫЕ ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ МНОГОСЛОЙНЫХ ПАКЕТОВ ИЗ НИКЕЛЯ И АЛЮМИНИЯ	127
4.1 Получение металл- интерметаллидных композитов путем отжига сваренных взрывом многослойных заготовок «никель – алюминий»	127
4.1.1. Структура металл-интерметаллидного композита, сформированного в процессе термической обработки при 620 °С сваренных взрывом слоистых заготовок «никель – алюминий»	128
4.1.2 Особенности зарождения и роста интерметаллидных прослоек на границах сваренного взрывом композита «никель – алюминий» при нагреве до 550 °С.....	135
4.1.3 Особенности строения интерметаллидных прослоек, сформированных при отжиге сваренных взрывом пластин никеля и алюминия	144
4.2 Структура металл-интерметаллидных композитов, полученных заливкой алюминия в зазоры между пластинами никеля с последующим отжигом	150

4.2.1 Структура композитов, полученных методом заливки алюминия в зазоры между никелевыми пластинами и последующей выдержки при 620 и 720 °С	151
4.2.2 Влияние оксидных плёнок на рост интерметаллидных прослоек при термической обработке композитов «никель – алюминий», полученных методом литья алюминия в зазоры между никелевыми пластинами.....	156
4.3 Сравнение скорости роста интерметаллидных прослоек в образцах, полученных по технологиям литья и сварки взрывом.....	162
4.4 Выводы	165
5. РЕЗУЛЬТАТЫ МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ МНОГОСЛОЙНЫХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ И АЛЮМИНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ ПО ТЕХНОЛОГИИ СВАРКИ ВЗРЫВОМ И ОТЖИГА	167
5.1 Свойства многослойных композитов «никель – алюминий», полученных по технологии сварки взрывом.....	167
5.2 Прочностные испытания многослойных металл-интерметаллидных композитов на основе никеля и алюминия, полученных по технологии сварки взрывом и последующего отжига	173
5.3 Выводы	178
6 ФОРМИРОВАНИЕ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ «НИКЕЛЬ – АЛЮМИНИД НИКЕЛЯ» С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕХНОЛОГИИ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ.....	179
6.1 Влияние температуры спекания на структуру и свойства многослойных композитов «никель – алюминид никеля».....	180
6.2 Влияние давления на пористость композитов на основе никеля и алюминия	186
6.3 Влияние толщины спекаемых фольг на структуру многослойных композитов «никель – алюминид никеля», полученных методом искрового плазменного спекания.....	193

6.4 Влияние длительности искрового плазменного спекания на структуру и свойства многослойных композитов «никель – алюминид никеля»	197
6.5 Выводы	202
7 АПРОБАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	205
7.1 Преимущества слоистых материалов, полученных по технологии сварки взрывом.....	205
7.2 Преимущества слоистых материалов типа «металл – интерметаллид» на основе никеля и алюминия.....	207
7.3 Перспективы использования слоистых материалов типа «металл – интерметаллид» на основе никеля и алюминия.....	209
7.4 Применение результатов проведенных исследований в учебном процессе	211
7.5 Выводы	211
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	213
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	217
ПРИЛОЖЕНИЕ А	238
ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	239

ВВЕДЕНИЕ

Развитие современных высокотехнологичных отраслей промышленного производства невозможно без разработки новых материалов, обладающих высоким комплексом механических и эксплуатационных характеристик. Во многих случаях развитие новых разработок (как конструкций, так и технологий) сдерживается именно отсутствием материалов с необходимыми свойствами. Традиционные металлические, керамические или интерметаллидные материалы, широко используемые на сегодняшний день, часто не способны в полной мере обеспечить уровень свойств, необходимых для надежной эксплуатации современных машин и конструкций ответственного назначения.

Задачи, связанные с обеспечением уникальных характеристик новых изделий, во многих случаях эффективно решаются путем разработки композитов. Один из наиболее востребованных видов композитов представляют материалы, состоящие из пластичной матрицы и упрочняющего компонента, обеспечивающего прочностные или функциональные свойства. Во многих случаях композиты такого рода являются эффективными конструкционными материалами, обладающими необычным сочетанием механических и эксплуатационных характеристик. Помимо улучшения механических свойств к достоинствам композиционных материалов относятся экономия редких и дорогостоящих металлов, а также возможность повышения ряда специальных свойств (например, коррозионной стойкости, тепло- и электропроводности и др.).

При разработке композиционных материалов необходимо учитывать тот факт, что в реальных условиях эксплуатации нагружение элементов конструкций в разных направлениях происходит неодинаково. По этой причине рационально применение направленно-упрочненных композиционных материалов, одной из разновидностей которых являются материалы со слоистой структурой. При реализации этого подхода достигается максимальная эффективность использования каждой составляющей композиционного материала. Представленная к защите работа выполнена с учетом этого обстоятельства.

В качестве исходных материалов для изготовления слоистых композитов были использованы тонколистовые заготовки технически чистых никеля марки НП2 и алюминия марки А5. Следует отметить, что композиционным материалам на основе никеля и алюминия уделяется особое внимание материаловедов и разработчиков современной техники. Особый интерес к ним обусловлен тем, что при нагреве на границе сопряжения никеля и алюминия образуются интерметаллидные соединения. Большинство интерметаллидов характеризуется высокой твердостью и жесткостью, благодаря чему они эффективно выполняют функцию упрочняющей фазы в композитах типа «металл – интерметаллид» и оказывают существенное влияние на комплекс его механических и эксплуатационных характеристик.

Слоистые металл-интерметаллидные композиты представляют собой перспективные материалы, характеризующиеся уникальным сочетанием механических свойств. Из множества интерметаллидных соединений следует особо выделить алюминиды. Достоинствами интерметаллидов на основе алюминия являются их низкая плотность, а также возможность синтеза при относительно невысоких температурах. В отечественных и зарубежных лабораториях наиболее часто исследуются металл-интерметаллидные композиты систем «алюминий – титан», «алюминий – железо», «алюминий – медь», «алюминий – ниобий», «алюминий – никель».

Металл-интерметаллидным материалам на основе никеля и алюминия уделяется повышенное внимание, что обусловлено благоприятным сочетанием свойств алюминидов никеля. Для алюминидов никеля характерны высокие значения модуля упругости и твердости. Материалы этого типа обладают повышенной жаропрочностью, высоким уровнем износостойкости, стойкостью к окислению (в том числе при нагреве). Основной недостаток 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. Благодаря чередованию твердых прослоек интерметаллида с пла-

стичными вязкими слоями металла удастся существенно снизить вероятность внезапного разрушения, добиться высокого уровня надёжности и долговечности материала.

Проблемой формирования металл-интерметаллидных композитов на основе никеля и алюминия, изучением их структуры и свойств активно занимаются многие коллективы отечественных и зарубежных специалистов. Большинство методов получения такого рода композитов основано на нагреве пакетов многослойных заготовок никеля и алюминия под давлением. Из совокупности наиболее широко применяемых в настоящее время методов можно выделить самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС), диффузионную сварку с последующим отжигом, сварку прокаткой с дополнительной термической обработкой. Основным недостатком отмеченных процессов является наличие оксидных плёнок и примесей, адсорбированных поверхностными слоями исходных заготовок до их соединения. Отмеченное обстоятельство негативно отражается на прочностных характеристиках композитов, а также объясняет увеличение времени, затрачиваемого на производство анализируемых композиционных материалов.

В представленной диссертационной работе в качестве одной из наиболее рациональных технологий получения слоистых композитов с интерметаллидными прослойками предлагается использовать сварку взрывом пластин никеля и алюминия с последующей термической обработкой сварного соединения. Другой процесс получения подобных композитов, исследуемый в работе, основан на использовании технологии искрового плазменного спекания. Указанные технологические процессы обладают рядом преимуществ, среди которых следует особо подчеркнуть кратковременность обработки, а также возможность эффективной очистки поверхностей металлических заготовок при их соединении.

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. Другими важными достоинствами этого способа сварки являются возможность проведения этапа термиче-

ской обработки в печи с воздушной атмосферой, отсутствие необходимости использования сложного дорогостоящего оборудования, а также минимальные ограничения по площади свариваемых заготовок.

При реализации процесса искрового плазменного спекания электрический ток протекает через весь объем спекаемых материалов, способствуя равномерному распределению температуры по сечению образца, что в итоге позволяет получить материал высокого качества. Особенности данного вида обработки также обеспечивают испарение тонких поверхностных слоев, что способствует эффективной очистке поверхностей спекаемых материалов.

При анализе литературных данных было установлено, что, в отличие от подробно изученных процессов получения слоистых металл-интерметаллидных композитов, упомянутых выше, исследований, выполненных с использованием методов сварки взрывом и искрового плазменного спекания, крайне мало. Многие особенности строения и поведения композитов на основе никеля и алюминия, изготовленные с применением отмеченных технологий, представляют интерес. Решению этих актуальных задач, имеющих как научный, так и прикладной характер, посвящена настоящая диссертационная работа.

Работа выполнена 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» по теме «Разработка технологии изготовления особо коррозионно-стойких реакторов химических производств, работающих с использованием сильных кислот при повышенных температурах», уникальный идентификатор прикладных научных исследований (проекта) *RFMEFI60414X0135*; в соответствии с проектом в рамках проектной части государственного задания: «Обоснование и разработка высокопрочных композиционных материалов системы «алюминид никеля – никель», модифицированных бором, с использованием технологии искрового плазменного спекания» (№ 11.1892.2014/К); а также при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ, по государственному заданию № 2014/138 (проект № 257).

Степень разработанности темы исследования

Исследования слоистых композитов на основе однородных и разнородных металлов, полученных методом сваркой взрывом, интенсивно проводятся отечественными и зарубежными специалистами со второй половины XX века по сегодняшний день. По данной тематике издано 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 заготовок, сваренных взрывом, а также подробному исследованию тонкой структуры границ соединения никеля и алюминия при сварке взрывом, крайне ограничено. Следует отметить также малый объем 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 результаты взаимодействия тонколистовых заготовок никеля и алюминия, спекаемых электрическими импульсами, были найдены лишь в работах *K. Mizuuchi*. Следует отметить также малый объем 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 методов изготовления на структуру и свойства материалов на основе алюминия и никеля. Отмеченные обстоятельства позволяют сделать вывод о це-

лесообразности выполнения глубоких исследований сваренных взрывом пластин методом просвечивающей электронной микроскопии, а также проведения других структурных исследований и механических испытаний многослойных металл-интерметаллидных композитов.

Цель и задачи исследования

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 микрообъемы 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 спиннинговании.

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 микрообъемы металла, составляет ~ 500 нм.

3. Методами структурного анализа показано, что на начальном этапе отжига при 550 °C сваренного взрывом композита « $N - Al$ » 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 интенсивно-

го 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 ма-

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

Методология и методы исследования

Эксперименты по получению образцов на основе тонколистовых заготовок никеля и алюминия методами сварки взрывом и искрового плазменного спекания (установка *Spark Plasma Sintering Labox-1575, Sinter Land Inc*) были проведены в Институте гидродинамики им. М. А. Лаврентьева СО РАН. Для выполнения аналитических исследований образцов использовалось оборудование, уровень кото-

рого соответствует современным отечественным и зарубежным лабораториям. Строение композиционных материалов изучали с использованием современных аналитических методов. Для проведения структурных исследований применяли металлографический микроскоп *Carl Zeiss Axio Observer Z1m*, растровый электронный микроскоп *Carl Zeiss EVO 50 XVP*, оснащенный детектором для микро-рентгеноспектрального анализа *Oxford Instruments X-Act*, а также просвечивающий электронный микроскоп *Tecnai G2 20 TWIN* с приставкой для микро-рентгеноспектрального 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*, спытания на ударную вязкость — на копре *Metrocom*. Термическую обработку образцов осуществляли в электропечах *SNOL 7,2/1300*.

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 процес-

сов 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 работы

Все результаты экспериментальных исследований получены с использованием современного аналитического оборудования. Представленные в работе численные значения результатов измерений 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 конферен-

ции «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 опубликовано 22 печатные научные работы, из них: 9 статей в журналах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК РФ, в том числе 7 статей в зарубежных журналах; 13 – в сборниках трудов международных и всероссийских научно-технических конференций.

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.

Объем и структура 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.

1 МНОГОСЛОЙНЫЕ МЕТАЛЛ-ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ И АЛЮМИНИЯ (аналитический обзор)

1.1 Структура и свойства различных фаз системы «никель – алюминий»

Фазовая диаграмма состояния двухкомпонентной системы «никель – алюминий» исследована достаточно подробно. Одна из ее наиболее часто используемых версий представлена на рисунке 1.1. Из немногих разногласий, касающихся вида этой диаграммы, следует отметить определение точных границ области фазы Ni_3Al [1]. Согласно диаграмме состояния, никель и алюминий способны образовывать между собой два твердых раствора и пять видов химических соединений: $NiAl_3$, Ni_2Al_3 , $NiAl$, Ni_5Al_3 , Ni_3Al . В литературе отмечается, что при определенных условиях образуются фазы типа Ni_3Al_4 [2] и Ni_2Al_9 [3].

1.1.1 Интерметаллидные соединения на основе никеля и алюминия

Среди всех стабильных интерметаллидов системы « $Ni - Al$ » только фаза $NiAl_3$ обладает строгим стехиометрическим составом. Остальные интерметаллидные соединения системы существуют в диапазоне концентраций. Интерметаллид $NiAl_3$ содержит 28,4 вес. % Ni и характеризуется орторомбической решеткой с элементарной ячейкой из 16 атомов с параметрами $a = 6,6111 \text{ \AA}$, $b = 7,367 \text{ \AA}$, $c = 4,8116 \text{ \AA}$ [4, 5]. На участке диаграммы до 29 вес. % Ni интерметаллид $NiAl_3$ выделяется из жидкой фазы при охлаждении расплава [5]. При концентрации никеля более 29 вес. % фаза $NiAl_3$ образуется по перитектической реакции при температуре 854 °С:



Микротвердость соединения $NiAl_3$ и других интерметаллидных фаз системы « $Ni - Al$ » по данным различных источников представлена в таблице 1.1.

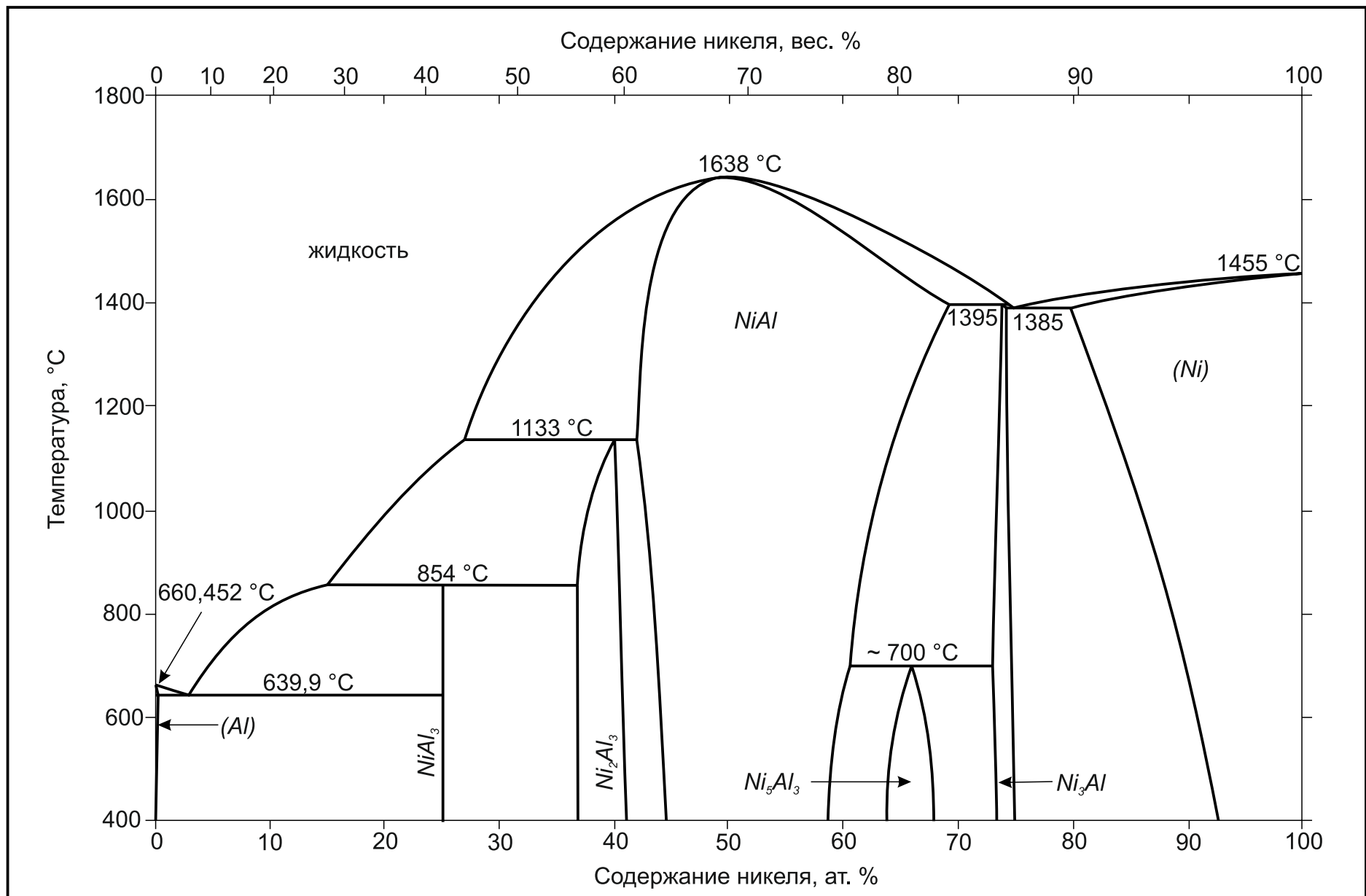


Рисунок 1.1 – Диаграмма состояния системы «никель – алюминий»

Таблица 1.1 – Микротвердость интерметаллидных фаз различного состава системы «Ni – Al» согласно различным источникам

Фаза	Твердость, МПа	Источник
<i>NiAl₃</i>	5684...5978	[6]
	7546	[5]
	5831	[7]
	8036	[8]
	4300	[9]
	5230...5510	[4]
	6100...7700	[4]
<i>Ni₂Al₃</i>	7056	[6]
	9800	[8]
	9300...12750	[9]
	6300...7500	[10]
	7438 ± 245	[5]
	11200	[4]
<i>NiAl</i>	3087	[11]
	3800	[12]
	4410	[13]
<i>Ni₃Al</i>	4300	[10]
	4155	[13]
	2300 при 20 °C 3500 при 500 °C	[14]
	6100...6540	[15]
<i>Ni₃Al + NiAl</i> (соотношение 9 : 1)	7604	[16]

Соединение *Ni₂Al₃* обладает ромбоэдрической решеткой с параметрами $a = 4,036 \text{ \AA}$, $c = 4,900 \text{ \AA}$ ($c/a = 1,214$), и отличается узкой областью гомогенности (от 36,3 до 40,8 ат. % Ni) [17]. Образование данной фазы происходит при 1133 °C по перитектической реакции.

Фаза Ni_2Al_9 (η -фаза) представляет собой метастабильное интерметаллическое соединение, не образующееся в равновесных условиях. Данная фаза обладает моноклинной кристаллической решеткой с параметрами $a = 8,685 \text{ \AA}$, $b = 6,232 \text{ \AA}$, $c = 6,185 \text{ \AA}$, $\beta = 96,5^\circ$ [18]. Установлено, что соединение Ni_2Al_9 может формироваться на ранних стадиях диффузионного отжига слоистых композитов «Ni – Al». Например, в многослойных материалах и биметаллах с прослойками нанометровых размеров образование фазы Ni_2Al_9 было зафиксировано при температурах 350...400 °C [19, 20]. В работе [3] соединение Ni_2Al_9 было обнаружено в нанокompозитах при нагреве до 100 °C, однако при дальнейшем повышении температуры до 125 °C η -фаза разлагалась с формированием интерметаллида Ni_2Al_3 . Во многих работах образование метастабильной фазы Ni_2Al_9 наблюдалось в условиях высокоскоростного охлаждения жидкого расплава [18, 20–23].

Фаза Ni_5Al_3 обладает орторомбической решеткой с параметрами $a = 7,475 \text{ \AA}$, $b = 6,727 \text{ \AA}$, $c = 3,732 \text{ \AA}$ [24]. По данным источников [25, 26] параметры кристаллической решетки этого соединения составляют $a = 7,53 \text{ \AA}$, $b = 6,61 \text{ \AA}$, $c = 3,76 \text{ \AA}$. Фаза Ni_5Al_3 формируется путём превращения $L1_0 \rightarrow Ni_5Al_3$ в процессе выдержки при температурах, не превышающих 700 °C.

Образование алюминида никеля Ni_3Al_4 возможно по схеме $NiAl \rightarrow Ni_3Al_4$ в процессе длительной выдержки сплава, содержащего ~ 43 % Ni, при температуре ~ 580 °C [2]. Соединение Ni_3Al_4 обладает упорядоченной дефектной ОЦК решеткой $NiAl$ с параметром $a = 11,408 \text{ \AA}$.

Соединение $NiAl$ (β -фаза) характеризуется упорядоченной структурой типа $B2$, имеет ОЦК-решетку с параметром $2,87 \text{ \AA}$. В вершинах элементарной ячейки данного соединения располагаются атомы никеля, а в центре — атомы алюминия. Фаза плавится конгруэнтно при 1638 °C и характеризуется широкой областью гомогенности (от 45 ат. % до 59,5 ат. % Ni). Наибольший параметр решетки соединения $NiAl$ соответствует составу 50 ат. % Ni : 50 ат. % Al. В соединении $NiAl$, пересыщенном никелем, замещение атомов алюминия никелем приводит к уменьшению параметра решетки. Обусловлено это тем, что атомный радиус никеля меньше чем алюминия. Дефицит никеля в соединении $NiAl$ приводит к образова-

нию вакансий и формированию дефектной структуры, что также сопровождается уменьшением параметра кристаллической решетки [27].

Преобразования, происходящие в кристаллической решетке $NiAl$ при изменении концентрации элементов, отражаются на прочностных свойствах сплавов. При соотношении 50 ат. % Ni : 50 ат. % Al микротвердость и предел прочности гомогенизированного сплава $NiAl$ достигают минимальных значений (~ 2380 МПа и ~ 110 МПа, соответственно) [4, 14]. Однако при отклонении состава от стехиометрического в сторону алюминия (до 55 ат. % Al) значение твердости сплава возрастает на 25 %, предела прочности — на 50 %. Увеличение объемной доли никеля до 57,4 ат. % способствует росту уровня твердости примерно на 20 %. Причина этого связана с деформацией кристаллической решетки, происходящей при отклонении от стехиометрического состава [4].

Для поликристаллического интерметаллида $NiAl$, деформируемого при комнатной температуре, характерно хрупкое интеркристаллитное разрушение. При повышении температуры до 400 °C интерметаллид проявляет свойства пластичности. Тем не менее, отмечается, что моноалюминид никеля обладает приемлемым запасом пластичности даже при комнатной температуре.

Твердорастворное упрочнение является основным способом повышения прочностных свойств фазы $NiAl$. Так, например, легирование гафнием в количестве 0,2 % сопровождается увеличением предела текучести соединения $NiAl$ до 600 МПа. Добавки 5 % Cr , Ti , Zr повышают на 15...25 % предел прочности материала на изгиб при 1000 °C. Небольшие добавки титана и циркония способствуют также росту сопротивления ползучести [4]. Быстрое охлаждение пересыщенного никелем соединения $NiAl$ от температур выше 1100 °C приводит к образованию упорядоченной мартенситной пластинчатой сверхструктуры типа $L1_0$ [25].

Интерметаллид Ni_3Al обладает ГЦК-решеткой и относится к сверхструктуре типа $L1_2$. В упорядоченной структуре $L1_2$ вершины куба заняты атомами Al , а атомы Ni располагаются в центре граней [27].

Отличительной особенностью соединения Ni_3Al является положительная температурная зависимость предела текучести, типичная для большинства супер-

сплавов со структурой $L1_2$. Предел текучести поликристаллов стехиометрического состава при комнатной температуре находится на уровне 50 МПа. Максимальное значение $\sigma_{0,2}$ (около 520 МПа) наблюдается при ~ 700 °C [14]. Изменение концентрации алюминия от 23,5 % до 26,5 % сопровождается ростом предела текучести при высоких температурах от 340 до 680 МПа [28]. С увеличением температуры от комнатной до ~ 520 °C уровень твердости соединения Ni_3Al возрастает от 2000 до ~ 3000 МПа и резко снижается при нагреве до 800 °C [14].

Нетипичное для большинства конструкционных материалов изменение предела текучести, наблюдаемого при повышении температуры, обусловлено особым механизмом перемещения дислокаций. В процессе скольжения сверхдислокация, движущаяся по плоскости $\{111\}$, расщепляется на две частичные дислокации. Одна из них в процессе разделения перемещается в другую плоскость скольжения, образуя таким образом заторможенный комплекс. С повышением температуры вероятность смещения частичных дислокаций в новые плоскости из-за термических колебаний, а, следовательно, вероятность образования заторможенных комплексов возрастает. При этом возрастает сопротивление деформации материала. При достижении 600 °C постепенно инициируется механизм скольжения по плоскости $\{100\}$, в результате чего предел текучести сплава снижается [29].

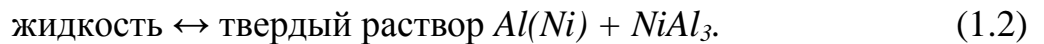
Для монокристалла Ni_3Al , деформируемого при комнатной температуре, характерны высокие (до 100 %) степени удлинения. Однако, в отличие от пластичного монокристалла, образцы из поликристаллического интерметаллида Ni_3Al обладают повышенной хрупкостью, что связано со сложностью аккомодации дислокационного скольжения [14].

На сегодняшний день разработан ряд методов, позволяющих повысить пластичность соединения Ni_3Al . Один из них основан на том, что для сплавов со сверхструктурой $L1_2$ характерны высокие скорости деформационного упрочнения. Это обстоятельство позволяет улучшать пластичность и прочностные свойства интерметаллида Ni_3Al методами холодной деформации или термомеханической обработки [30]. Эффективным способом повышения пластичности соединения Ni_3Al является также легирование бором [31, 32]. Бор сегрегирует по грани-

цам зерен, упрочняя их и увеличивая на 40...50 % относительное удлинение материала. Положительное влияние на пластичность фазы Ni_3Al оказывают также добавки циркония, гафния, хрома, марганца, железа [14].

1.1.2 Твердые растворы и эвтектики в системе «никель – алюминий»

Ранее было отмечено, что в системе «Al – Ni» имеется два типа твёрдых растворов: никеля в алюминии и алюминия в никеле. Растворимость никеля в твёрдой алюминиевой матрице невелика и составляет всего 0,05 вес. % при эвтектической температуре (640 °C), 0,028 вес. % при 600 °C и 0,006 вес. % при 500 °C [5]. В сплаве, содержащем 2,5...3,6 ат. % Ni, при 630...640 °C происходит эвтектическое превращение [17]:



Растворимость алюминия в никеле составляет не более 3,85 вес. % при 500 °C и 6 вес. % при температуре 750 °C [33, 34]. Максимальная растворимость алюминия в никеле имеет место при температуре 1385 °C и составляет, согласно диаграмме состояния, около 11 вес. %. Сплав на основе никеля, содержащий 13,6 вес. % Al, при температуре 1385 °C претерпевает эвтектическое превращение [4]:



1.1.3 Никель и сплавы на его основе

Химически чистый никель представляет собой блестящий серебристо-белый металл с желтоватым оттенком, который легко поддается ковке и хорошо полируется. Температура плавления никеля составляет 1453 °C, плотность — 8,9 г/см³. Предел прочности технически чистого отожженного никеля при растяжении равен 280...300 МПа. Твердость по Бринеллю находится в диапазоне 70...90 МПа, относительное удлинение в пределах 40...50 %, предел упругости составляет 80 МПа, предел текучести — 120 МПа, модуль нормальной упругости — 205 ГПа [34, 35].

Полиморфных превращений никель не испытывает и существует только в β -модификации, характеризующейся наличием ГЦК-решетки с параметром $a = 0,352$ нм (при $20\text{ }^\circ\text{C}$). В случае катодного распыления кристаллическая решетка никеля переходит в гексагональную плотно упакованную (α -никель), при нагреве до $250\dots300\text{ }^\circ\text{C}$ происходит фазовый переход по схеме $\alpha \rightarrow \beta$. До температуры $358\text{ }^\circ\text{C}$ никель ферромагнитен, что обусловлено строением его внешних электронных оболочек ($3d^84s^2$) [35].

Высокие коррозионные свойства никеля обусловлены формированием на поверхности металла плотной тонкой пленки оксида NiO . Никель устойчив к воздействию пресной и морской воды и некоторых кислот, на воздухе не окисляется. Отличается высокой каталитической способностью и используется при реализации различных химических процессов. Низкий коэффициент термического линейного расширения никеля и его сплавов является причиной их широкого применения при изготовлении деталей точных приборов [34]. Основным способом повышения механических свойств является легирование и последующая термическая обработка никеля.

Классификация сплавов на основе никеля подробно описана *Ch. T. Sims* и соавторами [29]. Легирующие элементы, входящих в состав сплавов на основе никеля, можно объединить в группы по ряду признаков.

1. Такие металлы, как *Co*, *Cr*, *Fe*, *W* и *Mo* преимущественно растворяются в никеле, образуя γ -твердые растворы с решеткой ГЦК типа.

Несмотря на тот факт, что никель характеризуется низким модулем упругости и достаточно высоким коэффициентом диффузии, материалы на основе γ -фазы никеля широко используются при производстве деталей газовых турбин, эксплуатирующихся в жестких температурно-временных условиях. Следует подчеркнуть, что изделия, изготовленные из этих сплавов, способны выполнять свои функции при температурах, близких к температуре плавления. При более низких температурах сплавы стабильно работают на протяжении 100000 часов и более.

В качестве основных причин исключительной жаропрочности материалов отмечают следующие. Во-первых, стабильность γ -фазы не изменяется при добав-

лении легирующих элементов в больших количествах по причине того, что третья электронная оболочка атомов никеля практически вся заполнена. Во-вторых, при повышенных температурах поверхность сплава защищена плотным слоем оксидов [29].

2. *Ti*, *Al*, *Ta*, *Hf* и *Nb*, соединяясь с никелем, образуют интерметаллидные выделения типа Ni_3X , именуемые γ' -фазой. Отмеченная фаза является основой никелевых суперсплавов. Ранее было подчеркнуто, что, благодаря наличию сверхструктуры, соединения такого рода обладают положительной температурной зависимостью предела текучести. Суперсплавы на основе никеля являются наиболее широко распространенными и востребованными среди материалов, эксплуатирующихся в температурном диапазоне 650...1100 °С [29].

Включения γ' -фазы, выделяющиеся в жаропрочных сплавах, когерентны γ -матрице. Кристаллические решетки γ' -фазы и γ -твердого раствора (частиц и матричного материала) характеризуются высокой степенью размерного соответствия друг другу. Следовательно, выделения γ' -фазы способны зарождаться гомогенно.

Форма γ' -включений определяется степенью размерного несоответствия между решетками этой фазы и γ -твердого раствора. При малых различиях решеток (до 0,2 %) формируются сферические выделения. Если решетки различаются в пределах 0,5...1 %, частицы преимущественно имеют форму куба, а при различии более чем на 1,25 % частицы γ' -фазы приобретают пластинчатый облик [29].

3. Элементы *B*, *C*, *Zr*, диаметр атомов которых существенно отличается от никеля, преимущественно распределяются по границам зерен [34]. Влияние карбидов на структуру никелевых сплавов неоднозначно. С одной стороны, присутствие карбидов негативно влияет на пластичность, с другой — добавки углерода (не более 0,03 ат. %) положительно сказываются на долговечности сплавов [29, 34]. Легирование никелевых сплавов углеродом в количестве 0,05...0,2 ат. % приводит к формированию карбидов типа X_3C . При последующей эксплуатации и термической обработке происходит их распад с образованием соединений типа $X_{23}C_6$ и X_6C , которые преимущественно сегрегируют по границам зерен.

1.1.4 Алюминий и его свойства

Алюминий представляет собой металл серебристо-белого цвета, обладающий кубической гранецентрированной решеткой (с параметром $a = 4,0413 \text{ \AA}$), малой плотностью ($2,7 \text{ г/см}^3$), низкой температурой плавления ($660 \text{ }^\circ\text{C}$), высокими значениями тепло- и электропроводности [36]. Кроме того, металл отличается высокой пластичностью и хорошей коррозионной стойкостью. При нахождении на воздухе его поверхность быстро покрывается тонкой и прочной оксидной пленкой Al_2O_3 , препятствующей дальнейшему окислению металла в воздушной атмосфере, в среде морской и пресной воды, а также при воздействии азотной кислоты любой концентрации.

Временное сопротивление разрыву алюминия составляет $40...50 \text{ МПа}$, твердость по Бринеллю в отожженном состоянии — $170...250 \text{ МПа}$, модуль нормальной упругости — $\sim 70 \text{ МПа}$. Алюминий характеризуется приемлемыми литейными свойствами, хорошо поддается пластической деформации и механической обработке, сваривается всеми основными видами сварки. Отмеченные преимущества делают алюминий и сплавы на его основе широко распространенными конструкционными материалами.

Растворимость никеля в твердом алюминии мала. По этой причине низка и степень упрочнения легированного никелем алюминия. Отмеченным обстоятельством объясняется отсутствие практической значимости двойных сплавов типа $Ni-Al$ [5].

1.2 Способы получения слоистых композитов с интерметаллидными прослойками на основе никеля и алюминия

Формирование слоистых металл-интерметаллидных композитов (СМИК) может быть реализовано как за один этап, так и посредством комплексных технологий, включающих создание многослойных заготовок и последующую их термическую обработку.

В первом случае предварительное формирование многослойного биметалла не предусматривается, СМИК, как правило, формируются путем нагрева поочередно уложенных тонколистовых заготовок двух металлов. Формирование интерметаллидных прослоек происходит вследствие диффузии химических элементов и реакции, происходящей между разнородными металлами. При этом для обеспечения качественного контакта по всей площади поверхности необходимо прикладывать давление.

Получение слоистых композитов по комплексной технологии условно можно разделить на два этапа. Первый этап включает предварительное изготовление слоистой заготовки с двумя и более слоями чередующимися разнородными металлами. Среди технологических процессов, используемых для предварительного получения многослойных металлических композитов, можно отметить диффузионную сварку, прокатку [37, 38], литье, наплавку, пайку, напыление, осаждение, прессование, сварку взрывом [43]. На втором этапе, как правило, происходит термообработка полученных заготовок для формирования интерметаллидных прослоек методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза или в диффузионном режиме. Процесс создания СМИК может включать также дополнительный этап обработки давлением, например, прокатку [40].

При выборе максимально эффективной технологии для производства слоистых металл-интерметаллидных композитов в рамках каждой конкретной задачи необходимо принимать во внимание множество факторов, таких как свойства исходных заготовок, требуемые эксплуатационные свойства получаемых материалов, область их применения, форма выпускаемой продукции, масштабы производства, степень сложности и экологичность используемой технологии.

1.2.1 Процесс формирования интерметаллидных прослоек при реакционном взаимодействии никеля и алюминия

Рост интерметаллидных прослоек в системе « $Ni - Al$ » происходит в результате развития диффузионных и реакционных процессов на границах раздела ма-

териалов при повышенных температурах. Особенности реакционной диффузии были исследованы во многих работах [41–59]. В общем случае области реакции и диффузии определяются отношением удельной скорости реакции к скорости диффузии атомов вещества через толщину вновь образовавшегося интерметаллида. На первой стадии происходит взаимодействие исходных веществ по реакционному механизму. Однако после образования слоя продукта большее значение приобретает диффузия реагентов сквозь слой нового возникшего вещества [60].

Существенное влияние на механизм протекания реакции в многослойных композитах на основе никеля и алюминия оказывает скорость нагрева реагентов. Если она высока (от 30 °C/мин и выше), потери тепла в системе достаточно малы и интерметаллид формируется по реакции горения. В том случае, если температура повышается сравнительно медленно (например, со скоростью менее 10 °C/мин), реакция между компонентами заторможена, так как её скорость при этом ограничена процессом твердофазной диффузии [41].

1.2.1.1 Самораспространяющийся высокотемпературный синтез

Кинетика протекания реакции и, соответственно, интенсивность роста интерметаллидных прослоек в слоистых материалах существенно ниже, чем в порошковых материалах. Причиной этому является меньшая удельная поверхность реагентов. Кроме того, для порошковых материалов характерны искажения кристаллической решетки. В них в большом количестве присутствуют также микротрещины и поры, которые значительно повышают реакционную активность [41].

Наиболее распространенным методом создания СМИК по реакционному механизму является метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). СВС получил широкую известность как один из эффективных способов создания неорганических материалов, в том числе и композитов, содержащих интерметаллидную составляющую [42–59]. К настоящему времени выполнено большое количество работ, посвященных исследованию процесса высокотемпературного реакционного синтеза металл-интерметаллидных материалов как

на основе тонколистовых заготовок [42–47, 49], так и на базе порошковых материалов [54–58]. В основе механизма реакционного синтеза интерметаллидов лежит нагрев материалов до определенной температуры, при достижении которой развивается самопроизвольная реакция горения между двумя (или более) металлами [41]. В качестве энергии, инициирующей реакцию, могут быть использованы разные тепловые источники — открытое пламя, электроискровой разряд, электрическая спираль, лазерный луч и т. д. [61–63].

Выделяют два основных метода СВС, принципиально отличающихся друг от друга по способу теплового воздействия на исходные продукты — синтез в режиме послойного горения и в режиме теплового взрыва [41, 64]. Первый случай соответствует локальному приложению тепла к исходным реагентам. При его реализации фронт экзотермической реакции, запущенный с одного края образца, перемещается по всему образцу. При синтезе методом теплового взрыва нагревается весь образец сразу и при достижении в нём температуры, инициирующей горение, реакция проходит одновременно по всему объёму.

Технология СВС обладает рядом преимуществ, таких как простота используемого оборудования, малые энергетические затраты, возможность получения большого количества продукта за короткий промежуток времени [41].

Известно, что при спекании никеля и алюминия методом СВС в режиме послойного горения скорость нагрева образцов гораздо выше, чем при спекании методом теплового взрыва [41, 65]. По этой причине в режиме послойного горения синтез интерметаллидов проходит с большей скоростью, которая может достигать 4 м/с [54, 59].

При синтезе интерметаллидов методом СВС получить абсолютно плотный материал практически невозможно, продукт спекания всегда содержит то или иное количество пор. Образование пор обусловлено, как минимум, тремя причинами. Во-первых, их наличие обусловлено присутствием пор в исходной прессованной заготовке. Во-вторых, при спекании могут выделяться газы, адсорбированные поверхностью исходных порошков. В-третьих, образование пор происходит по причине изменения молярного объёма продуктов реакции по отношению к

молярному объему исходных материалов [56]. Для устранения пористости в конечном продукте зачастую требуется приложение дополнительного давления на образец на конечном этапе реакции [47].

Все интерметаллиды, образующиеся на основе никеля и алюминия, характеризуются разным значением энергии активации. В зависимости от количества энергии, переданного материалу, формируется тот тип интерметаллидного соединения, образование которого термодинамически наиболее выгодно. Следовательно, фазовый состав образовавшейся интерметаллидной прослойки во многом определяется количеством энергии, сообщенной образцу.

В работе [66] приведены значения энергии активации образования различных интерметаллидов в системе «Ni – Al», обобщённые на основании анализа множества различных источников (таблица 1.2). Следует отметить, что данные из разных источников могут отличаться по причине несовпадения условий экспериментов, способов измерения экспериментальных данных, а также из-за различия исходных состояний и составов материалов.

Таблица 1.2 – Значения энергии активации процесса образования интерметаллидных фаз различного состава в системе «Ni – Al» [66]

Интерметаллидная фаза	Энергия активации, кДж/моль
$NiAl_3$	96,5...169,8
Ni_2Al_3	166,9...196,8
$NiAl$	117,5...306,8
Ni_3Al	150,5...316,5
Ni_2Al_9	127,4...137,0

Параметры, влияющие на формирование структуры СМИК, полученных методом реакционного синтеза

При формировании СМИК на характер фазовых переходов, происходящих при термообработке многослойных композитов, оказывают влияние значения толщины исходных слоев никеля и алюминия. Экспериментально это было неод-

нократно подтверждено при спекании фольг толщиной от 5 до 150 мкм [19, 43, 45–47, 67, 69]. Отмечается, что рост интерметаллидных прослоек может происходить в несколько этапов с образованием промежуточных интерметаллидных фаз [19, 42–44, 67, 69].

Например, при спекании методом СВС в режиме теплового взрыва фольг никеля и алюминия, присутствующих в атомном соотношении 3:1, наблюдаются следующие преобразования. На первом этапе никель растворяется в жидком алюминии с образованием интерметаллида $NiAl_3$, который распадается при температуре 854 °С. При взаимодействии тонких исходных фольг (50 мкм и менее) этот этап может отсутствовать. Нагрев до значений в диапазоне 854...1133 °С приводит к тому, что твердофазный никель и жидкий алюминий образуют фазу Ni_2Al_3 , которая, в свою очередь, распадается при достижении 1133 °С. При использовании фольг толщиной 12,5 мкм и менее этот этап также может отсутствовать. На третьем этапе никель реагирует с жидким алюминием с образованием фазы $NiAl$. Далее жидкий раствор никеля в алюминии полностью исчерпывается, после чего реакция развивается в твердом состоянии. Этот этап завершается взаимной диффузией никеля и алюминия по всему объему образца с образованием фазы Ni_3Al [43].

Варьируя толщиной исходных фольг можно получить желаемый тип структуры: « Ni – интерметаллид – Al – интерметаллид», « Ni – интерметаллид – Ni », или монолитный интерметаллид [45]. *Н.У. Kim* с соавторами наглядно показали, что с увеличением толщины двойного слоя никеля и алюминия (период λ), а также с увеличением соотношения толщины Ni и Al исходные фольги могут не успеть прореагировать полностью (рисунок 1.2). В этом случае композит будет иметь вид «металл – интерметаллид – металл». При соблюдении минимального шага λ и минимального соотношения толщины Ni и Al структура спеченного материала представляет собой монолитный интерметаллид [45].

Анализ, проведенный с использованием метода конечных элементов, показал, что основные потери тепла в процессе реакции между никелем и алюминием обусловлены низкой по сравнению с алюминием теплопроводностью никеля. По

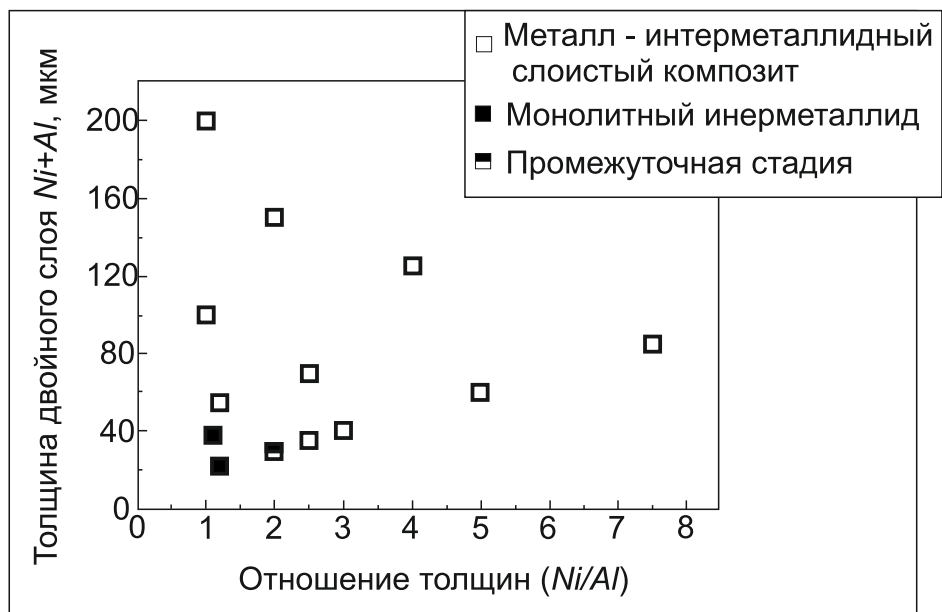


Рисунок 1.2 – Влияние толщины слоёв никеля и алюминия на тип структуры металл-интерметаллидного композита [45]

этой причине уменьшение исходной толщины никеля в образцах значительно снижает максимальную температуру, которая может быть достигнута в ходе реакции. Толщина алюминиевого слоя при этом существенной роли не играет. Так, при сохранении толщины алюминия 25 мкм и одновременном снижении толщины никеля в 3 раза (от 100 до 30 мкм) адиабатическая температура горения (T_{ad}) снижается на 22 %. Однако при сохранении неизменным слоя никеля (100 мкм) и уменьшении толщины алюминия в 4 раза (от 100 до 25 мкм) величина T_{ad} снижается всего на 8,7 % [45].

Согласно данным исследований, выполненных *P. Zhu* и *H.Y. Kim* с соавторами [42, 43, 47], реакция горения в системе «*Ni – Al*» активизируется с момента расплавления алюминия (при температуре 660 °C). Значительно снизить температуру начала реакции между никелем и алюминием позволяет также предварительная деформация многослойного пакета «*Ni – Al*». Авторами работы [66] путем многократной прокатки была получена структура никеля с нанометровым размером зерна, что способствовало снижению температуры активации реакции до 200 °C.

Ранее отмечалось, что на интенсивность протекания реакции существенное влияние оказывает также скорость нагрева материала. Увеличение скорости нагрева от 5 до 60 °C/мин при синтезе композитов типа «никель – интерметаллид» в режиме теплового взрыва является причиной изменения состава конечного продукта от многофазного, включающего эвтектику, твердые растворы и интерметаллиды с различной концентрацией элементов, до монолитного интерметаллида равновесного состава. При низких скоростях нагрева и размерах частиц более 100 мкм реакция горения не начинается [48].

Подобная закономерность распространяется и на слоистые материалы. Например, при скорости нагрева 30 °C/мин и толщине фольг никеля и алюминия не более 12,5...25 мкм соответственно, процесс горения завершается полностью. Если соотношение толщин остается тем же, но значения толщины превышают указанные, в структуре остается непрореагировавший слой никеля [43].

1.2.1.2 Кинетика диффузионного роста интерметаллидной прослойки в композитах типа «никель – алюминий»

В тех случаях, когда скорость нагрева композита невысока, удельная площадь реагентов мала или нагрев материала ведется до невысоких температур, рост интерметаллидных прослоек преимущественно происходит в диффузионном режиме [41].

Как правило, при нагреве образуются две фазы: $NiAl_3$ – со стороны алюминия и Ni_2Al_3 – со стороны никеля. Особенности кинетики роста фаз $NiAl_3$ и Ni_2Al_3 в диффузионных парах «никель – алюминий» подробно изучены и описаны в литературе [49, 53, 62, 70–72]. Следует отметить, что образование соединения $NiAl_3$ на первом этапе идет очень быстро, т. к. при этом вдоль всей границы между никелем и алюминием реализуется реакционный механизм.

Процесс формирования фазы Ni_2Al_3 , происходящий при 620 °С, ограничен диффузией атомов алюминия сквозь плотную оксидную пленку Al_2O_3 . Диффузия алюминия по границам зерен Ni_2Al_3 происходит медленно, в результате чего формируется ровная и однородная граница слоя Ni_2Al_3 с никелем. Оксидная пленка Al_2O_3 мигрирует в процессе диффузии от поверхности алюминия к середине интерметаллидной прослойки [49]. На границе раздела « $NiAl_3$ – Ni_2Al_3 » в ходе реакции « $Ni + NiAl_3 \rightarrow Ni_2Al_3$ » происходит рост фазы Ni_2Al_3 . Неровная граница раздела « $NiAl_3$ – Ni_2Al_3 » свидетельствует о том, что процесс « $Ni + NiAl_3 \rightarrow Ni_2Al_3$ » в разных участках развивается не одинаково быстро. Однако большая доля никеля в процессе диффузии сквозь слой Ni_2Al_3 расходуется на рост этой прослойки, что также постоянно снижает объемную долю фазы $NiAl_3$. Нехватка атомов никеля при полном исчерпании алюминия приводит к образованию на месте алюминиевого слоя пористости, обусловленной эффектом Киркендалла.

После 50 часов отжига весь алюминий толщиной 150 мкм, расположенный между пластинами никеля, переходит в интерметаллидную прослойку Ni_2Al_3 [49]. Объясняется это тем, что при 620 °С фаза Ni_2Al_3 обладает наименьшей из всех ин-

терметаллидных соединений энергией Гиббса, которая составляет $-309,9$ КДж/моль [51, 52].

Аналогичная последовательность формирования структуры « $Ni - Ni_2Al_3 - Ni$ » наблюдается после выдержки композита « $Ni - Al - Ni$ » (никель — 100 мкм, алюминий — 25 мкм) в течение 2 часов при 600 °С. Дальнейшее повышение температуры до 900...950 °С и выдержка в течение 2 часов при давлении 50...100 МПа способствует активизации диффузионных процессов между никелем и интерметаллидным слоем, что приводит к формированию фаз $NiAl$ и Ni_3Al [47].

Увеличение температуры начального нагрева таких же композитов до 720 °С сопровождается значительным ускорением диффузионных и реакционных процессов после расплавления алюминия. При этом растворение всего объема алюминия в интерметаллидной прослойке происходило всего за 20 минут [62].

Зависимость толщины интерметаллидной прослойки Ni_2Al_3 от времени выдержки описывается формулой, предложенной Г.Г. Тамманом [41]:

$$x^n = Kt, \quad (1.4)$$

где x — толщина слоя Ni_2Al_3 , t — время выдержки, K — константа. Следует подчеркнуть, что отмеченное выражение справедливо для более позднего этапа формирования интерметаллида, на котором рост прослойки контролируется скоростью диффузии сквозь уже образовавшийся по реакционному механизму интерметаллидный слой. В более общем виде это уравнение выглядит следующим образом:

$$x^n = K(t - t_0), \quad (1.5)$$

где K — константа t_0 — латентный период образования интерметаллида. При $n = 2$ и $t \gg t_0$ зависимость (1.5) принимает вид уравнения Таммана. При $n = 1$ процесс регулируется химической реакцией (происходящей на первых этапах роста интерметаллидной прослойки). Справедливость уравнения, описывающего рост толщины интерметаллидной прослойки Ni_2Al_3 , подтверждается большим количеством работ по изучению материалов в системах « $Ni - Al$ » и « $Fe - Al$ ». Однако данная закономерность распространяется не на все сочетания, для которых характерно образование интерметаллидов. Например, в паре « $Zr - Al$ » параболический закон

соблюдается не полностью, а рост интерметаллида $TiAl_3$ описывается линейной зависимостью [41].

В работе *R. Xiao* и соавторов [53] показано, что при избытке обоих исходных компонентов рост прослойки $NiAl_3$ также подчиняется параболическому закону, так как процесс контролируется скоростью объемной диффузии элементов сквозь интерметаллидную прослойку.

1.2.3 Искровое плазменное спекание

Искровое плазменное спекание (*SPS*-метод, от англ. *Spark plasma sintering*) представляет собой перспективный метод, интерес к которому резко возрос в первом десятилетии 21 века [73]. В его основе лежит принцип нагрева спекаемых материалов при пропускании импульсов постоянного электрического тока. Термин «*SPS*» применительно к данной технологии получил широкое распространение по одноименному названию установок для производства материалов в лабораторных и промышленных масштабах, которые впервые начали выпускаться в Японии компанией *Sumitomo Heavy Industries Ltd.* в конце 20 века. *SPS*-метод может быть использован для спекания не только порошковых материалов, но также и тонколистовых заготовок. Известны примеры формирования методом *SPS*-спекания слоистых интерметаллидных композитов на основе фольг *Ti* и *Al* [74, 75], сплава *Ti – Al* (23 ат. %) – *Nb* (26 ат. %) и *Al* [76], фольг *Ni* и *Al* [77].

Процесс спекания осуществляется в среде инертного газа (как правило, аргона) или в вакууме. Весь цикл спекания сопровождается приложением одноосного давления, которое обеспечивает плотный контакт между частицами материала для прохождения тока и способствует достижению требуемой плотности.

Существуют две основные точки зрения, объясняющие суть и эффективность *SPS*-процесса. В соответствии с первой при искровом плазменном спекании развиваются следующие процессы. Когда в зазоре или в точке контакта между частицами материала возникает искровой разряд, происходит высокоскоростной локальный разогрев материала до высоких температур (вплоть до 10000 °C) с обра-

зованием плазмы. Это вызывает плавление и испарение материала, на поверхности частиц и между ними формируются перемычки. В результате протекания импульсного тока возрастает скорость миграции ионов, увеличивается скорость поверхностной и объемной диффузии между частицами, и в спекаемом образце реализуется процесс массопереноса. В верхних слоях частиц накапливается джоулево тепло, которое способствует пластической деформации и формированию материала с высокой плотностью.

В соответствии с другой точкой зрения образования плазмы при реализации *SPS*-процесса не происходит, а нагрев и спекание осуществляется лишь за счет протекания электрического тока через образец. Подтверждением этой теории, является, например, работа *D.M. Hulbert* и соавторов [78], которые не обнаружили формирования характеристического рентгеновского излучения, типичного для материалов, нагретых до чрезвычайно высоких температур. Также факт присутствия плазмы не был подтвержден ни атомно-эмиссионным спектральным анализом, ни методом сверхбыстрых колебаний электрического напряжения [79].

Таким образом, природа искрового плазменного спекания окончательно не установлена, дискуссии относительно явления образования искровой плазмы ведутся до сих пор. Теория образования плазмы поддерживается многими исследователями [80, 81], но из-за отсутствия однозначных экспериментальных данных она также подвергается и критике со стороны других научных коллективов [82, 83].

Технология *SPS* обладает множеством преимуществ по сравнению с традиционным спеканием порошковых материалов в печи. Наиболее существенным из них является возможность проводить цикл спекания при более низких температурах и за более короткий промежуток времени, что позволяет получать качественные материалы с высокой плотностью [84, 85]. Скорость нагрева материалов достигает $1000\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ [86], а длительность синтеза по сравнению с традиционными методами спекания может быть снижена в 500 раз [87]. Равномерное распределение тепла по всему объему образца и действие нагрева непосредственно в точках контакта частиц позволяет сохранить исходную мелкозернистую структуру мате-

риала даже при спекании наноматериалов [84–86]. Высокая температура, возникающая на поверхности частиц, способствует мгновенному испарению загрязнений и адсорбированных газов и разрушению оксидных пленок [88].

Большое влияние на процесс массопереноса при *SPS*-спекании оказывает величина тока. Например, исследуя микроструктуру композитов типа «Al – Au», полученных в одинаковых температурно-временных условиях, гораздо более активное взаимодействие компонентов отмечали при увеличении плотности тока от $0,51 \cdot 10^3$ А/см² до $1,02 \cdot 10^3$ А/см² [89, 90]. Подобные исследования были проведены также на образцах типа «Ni – Ti» [91]. Кинетический анализ, выполненный *J. Garay* с соавторами, показал, что спекание посредством импульсов электрического тока оказалось в 40 раз эффективнее, чем аналогичный процесс, реализованный в бестоковом режиме. Однако, режим пульсации тока не имеет большого значения, о чем свидетельствуют результаты работы [88]. При разных режимах пульсации толщина прослойки спекаемого материала существенно не изменялась.

Количество тепла, передаваемого спекаемым материалам, определяется формулой:

$$Q = I^2 R t, \quad (1.6)$$

где I – сила тока, t – время прохождения тока, R – сопротивление. Очевидно, что на количество передаваемого тепла гораздо в большей степени влияет сила пропускаемого тока, нежели длительность импульса.

В последнее десятилетие метод *SPS*-спекания активно привлекается многими научными коллективами для создания интерметаллидных материалов на основе титана и алюминия [92–97], железа и алюминия [98–100], никеля и алюминия [101–105], в том числе на основе порошков нанометровых размеров [102].

1.2.4 Комплексные технологии получения многослойных металл-интерметаллидных материалов

1.2.4.1 Получение многослойных металл-интерметаллидных материалов напылением тонких пленок и последующей термической обработкой

Задачи, связанные с созданием слоистых металл-интерметаллидных композитов с толщиной слоев нанометрового порядка, эффективно решаются путем использования технологий, в основе которых лежит напыление тонких пленок металлов. Такие материалы могут быть получены методами физического осаждения из газовой фазы (методы *PVD*, от англ. *physical vapour deposition*) путем испарения мишени электронным лучом [19] или магнетронного распыления мишени [23, 67, 69].

Одна из наиболее распространенных технологий получения тонких пленок основана на магнетронном напылении. К её преимуществам относятся относительная дешевизна и доступность оборудования, а также возможность комбинирования нескольких магнетронов в одной вакуумной камере, что позволяет создавать гетерогенные материалы. Структура и свойства напыленных материалов зависят от таких параметров как мощность магнетрона, температура подложки и величина остаточного давления газа в камере [106]. При создании пленок методом магнетронного распыления вдоль силовых линий электрического и магнитного полей ионизируются атомы газа, в результате чего над катодом образуется кольцеобразная плазма. Тяжелые положительные ионы газа под действием магнитного поля притягиваются мишенью (катодом), и, разгоняясь до больших скоростей, выбивают атомы с ее поверхности. Атомы, покидающие поверхность мишени, осаждаются на подложке, образуя плотную пленку.

При реализации технологии электронно-лучевого испарения осуществляются следующие процессы. Электронная пушка, состоящая из вольфрамового термокатода и фокусирующей системы, генерирует электронный луч, который бомбардирует поверхность тигля с расплавленным материалом, обеспечивая ло-

кальный нагрев и испарение последнего. Испаряемый материал осаждается на подложке в виде тонкой пленки. Беспрепятственное движение электронного пучка возможно лишь в условиях высокого вакуума (до 10^{-8} Па), поэтому процесс осуществляется в вакуумной камере. Напыление в вакууме позволяет также исключить загрязнение осаждаемых слоев чужеродными элементами.

Следует отметить, что уменьшение толщины исходных металлов до нанометровых размеров снижает температуру образования интерметаллидов до области значений ниже температуры плавления алюминия. В работе *S. Simões* и соавторов [67] при нагреве многослойных композитов, полученных на магнетронной установке методом послойного напыления никеля и алюминия с толщиной двойного слоя «*N – Al*» (период λ) 30 нм, уже при температурах 230 °C и 330 °C были зафиксированы экзотермические пики, соответствующие образованию соединений *NiAl₃* и *Ni₂Al₃*. При температуре 450 °C эти соединения разлагаются и структура состоит из равноосных зерен *NiAl*. В образцах с меньшей толщиной двойного слоя λ (14 и 5 нм) был обнаружен лишь один экзотермический пик, соответствующий образованию соединения *NiAl* при 190 °C и 250 °C соответственно. Подобные результаты были получены и в работе [69].

В работе *A. S. Edelstein* и соавторов [19] были описаны аналогичные результаты при нагреве образцов, полученных путем испарения мишени электронным лучом. При толщине двойного слоя «*Ni – Al*» более 10 нм реакция формирования моноалюминида никеля *NiAl* проходит через этапы образования метастабильной η -фазы *Al₉Ni₂*, переходящей в соединение *Ni₂Al₃*. В образцах с шагом $\lambda = 10$ нм и менее единственной фазой, образующейся в ходе реакции, является интерметаллид *NiAl*.

1.2.4.2 Формирование многослойных материалов типа «металл-интерметаллид» по технологии сварки прокаткой с последующей термической обработкой

Сварка прокаткой хорошо известна и широко используется как эффективный способ создания многослойных материалов [113]. Реализуется этот технологический процесс на прокатных станах в горячем или холодном состоянии. Обычно прокатка осуществляется в воздушной среде, реже – в условиях вакуума или в среде инертного газа. В случае горячей прокатки с целью предотвращения окисления соединяемых заготовок многослойный пакет предварительно проваривают по периметру герметичными швами [107]. Для получения многослойных композитов сваренные на начальном этапе слоистые заготовки разрезают, укладывают в стопку и подвергают очередной прокатке. Этот процесс повторяют несколько раз до получения сварных пакетов с требуемым количеством слоёв. При реализации сварки прокаткой в холодном состоянии обязательным условием является обеспечение высокой степени пластической деформации и чистоты поверхностных слоев свариваемых заготовок [109].

Процесс образования соединений при сварке прокаткой можно описать следующим образом. На первой стадии происходит деформация и сглаживание неровностей на соединяемых поверхностях, возникает механическое сцепление слоев, нарушается сплошность оксидных пленок, появляются локальные контакты чистых поверхностей и формируются первые узлы (зоны) схватывания заготовок. На второй стадии оксидная пленка разрушается и, следовательно, возрастает площадь контактных узлов. Активное развитие диффузионных процессов при повышенных температурах ведет к полному переходу участков сопряжения в непрерывную границу соединения (третья стадия). При этом оксидные пленки под воздействием диффузионных и рекристаллизационных процессов полностью растворяются [110].

При формировании многослойных композитов из разнородных материалов важно учитывать разницу в степени сопротивления деформации, которая может

привести к неравномерности обжата разных слоев композита, и, как следствие, к появлению расслоений, короблению материала и другим нежелательным эффектам [111].

Анализ литературных данных показал, что технология многократной прокатки никеля и алюминия в совокупности с последующим отжигом нередко используется для получения слоистых металл-интерметаллидных композитов с нанометровой толщиной слоев [7, 22, 112]. Наличие сильно деформированной структуры снижает энергию активации образования интерметаллидных прослоек при дальнейшем нагреве материала [66]. Ввиду того, что отмеченный способ характеризуется простотой используемого оборудования, низкой стоимостью получаемого продукта и малыми временными затратами, прокатка в ряде случаев с точки зрения получения нанокомпозитов может быть выгодной альтернативой более сложным методам напыления тонких пленок [44].

1.2.4.3 Создание многослойных металл-интерметаллидных материалов по технологии диффузионной сварки в сочетании с последующей термической обработкой

Диффузионная сварка является распространенным видом сварки давлением. Оборудование для её реализации представляет собой относительно несложную конструкцию, состоящую из вакуумной камеры и прессы (гидравлического или механического), передающего сжимающее усилие свариваемым пластинам. Нагрев материалов при этом может осуществляться высокочастотным индуктором или нагревательными элементами других типов. С целью предотвращения окислительных процессов диффузионная сварка осуществляется в вакууме или в среде защитных газов.

Как правило, диффузионная сварка осуществляется при нагреве до значений, составляющих 50...70 % от температуры плавления наиболее легкоплавкого из соединяемых материалов. Такой режим обеспечивает ускорение диффузионных процессов на границе сопряжения заготовок. Давление необходимо для обес-

печения плотного контакта поверхностей и частичного разрушения оксидных пленок.

С позиции формирования многослойных композитов диффузионная сварка имеет ряд достоинств. Этот технологический процесс позволяет получать детали и элементы конструкций сложной конфигурации. Допускается соединение заготовок, существенно различающихся по толщине. Например, этим способом можно сварить тонкую никелевую фольгу толщиной 3 мкм с массивной заготовкой [113].

Литературные источники свидетельствуют о повышении механических свойств композитов типа «металл – интерметаллид», полученных диффузионной сваркой пластин никеля и алюминия и последующим отжигом. Предел прочности при растяжении материалов типа «никель – интерметаллид никеля – алюминий», полученных по технологии с предварительной диффузионной сваркой, почти в 3 раза больше по сравнению с композитами, сформированными без использования сварки [72, 114]. Данный эффект объясняется тем, что предварительная диффузионная сварка предотвращает образование слоев оксидов на границе соединения металлов на этапе термической обработки.

1.2.4.4 Особенности получения слоистых композитов типа «металл – интерметаллид» по технологии сварки взрывом и последующей термической обработки

Формирование многослойных композиционных материалов методом сварки взрывом происходит в процессе высокоскоростного соударения поочередно установленных плоских заготовок. Для разгона соединяемых пластин используется энергия детонации взрывчатого вещества. Скорость, необходимая для качественного соединения тонколистовых заготовок, достигает 0,1...1 км/с [115].

Технология сварки взрывом позволяет соединять материалы, которые невозможно сварить с использованием большинства традиционных способов. При этом площадь свариваемых листов практически не ограничена. Данный способ

получения композиционных материалов достаточно прост в реализации и не требует применения технологически сложного оборудования, что делает его привлекательным с коммерческой точки зрения [116–118].

Характерной особенностью сварки взрывом является образование в результате соударения пластин кумулятивной струи, которая эффективно удаляет из зоны сварки загрязнения и оксидные пленки, находящиеся на поверхности соединяемых заготовок. По этой причине в большинстве случаев отсутствует необходимость тщательной очистки свариваемых поверхностей от загрязнений и даже масляных пленок [117]. В процессе сварки взрывом в результате пластической деформации формируются ювенильные поверхности соединяемых пластин. Под действием силы детонации взрывчатого вещества очищенные поверхности сближаются до межатомных расстояний с формированием прочного сварного шва.

Процесс сварки взрывом определяется такими параметрами как высота заряда взрывчатого вещества, начальный зазор между пластинами (h), показатель политропы продуктов детонации (k), плотность взрывчатого вещества ($\rho_{\text{ВВ}}$) и др. А.А. Дерibasом было показано, что в качестве основных параметров, характеризующих кинетику соударения пластин, целесообразно использовать угол соударения γ и скорость точки контакта v_k , которые описываются следующими формулами [116]:

$$\gamma = \alpha_0 + \beta, \quad v_k = D \frac{\sin \beta}{\sin \gamma}, \quad (1.7)$$

где D – скорость детонации, α_0 – начальный угол, β – угол поворота метаемой пластины. Общая схема соударения пластин при сварке взрывом показана на рисунке 1.3.

Следует отметить, что взрывчатые вещества, применяемые при сварке взрывом, должны быть гигроскопичны и безопасны в обращении, характеризоваться стабильной скоростью детонации и обладать невысокой стоимостью.

При сварке взрывом пластины могут располагаться по двум схемам – параллельно друг другу или с наклоном под определенным углом [119]. При реализации схемы с параллельным расположением пластин возможно использовать заготовки больших по площади размеров [120].

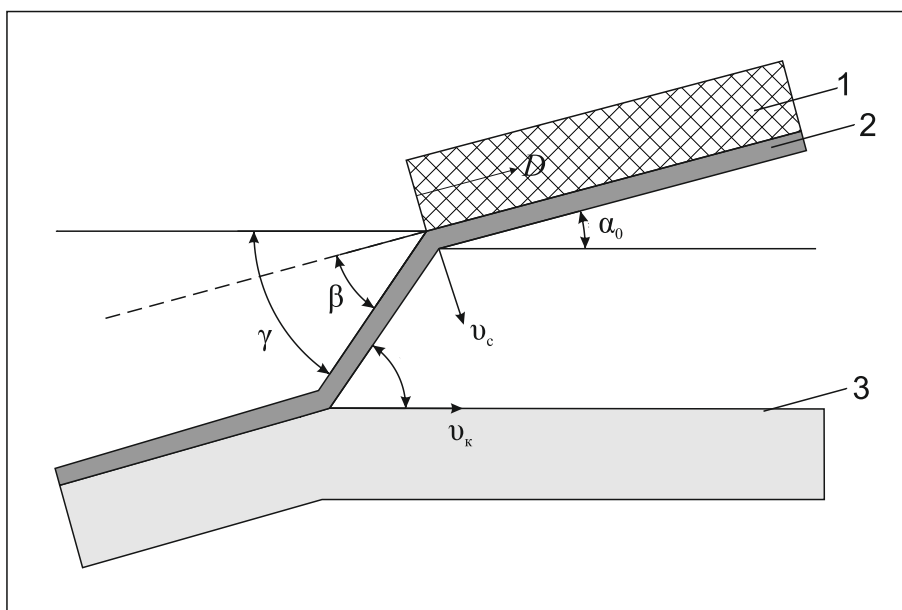


Рисунок 1.3 – Схема соударения пластин при сварке взрывом. 1– слой взрывчатого вещества, 2 – метаемая пластина, 3 – неподвижная пластина [115]

Отличительной особенностью структуры сваренных взрывом композитов является волнообразование вдоль границ сварных швов. Процесс деформации материалов при сварке взрывом изучался многими специалистами [121–123]. На характер течения, прежде всего, оказывают влияние основные параметры соударения (угол соударения и скорость точки контакта) [115]. В работе [124] на основании большого количества экспериментальных данных была установлена зависимость длины волны λ от угла соударения:

$$\lambda = \delta_1 K \sin^2 \gamma / 2, \quad (1.8)$$

где K – коэффициент, значение которого колеблется в диапазоне 26...32, δ_1 – толщина метаемой пластины, γ – угол соударения пластин.

В литературе описано множество попыток представить корректную модель волнообразования. Впервые механизм волнообразования был описан *G. R. Abrahamson* [132] и впоследствии развит в работах *B. Crossland* [123, 126]. Предложенная ими модель волнообразования на сегодняшний день является наиболее цитируемой. Предполагается, что на начальном этапе процесса в зоне соударения заготовок формируется кумулятивная струя, как это показано на рисунке 1.4 а. Далее высокое давление в точке соударения пластин вызывает сильную деформацию материала, в результате чего формируется впадина, а впереди на пути движения точки контакта возникает гребень (рисунок 1.4 б). Гребень увеличивается до тех пор, пока его не ограничит падающая сверху струя металла, препятствующая дальнейшему движению обратной струи, и на месте нее образуется вихревая зона (рисунок 1.4 в, г).

В вихревой зоне кинетическая энергия заблокированной обратной струи переходит в тепловую, что способствует локальному разогреву материала до высоких температур. Этот факт подтверждается многократными исследованиями структуры участков такого типа. После того как падающая струя переходит через вершину бугра, пластически деформируя его склон, образуется второй вихрь (рисунок 1.4 д). Далее происходит образование следующей впадины, аналогичной первой, и процесс повторяется заново (рисунок 1.4 е). Однако формирование вол-

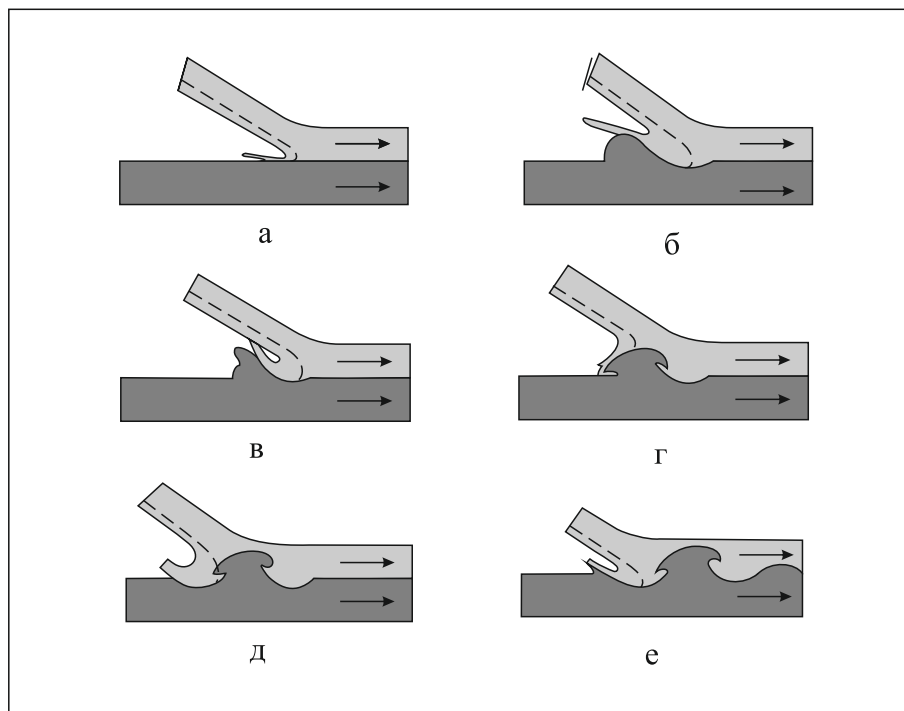


Рисунок 1.4 – Модель волнообразования при сварке взрывом [123]

нообразной границы раздела происходит не всегда, в ряде случаев сварной шов формируется в виде прямой линии.

Технология сварки взрывом в сочетании с последующим диффузионным отжигом зарекомендовала себя как эффективный способ получения слоистых композитов типа «металл – интерметаллид» при сочетании различных материалов, например, «Al – Ti» [127–129], «Al – Mg» [130–132], «Al – Cu», «Ni – Ti», «Ti – Fe» [133], «Ti – Cu» [134], «Al – Ni» [135–137].

На характер роста интерметаллидных прослоек при отжиге сваренных взрывом композитов влияние оказывают структура и морфология сварных швов, которые, в свою очередь, в значительной степени определяется характеристиками взрывчатого вещества. Известно, что различные взрывчатые смеси передают свариваемым материалам разное количество энергии. В работе [145] при плакировании взрывом дюралюминиевой подложки никелевой фольгой с применением взрывчатого вещества в виде смеси из 95 % азида свинца PbN_6 и 5 % декстрина и нитроцеллюлозы волнообразование на границе раздела было выражено слабо, интерметаллидных участков практически не наблюдалось. При добавлении к исходной смеси взрывчатого вещества 45 % $PETN$ (пентаэритриттетранитрат) структура композитов становится крайне неоднородной. На границе раздела образуется диффузионная прослойка явно выраженной волнообразной формы. Структура прослойки представляет собой неравновесную смесь интерметаллидных и никелевых включений в дюралюминиевой основе. Добавление к исходной смеси 10 % крахмала снижает интенсивность детонации.

Специалистами из Волгоградского государственного технического университета было показано влияние величины кинетической энергии W , передаваемой свариваемым пластинам от детонирующей взрывчатой смеси, на микроструктуру сварных швов «Ni – Al». С увеличением W от 0,85 МДж/м² до 2,13 МДж/м² граница соединения металлов плавно меняется от прямолинейной до четко выраженной волнообразной с участками интерметаллидных фаз $NiAl_3$ и Ni_2Al_3 . Экспериментально было показано, что повышение кинетической энергии сопровождается увеличением количества фазы Ni_2Al_3 [136].

По данным авторов работы [135] сварка взрывом способствует упрочнению микрообъемов никеля и алюминия, граничащих со сварным швом, в 1,4...1,9 раза. С увеличением скорости детонации микротвердость никелевых пластин незначительно возрастает. В работе [136] зафиксировано увеличение микротвердости никеля примерно на 50 %. При этом алюминий по данным авторов работы существенно не упрочнялся.

1.3 Механические свойства слоистых композитов типа «никель – алюминид никеля»

Известно, что алюминиды никеля характеризуются высокой удельной прочностью, жесткостью, низкой плотностью, высоким пределом текучести при повышенных температурах. Однако при температуре окружающей среды широкое применение алюминидов ограничено их повышенной хрупкостью. В связи с отмеченным обстоятельством надежная эксплуатация изделий из этих материалов возможна лишь в условиях повышенных температур (в диапазоне 627...675 °С) [30].

Создание слоистых металл-интерметаллидных композитов является эффективным способом решения отмеченной выше проблемы. Слои интерметаллида обеспечивают высокие прочностные характеристики материала, а пластичный никель повышает показатели трещиностойкости и ударной вязкости [77, 138–140]. Таким образом, сочетание слоев никеля и алюминидов никеля позволяет получать многослойные композиционные материалы, обладающие высоким комплексом механических свойств.

В работе [138] отражены результаты испытаний многослойных материалов на растяжение. Последовательность разрушения композитов « $Ni - Ni_2Al_3 - Ni$ » по данным авторов описывается следующим образом. Сначала в интерметаллидных слоях образуется множество поперечных трещин, о чем свидетельствует пилообразный характер кривой растяжения. В это же время под действием нагрузки слои никеля претерпевают пластическую деформацию. Окончательное разрушение ин-

терметаллидных слоев Ni_2Al_3 происходит при их растрескивании в продольном направлении. Слои никеля деформируются далее, уже не связанные между собой интерметаллидными перешейками. В итоге происходит их полное разрушение. Описанный механизм деформации типичен для многих композиционных слоистых материалов, содержащих вязкую фазу [141–142]. Предел текучести композитов, состоящих из чередующихся слоев никеля и Ni_2Al_3 , в зависимости от толщины исходных материалов, находился в диапазоне 67...110 МПа, предел прочности — в пределах от 219 до 240 МПа.

Механизм разрушения в значительной степени зависит от объемной доли никелевых и интерметаллидных слоев. В работе [139] были изучены прочностные свойства двух типов металл-интерметаллидных композитов в условиях растяжения. Исходное соотношение никеля к алюминию в исследуемых материалах составляло 4:1 и 1:1. В образцах с большей толщиной никелевых слоев относительный объем интерметаллидов после отжига был меньше, поэтому трещины, зародившиеся в интерметаллидных слоях, в никелевые прослойки не распространялись. В композите второго типа количества никеля, выполнявшего функцию вязкой составляющей, было недостаточно для того чтобы остановить рост трещин, зародившихся в интерметаллиде. Таким образом, возникшая трещина имела возможность распространяться сразу через несколько никелевых и интерметаллидных слоев. Предел прочности композитов в зависимости от фазового состава и объемной доли интерметаллидных прослоек колебался в диапазоне от 150 до 450 МПа [139]. Подобная последовательность разрушения при растяжении образцов и испытаниях на ударную вязкость наблюдалась и в работе [140].

Авторами работы [49] была проведена оценка прочностных характеристик СММК на основе никеля и алюминия на разных этапах спекания под давлением при температуре 620 °С. Максимальный предел прочности многослойных композитов « $Ni - Ni_2Al_3$ » (630 МПа) был зафиксирован после 5 часов отжига. Дальнейшее снижение предела прочности до 294 МПа объясняется миграцией оксидного слоя Al_2O_3 и примесей в середину прослойки Ni_2Al_3 , что вызывает ослабление слоев.

При формировании СМИК по технологии реакционного спекания существенное влияние на прочностные свойства оказывает дополнительная обработка давлением на завершающем этапе спекания, позволяющая избавиться от пористости Киркендалла [47].

К. *Mizuuchi* и соавторы по результатам испытаний на растяжение двух видов многослойных композитов типа «никель – алюминид никеля» (с соотношением значений толщины слоев $Ni:Al$, равным 2:1 и 4:1) установили, что при повышении температуры спекания от 800 до 1100 °С предел прочности возрастает от 265 до 500 МПа. Объясняется такое поведение материалов увеличением доли более прочных интерметаллидных фаз $NiAl$ и Ni_3Al [77]. Образцы с разным исходным соотношением никеля и алюминия, но с близким фазовым составом показали одинаковый уровень прочности при растяжении. Однако из-за меньшей объемной доли интерметаллидов на образцах с соотношением $Ni:Al$, равным 4:1, было зафиксировано в два раза более высокое относительное удлинение, чем на образцах с соотношением $Ni:Al$, составляющим 2:1.

Значения предела прочности на растяжение образцов, полученных по технологии *SPS*, примерно в два раза превышают прочностные свойства образцов, сформированных по технологии горячего прессования. В литературных источниках улучшение свойств при использовании *SPS*-технологии объясняется влиянием тока, проходящего через спекаемые частицы, в частности очисткой частиц порошка, обусловленной мгновенным испарением поверхностных загрязнений и оксидов [143–145].

1.4 Выводы

1. Высокая удельная жесткость, коррозионная стойкость и стойкость к окислению при повышенных температурах, а также высокие прочностные показатели и положительная температурная зависимость предела текучести являются основными факторами, объясняющими перспективность алюминидов никеля для изготовления авиационных и ракетных конструкций ответственного назначения.

Существенным недостатком, ограничивающим широкое применение интерметаллидов на основе никеля и алюминия, является относительно низкий уровень их трещиностойкости при комнатной температуре.

2. Формирование многослойных композитов, содержащих чередующиеся прослойки металлических и интерметаллидных слоев, представляет собой один из эффективных подходов к решению проблемы повышения комплекса механических свойств материалов на основе алюминидов никеля.

3. Большинство подробно изученных методов создания металл-интерметаллидных слоистых композитов на основе никеля и алюминия основано на диффузионном и реакционном взаимодействии разнородных материалов в процессе нагрева. Основными технологическими процессами получения СМИК на основе алюминидов никеля являются самораспространяющийся высокотемпературный синтез, диффузионная сварка с последующим отжигом, сварка прокаткой с дополнительной термической обработкой, магнетронное распыление с последующим отжигом.

4. Одним из существенных недостатков, характерных для широко распространенных способов создания СМИК, является наличие оксидных пленок и примесей, адсорбированных поверхностными слоями исходных заготовок до их соединения. Слои оксидов и поверхностных примесей мигрируют в процессе термической обработки в центр интерметаллидных прослоек и образуют тонкие дефектные слои, присутствие которых негативно отражается на прочностных свойствах композитов. С позиции формирования СМИК с высокими адгезионными свойствами слоев целесообразно использовать методы, обеспечивающие соединение ювенильных поверхностей. Эффективными технологическими процессами, позволяющими выполнить указанные условия, являются сварка взрывом и искровое плазменное спекание.

5. Особенности формирования многослойных металл-интерметаллидных композитов на основе никеля и алюминия с использованием сварки взрывом в отечественной и зарубежной литературе подробно не описаны. Особый научный и практический интерес представляют тонкая структура границ соединения пластин

и процессы фазовых преобразований, происходящих в ходе дополнительной термической обработки в зонах перемешивания материалов на границах сварных швов.

6. Синтез композитов на основе алюминидов никеля методом *SPS* из порошковых материалов подробно изучен многими научными коллективами. В то же время закономерности формирования СММК путем *SPS*-спекания тонколистовых заготовок освещены относительно слабо. При изучении данных материалов особое внимание следует уделить влиянию параметров процесса *SPS* на структурные особенности и механические свойства формируемых композитов.

2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

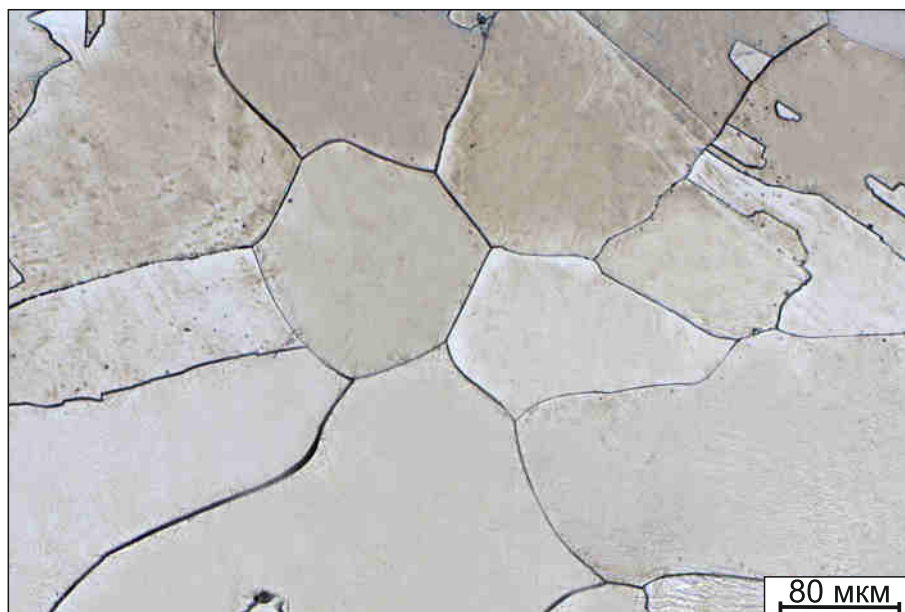
2.1 Структура и свойства материалов исследования

Объектами исследования в диссертационной работе являлись слоистые композиционные материалы «никель – алюминий», «никель – алюминид никеля – алюминий» и «никель – алюминид никеля». В качестве исходных материалов, применяемых для формирования указанных композитов использовали никель технической чистоты (сплав НП2) и алюминий технической чистоты (сплав А5). Оба сплава использовались в отожжённом состоянии. Средний размер зерен никеля составлял 110 мкм. В алюминии, несмотря на отжиг, зафиксированы слабые признаки текстуры деформации. Средний размер зерен составлял 50 мкм. Структура исходных материалов представлена на рисунке 2.1. В таблице 2.1 приведены некоторые значения физических и механических свойств исходных металлов, наиболее важных с точки зрения их использования при реализации технологии сварки взрывом и искрового плазменного спекания.

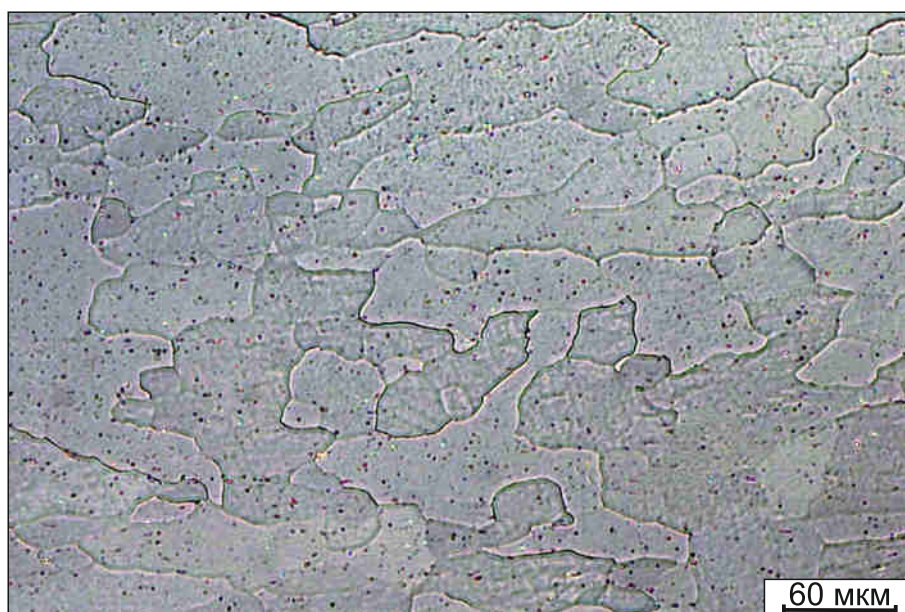
Таблица 2.1 – Физические и механические свойства используемых в работе материалов

Марка сплава	Характеристики	
	НП2	А5
Плотность, г/см ³	8,91	2,7
Температура плавления, °С	1455	660
Коэффициент линейного расширения, (1/°С)	$13,0 \cdot 10^{-6}$	$23,8 \cdot 10^{-6}$
Коэффициент теплопроводности, Вт/(м·град)	91	237
Предел прочности, МПа	370	60
Электропроводность, См/м	$11,5 \cdot 10^5$	$38 \cdot 10^5$
Твердость, МПа	900	200

Элементный состав материалов, используемых для формирования композитов, был определён на оптикоэмиссионном спектрометре ARL 3460. Результаты



а



б

Рисунок 2.1 – Структура исходных материалов: а – никель марки НП2, б – алюминий марки А5

анализа приведены в таблицах 2.2 и 2.3. Погрешность определения концентрации легирующих элементов не превышает 0,01 %.

Таблица 2.2 – Элементный состав алюминия марки А5, вес. %

Содержание элементов, вес. %							
<i>Al</i>	<i>Fe</i>	<i>Cr</i>	<i>V</i>	<i>Si</i>	<i>Cu</i>	<i>Ga</i>	<i>Zn</i>
ост.	0,32	0,002	0,006	0,14	0,002	0,023	0,012

Таблица 2.3 – Элементный состав никеля марки НП2, вес. %

Содержание элементов, вес. %									
<i>Ni</i>	<i>Fe</i>	<i>Co</i>	<i>Si</i>	<i>Cu</i>	<i>Mg</i>	<i>Zn</i>	<i>C</i>	<i>Mn</i>	<i>Sb</i>
ост.	0,062	0,016	0,132	0,093	0,075	0,005	0,08	0,038	0,002

2.2 Формирование многослойных композиционных материалов методом сварки взрывом

Технологические эксперименты по сварке взрывом проводилась в Институте гидродинамики им. М. А. Лаврентьева СО РАН, по схеме, представленной на рисунке 2.2. Многослойные композиционные материалы «никель – алюминий» формировались из чередующихся между собой четырех пластин никеля и трех пластин алюминия. Сварка взрывом осуществлялась по схеме с параллельным расположением заготовок. Толщина пластин никеля и алюминия была равна 1 и 0,5 мм соответственно, габаритные размеры пластин составляли 100 × 50 мм. В собранном для сварки состоянии пластины находились на расстоянии 1 мм друг от друга. Перед сваркой пластины зачищались абразивными материалами с целью удаления слоев оксидов, оставшихся после отжига пластин, а также протирались ацетоном для удаления жировых плёнок и загрязнений.

Взрывчатым веществом служил аммонит 6ЖВ, высота его слоя на метаемой пластине составляла 25 мм. Скорость детонации была равной ~3700 м/с. Режимы сварки взрывом выбирались на основании рекомендаций, разработанных сотру-

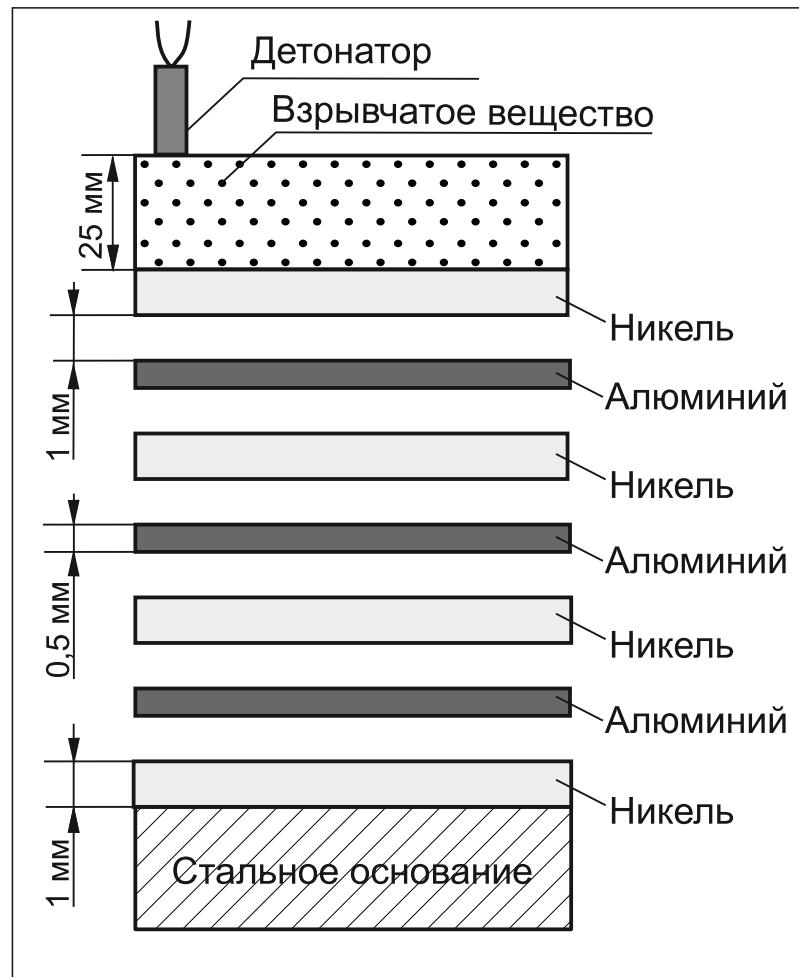


Рисунок 2.2 – Схема сварки взрывом многослойного композита «никель – алюминий»

никами Института гидродинамики им. Лаврентьева СО РАН. Расчетные значения углов и скоростей соударения для каждой из шести формирующихся в процессе сварки границ представлены в таблице 2.4.

Таблица 2.4 – Расчетные значения углов и скоростей соударения при сварке взрывом многослойного материала «никель – алюминий»

Номер слоя	Угол соударения, град.	Скорость соударения, км/с
1	23,533	1,509
2	20,398	1,310
3	10,876	0,701
4	10,158	0,655
5	7,078	0,457
6	6,767	0,437

С целью формирования интерметаллидных прослоек на границах соединения никеля и алюминия проводилась термическая обработка сваренных взрывом композитов. Образцы выдерживались при температурах 550 и 620 °С в течение 5 минут, 10 минут, 30 минут, 1 часа, 2 часов, 3 часов, 5 часов и 10 часов. Выдержка осуществлялась в электропечи *SNOL 7,2/1300* в воздушной атмосфере. Температура отжига выбиралась на основании литературных данных и диаграммы состояния «никель – алюминий».

2.3 Получение многослойных композитов по технологии литья алюминия в зазоры между пластинами никеля

Технология литья была выбрана в качестве альтернативной технологии формирования слоистых композитов типа «никель – алюминий». Полученные с ее применением образцы были использованы для сравнения с образцами, сформированными методом сварки взрывом. Для реализации данной технологии была изготовлена разборная графитовая форма с пазами шириной и глубиной 1 мм, в кото-

рые устанавливались никелевые пластины. Схема графитовой формы и последовательность ее сборки представлены на рисунке 2.3 а – г. Габаритные размеры никелевых пластин составляли $80 \times 20 \times 1$ мм. Расстояние между закрепленными в форме пластинами никеля было равным 1 мм. В процессе заливки форма вакуумировалась при помощи пластинчато-роторного насоса через каналы, расположенные в ее нижней части. В собранном виде форма представлена на рисунке 2.3 д. Заливку металла осуществляли при $750\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Для формирования интерметаллидных прослоек композиты выдерживались при температурах 620 и $720\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 5 минут, 10 минут, 30 минут, 1 часа, 2 часов, 3 часов, 5 часов и 10 часов.

2.4 Искровое плазменное спекание никелевых и алюминиевых фольг

Технология искрового плазменного спекания в данной работе была применена для формирования образцов, представляющих собой совокупность чередующихся слоев никеля и алюминиды никеля. Для этого был реализован ряд экспериментов по *SPS*-спеканию многослойных пакетов из алюминиевых и никелевых фольг. Спекание проводили в Институте гидродинамики им. М. А. Лаврентьева СО РАН на установке *Spark Plasma Sintering Labox-1575 (Sinter Land Inc, Япония)*, представленной на рисунке 2.4.

Спекание многослойных заготовок проводили в графитовых токопроводящих пресс-формах, состоящих из пуансона и матрицы. Внутренний диаметр матрицы составлял 30 мм. Между частями пресс-формы и спекаемой заготовкой прокладывалась графитовая бумага толщиной 0,2 мм. Ее применение улучшало электрический контакт между пуансоном и матрицей, способствовало извлечению спеченного образца из матрицы, а также предотвращало преждевременное изнашивание элементов графитовой пресс-формы.

Графитовая форма с многослойной заготовкой помещалась в рабочую камеру установки. Давление в камере во время спекания составляло 10^{-2} Па.

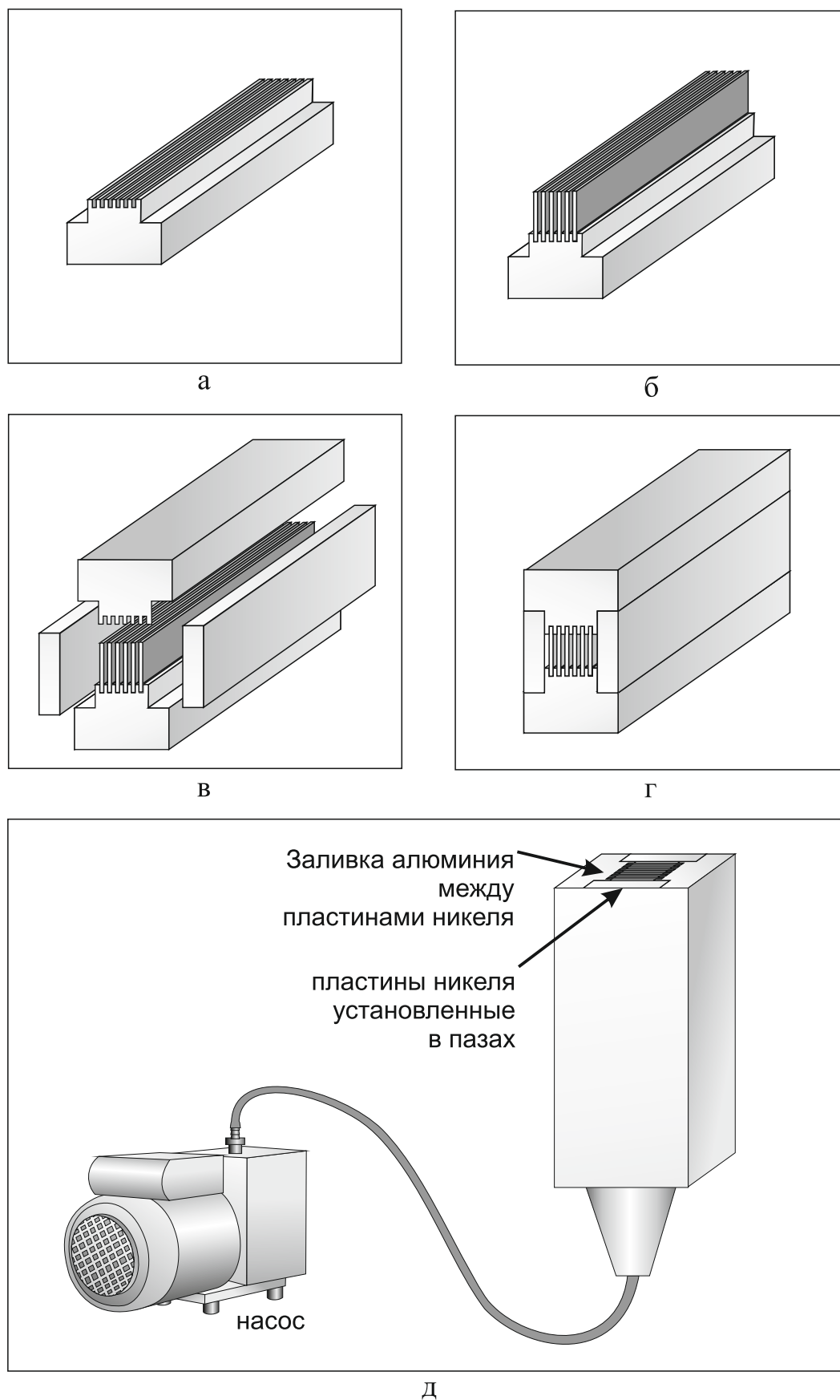
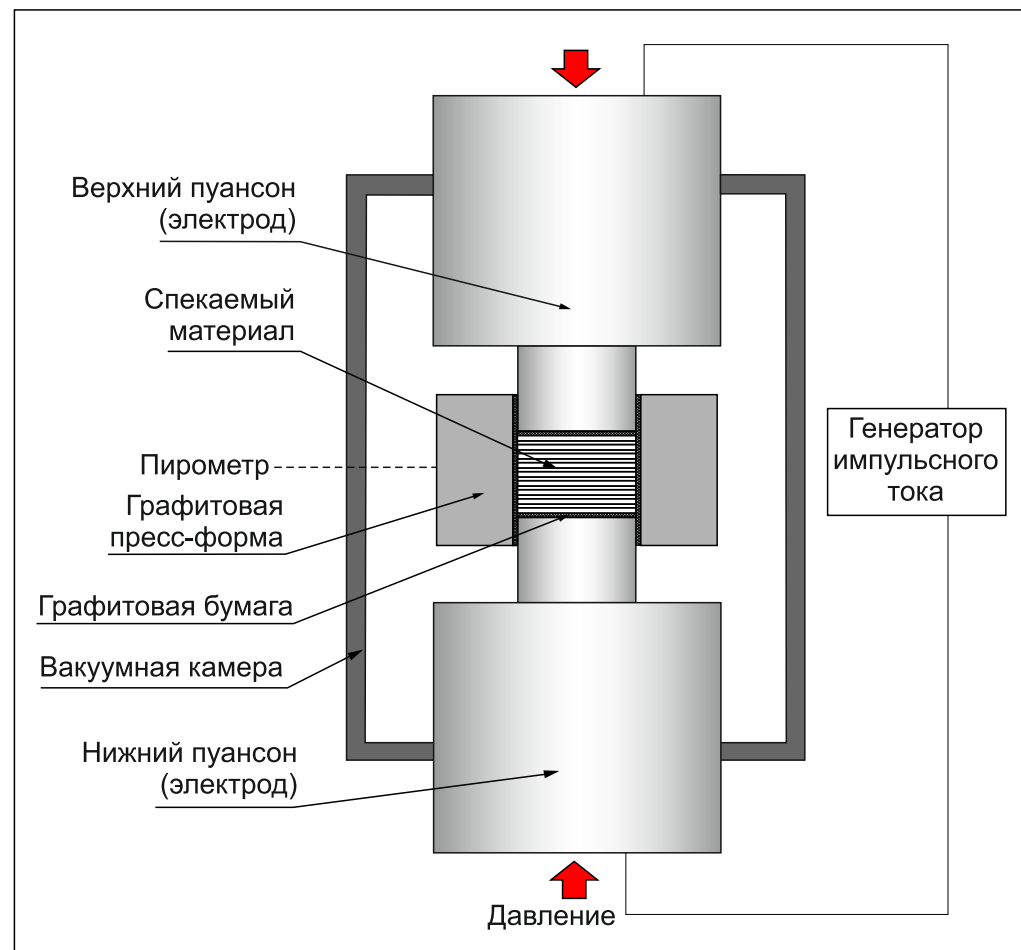


Рисунок 2.3 – Принципиальная схема получения образцов методом литья алюминия в зазоры между никелевыми пластинами: схема установки никелевых пластин и сборки графитовой формы (а – г), схема заливки алюминия между никелевых пластин (д)



а



б

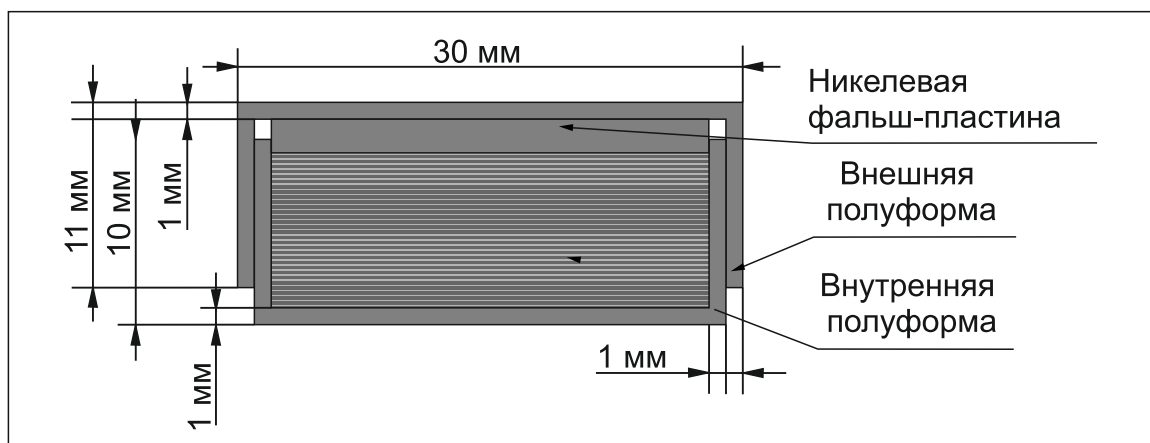
Рисунок 2.4 – Установка для искрового плазменного спекания: а – внешний вид, б – схема рабочей камеры установки

Параметры процесса спекания задавались с использованием программируемого контроллера и записывались через каждые 2...3 с. При нагреве до 600 °С температуру спекания контролировали при помощи термопары. Контроль температуры свыше 600 °С осуществляли пирометром.

Для формирования композитов «никель – алюминий» методом *SPS*-спекания были использованы два типа многослойных пакетов. Первый состоял из фольг никеля и алюминия толщиной 200 и 100 мкм, второй — из фольг никеля и алюминия толщиной 100 и 25 мкм соответственно. Значения толщины заготовок и их соотношений выбирались на основании литературных данных и предварительных расчетов, учитывающих расход никеля и алюминия на формирование интерметаллидных слоев.

В заготовках никеля и алюминия толщиной 200 и 100 мкм соответственно алюминиевый слой при нагреве до температуры плавления и приложении давления вытекает из пакета. При этом не удается сформировать композит с необходимой толщиной интерметаллидного слоя. Кроме того, расплавленный алюминий повреждает графитовую пресс-форму. С целью предотвращения вытекания жидкого алюминия из зазоров между никелевыми фольгами в работе использовались одноразовые никелевые формы типа «стакан в стакане». Схематичное изображение и внешний вид такого приспособления приведены на рисунке 2.5. Внешний диаметр наружного стакана составлял 29,6 мм, внутренний диаметр внутреннего стакана равен 26 мм. Многослойный пакет укладывали в полуформу меньшего диаметра, которую сверху закрывали «стаканом» большего диаметра. При нагреве образца стенки, дно и края никелевых полуформ плотно соединялись по всему периметру образца, в результате чего вытекания жидкого алюминия из зазоров формы в спекаемой заготовке не происходило.

В процессе спекания фольг никеля и алюминия толщиной 100 и 25 мкм весь объем алюминия в течение короткого промежутка времени взаимодействует с никелем, не успевая вытечь в жидком состоянии из заготовки. Таким образом, фольги никеля и алюминия толщиной 200 и 100 мкм спекались с применением никелевой формы типа «стакан в стакане» (рисунок 2.6), фольги никеля и алюминия

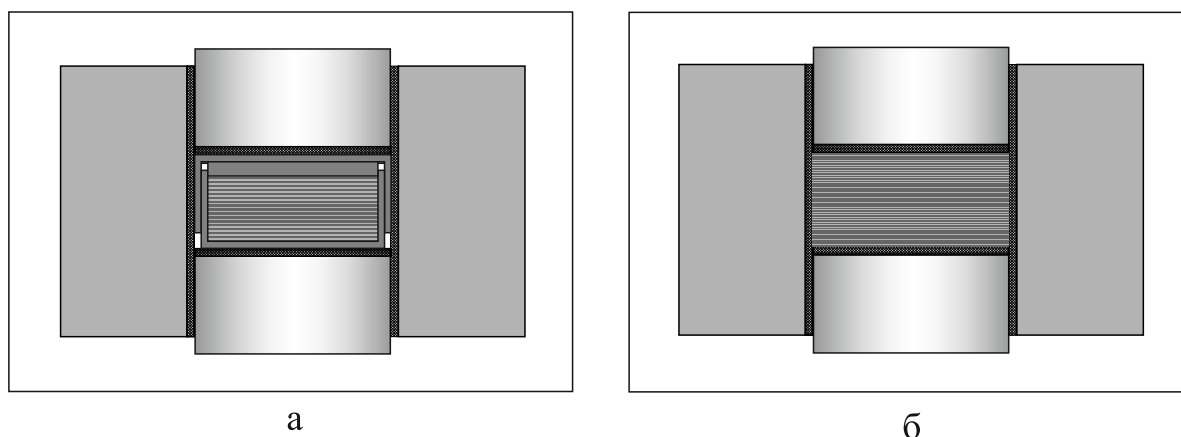


а



б

Рисунок 2.5 – Никелевая форма типа «стакан в стакане»: а – размеры и схема упаковки фольг, б – внешний вид стаканов



а

б

Рисунок 2.6 – Схемы спекания металлических заготовок на *SPS*-установке: а – спекание никелевых и алюминиевых фольг толщиной 200 и 100 мкм соответственно с применением никелевой формы типа «стакан в стакане», б – спекание никелевых и алюминиевых фольг толщиной 100 и 25 мкм соответственно в графитовой матрице

толщиной 100 и 25 мкм спекались непосредственно в графитовой пресс-форме без дополнительных приспособлений.

Режимы спекания выбирались на основании анализа литературных данных, посвященных получению слоистых композитов «никель – алюминид никеля» методами спекания тонколистовых материалов [42–48, 53, 62, 72, 66–69, 114], а также с учетом рекомендаций, разработанных в Институте гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН. На основании предварительных исследований в диссертационной работе было реализовано спекание фольг никеля и алюминия по восьми различным режимам. При проведении экспериментов изменялась температура спекания (от 900 °С до 1100 °С), максимальное давление на спекаемый образец (от 10 до 20 МПа), длительность выдержки при максимальной температуре (от 0,5 до 8 минут) и толщина спекаемых фольг (использовались фольги никеля толщиной 100 и 200 мкм, а также фольги алюминия толщиной 25 и 100 мкм).

В таблице 2.5 представлены технологические режимы *SPS*-спекания материалов. Все полученные образцы были сгруппированы по изменяемым параметрам с тем чтобы оценить их влияние на структуру и свойства композитов. Средняя скорость нагрева всех образцов была равна 50 °С/мин. Спеченные материалы представляли собой цилиндрические образцы диаметром 30 мм, высота образцов составляла 5...10 мм.

Таблица 2.5 – Технологические режимы *SPS*-спекания никелевых и алюминиевых фольг

Изменяемый параметр	№ режима	Температура спекания °С	Давление на образец, МПа	Толщина пластин		Время выдержки, мин.	Скорость нагрева, °С/мин	Скорость охлаждения, °С/мин
				<i>Ni</i> , мкм	<i>Al</i> , мкм			
Температура	1	900	20	200	100	8	50	350
	2	1000						
	3	1100						
Давление	4	1100	10	200	100	8	50	350
	3	1100	20					

Давление	5	1100	30	200	100	8	50	350
Толщина пластин	5	1100	30	200	100	8	50	350
	6			100	25			
Время выдержки	6	1100	30	100	25	8	50	350
	7					3		
	8					0,5		

2.5 Методы исследования структуры материалов

Подробные исследования особенностей структуры многослойных композитов позволяют достоверно описать и объяснить процессы, происходящие при сварке взрывом и последующем отжиге, а также в процессе искрового плазменного спекания исходных материалов. По этой причине структура полученных материалов изучалась с помощью методов оптической металлографии, растровой и просвечивающей электронной микроскопии. Фазовый состав образцов определялся методом рентгенофазового анализа.

2.5.1 Оптическая металлография

Для проведения структурных исследований с использованием стандартной методики, включающей операции шлифования и полирования, были подготовлены металлографические шлифы. Заготовки для шлифов вырезались на проволочном электроэрозионном станке *Sodick AG400L*. Далее эти заготовки при помощи прессы *Buhler SimpliMet 1000* запрессовывались в фенольную смолу. Шлифование поверхностей исследуемых образцов выполняли на абразивной бумаге различной степени зернистости (от 60 до 8 мкм). Полирование осуществляли на сукне с применением водного раствора порошка оксида алюминия (размер частиц 3 мкм). На финишном этапе полирования использовали коллоидный раствор оксида кремния с размером частиц 0,04 мкм.

Структуру никеля и алюминия выявляли методом химического травления. В качестве травителя для никеля была использована концентрированная азотная кислота, для травления алюминия применялся 5 %-ный раствор плавиковой кислоты.

Металлографические исследования проводили на полуавтоматическом микроскопе *Axio Observer Z1m* производства компании *Carl Zeiss*. Съёмку выполняли с использованием камеры *AxioCam MRc5* в диапазоне увеличений $\times 50 \dots 1600$. Структурные исследования на микроскопе были выполнены в режиме светлого поля. Зернёную структуру интерметаллидов выявляли в режиме дифференциально-интерференционного контраста.

2.5.2 Растровая электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ

С использованием растровой электронной микроскопии были выполнены детальные структурные исследования границ соединения пластин в материалах, полученных методом сварки взрывом, а также интерметаллидных прослоек в композитах типа «металл – интерметаллид». Для проведения данных исследований был использован микроскоп *Carl Zeiss EVO 50XVP*. Диапазон увеличений составлял $\times 50 \dots 30000$. Съёмка производилась в режимах вторичных и обратных рассеянных электронов. Кроме того метод растровой электронной микроскопии применялся для проведения фрактографических исследований образцов после механических испытаний.

Элементный состав локальных зон композитов определяли методом энерго-дисперсионного микрорентгеноспектрального анализа с помощью анализатора *INCA X-ACT (Oxfords Instruments)* с детектором кремний-дрейфового типа. В зависимости от решаемой задачи энергия пучка варьировалась от 3 до 20 кэВ. Крупные выделения изучали при ускоряющем напряжении 20 кВ. При необходимости анализа частиц небольшого размера с целью уменьшения зоны взаимодействия электронов с материалом образца ускоряющее напряжение снижали до 3 кВ.

2.5.3 Просвечивающая электронная микроскопия

Особый интерес в диссертационной работе представляла тонкая структура зон перемешивания материалов на границах соединения пластин никеля и алюминия в образцах, полученных методом сварки взрывом. Данные исследования были проведены на просвечивающем электронном микроскопе *FEI Tecnai G2 20 TWIN* (максимальное ускоряющее напряжение 200 кВ). Элементный состав локальных микрообъемов определялся с использованием приставки для энергодисперсионного микрорентгеноспектрального анализа.

Образцы для просвечивающей электронной микроскопии представляли собой тонкие фольги, методика подготовки которых состояла из следующих этапов. Из первоначальных массивных заготовок методом электроискровой резки вырезались тонкие пластины толщиной 1 мм, из которых далее вырезались диски диаметром 3 мм. После этого диски утонялись с помощью абразивной бумаги до толщины ~80 мкм. Следующий этап заключался в вышлифовании на установке *Gatan Dimple Grinder Model 656* сферической лунки в центре этого диска. Размер частиц абразивных паст последовательно уменьшался от 5 до 1 мкм. Финальный этап механической подготовки фольг был связан с полированием полученного углубления суспензией на основе оксида алюминия с размером частиц 0,05 мкм. Полирование выполнялось до достижения в центре лунки толщины фольги на уровне 5...7 мкм.

На последнем этапе подготовки образца для просвечивающей электронной микроскопии осуществлялась бомбардировка поверхности лунки ионами аргона на установке *Gatan PIPS* при ускоряющем напряжении 5 кВ, в результате чего в центре лунки возникало отверстие с краями толщиной 50...100 нм. Такая толщина фольги была достаточной для прохождения пучка электронов при трансмиссионных исследованиях. Финальная очистка поверхности образца ионами аргона осуществлялась при напряжении 0,5 кВ.

Фазовый состав локальных микрообъемов определяли на основании результатов анализа картин дифракции электронов. В процессе анализа измеряли рас-

стояния и углы между рефлексами. Полученные данные сравнивали параметрами известных стабильных и метастабильных фаз, образующихся в системе $Ni - Al$. В результате определяли фазовый состав и пространственное расположение отдельных выделений. Для повышения достоверности индцирования проводилось моделирование картин дифракции с привлечением кинематической теории дифракции электронов в специально разработанном программном обеспечении.

2.5.4 Рентгенофазовый анализ

Для определения фазового состава полученных работе образцов был использован θ - θ дифрактометр *ARL X`TRA*. Источником рентгеновского излучения являлась медная рентгеновская трубка. Исследование проводилось в $Cu K\alpha_1 + \alpha_2$ излучении. Картины дифракции регистрировались в дискретном режиме сканирования с шагом $2\theta = 0,05^\circ$, время накопления на одну точку составляло 3...10 с. Идентификацию фаз, присутствующих в исследуемых композитах, осуществляли с использованием базы данных *ICDD PDF-4*. Образцы для рентгенофазового анализа вырезали электроискровым методом на станке *Sodick AG400L*. Анализируемые поверхности были подготовлены шлифованием на абразивных бумагах с зернистостью от 100 до 8 мкм.

2.6 Методы исследования механических свойств

В рамках диссертационной работы предполагалось проведение ряда механических испытаний, позволяющих определить прочностные характеристики полученных композитов, а также оценить поведение материала в условиях внешнего нагружения. С этой целью в работе были проведены измерения микротвердости материалов, предела текучести и предела прочности при растяжении, ударной вязкости, а также предела прочности при изгибе.

2.6.1 ДюрOMETрические исследования

Уровень микротвердости оценивали по методу Викерса на полуавтоматическом микротвердомере *Wolpert Group 402 MVD*. Нагрузка на индентор составляла 0,098 - 1,96 Н. Микротвердость материалов определяли в соответствии с ГОСТ 9450-76 [146]. Все измерения были выполнены на нетравленных шлифах.

Индентирование многослойных образцов осуществляли в направлении, перпендикулярном поверхности сопряжения заготовок или под определенным углом (в случае тонких слоёв), как показано на рисунке 2.7. В соответствии с ГОСТ450-76 расстояние между соседними отпечатками индентора составляло не менее трех диагоналей. Это позволило достоверно оценить микротвердость слоев металла и интерметаллидов.

Для определения каждого из представленных в работе значений твёрдости проводилось не менее 10 измерений, на основании которых методами статистической обработки были рассчитаны средние значения микротвердости и соответствующие им доверительные интервалы (при доверительной вероятности 95 %).

2.6.2 Прочностные испытания

Эксперименты по определению прочностных свойств в условиях одноосного растяжения и трехточечного изгиба были выполнены на универсальной электромеханической испытательной машине *Instron 3369*. Образцы для испытаний вырезались латунной проволочкой на электроискровом станке *Sodick AG400L*. В ходе испытаний осуществлялась запись значений и производился расчет кривых нагружения. На основании построенных кривых автоматически вычислялись значения прочностных характеристик исследуемых композитов. Скорость перемещения подвижной траверсы составляла 0,5 мм/мин.

Предел прочности σ_b , предел текучести $\sigma_{0,2}$, а также относительное удлинение δ материалов определяли в условиях одноосного растяжения образцов. Испытания на растяжение проводились на материалах, изготовленных по технологии

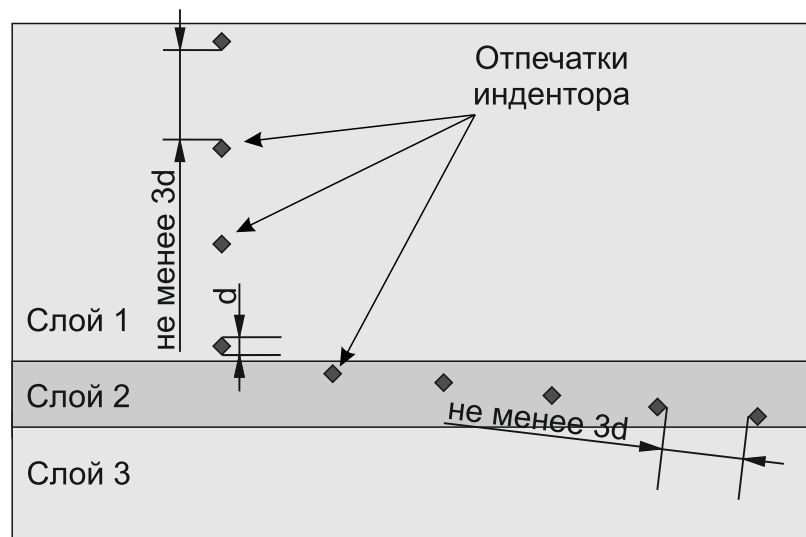


Рисунок 2.7 – Пример расположения отпечатков индентора на поверхности слоистого образца в композите со слоями различной толщины

сварки взрывом, сварки взрывом с последующим отжигом, а также по технологии *SPS*-спекания. Форма и размеры образцов для испытаний представлены на рисунке 2.8 а, б.

Прочностные свойства образцов, полученных методом *SPS*-спекания, оценивали при испытаниях на трехточечный изгиб (рисунок 2.8 в). Анализируемый образец располагался на двух твердосплавных опорах. Нагружение происходило по центру образца толкателем, расположенным с противоположной от опор стороны. По результатам испытаний на трехточечный изгиб фиксировали предел прочности, при достижении которого происходило разрушение образца.

Для определения каждого значения было испытано не менее пяти образцов. Результаты измерений прочностных характеристик подвергались статистической обработке.

2.6.3 Испытания на ударную вязкость

Эксперименты по определению уровня ударной вязкости проводились для композитов, сформированных по технологии сварки взрывом, а также сварки взрывом и последующего отжига. Критерием качества материалов являлся уровень энергии, затраченной на разрушение образца.

Динамические испытания были выполнены на маятниковом копре *Metrocom* с максимальной энергией удара 300 Дж. Образцы для испытаний с концентраторами *U*-образной формы глубиной 2 мм вырезались на электроэрозионном станке *Sodick AG400L* по схеме, представленной на рисунке 2.8 г. Значения ударной вязкости (*KCU*) определялось как отношение работы удара к площади поперечного сечения рабочей части образца. Для определения каждого значения использовалось не менее пяти образцов.

Ударная вязкость многослойных композитов существенно зависит от расположения границ сопряжения слоев относительно направления нагружения [147]. В процессе проведенных испытаний нагрузка передавалась в направлении, перпендикулярном плоскостям соединения пластин.

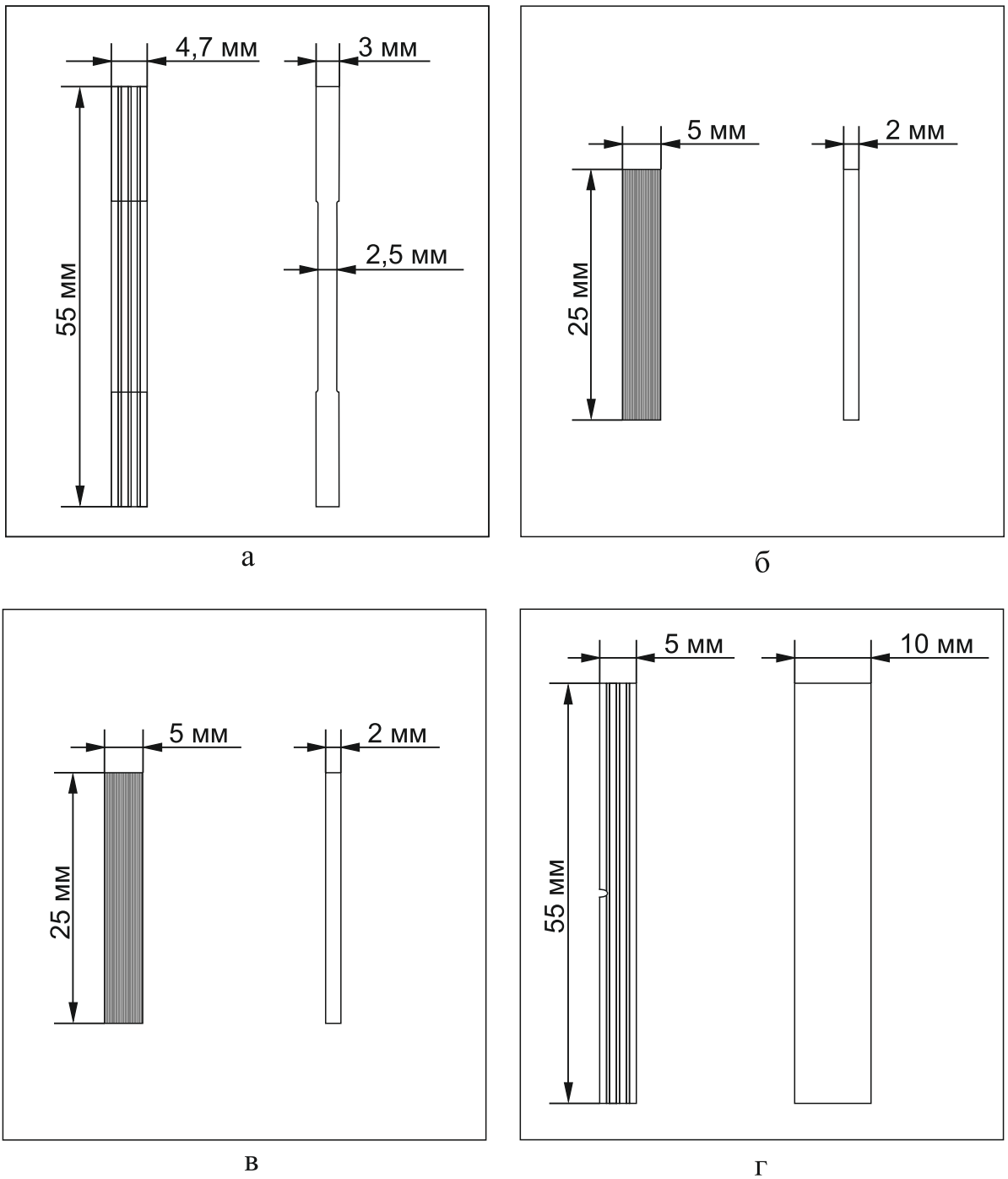


Рисунок 2.8 – Форма и размеры образцов, использованных для проведения механических испытаний: а – образцы для испытаний на одноосное растяжение, вырезанные из массивных заготовок, полученных методом сварки взрывом и по технологии сварки взрывом с последующим отжигом, б – образцы для испытаний на одноосное растяжение, вырезанные из массивных заготовок, полученных по технологии искрового плазменного спекания, в – образцы для испытаний на трехточечный изгиб, г – образцы для испытаний на ударную вязкость

3 АНАЛИЗ ОСОБЕННОСТЕЙ СТРУКТУРЫ КОМПОЗИТА «НИКЕЛЬ – АЛЮМИНИЙ», СФОРМИРОВАННОГО МЕТОДОМ СВАРКИ ВЗРЫВОМ

С целью формирования композиций типа «никель – алюминий» могут быть использованы различные технологические процессы, в том числе диффузионная сварка, сварка прокаткой, сварка взрывом, а также различные методы осаждения тонких слоев путем распыления, испарения, химического осаждения материалов. Технологические особенности каждого из отмеченных процессов оказывают влияние на структуру межслойных границ и качество соединения слоёв в композиционном материале. Среди множества факторов, определяющих конечную структуру и свойства композитов, наиболее значимыми являются температура нагрева соединяемых заготовок, давление, прикладываемое к ним в процессе соединения, чистота соединяемых поверхностей, а также атмосфера, в которой осуществляется процесс. Особенности влияния указанных технологических параметров на характеристики получаемых материалов описаны в работах многих отечественных и зарубежных исследователей.

Анализ биметаллических композитов «никель – алюминий», полученных с использованием технологии сварки взрывом, выполнен сотрудниками Волгоградского государственного технического университета, а также французского университета Ренн 1 (*The University of Rennes 1*). В частности, описаны результаты металлографических исследований зон соединения никелевых и алюминиевых пластин, оценено влияние характеристик взрывчатых веществ и энергозатрат на структуру сварных швов. В то же время во многих выполненных на сегодняшний день работах глубокие структурные исследования многослойных композитов «никель – алюминий» не проводились. В первую очередь речь идет о трансмиссионных электронно-микроскопических исследованиях. Учитывая это обстоятельство, одна из задач представленной диссертационной работы заключалась в подробном изучении особенностей сварных швов, формирующихся в многослойных композитах при соударении пластин никеля и алюминия.

В данном разделе особое внимание уделялось исследованиям микроструктуры границ соединения разнородных металлических пластин с использованием методов световой микроскопии, растровой и просвечивающей электронной микроскопии, а также изучению процесса формирования композитов путем математического моделирования в программном комплексе *ANSYS AUTODYN 15.0* с использованием метода гидродинамики сглаженных частиц. Совокупность полученных данных позволяет составить более подробную картину процесса сварки взрывом пластин никеля и алюминия.

3.1 Анализ температуры, давления, степени и скорости пластической деформации методом численного моделирования процесса сварки взрывом пластин никеля и алюминия

В связи с тем, что сварка взрывом является высокоскоростным процессом, а объём материала, подвергаемого существенной пластической деформации и нагреву мал, *in situ* исследования процессов, развивающихся на границе соединяемых пластин, на сегодняшний день не возможны. Надежные представления о явлениях, имеющих место в узкой околошовной зоне, можно получить лишь на основании исследований структуры сваренных образцов (т.е. на основании результатов *ex situ* исследований). По этой причине для более глубокого понимания процессов, оказывающих влияние на формирование структуры композита в процессе сварки взрывом, имеет смысл использовать подходы, связанные с численным моделированием процессов высокоскоростного соударения заготовок [148]. В данной работе с использованием комплекса *ANSYS AUTODYN 15.0* были изучены особенности взаимодействия трех пластин с использованием метода гидродинамики сглаженных частиц. При расчетах использовалась прочностная модель Джонсона – Кука, и уравнение состояния *Shock (EOS)*.

3.1.1 Уравнение состояния для описания ударноволновых процессов

При сварке взрывом в результате ударного сжатия материала на фронте ударной волны резко меняются показатели давления и массовой скорости. Однако все эти параметры находятся между собой в зависимости, которая определяется законами сохранения массы, импульса и энергии.

Для описания процессов соударения при сварке взрывом в программном комплексе *AUTODYN* используется уравнения состояния *Shock*, в основе которого лежит уравнение Ренкина – Гюгионо. Это уравнение устанавливает баланс массы, момента и энергии до и после прохождения фронта ударной волны, и предусматривает выполнение следующих условий [149]:

$$\rho_0 U_s = \rho_1 (U_s - U_p), \quad (3.1)$$

$$p_1 - p_0 = U_s U_p \rho_0, \quad (3.2)$$

$$p_1 U_p = \frac{1}{2} \rho_0 U_s U_p^2 + \rho_0 U_s (e_1 - e_0), \quad (3.3)$$

где ρ_0 – исходная плотность материала, ρ_1 – плотность материала после соударения, U_s – скорость ударной волны, U_p – скорость после прохождения ударной волны, p_0 и p – давление до и после фронта ударной волны, e_0 и e_1 – удельная внутренняя энергия до и после фронта ударной волны.

3.1.2 Прочностная модель Джонсона – Кука

Модель Джонсона – Кука широко используется при численном описании процессов, сопровождающихся высокоинтенсивными динамическими нагрузками. Данная модель учитывает деформационное упрочнение материалов, подвергающихся высоким скоростям и степеням деформации, а также их термическое разупрочнение при воздействии высоких температур.

Предел текучести материала описывается следующим выражением [156]:

$$\sigma = (A + B \varepsilon_p^n) (1 + C \ln \varepsilon_p^*) (1 - T_H^m), \quad (3.4)$$

где ε_p – эффективная пластическая деформация, $\dot{\varepsilon}_p$ – нормированная эффективная скорость пластической деформации, T_H – гомологическая температура $(T - T_{\text{комнат.}})/(T_{\text{плавл.}} - T_{\text{комнат.}})$, A , B , n , C и m – константы материала.

Выражение в первых скобках определяет влияние деформации на напряжение при комнатной температуре ($\dot{\varepsilon}_p^* = 1,0 \text{ с}^{-1}$, $T_H = 0$), где A – основной показатель текучести при малых деформациях, B и n – показатели упрочнения. Выражения во вторых и третьих скобках отображают влияние на материал скорости деформации и температуры соответственно.

3.1.3 Метод гидродинамики сглаженных частиц

Метод гидродинамики сглаженных частиц (*Smoothed Particle Hydrodynamics, SPH*) является бессеточным (лагранжевым) методом численного моделирования. Вместо численной сетки состояние материала задается как множество точек интерполяции. Метод *SPH* был разработан для моделирования астрофизических задач в трехмерном пространстве. Впоследствии область применения данного метода была расширена и в настоящее время он используется при решении численных задач, связанных с течением жидких сред, а также с динамическим взаимодействием материалов при высоких степенях деформации [150, 151]. В том числе данный метод успешно применяется для моделирования процессов сварки взрывом металлических пластин [152, 153, 154–156].

При реализации метода связь между дискретными частицами формируется в соответствии с вычислениями, результат которых изменяется на каждом временном шаге. Предполагается, что координаты частиц перемещаются вместе с материалом. Преимущества *SPH*, как бессеточного метода, заключаются в том, что при его реализации отсутствует необходимость отслеживать и выстраивать связь между узлами сетки, не возникает проблем при перехлесте областей расчета [157]. Таким образом, данный подход позволяет эффективно решать задачи, связанные с высокими степенями деформации материала.

Известно, что при сварке взрывом в результате высокоскоростного нагружения происходит интенсивное пластическое течение поверхностных слоев соединяемых материалов, которое специалисты зачастую сравнивают с поведением несжимаемой жидкости [115]. С учетом этих обстоятельств в данной работе метод *SPH* был выбран для воспроизведения процесса течения материала при сварке взрывом никеля и алюминия.

Как отмечалось выше, анализируемый материал поделен на дискретные элементы (частицы), представляющие собой узлы интерполяции. Значения любых физических величин для каждой частицы r аппроксимируются в соответствии с функцией [157]:

$$\langle f(r) \rangle = \int f(r') W(r - r', h) dr', \quad (3.5)$$

в которой для сглаживания величин используется функция ядра W . Радиус h определяет расстояние, на котором сглаживается функция. В качестве функции ядра, как правило, выбирается функция Гаусса или кубический сплайн. Сглаживающая функция должна удовлетворять следующим условиям:

$$1) \int W(r - r', h) dr' = 1; \quad (3.6)$$

$$2) \lim_{h \rightarrow 0} W(r - r', h) = \delta(r - r'); \quad (3.7)$$

$$3) W(r - r', h) = 0, \text{ когда } |r - r'| > kh, \quad (3.8)$$

где k – константа, связанная со сглаживающей функцией точки r .

В дискретном представлении формула для расчета значений любой физической величины имеет вид:

$$\langle f(r) \rangle = \sum_{j=1}^N \frac{m_j}{p_j} f(r_j) W(r - r_j), h, \quad (3.9)$$

где N – общее число частиц в пределах расчётной области, m_j – масса частицы j , p_j – плотность, связанная с частицей j .

3.1.4 Константы материалов, использованные при моделировании

Константы материалов, которые были использованы в уравнении Джонсона – Кука, а также в уравнении состояния *Shock*, представлены в таблице 3.1. Значения параметров были взяты из стандартной библиотеки *AUTODYN*.

Таблица 3.1 – Константы материалов *NICKEL-200*, *AL2024T351* и *STEEL 1006*

Параметр	Единица измерения	<i>NICKEL-200</i>	<i>AL2024T351</i>	<i>STEEL 1006</i>
Уравнение состояния		<i>Shock</i>	<i>Shock</i>	<i>Shock</i>
Начальная плотность, ρ_0	кг/см ³	8.87400E-03	2.78500E-03	7.89600E-03
Коэффициент Грюнайзена, G_0	-	1.93000E+00	2.00000E+00	2.17000E+00
Параметр <i>C1</i>	м/мс	4.60200E+00	5.32800E+00	4.56900E+00
Параметр <i>S1</i>	-	1.43700E+00	1.33800E+00	1.49000E+00
Начальная температура, T_{room}	К	3.00000E+02	3.00000E+02	3.00000E+02
Удельная теплоемкость, c_v	кДж/Г·К	4.46000E-04	0.00000E+00	4.52000E-04
Напряжения		<i>Johnson Cook</i>	<i>Johnson Cook</i>	<i>Johnson Cook</i>
Модуль сдвига, G	ТПа	8.55000E-0	2.76000E-02	8.18000E-02
Начальный предел текучести, A	ТПа	1.63000E-04	2.65000E-04	3.50000E-04
Константа упрочнения, B	ТПа	6.48000E-04	4.26000E-04	2.75000E-04
Показатель экспоненты, n	-	3.30000E-01	3.40000E-01	3.60000E-01
Константа скорости деформации, C	-	6.00000E-03	1.50000E-02	2.20000E-02
Показатель экспоненты, m	-	1.44000E+00	1.00000E+00	1.00000E+00
Температура плавления, T_{melt}	К	1.72600E+03	7.75000E+02	1.81100E+03
Начальная скорость деформации ($/s$)	-	1.00000E+00	1.00000E+00	1.00000E+00
Корректировка скорости деформации		<i>1st Order</i>	<i>1st Order</i>	<i>1st Order</i>
Разрушение		<i>None</i>	<i>None</i>	<i>None</i>

3.1.5 Постановка задачи численного моделирования

Численное моделирование проводилось с использованием пакета *AUTODYN-2D*. Двумерная постановка задачи позволила ускорить процесс расчетов. В данной работе были рассмотрены особенности взаимодействия трех пластин. Материалом верхней и нижней пластин являлся никель, материалом средней пластины — алюминий. Исходная геометрическая схема, которая была использована для решения поставленной задачи, представлена на рисунке 3.1. Размеры пластин никеля и алюминия составляли 20×1 и $20 \times 0,5$ мм соответственно. Функцию подложки выполняла стальная пластина с габаритными размерами 10×30 мм. В качестве исходных условий задавались значения угла соударения между верхней никелевой пластиной и пластиной алюминия ($23,5^\circ$) и скорости соударения (1509 м/с), которые были рассчитаны для изготовленного в экспериментальной работе композита. В области соударения пластин были расположены лагранжевые датчики, которые перемещались вместе с деформируемым материалом.

Численное решение задачи осуществлялось с применением метода гидродинамики сглаженных частиц (*SPH*). Важным параметром при визуализации результатов расчета является размер подвижных частиц. В поставленной задаче для никеля и алюминия он составлял 5 мкм. Малый размер частиц позволил с высокой точностью воспроизвести характер деформации материала на границах соединения пластин при сварке взрывом. С целью ускорения расчета размер частиц для стальной подложки был увеличен до 100 мкм. Общее количество точек было равным 2829452. С целью обеспечения максимальной точности вычислений время расчета каждого цикла задавалось автоматически. Для каждой частицы рассчитывались значения давления, температуры, степени и скорости пластической деформации.

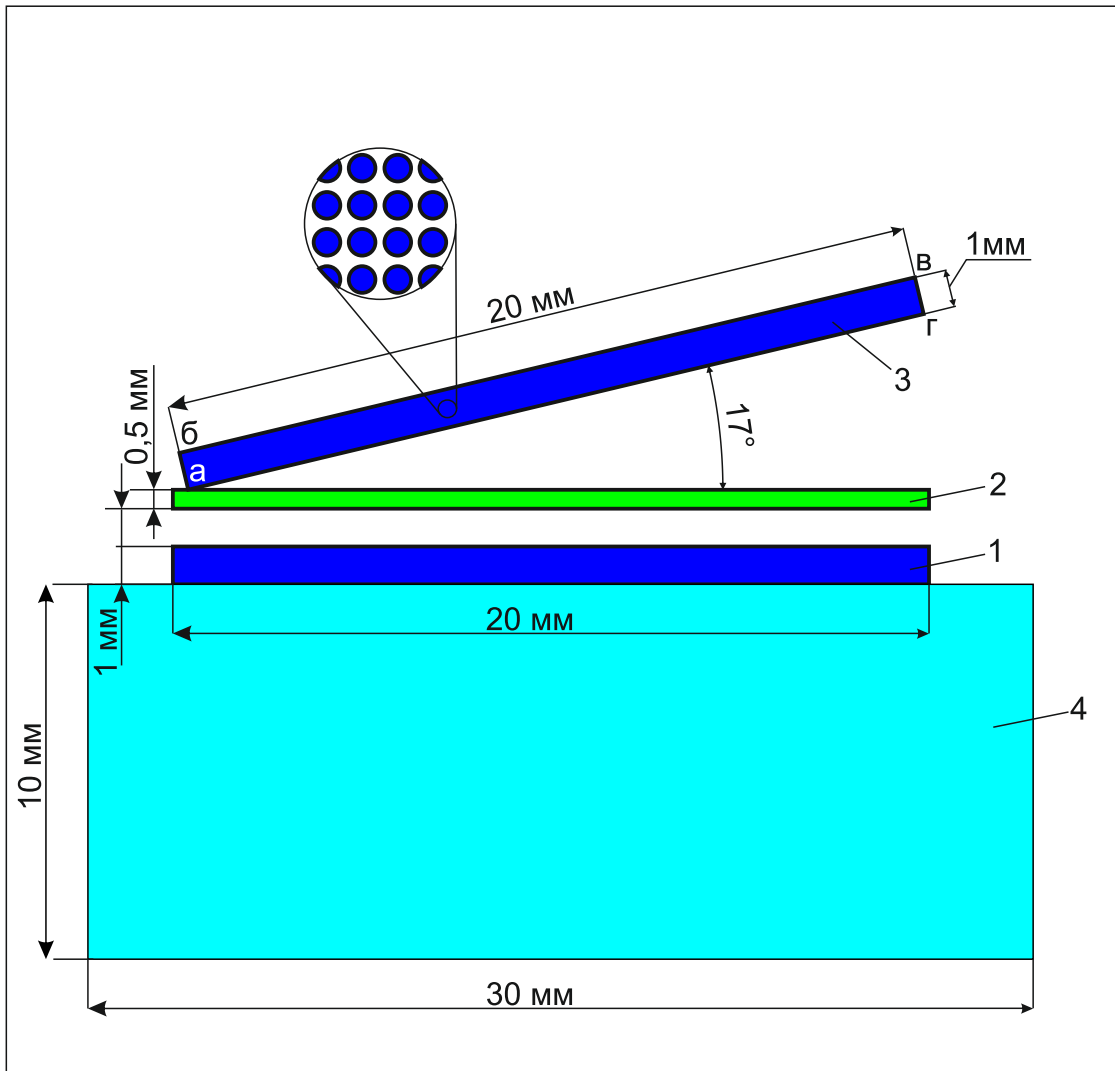


Рисунок 3.1 – Исходное расположение пластин при математическом моделировании. 1 – неподвижная пластина никеля, 2 – неподвижная пластина алюминия, 3 – подвижная пластина никеля, 4 – стальная подложка. Начальные координаты X , Y четырех точек метаемой пластины: а (0,1743;1), б (0;1, 4686), в (9,3728; 4,9544), г (9,5471; 4,4857)

3.1.6 Результаты численного моделирования

Карты распределения давления, степени и скорости пластической деформации, построенные по результатам моделирования для момента времени 3,314 мкс от начала расчёта, приведены на рисунках 3.2 а – е. Представленные данные свидетельствуют о том, что существенное воздействие в процессе сварки взрывом оказывается лишь на узкий слой, расположенный в непосредственной близости от границы соединяемых металлов.

На рисунке 3.3 отмечены линии, проходящие поперёк границы соединения, которым соответствуют диаграммы распределения давления, температуры, степени и скорости пластической деформации на рисунках 3.4 и 3.5. Анализ этих данных свидетельствуют о том, что пики, появляющиеся на графиках, соответствуют узким зонам в областях вихревого перемешивания материалов. Следует отметить, что все измеряемые параметры во времени были не постоянны, их величина зависит от множества факторов, изменяющихся по мере развития процесса сварки. Резкие скачки температуры, давления и скорости пластической деформации были зафиксированы в узких зонах толщиной не более 0,1 мм.

В процессе сварки взрывом чередующихся пластин никеля и алюминия образуются сварные границы двух типов. Границы первого типа возникают при взаимодействии движущихся пластин алюминия с неподвижными заготовками из никеля. В данной работе они обозначены символом «Al/Ni». Межслойные границы второго типа («Ni/Al») соответствуют обратной ситуации: пластина алюминия является неподвижной, а пластина никеля перемещается и соударяется с ней. Естественно, при сварке многослойного композита происходит чередование границ типа «Al/Ni» и «Ni/Al».

Характер распределения давления, температуры, степени и скорости пластической деформации вдоль межслойной границы, формирующейся при падении алюминиевой пластины на никелевую (граница «Al/Ni»), отражен на рисунке 3.6. Из представленных данных следует, что наиболее высокие значения давления (25 ГПа) и скорости пластической деформации (60 мс^{-1}) наблюдаются в точке соуда-

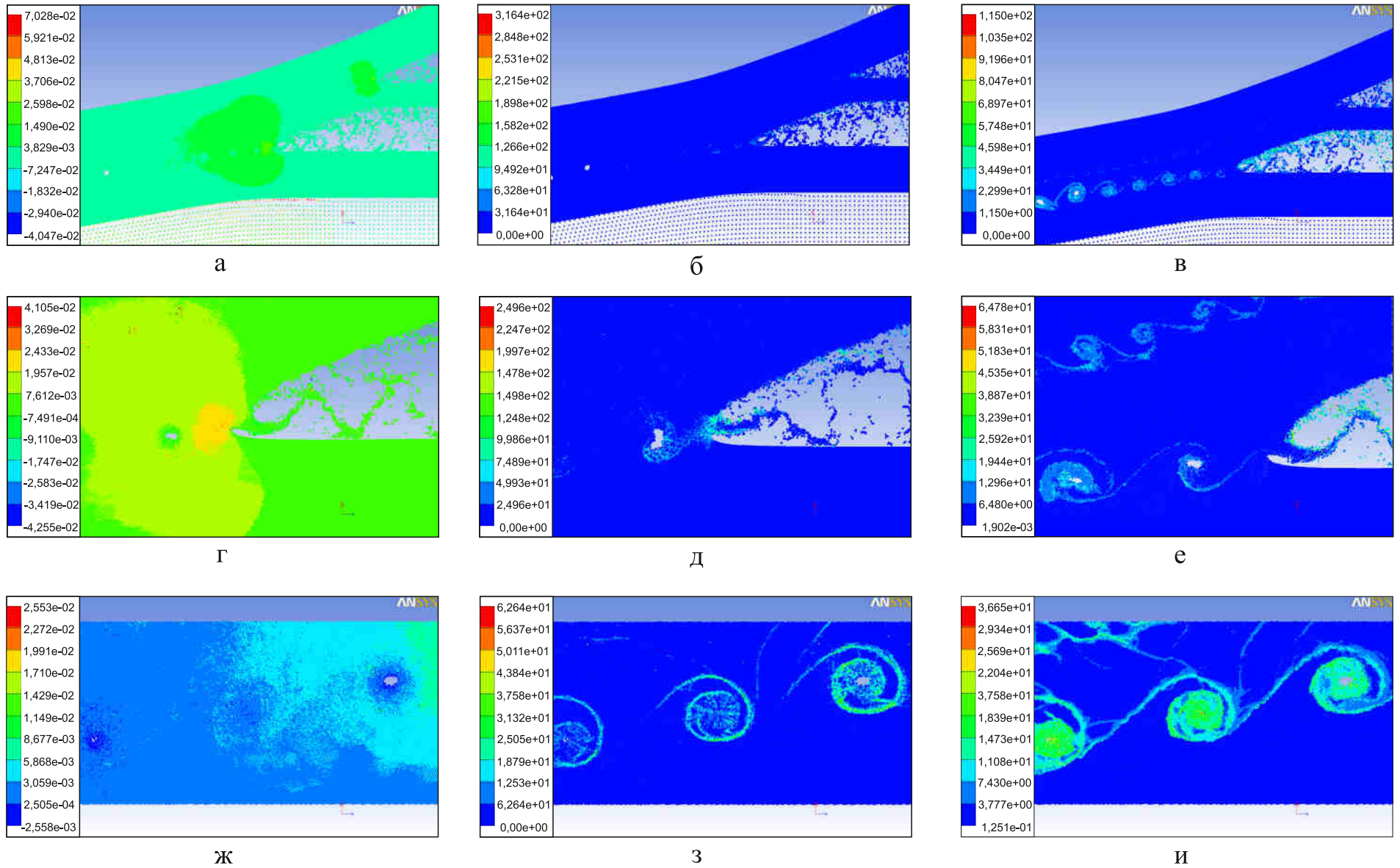
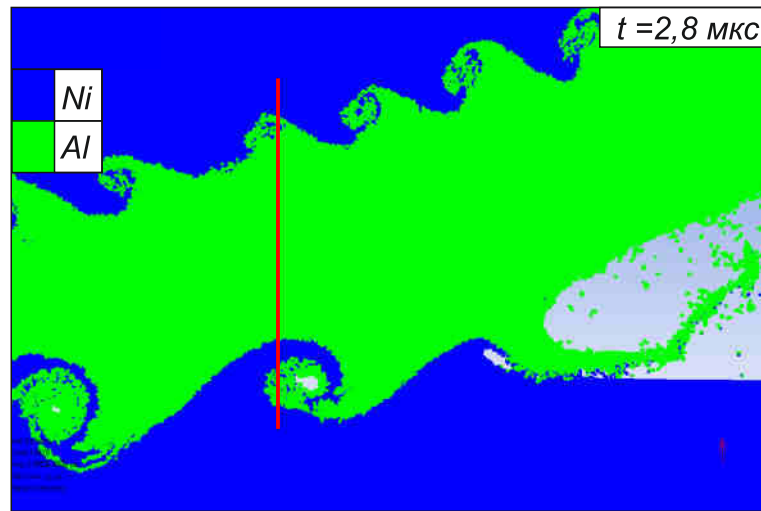
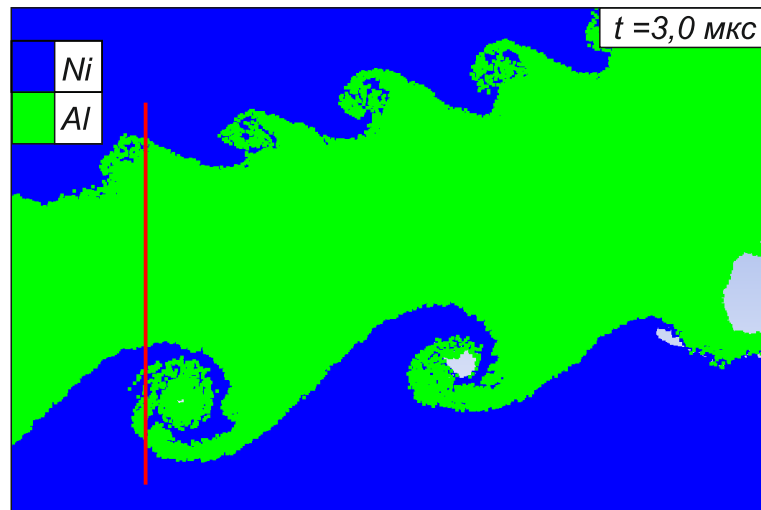


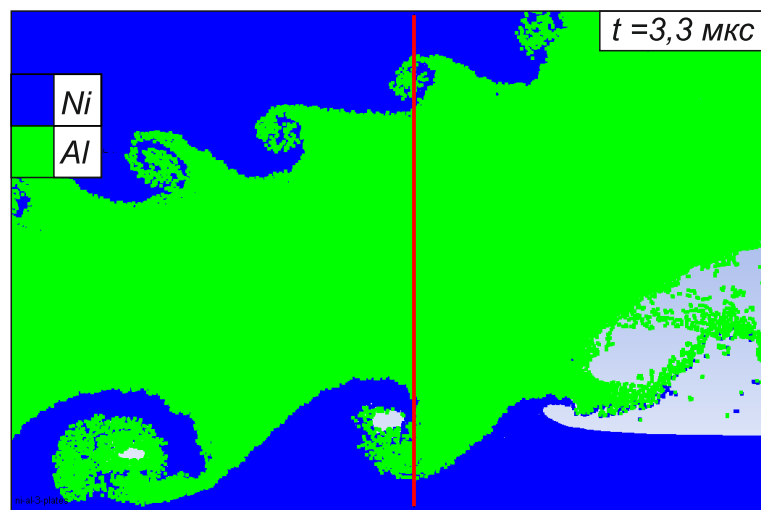
Рисунок 3.2 – Картины распределения давления (а, г, ж), степени пластической деформации (б, д, з) и скорости пластической деформации (в, е, и); а, б, в – общий вид зоны соединения, г, д, е – в зоне точки контакта, ж, з, и – в зоне перемешивания



а

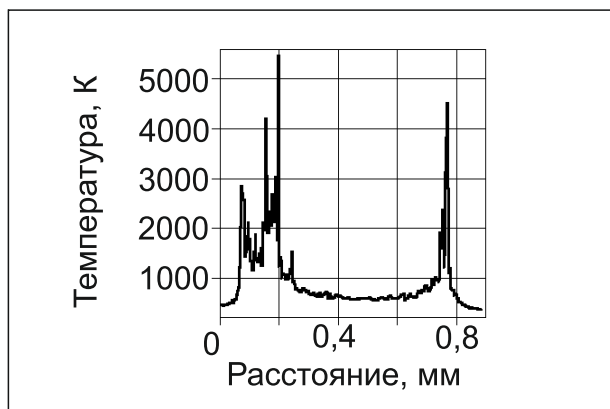


б

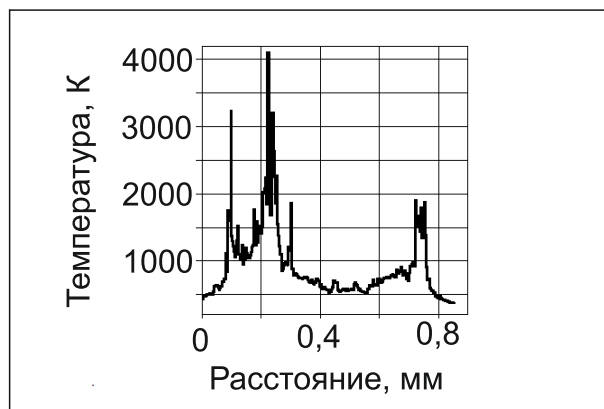


в

Рисунок 3.3 а, б, в – Линии в пределах расчетной области, вдоль которых представлены распределения значений температуры и давления (на рисунке 3.4), а также степени и скорости пластической деформации (на рисунке 3.5)



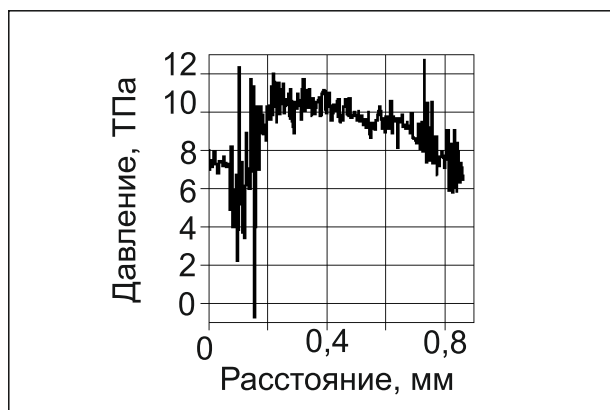
а



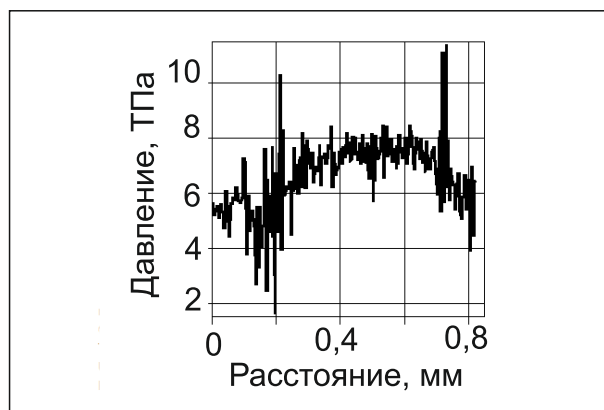
б



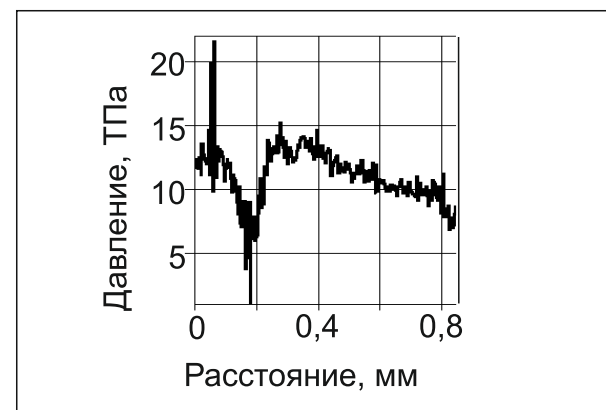
в



г

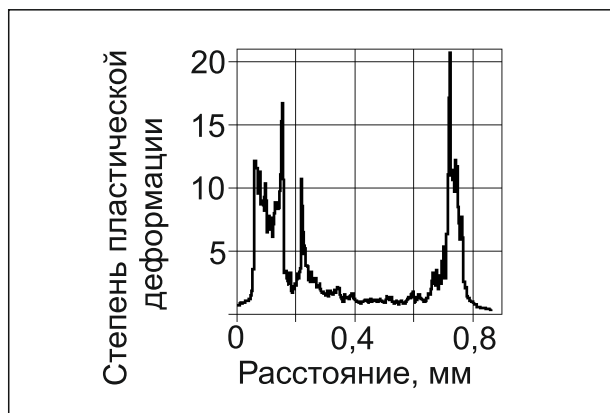


д

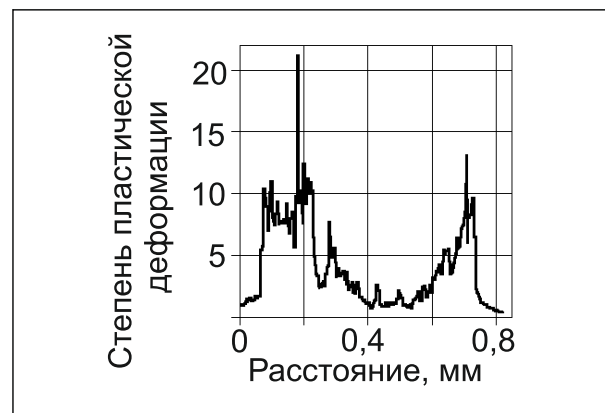


е

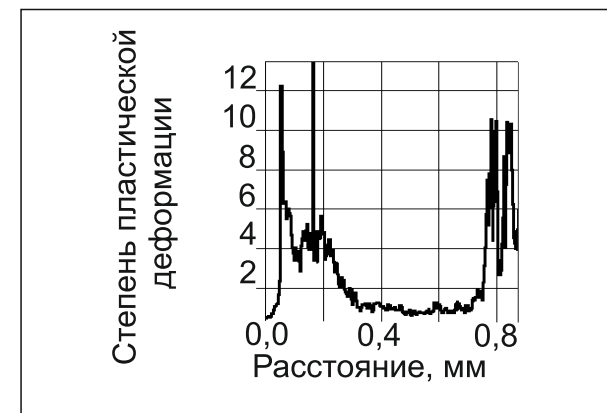
Рисунок 3.4 – Распределение температуры (а, б, в) и давления (г, д, е) в различные моменты времени вдоль линий, отмеченных на рисунке 3.3



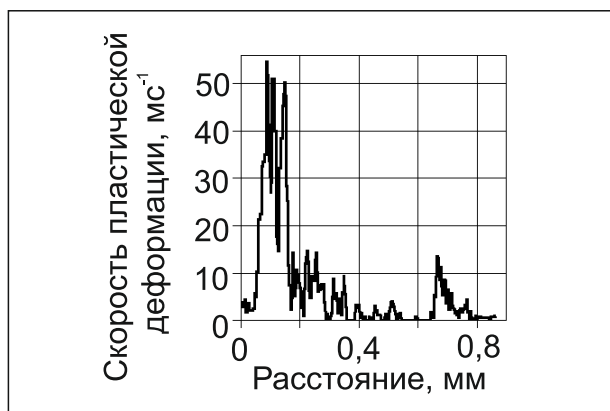
а



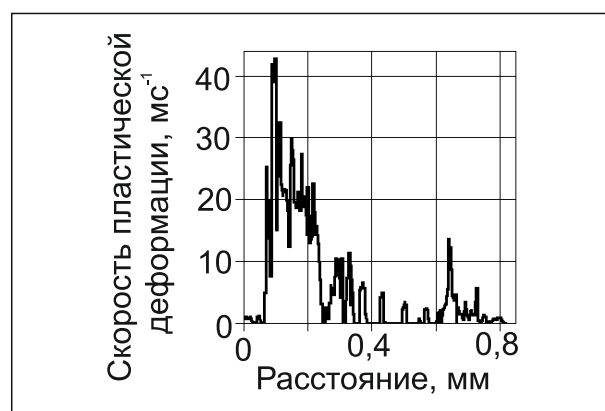
б



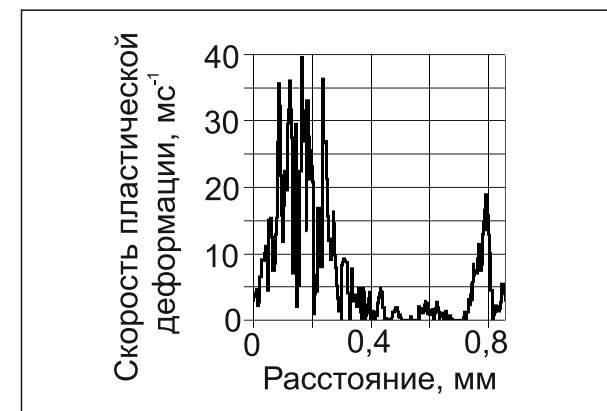
в



г

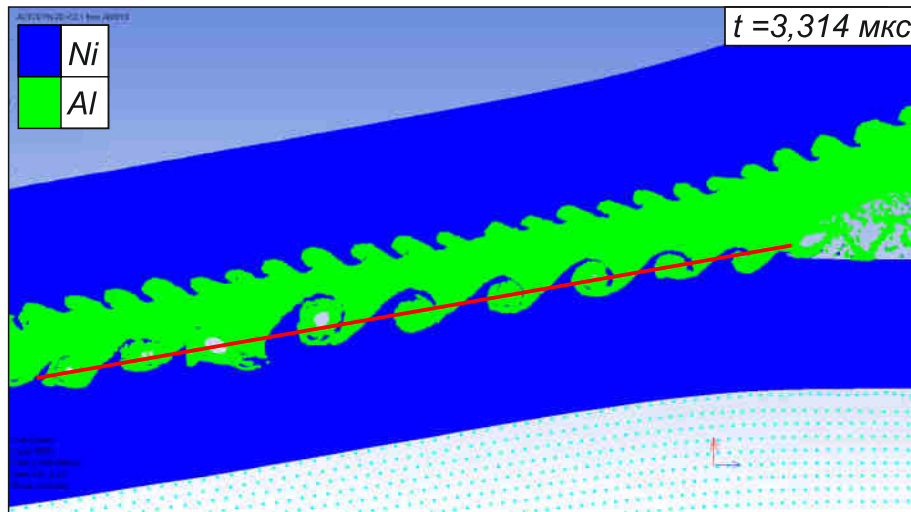


д

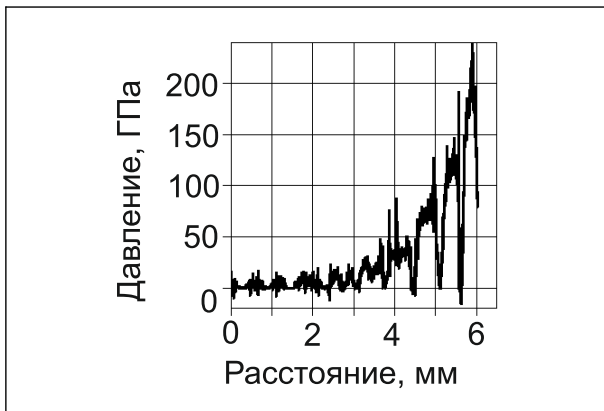


е

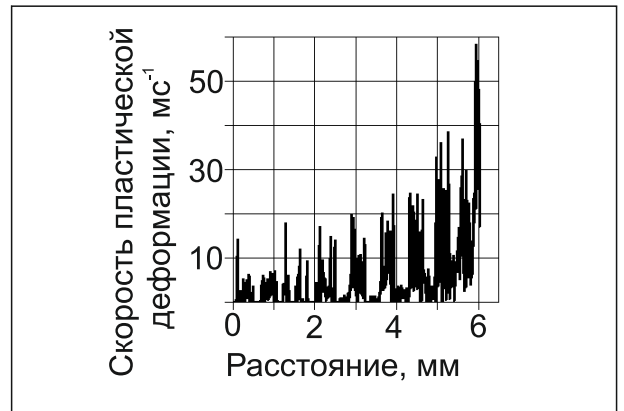
Рисунок 3.5 – Распределение степени пластической деформации (а, б, в) и скорости пластической деформации (г, д, е) в различные моменты времени вдоль линий, отмеченных на рисунке 3.3



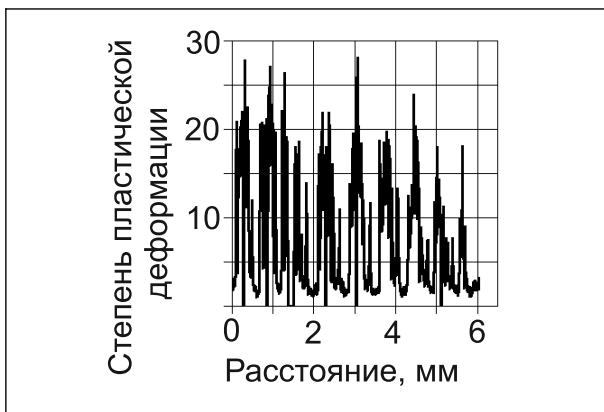
а



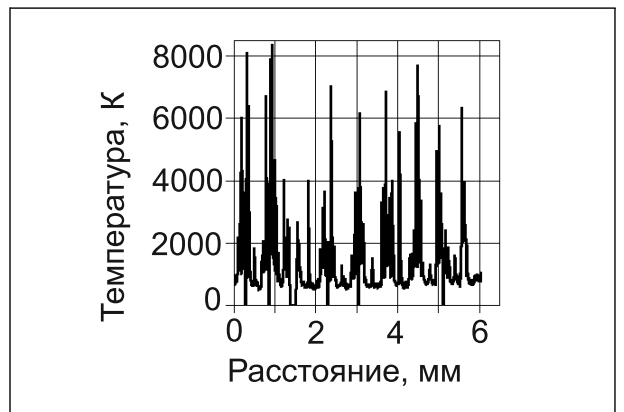
б



в



г



д

Рисунок 3.6 – Распределение значений давления (б), скорости пластической деформации (в), степени пластической деформации (г) и температуры (д) в зонах перемешивания на границе соединения типа «Al/Ni» вдоль линии, отмеченной на рисунке (а)

рения (рисунок 3.6 б, в). По мере удаления от зоны соударения значения этих параметров снижаются и приближаются к нулю на расстоянии ~ 6 мм от точки контакта. Существенных изменений величины пластической деформации (рисунок 3.6 г) и температуры (рисунок 3.6 д) не наблюдается.

На границе «Ni/Al» отмеченные параметры были измерены вдоль двух линий – ab и cd . Это связано с тем, что на указанной границе наблюдалась зона изгиба пластин, обусловленная близким расположением точки соударения, расположенной ниже границы «Al/Ni». Точки b и c находились в зоне изгиба. Анализ представленных на рисунке 3.7 данных свидетельствует о том, что в месте изгиба никелевой пластины наблюдается рост давления и скорости пластической деформации (рисунок 3.7). Вероятно, это обусловлено влиянием процессов, происходящих в тот же момент на соседней границе. При этом на графиках, отображающих степень пластической деформации и температуру, изменений не наблюдается (рисунок 3.8).

Для контроля параметров в фиксированных точках образца были использованы лагранжевы датчики. Следует подчеркнуть, что в процессе пластической деформации, сопровождающей сварку взрывом, отдельные точки образца могут перемещаться на весьма значительные расстояния относительно их первоначального положения. Особенность лагранжевых датчиков заключается в том, что они перемещаются вместе с материалом. Координаты лагранжевых датчиков, установленных вблизи границ соединения «Al/Ni» и «Ni/Al», представлены в таблицах 3.2 и 3.3, их расположение показано на рисунках 3.9 а, 3.10 а, б соответственно.

Таблица 3.2 – Координаты лагранжевых датчиков, представленных на рисунке 3.9 а

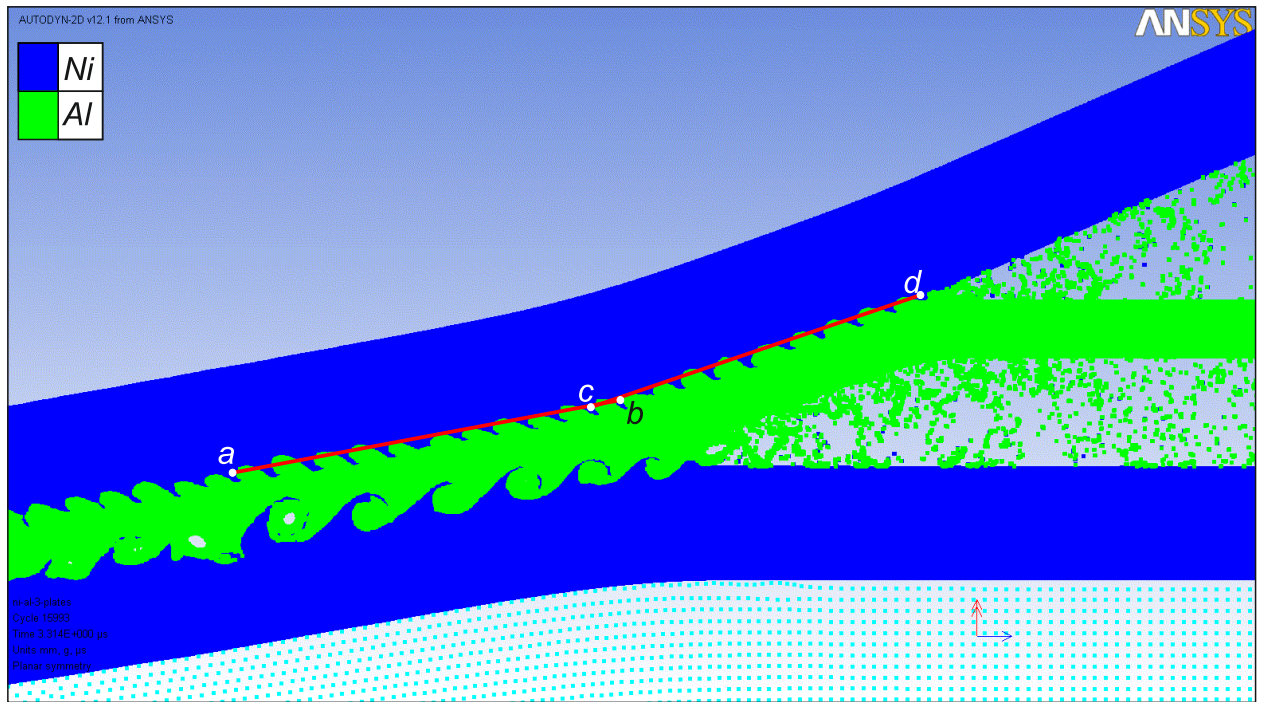
Номер датчика	I	J	X , мм	Y , мм
5	1	891775	1,61491E+01	1,09531E+01
8	1	859781	1,84129E+01	1,15033E+01
34	1	2027642	1,60854E+01	1,09959E+01
35	1	2027654	1,58846E+01	1,09023E+01

Продолжение таблицы 3.2

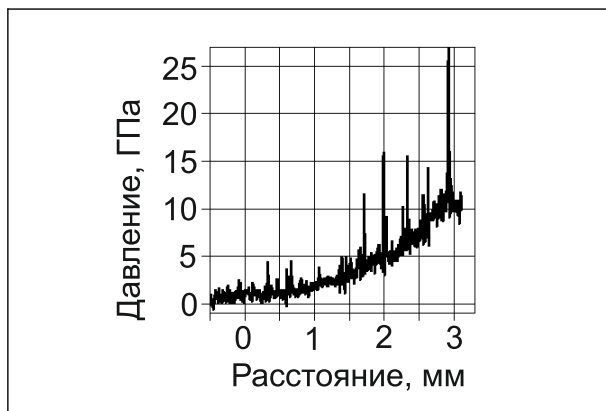
36	1	2027664	1,60568E+01	1,09915E+01
38	1	2023689	1,62005E+01	1,07770E+01
39	1	2023701	1,61039E+01	1,07844E+01
41	1	2023725	1,66805E+01	1,09887E+01
42	1	2023734	1,78295E+01	1,13194E+01
43	1	2023745	1,77667E+01	1,12997E+01
55	1	855880	1,68247E+01	1,08990E+01
61	1	851895	1,81847E+01	1,10066E+01
76	1	2011685	1,59605E+01	1,09716E+01
77	1	2015697	1,59527E+01	1,09161E+01
80	1	859821	1,81912E+01	1,13835E+01
93	1	867925	1,64959E+01	1,10148E+01

Таблица 3.3 – Координаты лагранжевых датчиков, указанных на рисунке 3.10

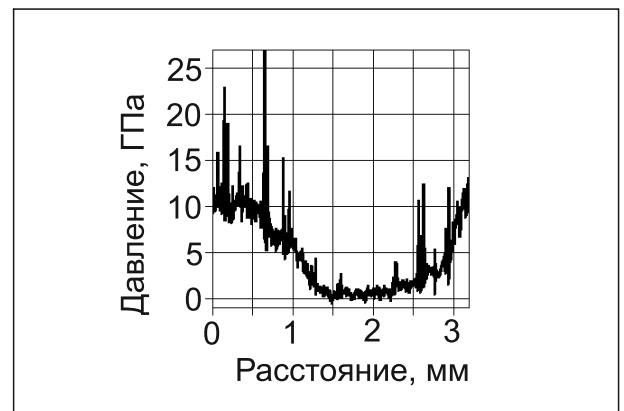
Номер датчика	I , мм	J , мм	X , мм	Y , мм
3	1	2472886	1,81423E+01	1,28378E+01
7	1	2463861	1,79492E+01	1,27472E+01
23	1	2464845	1,78744E+01	1,27569E+01
27	1	2470866	1,80228E+01	1,28178E+01
30	1	2439295	1,76635E+01	1,25804E+01
40	1	1220291	1,78357E+01	1,24957E+01
45	1	1216326	1,80017E+01	1,24837E+01
46	1	1220331	1,80300E+01	1,24886E+01
51	1	1220363	1,81887E+01	1,24878E+01
53	1	1220380	1,82731E+01	1,24873E+01
54	1	1204378	1,82434E+01	1,24674E+01
55	1	1208367	1,81943E+01	1,24726E+01
69	1	1228242	1,76524E+01	1,25468E+01
71	1	2475881	1,81367E+01	1,28681E+01



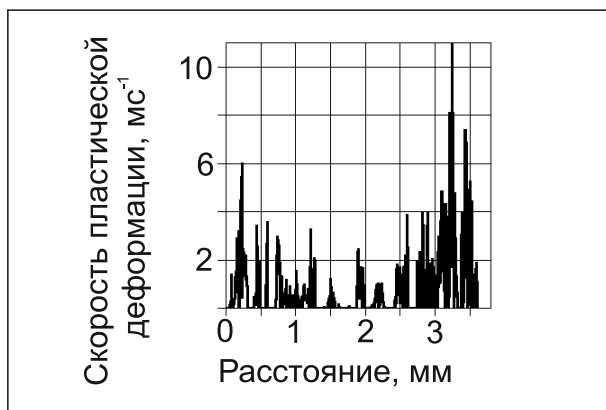
a



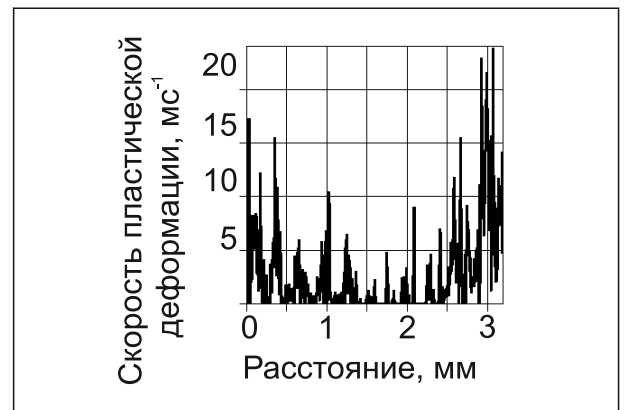
б



в

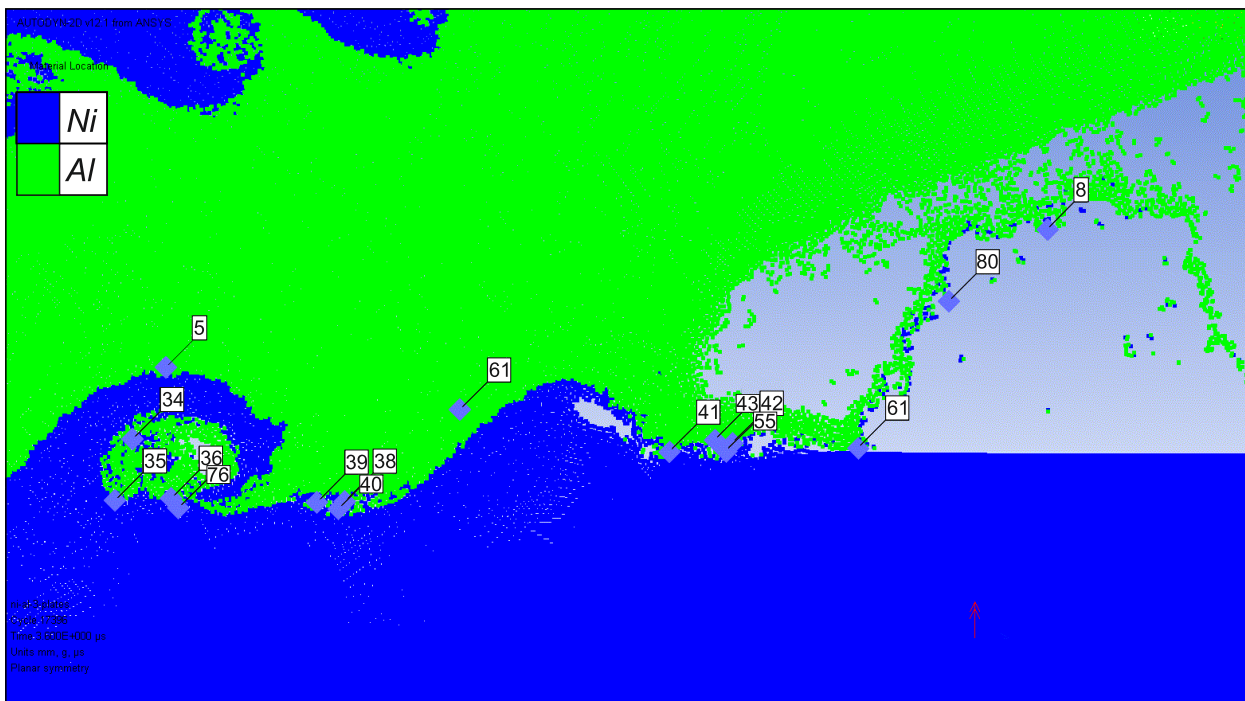


г

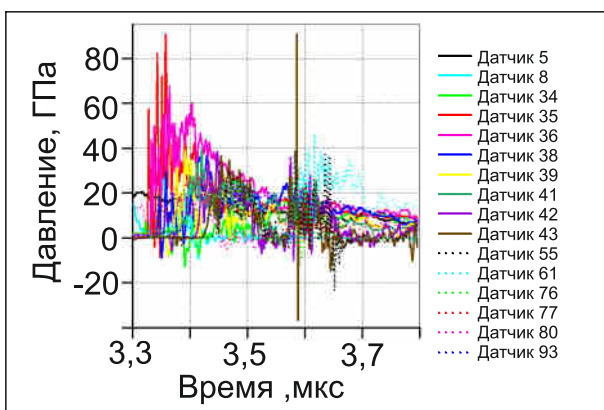


д

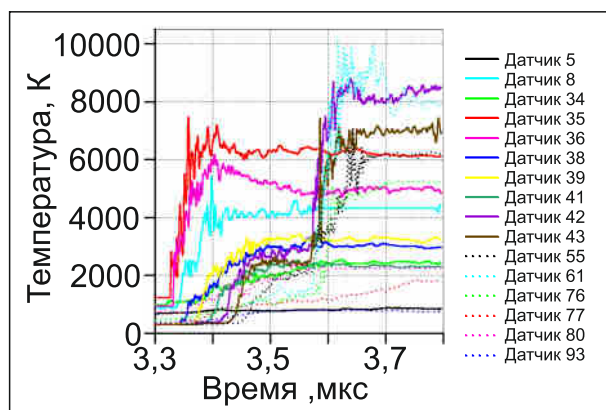
Рисунок 3.7 – Распределение значений давления (б, в) и скорости пластической деформации (г, д) в зонах перемешивания материалов на границе соединения типа «Ni/Al» по отрезкам, отмеченным на рисунке (а); значения на рисунках (а, г) соответствуют отрезку *ab*; значения на рисунках (г, д) соответствуют отрезку *cd*



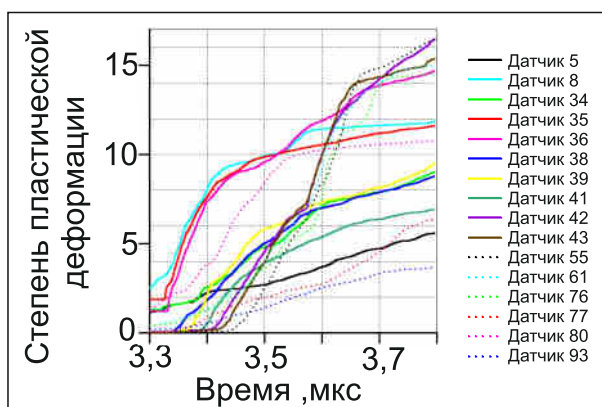
а



б

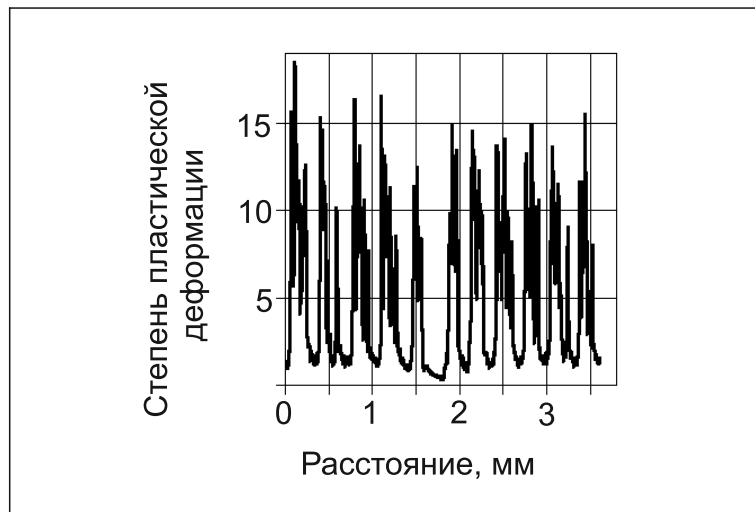


в

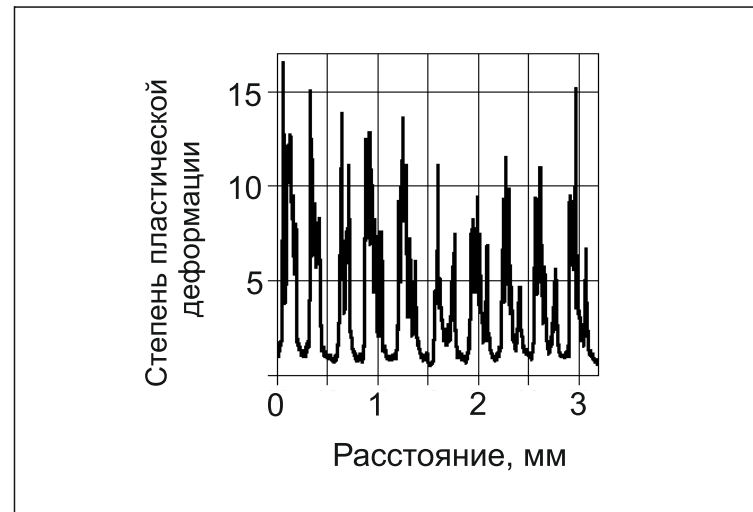


г

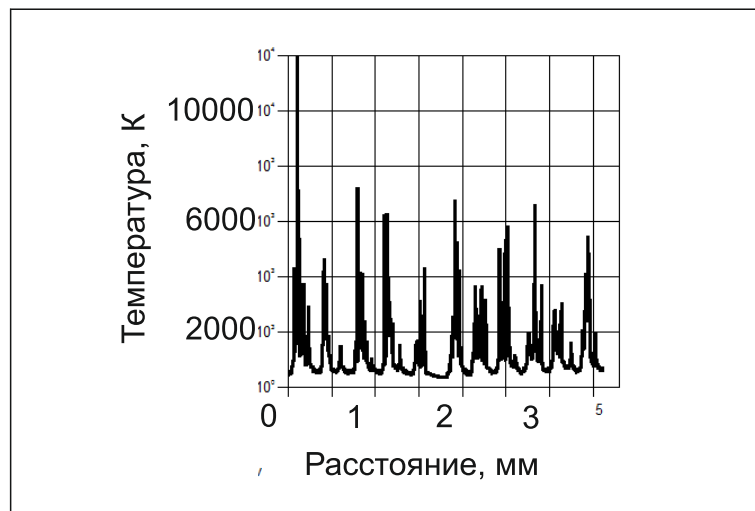
Рисунок 3.9 – Расположение лагранжевых датчиков на границе соединения типа «Al/Ni» в момент времени $t = 3,6$ мкс (а); измерение давления (б), температуры (в) и степени пластической деформации (г) в лагранжевых датчиках в процессе моделирования сварки взрывом



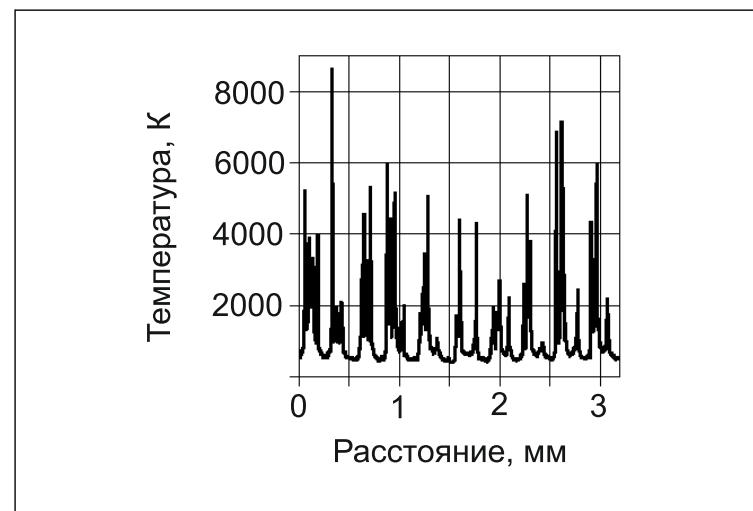
а



б



в



г

Рисунок 3.8 – Распределение значений степени пластической деформации (а, б) и температуры (в, г) в зонах перемешивания материалов на границе соединения типа «Ni/Al» по линиям, отмеченным на рисунке (3.7 а); значения на рисунках (а, в) соответствуют отрезку *ab*; значения на рисунках (б, г) соответствуют отрезку *cd*

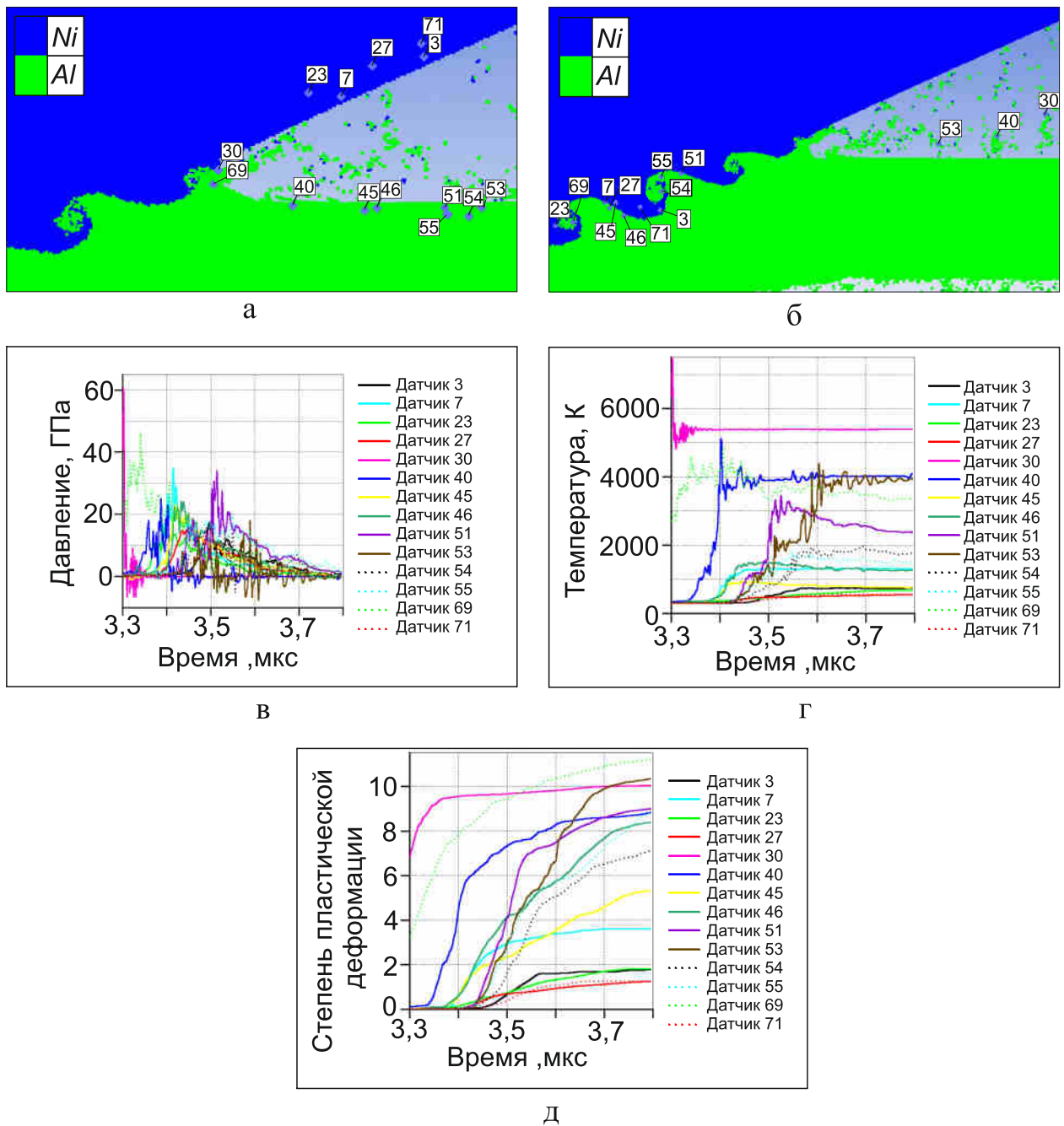


Рисунок 3.10 – Расположение лагранжевых датчиков на границе соединения типа «Ni/Al» в моменты времени $t = 3,3$ мкс (а) и $3,7$ мкс (б); значения давления (в), температуры (г) и степени пластической деформации (д) в лагранжевых датчиках в процессе моделирования сварки взрывом

Характер изменения температуры, зафиксированный лагранжевыми датчиками, представлен на рисунках 3.9 и 3.10. Из графиков следует, что максимальная температура на границе «Al/Ni» соответствует моменту соударения пластин в точке контакта и достигает 6000...10000 К (рисунок 3.9 в) (датчики № 35, 36 в момент соударения 3.3...3.4 мкс, датчики № 41, 42, 43, 55 в момент времени 3,6 мкс). В эти же моменты времени указанными датчиками были зарегистрированы скачки давления до 60...80 ГПа (рисунок 3.9 в) и максимальная пластическая деформация после соударения — до 15 (рисунок 3.9 б, г).

Следует ещё раз подчеркнуть неравномерность распределения температуры и пластической деформации вблизи границы сварного шва. Так, например, датчиками № 34 и 76, находящимися в непосредственной близости от зоны наибольших структурных изменений, уровень зафиксированной температур была на 4000...5000 К ниже. Т.е. скачкообразное повышение температуры происходит исключительно в узкой зоне соединения двух металлов.

Измерения, проведенные на границе соединения «Ni/Al», свидетельствуют о том же уровне температур и давлений в зоне соударения металлических заготовок (датчик № 30 на рисунке 3.10 а, б). Тем не менее, величина пластической деформации на границе данного типа в среднем в 1,5 раза меньше, по сравнению со значениями, относящимися к сварным швам типа «Al/Ni» (рисунок 3.10 д). Максимальная величина пластической деформации, зафиксированной в точке контакта, составляла ~ 10 . Температура в зоне датчиков № 3 и 27, расположенных за пределами вихревой зоны со стороны никеля, не превышала 600...800 К, что существенно ниже температуры плавления никеля.

Следует отметить, что значения температуры, определяемые в соответствие с представленной моделью, завышены. Это обусловлено рядом факторов, в частности тем, что модель не учитывает отвод образовавшегося при деформации тепла за счёт теплопроводности. Тем не менее, полученные данные свидетельствуют о том, что уровень температуры, достигаемый в локальных участках в процессе сварки взрывом, достаточно высок чтобы обеспечить плавление алюминия и никеля.

Численное моделирование позволило также зафиксировать процесс формирования кумулятивной струи (рисунок 3.11). Расчеты показывают, что на границе «Al/Ni» её зарождение происходит через 1,2 мкс с момента начала процесса. На этом этапе кумулятивная струя состоит преимущественно из алюминия (рисунок 3.11 а, б). С течением времени количество материала в кумулятивной струе возрастает. В момент времени 1,6 мкс в кумулятивной струе появляется никель. По мере развития процесса объёмная доля никеля в струе возрастает. Однако на всех стадиях сварки кумулятивная струя преимущественно состоит из алюминия, что объясняется более низкими значениями его плотности, температуры плавления и прочностных свойств по сравнению с никелем.

Следует отметить, что при контакте кумулятивной струи с пластинами происходит её отражение. Таким образом, в результате многократного столкновения струи с пластинами она принимает явно выраженный синусоидальный характер (рисунок 3.11). В то же время в процессе отражения от пластины кумулятивная струя рассеивается и на некотором удалении от точки контакта образуется характерное облако из равномерно распределённого никеля и алюминия.

3.2. Особенности строения сваренных взрывом многослойных композитов типа «никель – алюминий»

Объектами структурных исследований являлись многослойные композиты, полученные в соответствии со схемой, представленной во второй главе на рисунке 2.2, и состоящие из четырех слоев никеля и трех слоев алюминия.

Строение сварного пакета в поперечном сечении отражено на рисунке 3.12. В результате пластической деформации толщина алюминиевой пластины уменьшилась от 0,5 мм до 0,43 мм, а никелевой – от 1 мм до 0,89 мм. Эти значения соответствуют обжатию исходных заготовок на 14 % и 11 % соответственно. Столь существенное изменение толщины пластин в процессе сварки взрывом обусловлено низкой прочностью и высокой пластичностью технически чистых никеля и

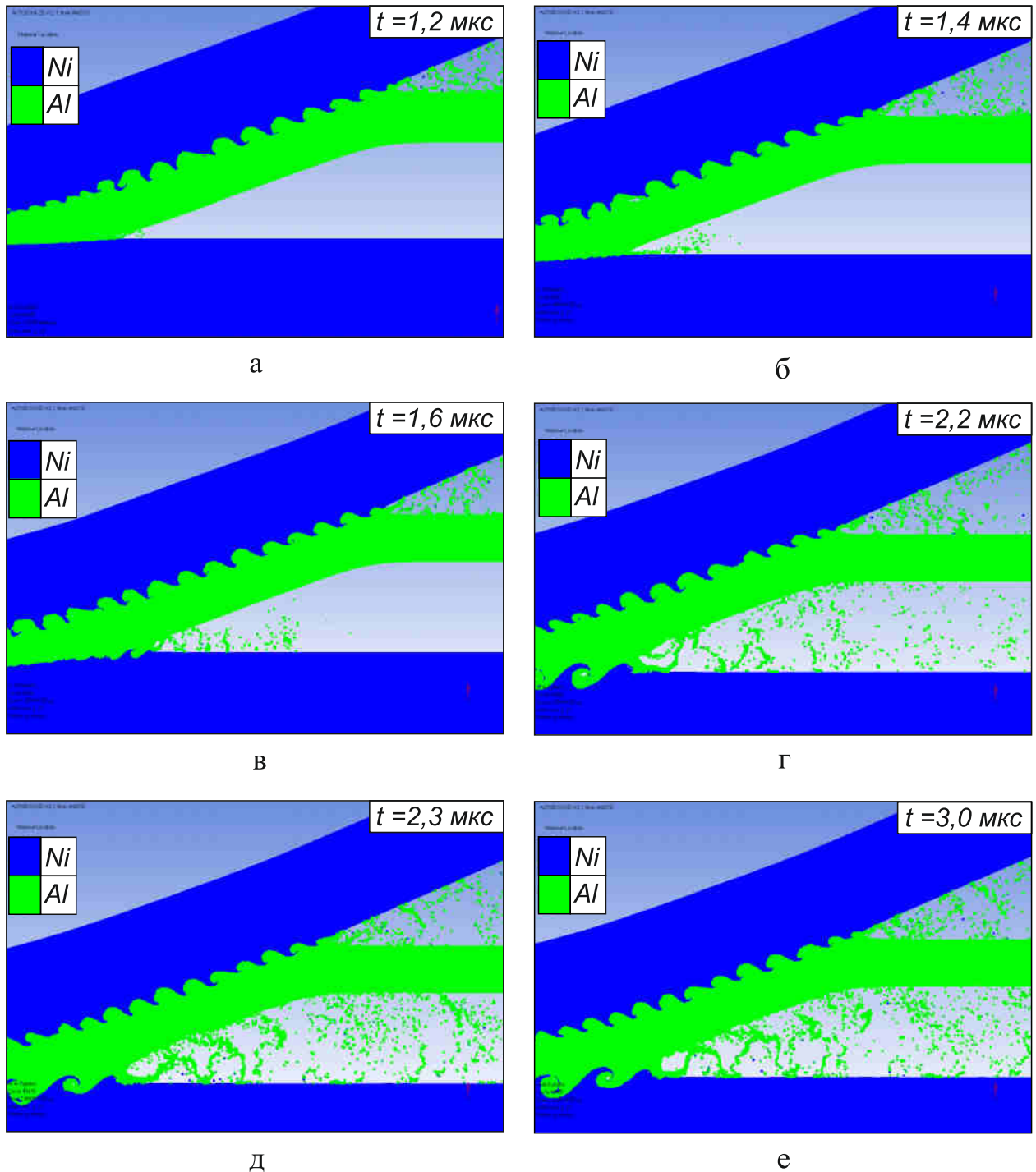


Рисунок 3.11 – Процесс зарождения и распространения кумулятивной струи в различные моменты времени при соударении пластин никеля и алюминия на границе соединения типа «Al/Ni»

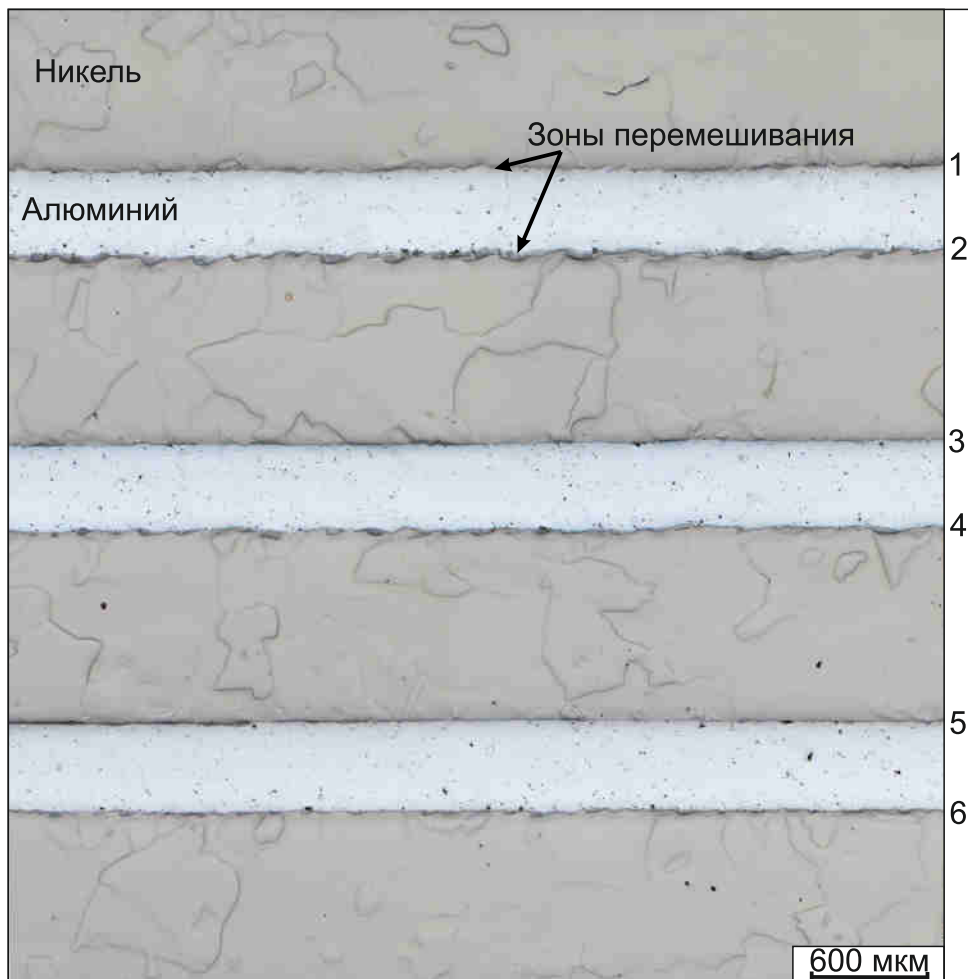


Рисунок 3.12 – Поперечное сечение слоистого композиционного материала «никель – алюминий» вдоль направления детонации взрывчатого вещества; 1, 2, 3, 4, 5, 6 - номера сварных швов

алюминия, находившихся в отоженном состоянии. Обжатие пластин сопровождалось соответствующим изменением их площади.

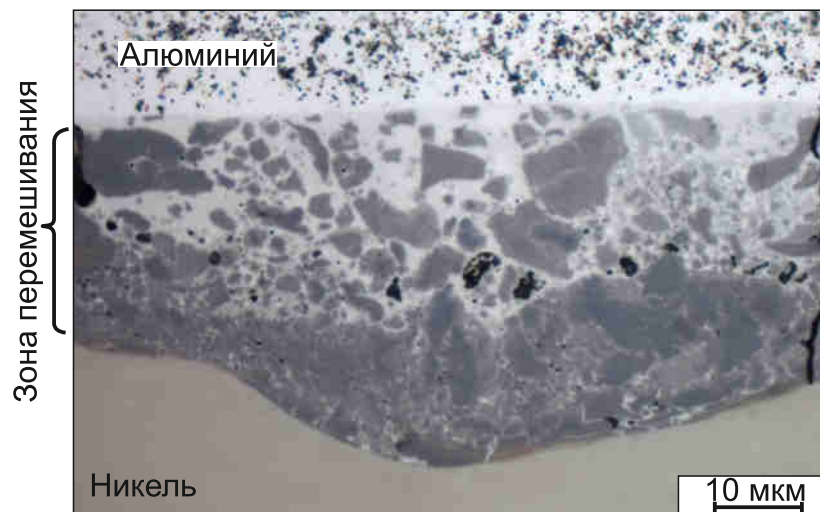
Особенностями, характерными для высокоскоростного соударения пластин, являются быстрый локальный высокотемпературный нагрев микрообъемов материалов вблизи точки контакта и высокие значения степени пластической деформации материалов вблизи границ соединения разнородных материалов. Согласно представленным ранее результатам, температура на границе соединения никеля и алюминия значительно превышает значения температуры плавления обоих материалов. Таким образом, в локальных участках на границах между свариваемыми пластинами происходит плавление и интенсивное перемешивание материалов. В результате этих процессов вдоль границ образуются протяженные зоны, представляющие собой неомогенную смесь микрообъемов различного химического состава (рисунок 3.13).

Отличительной чертой композитов, сформированных в результате высокоскоростного соударения пластин, является волнообразование на границах раздела разнородных материалов. Следует подчеркнуть, что явление волнообразования было подробно изучено многими научными коллективами. Предложено множество различных гипотез, теорий, схем и механизмов, описывающих процесс образования волнообразного профиля границ сварных соединений [115, 116, 118, 119, 123].

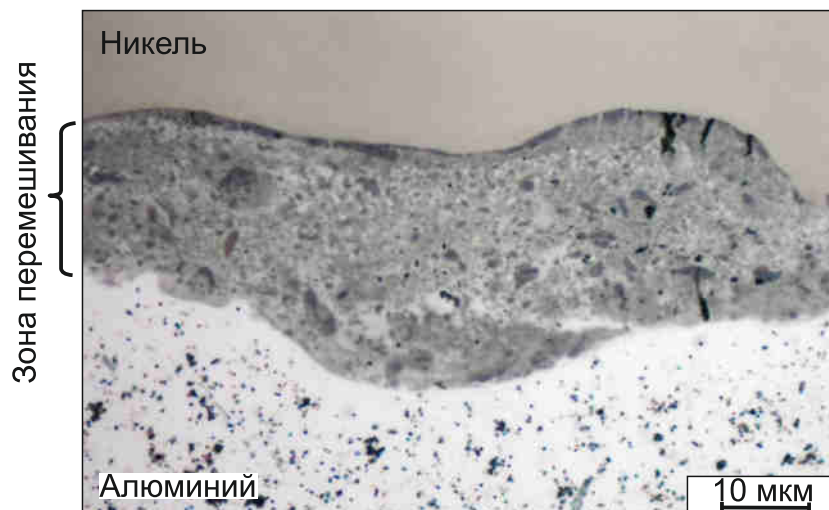
Количественные параметры профиля межслойной границы, а именно значения амплитуды и длины волны, определяются условиями соударения пластин. В первую очередь речь идет о скорости точки контакта и угле соударения пластин. При соединении однородных и разнородных пластин может быть сформирована волнообразная граница правильной формы с периодически повторяющимися параметрами волн. Изменяя угол соударения, скорость точки контакта, толщину пластин и зазора между ними, можно подобрать условия, позволяющие сформировать границы раздела с прямолинейным профилем. При сварке материалов, существенно отличающихся по плотности, возможно образование явно выраженных несимметричных волн [115] или подавление процесса волнообразования.



а



б



в

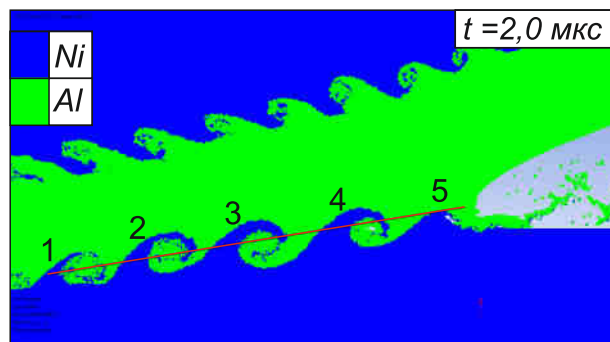
Рисунок 3.13 – Структура границы соединения пластин никеля и алюминия в композитах, полученных сваркой взрывом (а): а – границы соединения типа «Al/Ni» и «Ni/Al», б – структура зоны перемешивания на границе соединения типа «Al/Ni», в – структура зоны перемешивания на границе соединения типа «Ni/Al»

Использованные в экспериментах режимы сварки привели к формированию межслойных границ, на которых отсутствуют признаки стабильного волнообразования синусоидальной формы. Тем не менее, образующиеся вдоль границ зоны перемешивания металлов характеризовались периодическим колебанием толщины. Наиболее неоднородные по толщине зоны перемешивания, согласно металлографическим исследованиям, наблюдались в швах, формирующихся при падении алюминиевой пластины на никелевую (швы типа «Al/Ni»). При падении никелевой пластины на алюминиевую (границы «Ni/Al») существенных колебаний по толщине швов не наблюдалось (рисунок 3.13).

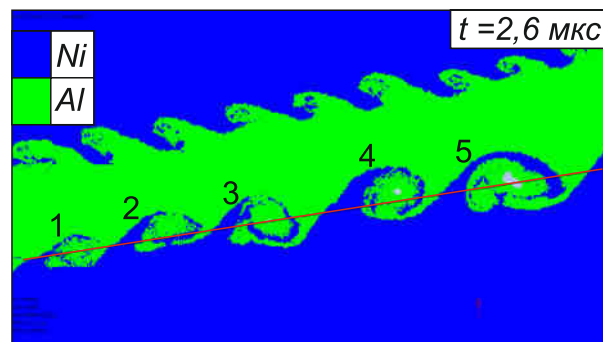
Характер преобразования волнового профиля на границах типа «Al/Ni» был проиллюстрирован результатами численного моделирования процесса. На начальных этапах соударения формируется волновая граница с вихревыми участками (рисунок 3.14 а). Однако при развитии процесса по мере удаления точки контакта форма вихревых зон искажается (рисунок 3.14 б, в). Отмеченные изменения сопровождаются увеличением степени пластической деформации в зонах перемешивания материалов (рисунки 3.14 г – е).

Анализируя зоны перемешивания материалов было зафиксировано несколько закономерностей. Установлено, что размеры зон перемешивания в различных участках сваренного взрывом композита неоднородны и их величина зависит от ряда факторов. Анализ толщины зон проводился в поперечных сечениях сваренных взрывом композитов в направлении перемещения точки контакта. Установлено, что толщина зон перемешивания изменяется в направлении перемещения точки контакта. Кроме того, особенно значительные различия в толщине зон перемешивания наблюдаются при сравнении границ «Al/Ni» и «Ni/Al».

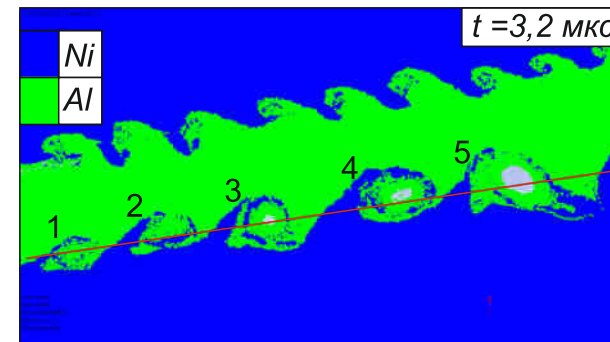
В направлении скорости точки контакта толщина зон перемешивания увеличивается в 1,5 – 1,75 раза (рисунок 3.15). В конечной части композита форма межслойной границы характеризуется более отчетливым волнообразным профилем (рисунок 3.16). Рост значений амплитуды волн по ходу продвижения фронта детонации в сваренных взрывом материалах наблюдается часто [119]. Данное явление обычно связывают с тем, что угол соударения пластин в процессе сварки



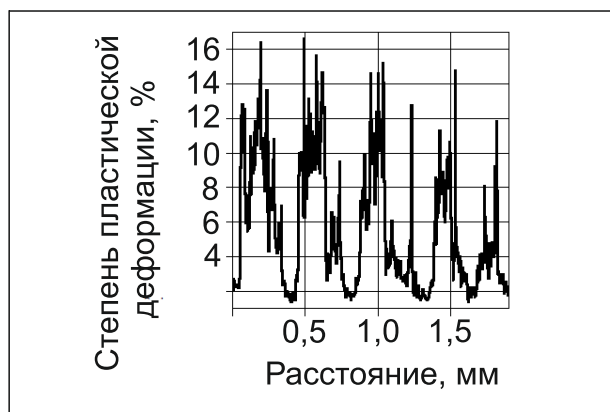
а



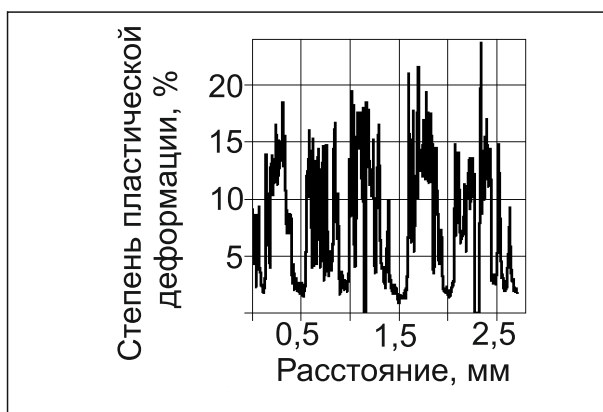
б



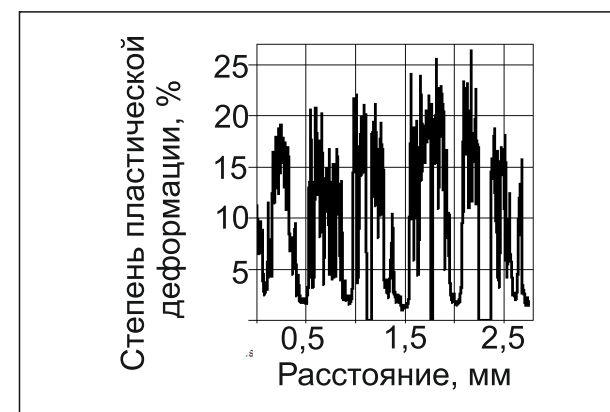
в



г

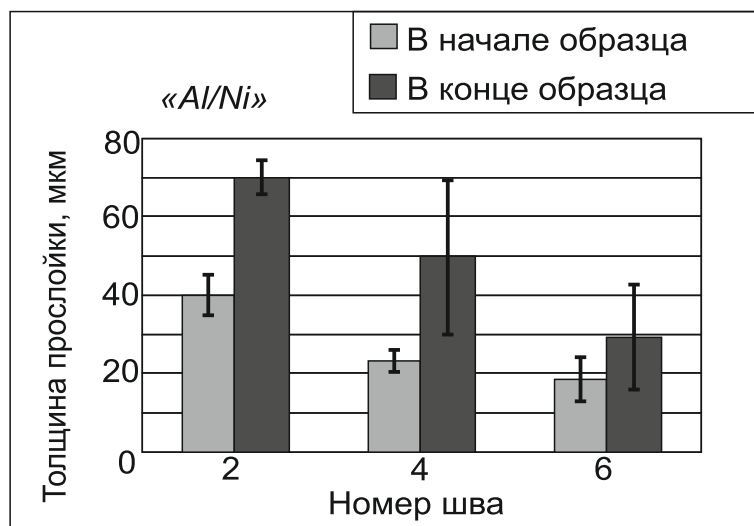


д

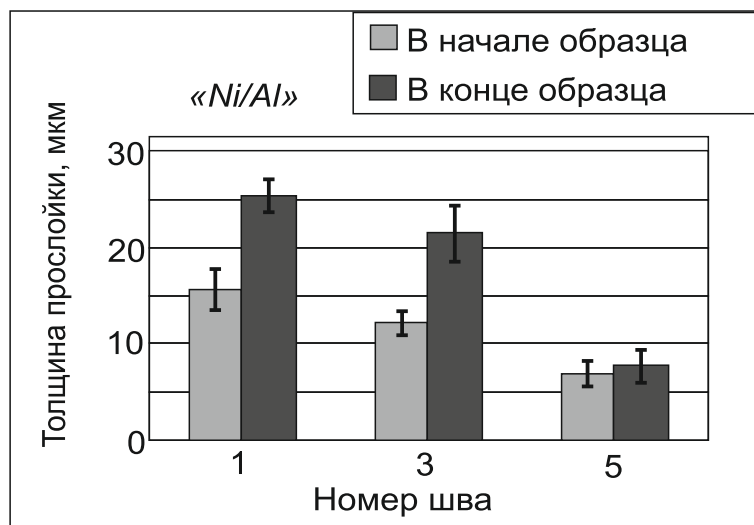


е

Рисунок 3.14 – Распределение степени пластической деформации вдоль направления точки контакта в вихревых образованиях № 1 – 5 на границе соединения типа «Al/Ni» в различные моменты времени

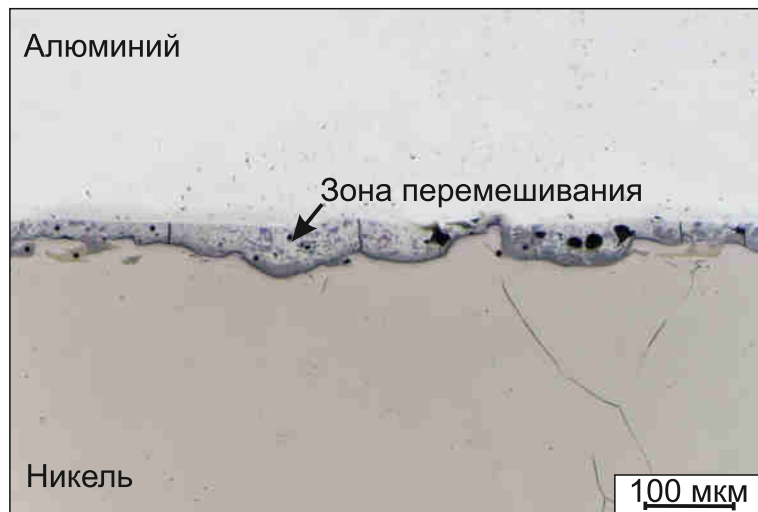


а

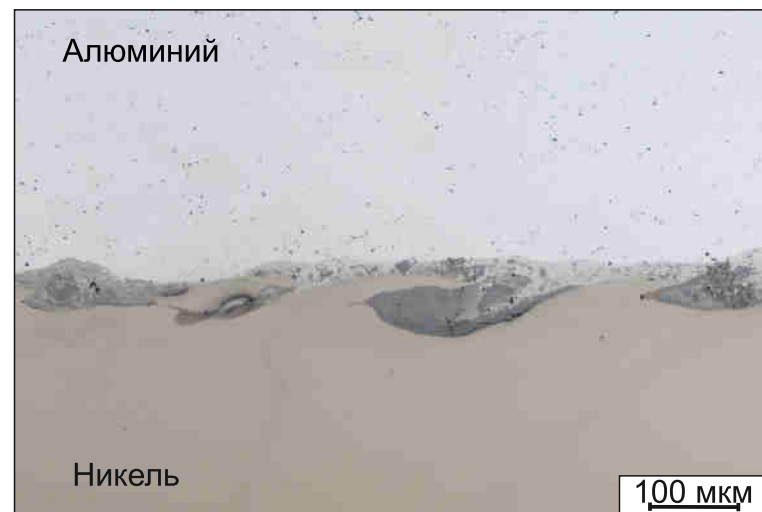


б

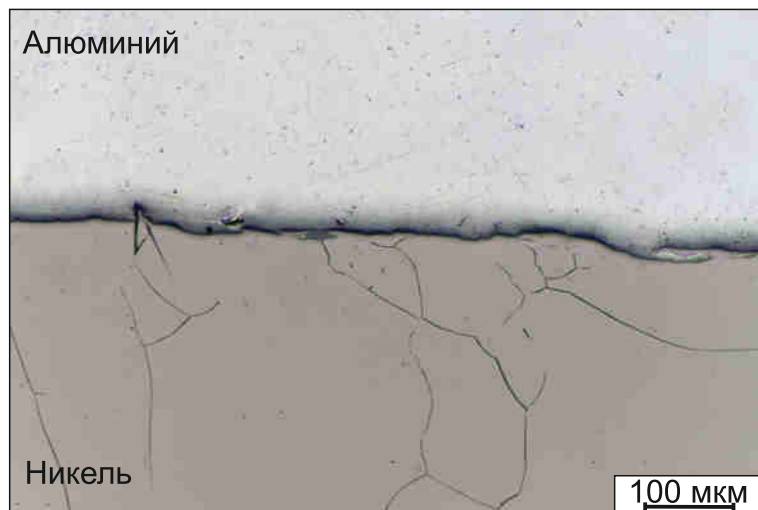
Рисунок 3.15 – Толщина зон перемешивания, формирующихся на границах соединения типа «Al/Ni» и «Ni/Al» в начале и в конце сваренного взрывом многослойного образца. Нумерация швов от верхнего края образца к нижнему (рисунок 3.12)



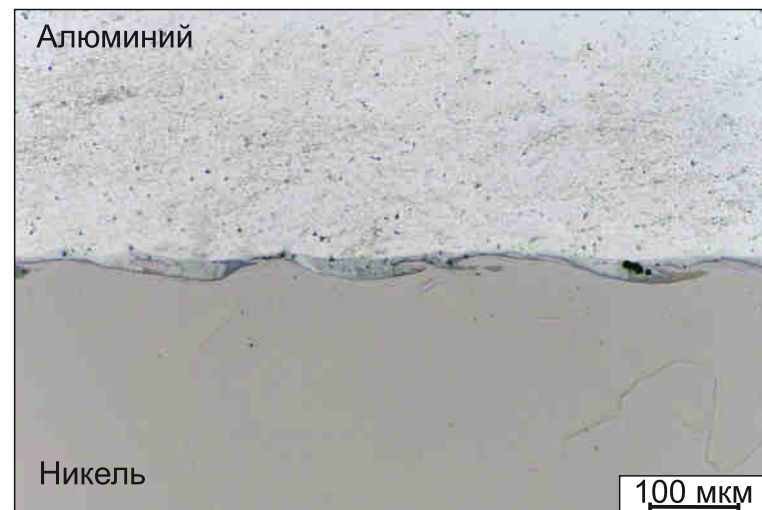
а



б



в



г

Рисунок 3.16 – Зоны перемешивания материалов на границах сваренного взрывом соединения типа «Al/Ni»: а, б – в начале образца (относительно направления движения точки контакта), в, г – в конце образца, а, б – шов номер 2 (рисунок 3.12), в, г – шов номер 4 (рисунок 3.12)

увеличивается до выхода его на стационарный уровень. В соответствии с работой А.А. Дерибаса [116] геометрические параметры волн могут быть описаны с использованием двух параметров — скорости точки контакта и угла соударения. С увеличением угла соударения значения амплитуды и длины волн возрастают. В представленном случае, в виду небольшого размера образца угол соударения постоянно увеличивался от начала к концу образца.

Толщина зон перемешивания изменяется в направлении, нормальном плоскости соединяемых пластин. Так, на верхних слоях толщина зон перемешивания на границах «Al/Ni» составляет ~ 40 мкм в начале образца и ~ 70 мкм на конечном участке образца. На нижних слоях толщина зон перемешивания уменьшается до ~18 мкм в начале образца, и до ~ 40 мкм в конце образца (рисунки 3.15, 3.16). Отмеченная закономерность объясняется тем, что скорость соударения (V_c) и угол соударения γ уменьшаются с увеличением количества падающих друг на друга пластин (таблица 2.4). Подобная закономерность наблюдается и на границах типа «Ni/Al», однако толщина зон перемешивания на этих границах меньше и колеблется в диапазоне 7...29 мкм.

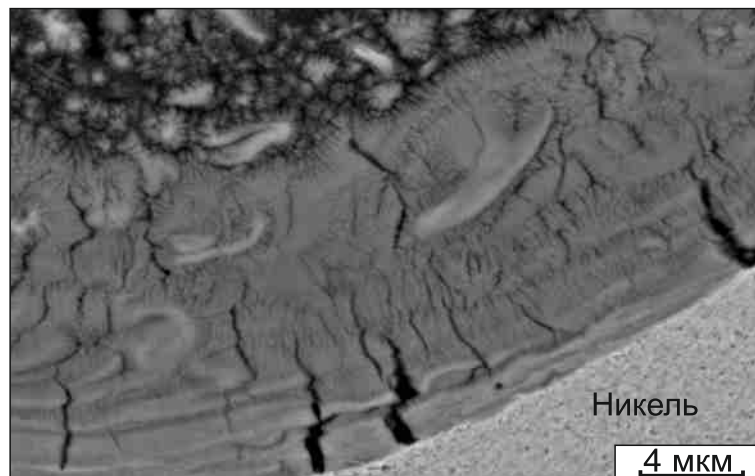
При проведении микроструктурных исследований было установлено, что зоны перемешивания содержат дефекты в виде трещин и пор неправильной формы (рисунок 3.17 а – в). Трещины, распространяющиеся перпендикулярно границам соединения и пересекающие всю зону перемешивания, наблюдаются на границах «Ni/Al» (рисунок 3.17 б). На границах типа «Al/Ni» в зонах перемешивания вблизи с никелем также наблюдались поперечные трещины небольшой длины (~ 5 мкм) (рисунок 3.17 в). Присутствие подобного рода дефектов обусловлено, вероятно, различием в коэффициентах термического расширения свариваемых материалов и компонентов зон перемешивания. Так, например, в диапазоне значений 0...100 °C коэффициент термического линейного расширения никеля составляет $13,0 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, а алюминия почти в 2 раза больше — $23,8 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.



а



б



в

Рисунок 3.17 – Дефекты в зоне перемешивания материалов: а – поры, б – поперечные трещины на границах типа « Ni/Al », в – поперечные трещины в зонах перемешивания на границах типа « Al/Ni » со стороны никеля

3.3 Связь размеров зон перемешивания с величиной потери кинетической энергии при сварке взрывом многослойных композитов «никель – алюминий»

В предыдущем разделе отмечалось, что геометрические параметры зон перемешивания, наблюдаемых на микрошлифах, зависят от ряда факторов, таких как, расстояние от точки детонации вдоль направления перемещения точки контакта, а также в направлении, нормальном плоскости соединяемых пластин. Параметры зон перемешивания определяются также и тем, какая из пластин является метаемой, а какая неподвижной. В тех случаях, когда пластина никеля метается на пластину алюминия (шов типа «Al/Ni»), толщина зон перемешивания меньше по сравнению с обратным случаем, когда пластина алюминия находится над пластиной никеля (шов типа «Ni/Al»).

В работах *К. Hokamoto* [166, 167] было показано, что геометрические параметры волн, образующихся на межслойных границах, линейно зависят от величины кинетической энергии, которая теряется метаемой пластиной в процессе соударения. Чем больше величина рассеиваемой энергии, тем больше амплитуда и длина волн. Можно предположить, что размер зон перемешивания также связан с величиной потерь кинетической энергии.

Потери кинетической энергии каждого слоя, в свою очередь, определяются массой пластин и скоростью их соударения [159, 160]. Следует отметить, что в процессе сварки взрывом многослойного композита масса соединяемых пластин увеличивается, а скорость пакета постепенно уменьшается.

Для исследуемого в диссертационной работе композита «никель – алюминий» потери кинетической энергии на границах соединения рассчитывались по формуле [160]:

$$\Delta kE = \frac{m_a m_b V_c^2}{2(m_a + m_b)}, \quad (3.10)$$

где, m_a – масса метаемой пластины на единицу площади, m_b – масса плакируемой пластины на единицу площади, V_c – скорость соударения пластин a и b .

При расчете величины ΔkE каждого последующего слоя за массу метаемой пластины m_a принималась сумма масс предварительно сваренных пластин, находящихся в момент соударения над плакируемой пластиной. Значения V_c для каждой межслойной границы композита рассчитаны в главе 2 и представлены в таблице 2.4.

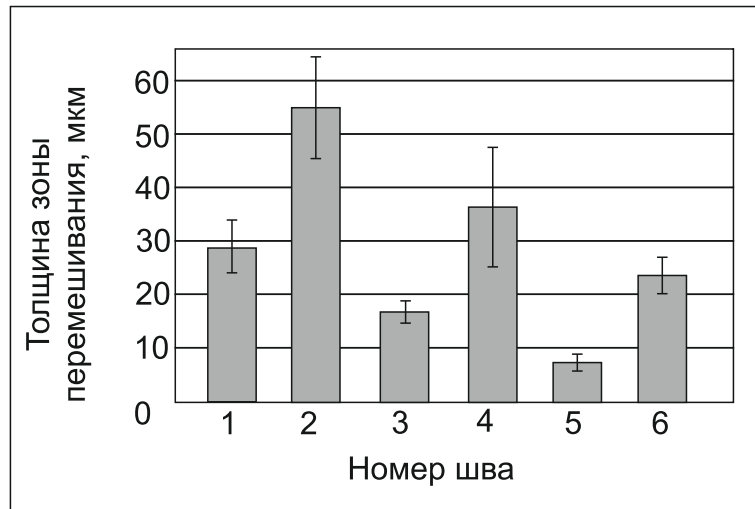
Результаты расчетов, представленные в таблице 3.4 и на рисунке 3.18 а – в, свидетельствуют о том, что зависимость толщины зоны перемешивания от величины потерь кинетической энергии хорошо описывается степенной функцией.

Таблица 3.4 – Результаты расчетов потерь кинетической энергии при соударении пластин никеля и алюминия толщиной 1 мм и 0,5 мм соответственно при многослойной сварке

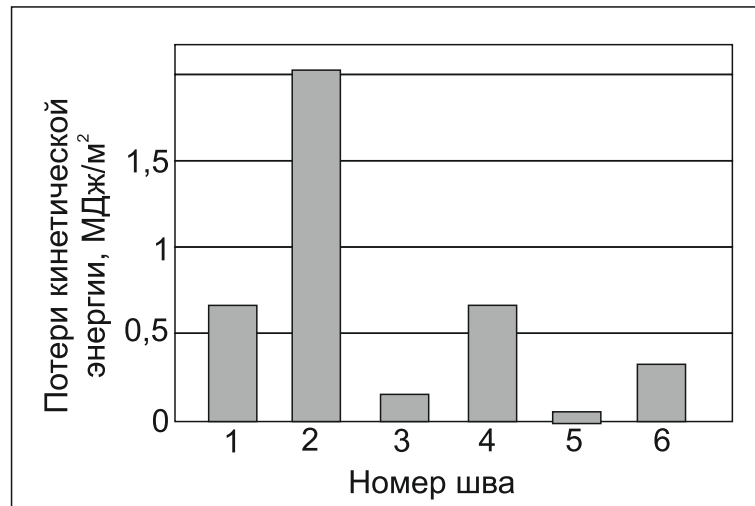
Номер границы соединения	ΔkE , Дж/м ²	Тип шва
1	667295,8	«Ni/Al»
2	2043750	«Al/Ni»
3	154926,2	«Ni/Al»
4	665608,9	«Al/Ni»
5	67392,01	«Ni/Al»
6	329529,9	«Al/Ni»

В соответствии с проведёнными расчётами потери кинетической энергии на швах «Al/Ni» выше, чем на швах «Ni/Al». Этот факт объясняет формирование более крупных зон перемешивания на швах «Al/Ni».

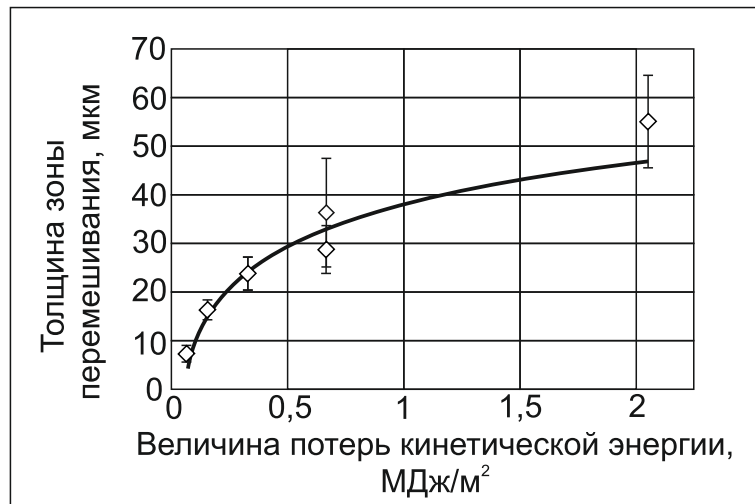
Полученные данные можно также сравнить с результатами численного моделирования. Кинетическая энергия, теряемая движущейся пластиной при соударении с неподвижной, расходуется на образование зон перемешивания, а также на пластическую деформацию приграничных объемов металла, на формирование ударных волн и кумулятивной струи (рисунок 3.19 а, б). Анализ результатов математического моделирования показал, что степень пластической деформации в околошовной зоне «Ni/Al» существенно ниже по сравнению со швом «Al/Ni» (ри-



а

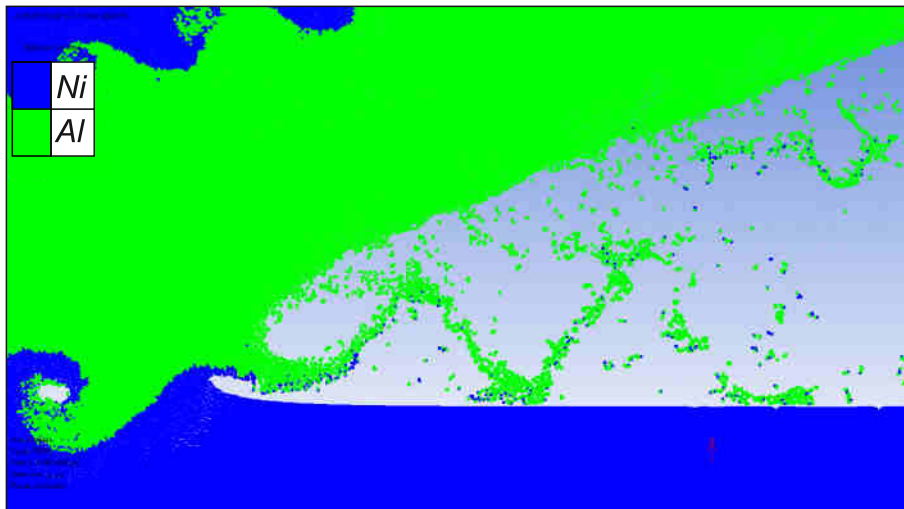


б

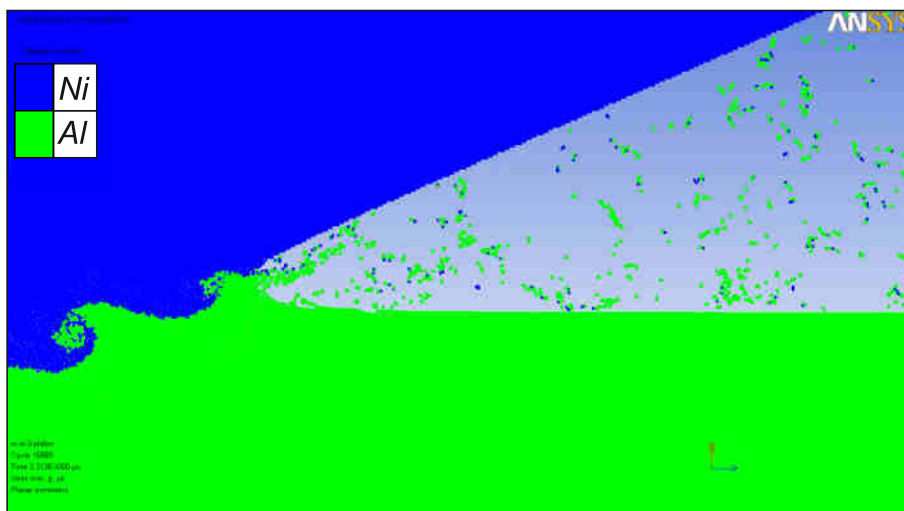


в

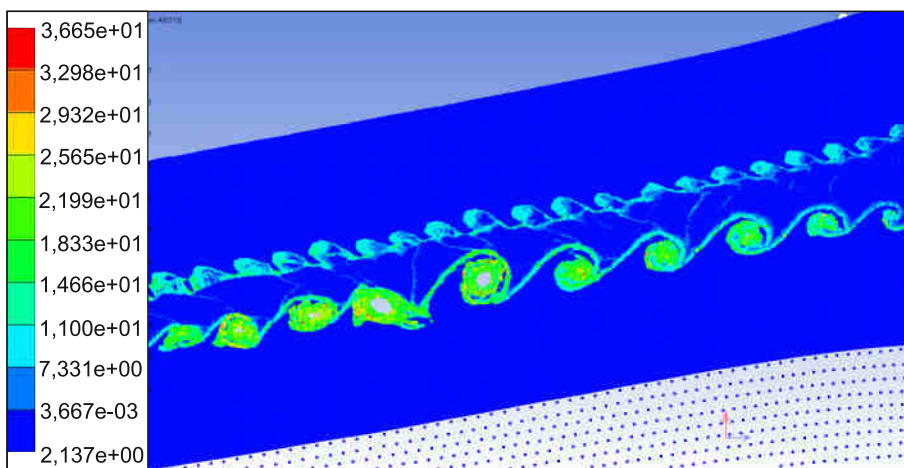
Рисунок 3.18 – Средняя толщина зоны перемешивания на границах соединения в многослойном композите «никель – алюминий» (швы 1 – 6, рисунок 3.12) (а), величина потерь кинетической энергии на границах соединения (б), зависимость толщины зоны перемешивания от величины потерь кинетической энергии (в)



а



б



в

Рисунок 3.19 – Результаты математического моделирования: Формирование кумулятивной струи на границе соединения при сварке взрывом пластин никеля и алюминия на границе типа «Al/Ni» (а), на границе типа «Ni/Al» (б). Распределение пластической деформации на границах соединения типа «Al/Ni» и «Ni/Al» (в)

сунок 3.19 в). Этот факт согласуется с представленными в таблице 3.4 данными о потере кинетической энергии.

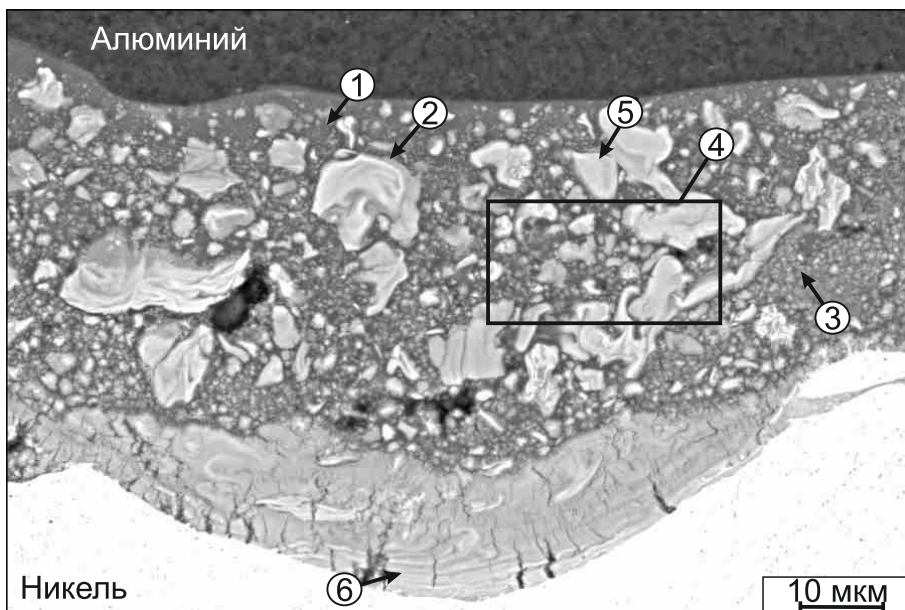
3.4. Структурные особенности зон перемешивания

Подробные исследования, проведенные с применением методов растровой электронной микроскопии, просвечивающей электронной микроскопии и микро-рентгеноспектрального анализа позволили выявить особенности тонкого строения зон перемешивания. Высокие скорости перемешивания и затвердевания материалов способствуют крайне неравномерному распределению никеля и алюминия в межграницных прослойках, о чем свидетельствуют результаты микро-рентгено-спектрального анализа (рисунок 3.20 а, таблица 3.5). В результате этого формируется зона перемешивания материалов, состоящая из неравномерно распределённых включений различной формы и химического состава размерами от 300 нм до 20 мкм.

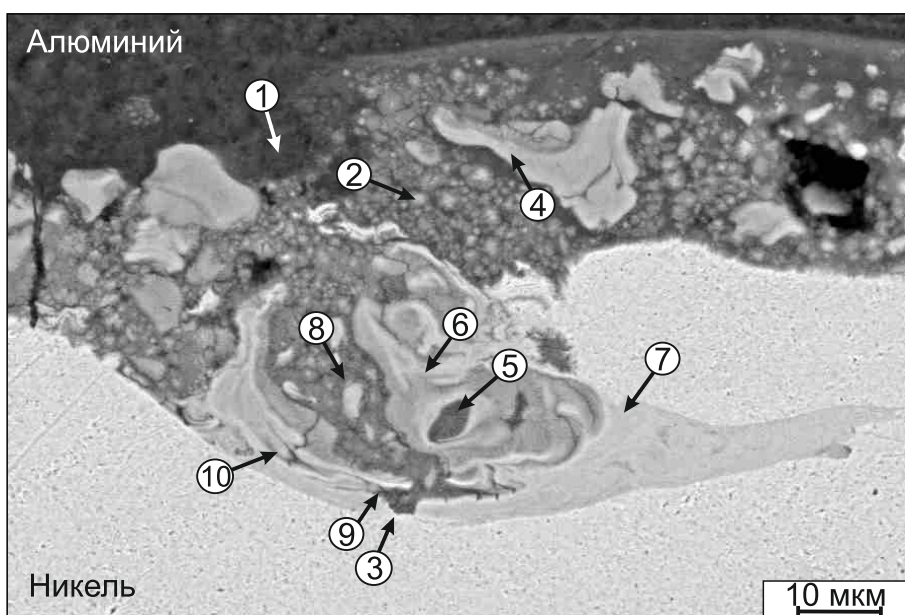
Таблица 3.5 – Результаты микро-рентгеноспектрального анализа зоны перемешивания на границе сваренных взрывом пластин никеля и алюминия

Номер участка на рисунке 3.20 а	Al, ат. %	Ni, ат. %
1	94	6
2	76	24
3	87	13
4	80	20
5	61	39
6	58	42

В некоторых зонах перемешивания наблюдался вихревой характер деформации материала (рисунок 3.20 б, 3.21). Подобный характер пластического течения является типичным для сварки взрывом и определяется параметрами процесса [115, 119, 123]. Какой-либо закономерности в расположении зон вихревого пе-

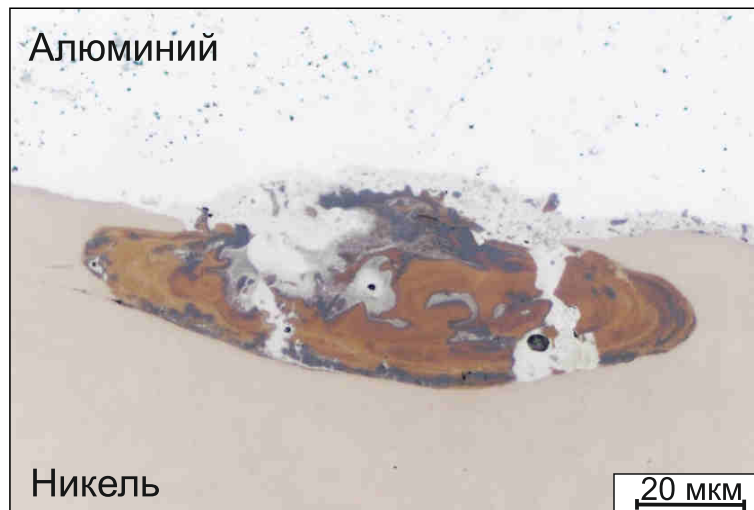


а

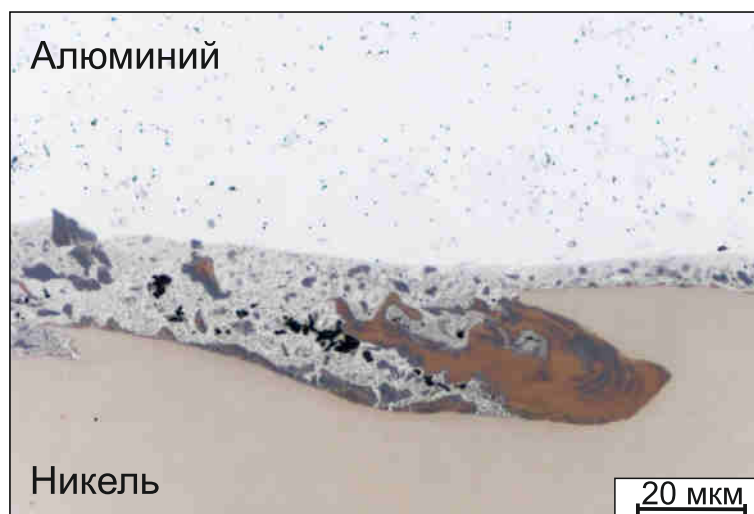


б

Рисунок 3.20 – Расположение участков, в которых проводился микрорентгеноспектральный анализ зоны перемешивания, образовавшейся на границе соединения между никелем и алюминием в результате сварки взрывом: а – участок зоны перемешивания без вихревых посторений, б – участок перемешивания с вихревой зоной



а



б



в

Рисунок 3.21 – Вихревые участки различной морфологии, формирующиеся в зоне перемешивания на границе соединения никеля и алюминия в процессе сварки материалов взрывом

решивания на границах соединения не зафиксировано. Обусловлено это рядом причин. Одна из них заключается в том, что при сварке взрывом многослойного пакета импульсы давления от соударения одной пары заготовок оказывают влияние на процессы, происходящие на других межслойных границах. Это, в свою очередь, вызывает изменения в кинетике соударения на различных участках образца, а соответственно, влияет и на формирование структуры разных зон. Кроме того, при одновременном соударении нескольких пластин с сильно различающимися физическими и механическими характеристиками процесс приобретает крайне сложный характер, что отражается на формировании профиля зоны перемешивания и приводит к непоследовательному формированию участков с четко выраженной вихревой структурой. Об интенсивном перемешивании материалов в вихревых зонах также свидетельствует широкий диапазон концентраций никеля и алюминия в данных участках (таблица 3.6, рисунок 3.20 б).

Следует отметить, что методом микрорентгеноспектрального анализа на границах соединения пластин присутствия кислорода в зонах перемешивания зафиксировано не было. Это подтверждает распространенную среди специалистов по сварке взрывом гипотезу о том, что оксидные пленки разрушаются при высокоскоростной деформации и удаляются из зоны соединения пластин кумулятивной струей, формирующейся из поверхностных слоев соединяемых металлов.

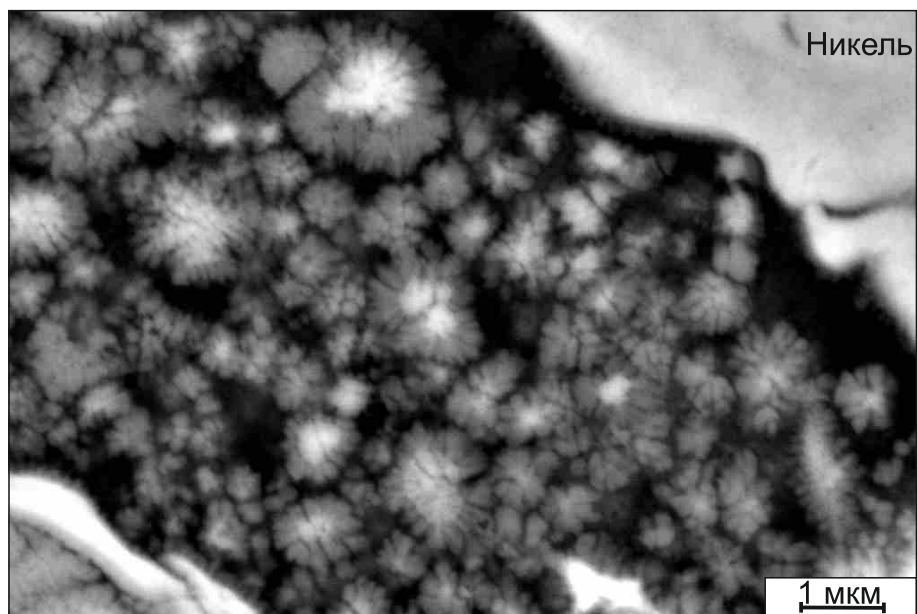
Таблица 3.6 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа зоны с вихревым течением материала на границе сваренных взрывом пластин никеля и алюминия

Номер участка на рисунке 3.20 б	Al, ат. %	Ni, ат. %
1	93	7
2	76	24
3	74	26
4	62	38
5	60	40
6	56	44

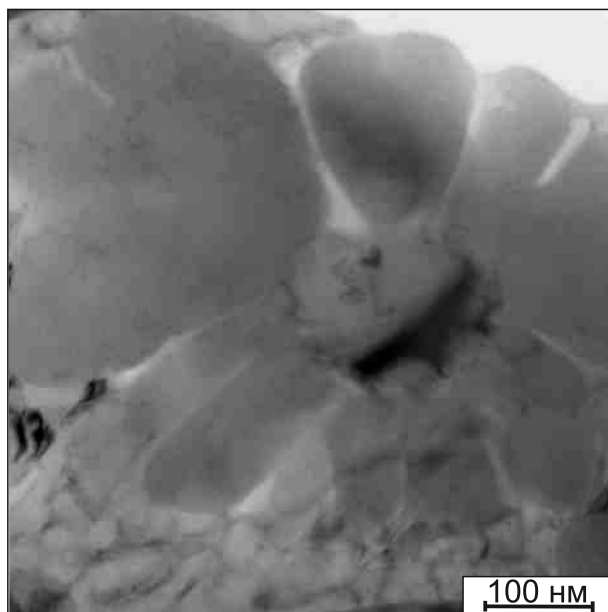
7	43	57
8	32	68
9	31	69
10	30	70

Согласно данным математического моделирования [148] формирование зон перемешивания характеризуется ускоренным затвердеванием жидкой фазы. При выполнении данной работы убедительным признаком того, что структура зон перемешивания была сформирована из жидкого состояния является дендритное строение высокодисперсных включений размером от 300 нм до 1 мкм. Большинство дендритных построений являются равноосными, что указывает на очень высокие степени переохлаждения расплава (рисунок 3.22 а). В результате измерений было установлено, что ось дендритов первого порядка имеет диаметр около 300 нм, а длина вторичных осей составляет ~ 80 нм. Таким образом, расстояние между вторичными осями крайне мало (рисунок 3.22 б). *Anantharaman* и *Suryanarayana* [161], используя эмпирическое уравнение, описали зависимость расстояния между вторичными осями дендритных кристаллов и скоростью охлаждения алюминиевых сплавов. В соответствии с их расчетами при расстоянии между осями второго порядка, составляющем 50 нм, скорость охлаждения расплава достигала 10^9 °C/с. Таким образом, полученные в диссертационной работе экспериментальные данные свидетельствуют о чрезвычайно высоких скоростях охлаждения зон перемешивания. Высокая скорость охлаждения объясняется малыми размерами данных зон и высокой скоростью отвода тепла в соседние объемы материала, не подвергнутые столь значительному деформационному и тепловому воздействию.

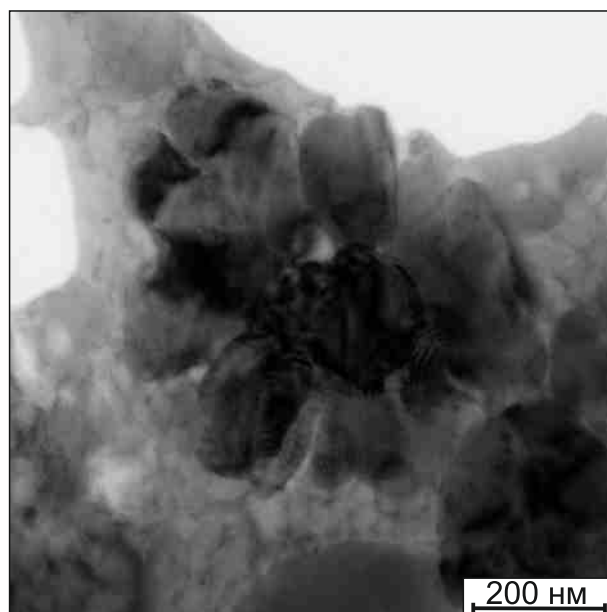
Высокие скорости перемешивания и охлаждения материалов приводят к формированию гетерогенной структуры с широким набором фаз. Анализ картин дифракции электронов позволил зафиксировать интерметаллидные фазы типа $NiAl_3$, $NiAl$, Ni_2Al_9 и декагональную фазу, обладающую квазикристаллической



а



б



в

Рисунок 3.22 – Дендритное строение высокодисперсных включений в области перемешивания материалов при сварке взрывом никеля и алюминия: а – растровая электронная микроскопия, б – просвечивающая электронная микроскопия

структурой (рисунок 3.23). Проведенные исследования показали, что участки с различным фазовым составом в объеме зон перемешивания располагаются случайным образом. Этот факт обусловлен несколькими причинами. Во-первых, процесс перемешивания при сварке взрывом длится лишь несколько микросекунд. В течение этого периода гомогенизация перемешанных зон завершиться не успевает. Другой причиной, влияющей на процесс структурообразования, является высокое давление, развивающееся в точке контакта. В реальных условиях эксперимента значения давления могут изменяться в разных участках образца в связи со сложной картиной взаимодействия ударных волн и волн разрежения. Этот факт был также подтвержден представленными ранее результатами численного моделирования. Таким образом, процессы затвердевания соседних участков могут иметь различную «предисторию», что обуславливает хаотичность расположения фаз по объему зон перемешивания.

Увеличение микротвердости в зонах перемешивания также подтверждает факт формирования твердых интерметаллидных фаз (рисунок 3.24). Следует подчеркнуть, что значения микротвердости в зонах перемешивания имеют широкие доверительные интервалы. Существенные колебания уровня микротвердости являются очевидным следствием неоднородности элементного и фазового состава отмеченных участков. Зафиксированный в работе диапазон значений (от 3500 до 7000 МПа) согласуется с литературными данными по свойствам различных интерметаллидных фаз на основе никеля и алюминия.

Следует отметить, что фаза Ni_2Al_9 и декагональная фаза являются метастабильными и обычно наблюдаются в структуре, сформированной методами, обеспечивающими высокие скорости охлаждения ($\sim 10^6$ °C/c), и, соответственно, высокие степени переохлаждения расплава. Среди таких методов можно отметить способ «*two-piston splat cooling*», заключающийся в схлопывании частиц расплавленного металла между быстро движущимися поршнями [18, 162], электромагнитное плавление [163], спинингование расплава [164].

В сваренных взрывом материалах метастабильные квазикристаллические структуры икосаэдрического типа наблюдались также при соединении титана и

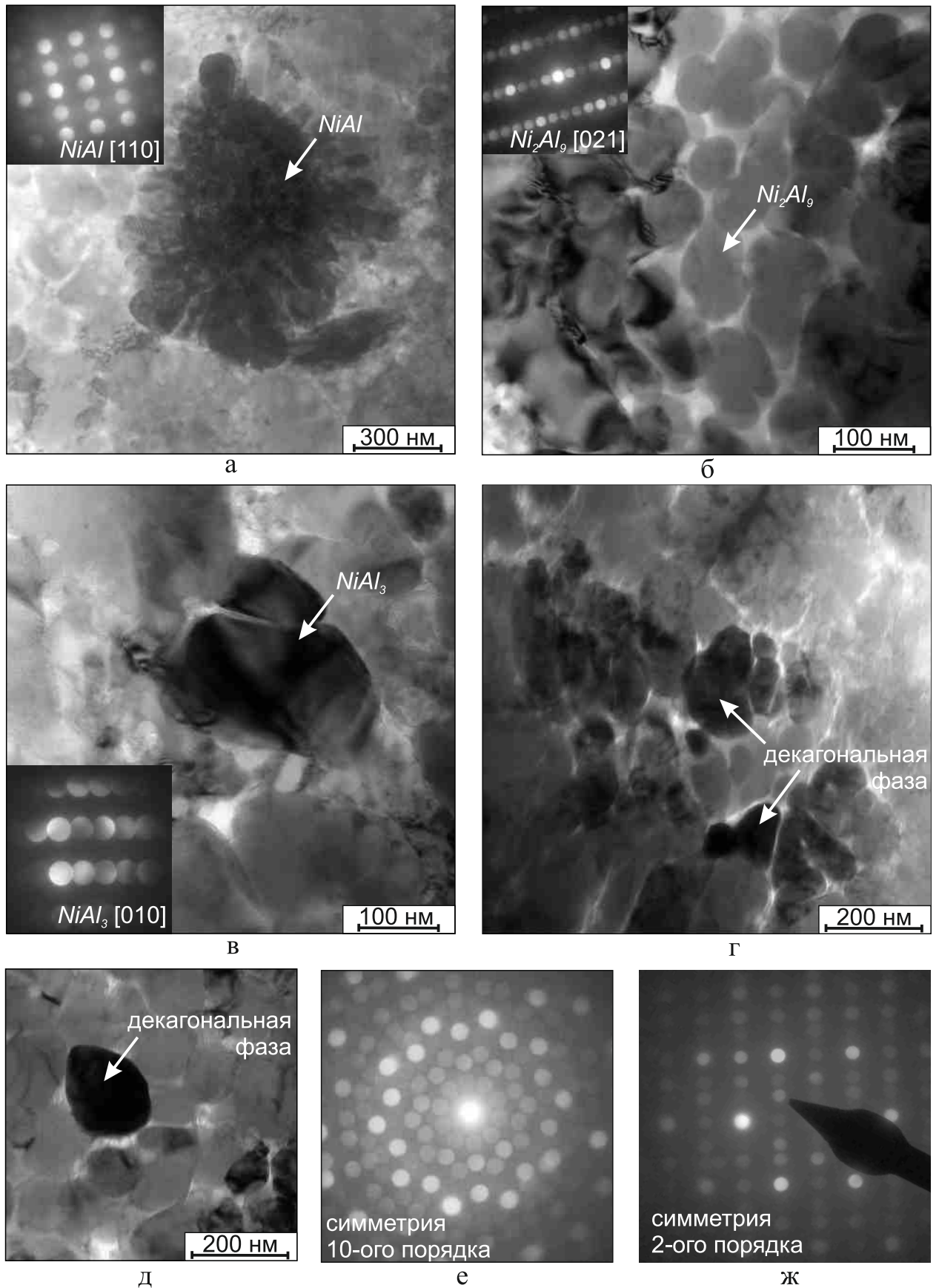


Рисунок 3.23 – Строение локальных участков зон перемешивания и соответствующие им картины электронной дифракции интерметаллидных фаз: а – $NiAl$; б – Ni_2Al_9 ; в – $NiAl_3$; г, д – декагональная фаза, е, ж – картины дифракции декагональной квазикристаллической фазы, снятые с различных плоскостей кристалла

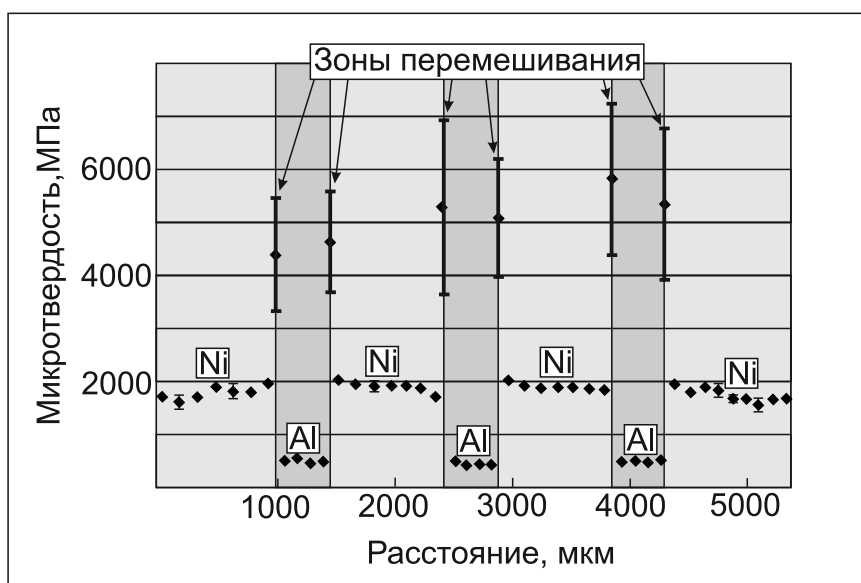


Рисунок 3.24 – Микротвердость многослойного композита «никель – алюминий», полученного по технологии сварки взрывом. Измерения проводились в поперечном сечении сварного пакета, параллельном направлению движения точки контакта

никеля, титана и стали [165, 166]. В системе «Ni – Al» квазикристаллы характеризуются двумерной декагональной симметрией (рисунок 3.23 е). Плоскость с квазипериодическим расположением атомов имеет вращательную симметрию 10-го порядка. В плоскости, перпендикулярной к ней, наблюдается типичное для классических кристаллов периодическое расположение атомов (рисунок 3.23 ж).

В литературе описано несколько критериев, используемых для предсказания и объяснения процесса формирования квазикристаллической структуры. В сплавах на основе алюминия важное условие её возникновения связано с количеством валентных электронов в атоме [164]. Другая система критериев была предложена в работе *Athanasiou* [167]. Им отмечалось, что квазикристаллы на основе алюминия и переходных металлов возникают при соблюдении следующих условий: скорость охлаждения должна быть не ниже 10^6 °C/с, соотношение атомных радиусов основных элементов сплава должно находиться в пределах $1,04 < R < 1,16$ и концентрация переходного металла должна составлять 14...25 %. На основании литературных данных можно сделать вывод о том, что декагональная фаза в системе «Ni–Al» формируется в диапазоне концентраций от 5 до 35 ат. % Ni [18, 162–164]. Следует отметить, что при содержании никеля в количестве 40 ат. % декагональная фаза в сплаве, согласно данным литературных источников, не была зафиксирована [18].

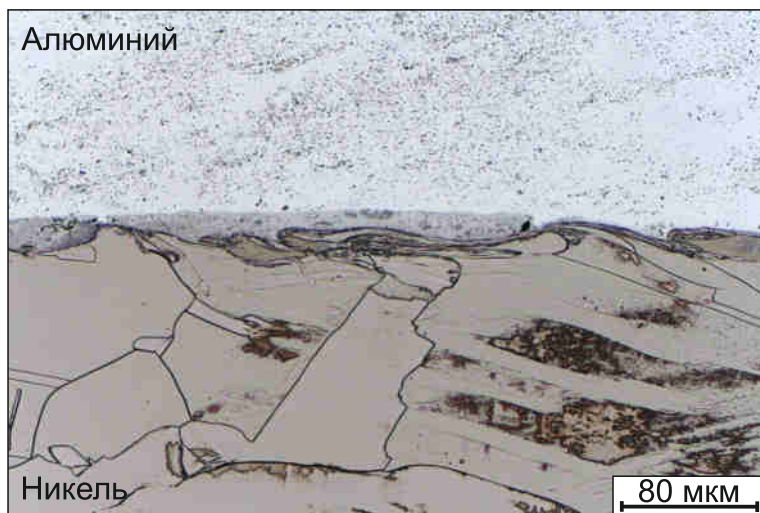
Результаты проведённого в данной работе энегродисперсионного анализа показали, что в полученных образцах среднее содержание никеля и алюминия в декагональной фазе составляет 39 и 61 ат. % соответственно. Это дает основание предположить, что диапазон концентраций элементов, в пределах которых может существовать декагональная фаза, шире, чем указано в отмеченных литературных источниках. Существование квазикристаллических фаз с повышенной концентрацией никеля может быть обусловлено чрезвычайно высокими скоростями охлаждения.

3.5 Исследование структуры никеля и алюминия вблизи межслойных границ в сваренных взрывом композитах

В представленной работе структура слоев никеля и алюминия оценивались на различных масштабных уровнях. Используя метод световой микроскопии, вблизи околошовных зон были выявлены следы пластической деформации материала, возникшие в процессе высокоскоростного нагружения (рисунок 3.25 а, б). Характер пластического течения материала надежно выявляется на основании исследования двойников в зёрнах никеля. Когерентные границы двойников в исходном никеле являются прямолинейными и, по этой причине, могут служить структурными метками. В сваренных взрывом образцах когерентные границы, как правило, искривляются. Причём кривизна границ существенно возрастает по мере приближения к межслойным границам (рисунок 3.25 б). Увеличение уровня микротвердости слоев никеля в результате сварки взрывом от ~ 1000 МПа (в отожженном состоянии) до 1900 МПа также является следствием пластической деформации материала (рисунок 3.24).

Выше упоминалось, что формирование структуры материала вблизи зон перемешивания происходит в условиях одновременного воздействия пластической деформации и высоких температур. Процесс структурообразования в околошовных зонах в этом случае хорошо описывается на основании классических представлений о процессах пластической деформации и одновременного термического воздействия на деформированный сплав. Результатом обжатия материала с большими степенями пластической деформации обычно является повышение плотности дислокаций и формирование различных дислокационных построений (ячеек, субзеренных границ, построений дисклинационного типа).

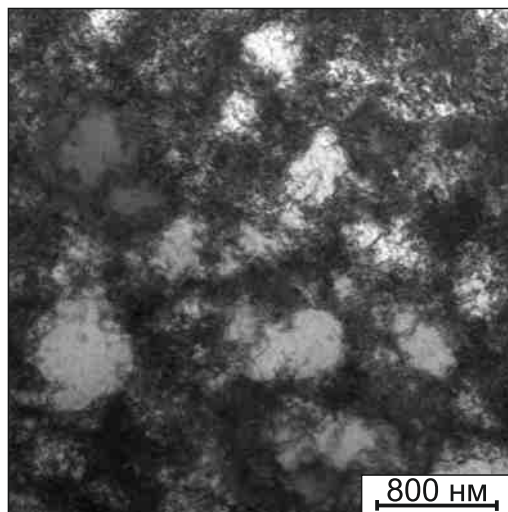
Характер дислокационных построений определяется, в первую очередь, степенью деформации и температурой нагрева материала. При выполнении данной работы после сварки взрывом в никелевой пластине наблюдали формирование дислокационной ячеистой структуры (рисунок 3.25 в, г). Размер образовавшихся у границы соединения субзерен никеля и алюминия составляет ~ 500 нм. В



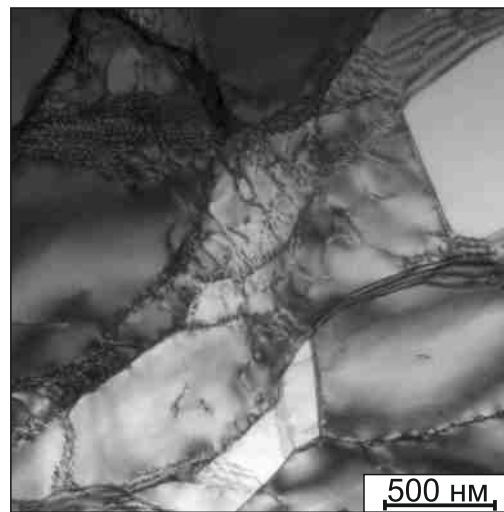
а



б



в



г

Рисунок 3.25 – Структура никеля и алюминия вблизи околошовных зон: а, б – следы пластического течения никеля вблизи вихревых зон, в – дислокационная ячеистая структура никеля, г – полигонизированная структура алюминия

работе [168] отмечалось, что такая структура является типичной для динамически деформированных материалов.

Термическое воздействие, проявляющееся в процессе сварки взрывом, являясь слабым с позиции перестройки дислокаций в никеле, в то же время позволяет в алюминиевой пластине преобразовать ячеистую дислокационную структуру в полигональную (рисунок 3.25 д). Склонность к развитию процессов полигонизации существенно зависит от температуры плавления, а также от энергии дефектов упаковки в деформируемом материале. В алюминии, имеющем низкую температуру плавления ($660\text{ }^{\circ}\text{C}$) и высокую энергию дефекта упаковки (166 мДж/м^2 [169]), процессы переползания и поперечного скольжения дислокаций, необходимые для полигонизации, развиваются достаточно легко. В то же время относительно высокая температура плавления никеля ($1455\text{ }^{\circ}\text{C}$) и умеренное значение энергии дефекта упаковки (125 мДж/м^2) замедляет протекание в нём полигонизационных процессов. Таким образом, реализующийся в процессе сварки взрывом температурно-временной режим был достаточен для полигонизации в алюминии, но недостаточен для развития полигонизационных процессов в никеле.

3.6 Выводы

1. Сварка взрывом является эффективным технологическим процессом формирования многослойных композиционных материалов типа «никель - алюминий». Тщательный контроль режимов соударения позволяет получать материалы, не содержащие макродефектов.

2. На границах соединения пластин никеля и алюминия в процессе сварки взрывом формируются протяженные зоны перемешивания материалов, толщина которых колеблется от 7 до 70 мкм. Показано, что размеры зон перемешивания хорошо коррелируют с величиной кинетической энергии, теряемой движущимися пластинами при соударении с неподвижной.

3. Зоны перемешивания материалов состоят из неравномерно распределённых включений различной формы и химического состава, имеющих размеры от 300 нм до 20 мкм. Включения величиной от 300 нм до 1 мкм представляют собой высокодисперсные кристаллы дендритной морфологии. Крайне неоднородный элементный состав зон перемешивания объясняется неравновесностью процессов, развивающихся при динамическом взаимодействии пластин. В отдельных случаях в зонах перемешивания зафиксированы следы вихревого течения материалов.

4. Методом дифракции электронов от отдельных включений в области перемешивания материалов обнаружено присутствие интерметаллидных фаз $NiAl_3$, $NiAl$, Ni_2Al_9 и декагональной фазы, обладающей квазикристаллической структурой. Образование метастабильной квазикристаллической фазы и неравновесного соединения Ni_2Al_9 обусловлено высокой скоростью охлаждения при затвердевании зон перемешивания.

5. Установлено, что среднее содержание никеля и алюминия в декагональной фазе составляет 39 и 61 ат. % соответственно. Это дает основание утверждать, что диапазон концентраций элементов, в пределах которых может существовать декагональная фаза, шире, чем указывалось в опубликованных ранее работах.

6. 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 с размерами субзерен $\sim 0,5$ мкм.

7. По данным микрорентгеноспектрального анализа на границах соединения пластин из разнородных материалов отсутствуют оксидные пленки, которые могут препятствовать активному развитию диффузионных процессов при последующей термической обработке полученных композитов.

8. Численным моделированием в программном комплексе *AUTODYN 15.0* 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 грани-

це, процессы пластической деформации в приграничном слое, 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.

4 МЕТАЛЛ-ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ПОЛУЧЕННЫЕ ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ МНОГОСЛОЙНЫХ ПАКЕТОВ ИЗ НИКЕЛЯ И АЛЮМИНИЯ

4.1 Получение металл-интерметаллидных композитов путем отжига сваренных взрывом многослойных заготовок «никель – алюминий»

Структурный анализ материалов, результаты которого представлены в третьей главе диссертационной работы, показал, что на межслойных границах сваренных взрывом композитов формируются неоднородные по составу зоны перемешивания, содержащие интерметаллидные частицы различного химического и фазового состава. В сложной по составу и строению структуре был зафиксирован широкий спектр стабильных и метастабильных интерметаллидов. В данном разделе показано, что последующий отжиг сваренных взрывом композитов приводит к зарождению и быстрому росту слоев стабильных интерметаллидов на границах между пластинами никеля и алюминия. Такой подход позволяет получать слоистые металл-интерметаллидные композиты — новый класс материалов, широко исследуемых в настоящее время различными коллективами специалистов [42–47, 53, 57, 66, 64, 77, 40, 112, 127–129, 130–132, 133–140].

В процессе термической обработки в зонах перемешивания разнородных материалов происходят сложные фазовые преобразования, оказывающие влияние на процесс формирования интерметаллидных прослоек, в частности, на скорость роста стабильных интерметаллидов, и представляющие по этой причине научный и практический интерес. В большинстве работ, связанных с формированием интерметаллидных прослоек в сваренных взрывом композитах, данный вопрос отражен слабо. По этой причине в диссертационной работе особое внимание уделялось процессам зарождения и роста интерметаллидов в зонах перемешивания материалов, расположенных на межслойных границах.

Следует отметить, что получение слоистых металл-интерметаллидных композитов по технологии отжига сваренных взрывом заготовок имеет ряд преиму-

ществ по сравнению с другими технологическими процессами получения подобных материалов. В первую очередь, это обусловлено высокой скоростью формирования интерметаллидных слоев в сваренных взрывом заготовках. Для того чтобы сравнить эффективность метода, основанного на отжиге сваренных взрывом заготовок, слоистые композиты «Al – Ni» получали также с использованием альтернативного подхода, заключающегося в заливке жидкого алюминия в зазоры между никелевыми пластинами. Полученный по такой технологии композиционный материал подвергался отжигу одновременно со сваренными взрывом образцами. Кинетика роста интерметаллидов и структурные особенности слоистых композитов сравнивались между собой.

Термическую обработку композитов выполняли при 550 °C и 620 °C. Обоснование выбора температур отжига приведено в следующих разделах. Выдержка образцов при повышенных температурах варьировалась от 5 минут до 10 часов.

4.1.1. Структура металл-интерметаллидного композита, сформированного в процессе термической обработки при 620 °C сваренных взрывом слоистых заготовок «никель – алюминий»

Выбор температуры термической обработки для получения металл-интерметаллидных композитов из сваренных взрывом заготовок обусловлен рядом факторов. Во-первых, с целью ускорения диффузионных процессов термическую обработку экономически целесообразно проводить при более высоких температурах. Однако, при 640 °C между никелем и алюминием образуется эвтектика Al – Al₃Ni. Для того чтобы избежать появления жидкой фазы и сохранить целостность композита, нагрев материала необходимо проводить до температуры образования эвтектики. С учетом отмеченных обстоятельств для проведения термической обработки была выбрана температура 620 °C. Такой же уровень нагрева рекомендуется в ряде литературных источников [49, 50, 136, 137]. Для того чтобы проследить особенности формирования структуры и роста интерметаллидных

прослойк с течением времени, длительность выдержки заготовок в печи составляла 5 мин., 10 мин., 30 мин., 1 ч, 2 ч, 3 ч, 5 ч, 10 ч.

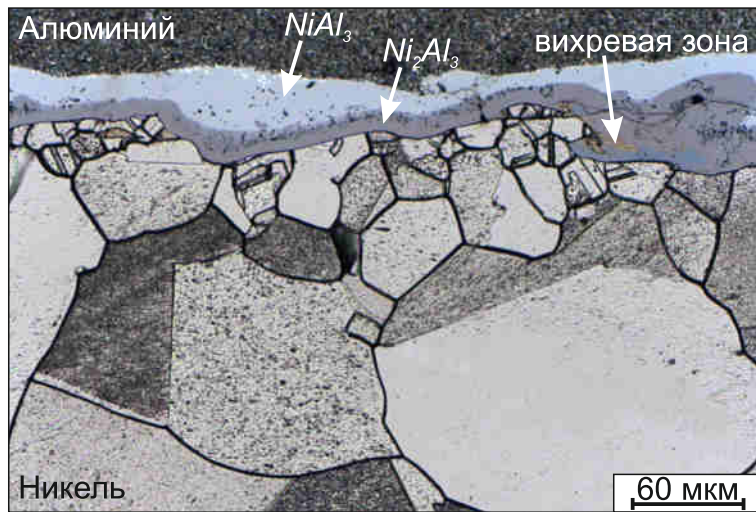
Методом оптической металлографии было установлено, что уже после 5 минут выдержки при $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ в слоистых пакетах на месте зон перемешивания образуются двухфазные интерметаллидные прослойки, толщина которых колеблется в диапазоне от 20 до 37 мкм. Тем не менее, после столь краткой выдержки зоны перемешивания полностью преобразоваться не успевают. В частности, в термически обработанных образцах были зафиксированы участки с характерным для сварки взрывом вихревым течением материала (рисунок 4.1 а, б). После тридцатиминутной выдержки эти участки полностью исчезают и на их месте возникают прослойки стабильных интерметаллидных фаз (рисунок 4.1 в), общая толщина которых достигает ~ 53 мкм. Отжиг в течение 10 часов при $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ сопровождается увеличением толщины интерметаллидных прослоек до 90 мкм (рисунок 4.1 г).

Методами рентгенофазового и микрорентгеноспектрального анализа было установлено, что прослойки, формирующиеся со стороны алюминия и никеля, представляют собой интерметаллидные фазы $NiAl_3$ и Ni_2Al_3 соответственно (рисунок 4.2, 4.3, таблица 4.1).

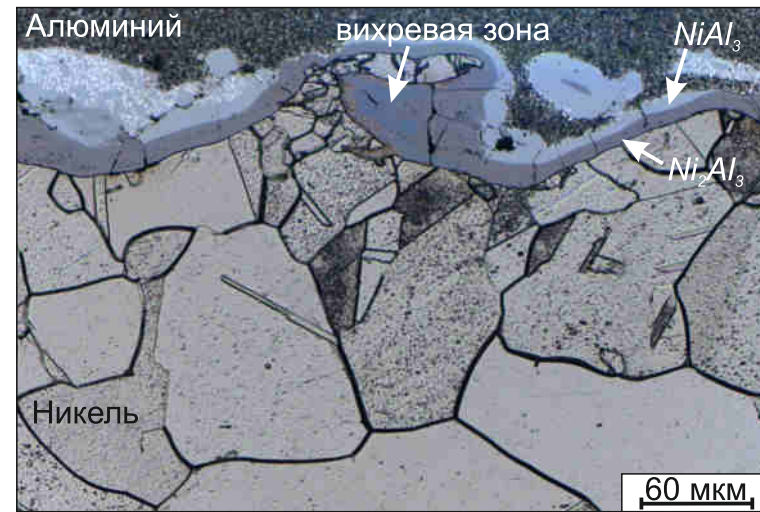
Таблица 4.1 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа интерметаллидной прослойки, возникшей на границе никеля и алюминия в процессе отжига при $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ (длительность отжига 1 час)

Номер спектра на рисунке 4.2 б	Al, ат.%	Ni, ат.%
Спектр 1	39,8	40,2
Спектр 2	75,0	25,0

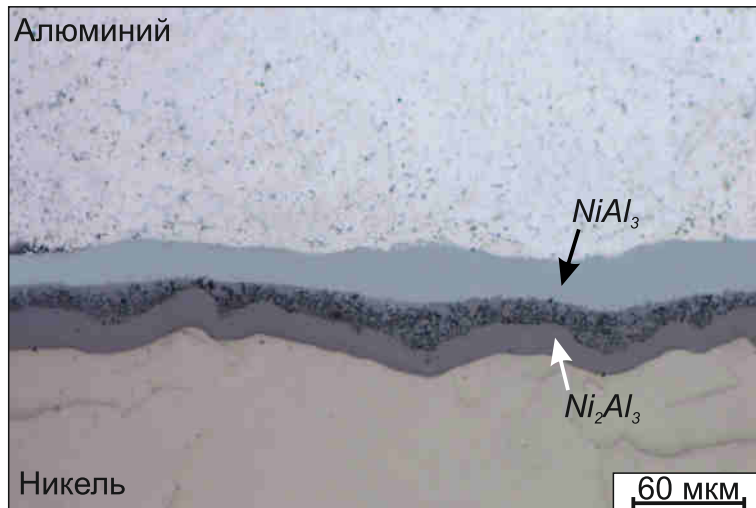
После десятичасового отжига при $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ средняя толщина прослойки Ni_2Al_3 в несколько раз превышает толщину интерметаллида $NiAl_3$. В первом разделе работы уже отмечалось, что скорость роста интерметаллидных фаз определяется термодинамическими факторами [53, 45, 170], в частности, константой скорости



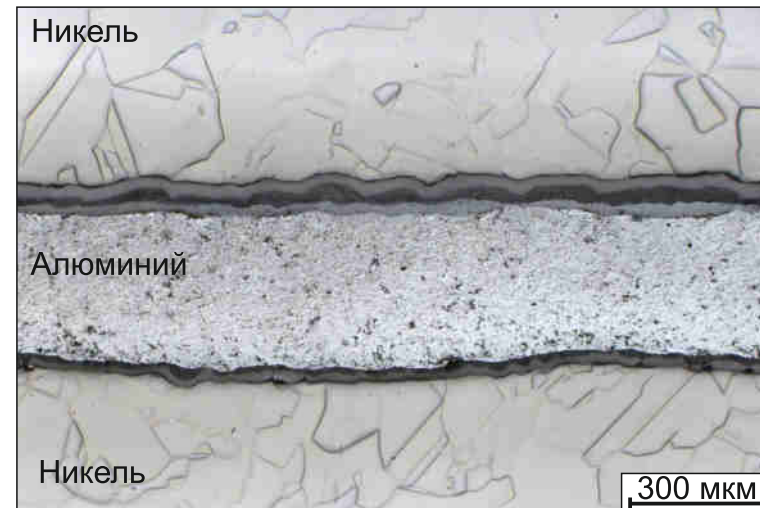
а



б

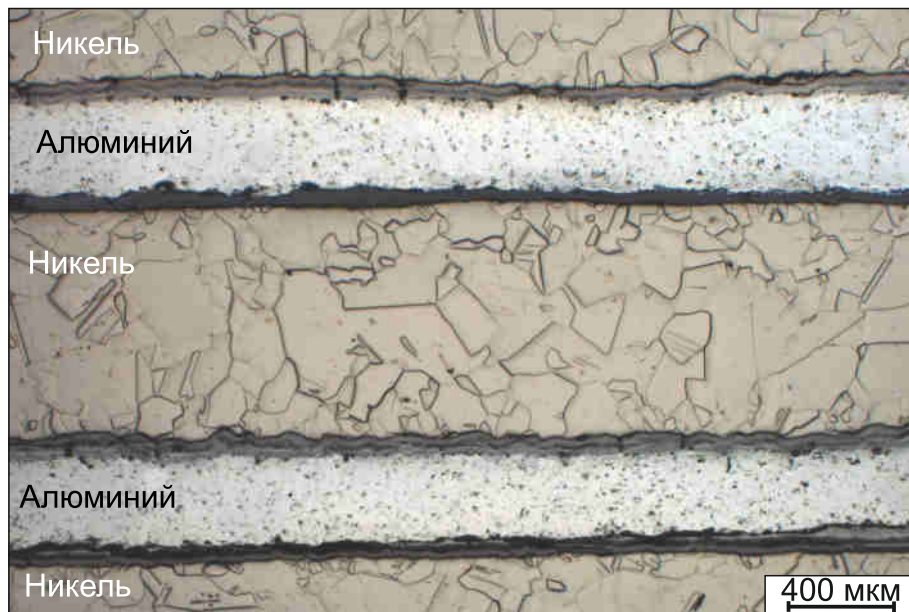


в

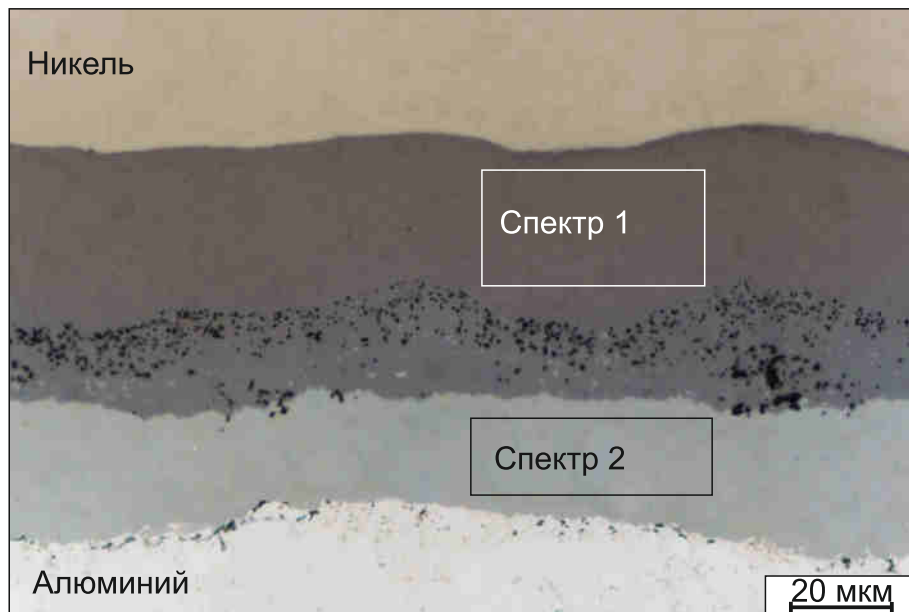


г

Рисунок 4.1 – Структура интерметаллидных прослоек, формирующихся в процессе отжига при $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ в слоистых заготовках «Ni – Al», полученных сваркой взрывом: а, б – отжиг в течение 10 минут, в – отжиг в течение 30 минут, г – отжиг в течение 5 часов



а



б

Рисунок 4.2 – Структура композита, сформированного в процессе отжига при $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ слоистых заготовок «Ni – Al», сваренных взрывом: а – общий вид слоистой структуры, б – строение интерметаллидной прослойки, в – результаты рентгенофазового анализа

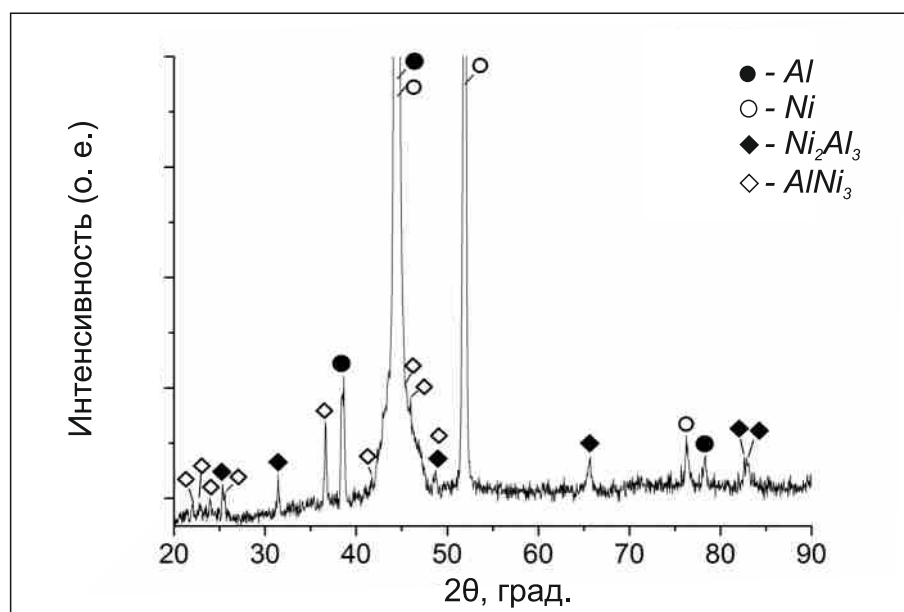


Рисунок 4.3 – Результаты рентгенофазового анализа композита, сформированного в процессе отжига при $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ слоистых заготовок « $Ni-Al$ », сваренных взрывом

химической реакции K , которая, в свою очередь, зависит от энергии активации и от температуры реакции:

$$K = K_0 \times \exp\left(-\frac{E}{RT}\right), \quad (5.1)$$

где K_0 – предэкспоненциальный множитель, E – энергия активации реакции (Дж), R – универсальная газовая постоянная ($R = 8,314$ Дж/(моль · К)), T – температура (К).

Расчеты термодинамических показателей фаз $NiAl_3$ и Ni_2Al_3 для пары «никель – алюминий» при температурах, не превышающих температуру плавления алюминия, достаточно подробно отражены в литературных источниках. Например, в работах [49, 70] приведены расчетные значения энергии активации и коэффициента химической реакции K , а также показано, что толщина прослойки Ni_2Al_3 в зависимости от температуры отжига в 5...10 раз больше прослойки $NiAl_3$.

Структурные изменения в никеле, происходящие при отжиге сварного намета

После 10 минут отжига вблизи сильнодеформированных околошовных зон наблюдается рекристаллизация никеля. На месте деформированных крупных исходных зёрен возникают новые мелкие кристаллиты размером ~10 мкм (рисунок 4.1 а, б). Известно, что процессы преобразования дислокационной структуры при отжиге технически чистого деформированного никеля в зависимости от степени деформации начинают развиваться в интервале температур 350...600 °С [171]. О снижении степени наклепа и релаксации напряжений в никеле свидетельствует падение уровня его микротвёрдости от 1900 до 1000 МПа (рисунок 4.4). Следует отметить, что твёрдость снижается по всему сечению никелевой пластины, а не только вблизи околошовных зон. Тем не менее, в центральных зонах никелевых пластин рекристаллизация не проявляется. Обусловлено это малой степенью деформации материала и малой плотностью дислокаций, формируемых в центральных зонах никелевых пластин в процессе сварки взрывом. Движущая сила процесса рекристаллизации в этих зонах недостаточна для возникновения новых зёрен при нагреве до 620 °С. Падение твёрдости в центре никелевых пластин обусловлено проявлением процессов полигонизации.

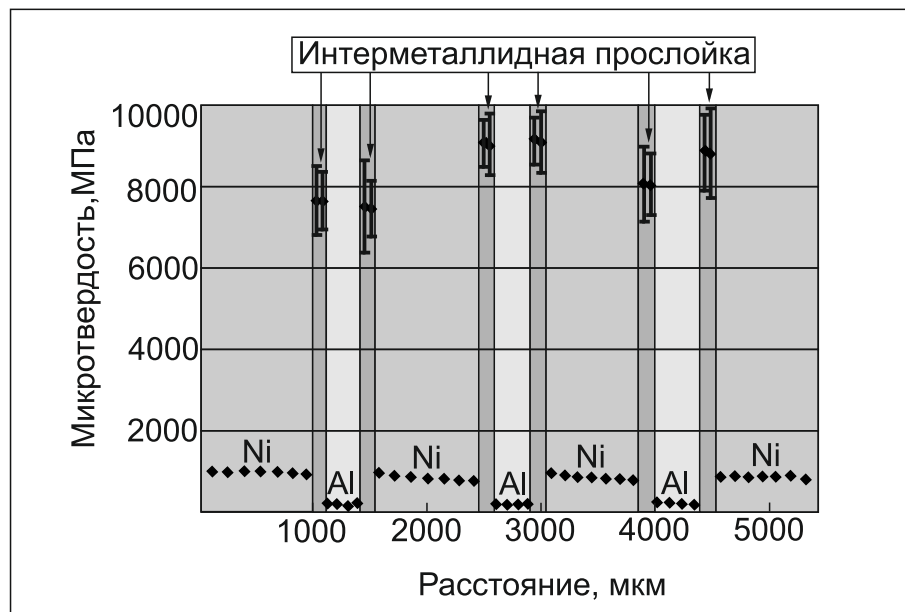


Рисунок 4.4 – Микротвердость многослойного композита типа «металл - интерметаллид» полученного по технологии сварки взрывом и последующего отжига при температуре 620 °С. Измерения проведены на поперечном шлифе в плоскости, параллельной направлению движения точки контакта

4.1.2 Особенности зарождения и роста интерметаллидных прослоек на границах сваренного взрывом композита «никель – алюминий» при нагреве до 550 °С

Глубокое изучение процессов зарождения и роста интерметаллидов при отжиге сваренных взрывом образцов является одной из важных задач данной работы, так как позволяет сформировать более полное представление о механизме перехода зоны перемешивания разнородных материалов в сплошной интерметаллидный слой.

В предыдущем разделе отмечалось, что уже после 5 минут выдержки при 620 °С неоднородные по химическому составу зоны перемешивания практически полностью трансформируются в сплошные интерметаллидные прослойки. Обусловлено это высокой скоростью развития диффузионных процессов при повышенных температурах. В то же время, активная диффузия при 620 °С затрудняет поэтапное наблюдение процессов зарождения и роста стабильных интерметаллидов. Для решения этой задачи была проведена серия экспериментов с нагревом образцов до 550 °С. Учитывая, что энергия активации диффузии никеля в алюминии составляет 145 кДж/моль [172], а алюминия в никеле — 216 кДж/моль [173], снижение температуры нагрева от 620 °С до 550 °С приводит к уменьшению коэффициентов диффузии никеля в алюминии и алюминия в никеле в 5 и 12 раз соответственно. Таким образом, снижение температуры нагрева позволяет существенно замедлить диффузионные процессы и следить за процессами зарождения и роста интерметаллидов.

Исследования полученных образцов проводились с использованием методов оптической металлографии и растровой электронной микроскопии. Для определения фазового и элементного состава прослоек на различных этапах термической обработки использовались методы рентгенофазового и микрорентгеноспектрального анализа.

Схематически этапы структурных преобразований по мере увеличения продолжительности отжига на границах «Al/Ni» представлены на рисунке 4.5. Структурные процессы, подробно поясняющие данную схему, описаны ниже.

Экспериментально установлено, что первые структурные изменения в зоне перемешивания происходят уже после пяти минут выдержки при 550 °С. По данным рентгенофазового анализа в процессе пятиминутного отжига находящиеся в метастабильном состоянии соединения Ni_2Al_9 и декагональная фаза распадаются. В структуре присутствуют только интерметаллиды $NiAl_3$ и $AlNi$ (рисунок 4.6 а, б). В результате диффузионных преобразований, происходящих при пятиминутной выдержке, согласно данным рентгенофазового и микрорентгеноспектрального анализа, в структуре присутствуют только интерметаллиды $NiAl_3$ и $AlNi$ (рисунок 4.6 а, б, таблица 4.2). Спектр 2 на анализируемом участке соответствует по составу фазе $NiAl_3$, спектр 4 — фазе $AlNi$. Процесс образования фазы $NiAl_3$ сопровождается растворением включений зоны перемешивания, о чем свидетельствуют структурные преобразования на рисунке 4.6 а.

Диффузионные процессы на границе алюминия и зоны перемешивания приводят к формированию участков твёрдого раствора никеля в алюминии. На рисунке 4.6 а зона твёрдого раствора выглядит в виде белого слоя (таблица 4.2, спектр 1). Следует отметить, что растворимость никеля в алюминии чрезвычайно мала. При понижении температуры она резко снижается. По этой причине в светлой зоне присутствуют высокодисперсные частицы соединения $NiAl_3$, выделяющиеся из твёрдого раствора в процессе охлаждения материала. Образование фазы Ni_2Al_3 после 5 минут отжига было зафиксировано лишь методом микрорентгеноспектрального анализа (рисунок 4.6 а, таблица 4.2 – спектр 3). В то же время, в связи с малой объёмной долей методом рентгенофазового анализа обнаружить её не удалось.

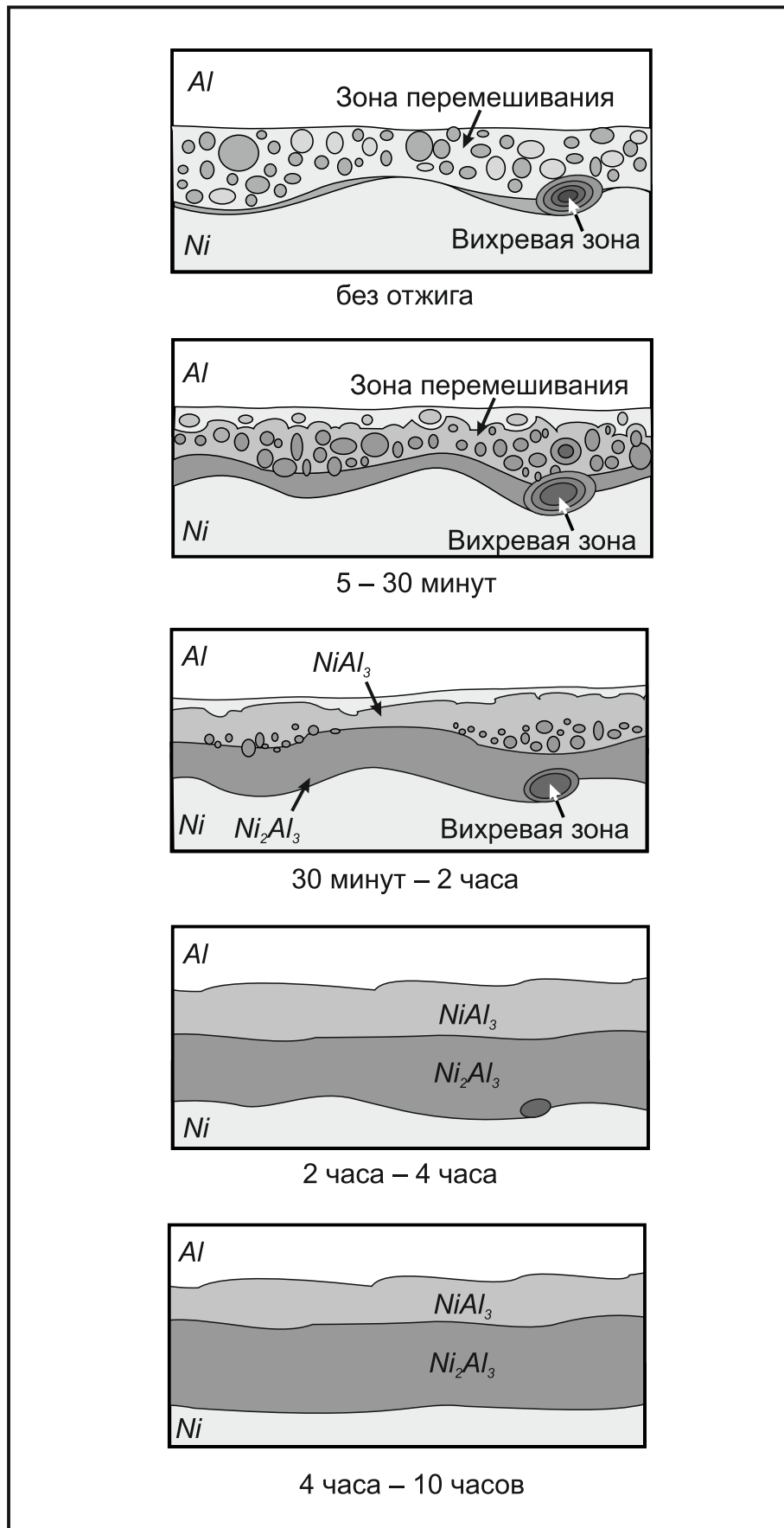
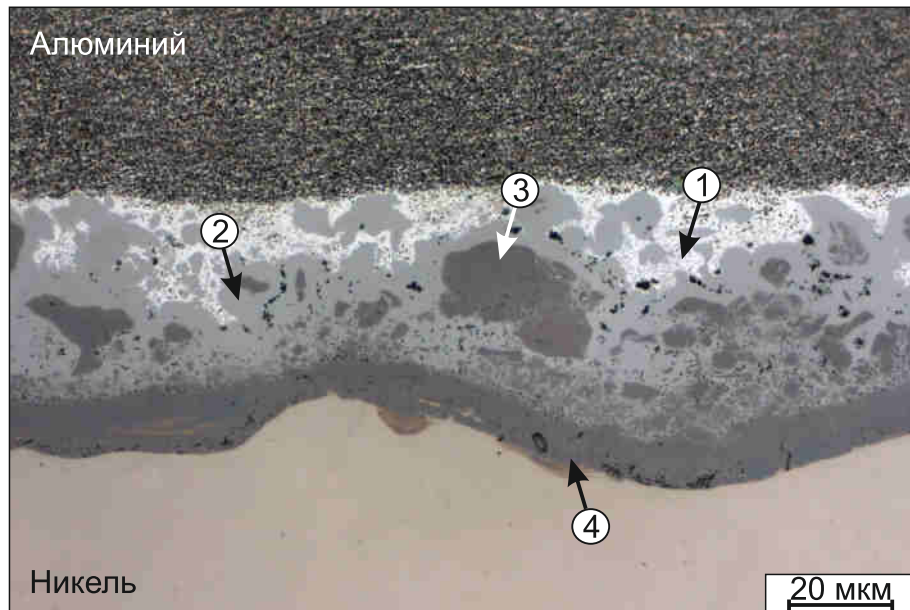
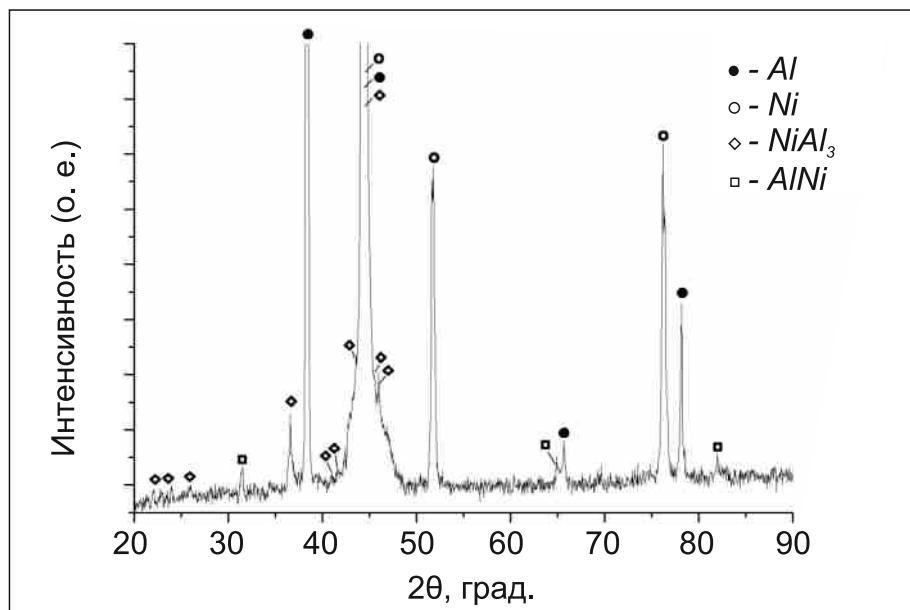


Рисунок 4.5 – Схема, отображающая этапы преобразования зоны перемешивания материалов в интерметаллидную прослойку на границах раздела типа «Al/Ni» в процессе отжига при 550 °C



а



б

Рисунок 4.6 – Интерметаллидная прослойка, формирующаяся в процессе отжига при 620 °С в слоистых заготовках «Ni – Al», полученных сваркой взрывом: а – структура после 5 минут отжига, б - результаты рентгенофазового анализа

Таблица 4.2 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа прослойки, возникшей в течение пятиминутного отжига на границе сварки пластин никеля и алюминия

Номер спектра на рисунке 4.6 а	Al, ат.%	Ni, ат.%
1	98,4	1,6
2	75,3	24,7
3	61,0	39,0
4	51,4	48,6

Увеличение длительности отжига до 30...60 минут сопровождается дальнейшим растворением крупных включений в фазе $NiAl_3$, по этой причине включения становятся более редкими и мелкими, чем после пятиминутного отжига (рисунок 4.7 а). В то же время со стороны никеля при увеличении продолжительности выдержки постепенно формируется стабильный слой, содержащий ~60 ат. % Al и ~40 ат. % Ni (рисунок 4.7, таблица 4.3 — участки 5, 7, 9). С течением времени его толщина возрастает. Сравнение данных энергодисперсионного и рентгенофазового анализа после 2 часов отжига свидетельствует о том, что данный слой представляет собой интерметаллид типа Ni_2Al_3 (рисунок 4.8 а). В это же время со стороны алюминия продолжает формироваться слой фазы $NiAl_3$ (таблица 4.3, рисунок 4.7 — участки 4, 6, 8).

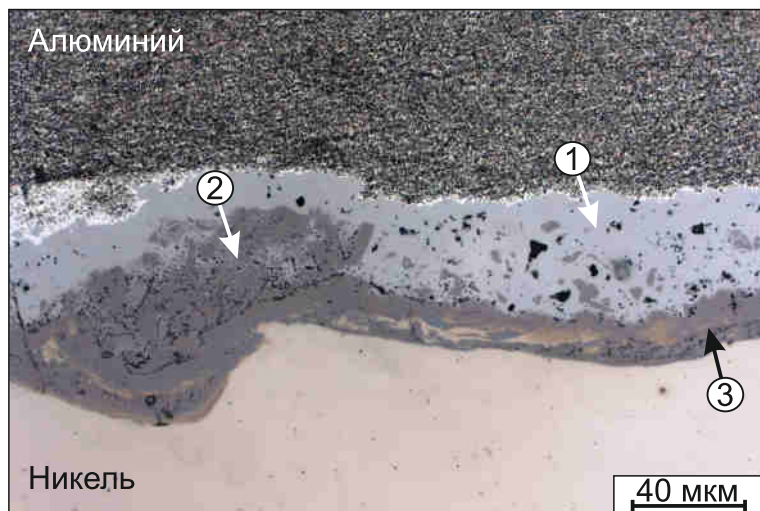
Таблица 4.3 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа прослойки, возникшей на границе сваренных взрывом пластин никеля и алюминия в процессе отжига длительностью 1, 2, 4 и 10 часов при температуре 550 °С

Номер спектра на рисунке 4.7 а – г	Al, % ат.	Ni, % ат.
1	75,1	24,9
2	60,0	40,0
3	46,8	53,2
4	75,0	25,0

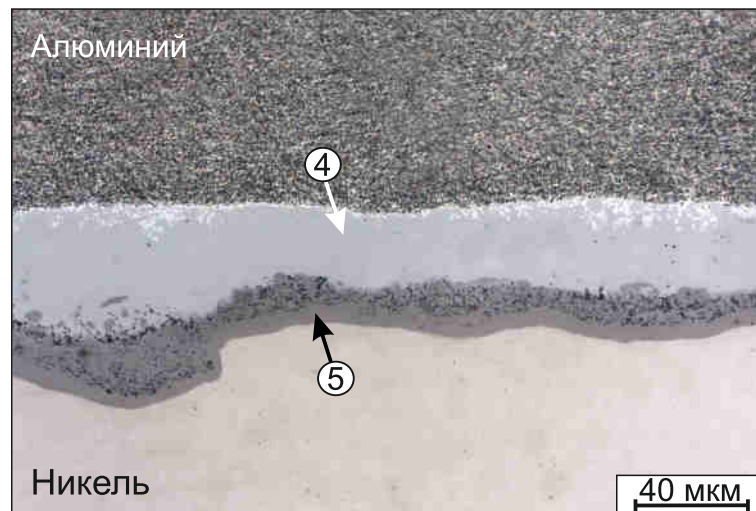
5	59,8	40,2
6	75,2	24,8
7	60,4	39,6
8	75,0	25,0
9	60,2	39,8

В процессе четырехчасовой термической обработки фаза $AlNi$ полностью растворяется и интерметаллидный слой состоит из приблизительно равных по толщине прослоек $NiAl_3$ (со стороны алюминия) и Ni_2Al_3 (со стороны никеля) (рисунки 4.7 в, 4.8 б). При дальнейшем увеличении времени выдержки до десяти часов доминирующей становится фаза Ni_2Al_3 (рисунок 4.7 г).

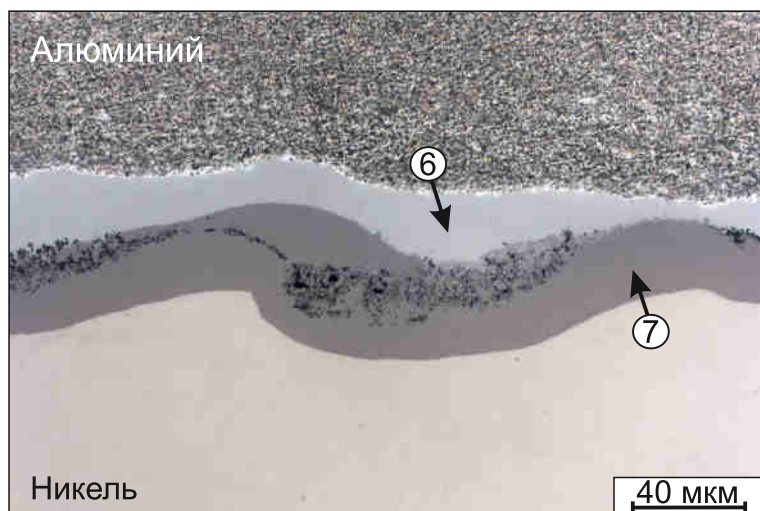
Структурные преобразования и выравнивание концентрации элементов в вихревых зонах происходят дольше, чем в других участках прослойки (рисунок 4.9 а, б, таблица 4.4). После трех часов отжига вихревые зоны по химическому составу все еще неоднородны (рисунок 4.9 в, таблица 4.4), несмотря на то, что в других участках диффузионная прослойка уже содержит только две стабильные фазы: $NiAl_3$ со стороны алюминия и Ni_2Al_3 – со стороны никеля. Обусловлено это несколькими факторами. Во-первых, вихревые зоны образуются в результате интенсивного перемешивания материалов и характеризуются повышенным содержанием никеля. Во-вторых, вихревые зоны нередко располагаются обособлено и по периметру окружены слоем никеля. Таким образом, насыщенные никелем вихревые построения взаимодействуют с диффундирующим алюминием в последнюю очередь, когда интерметаллидная прослойка «дорастает» до вихревых зон.



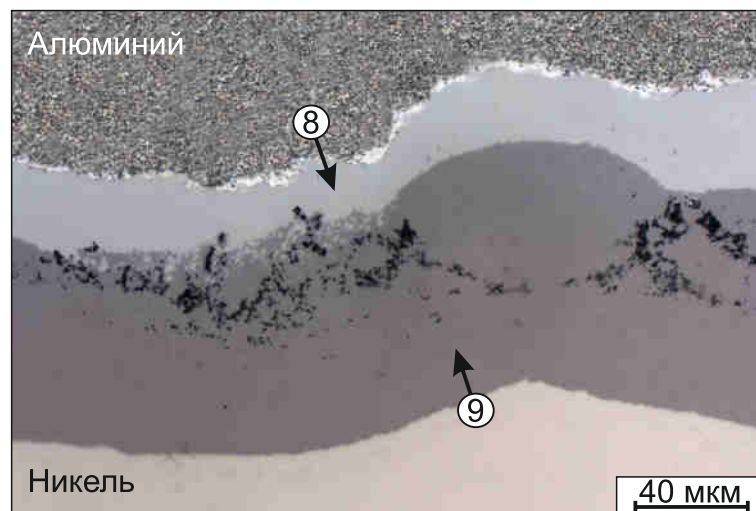
а



б

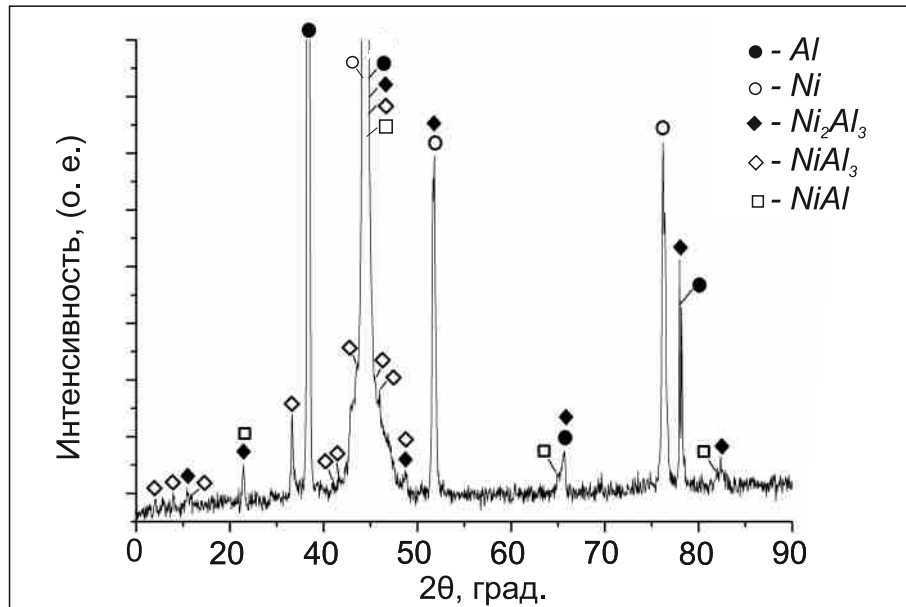


в

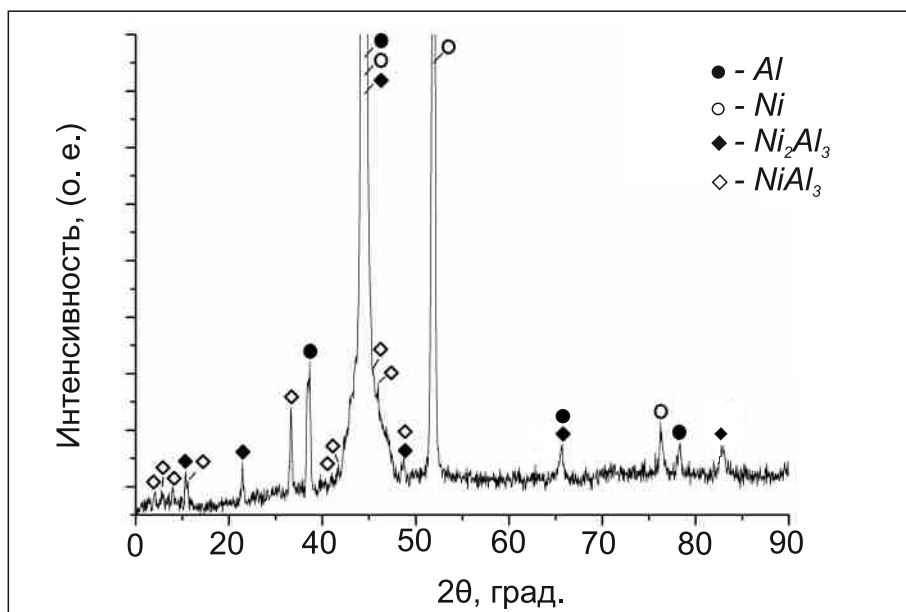


г

Рисунок 4.7 – Интерметаллидные прослойки, формирующиеся в процессе отжига при 550 °С в слоистых заготовках «Ni – Al», полученных сваркой взрывом: а – отжиг в течение 1 часа, б – 2 часов, в – 4 часов, г – 10 часов

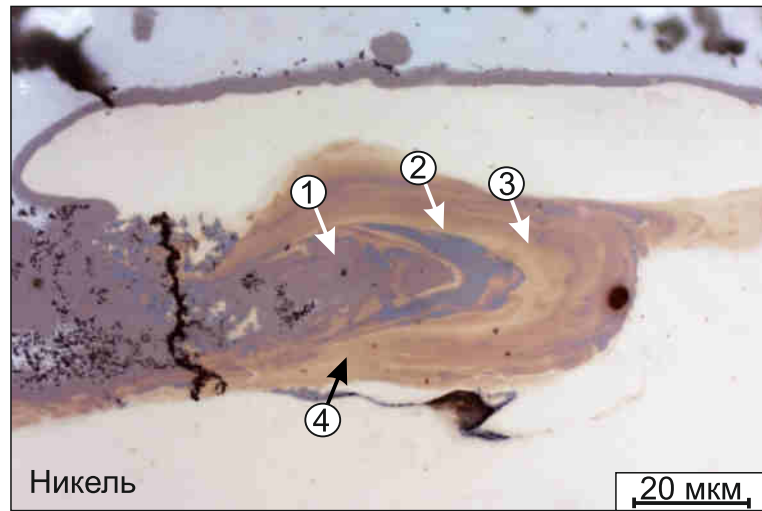


а

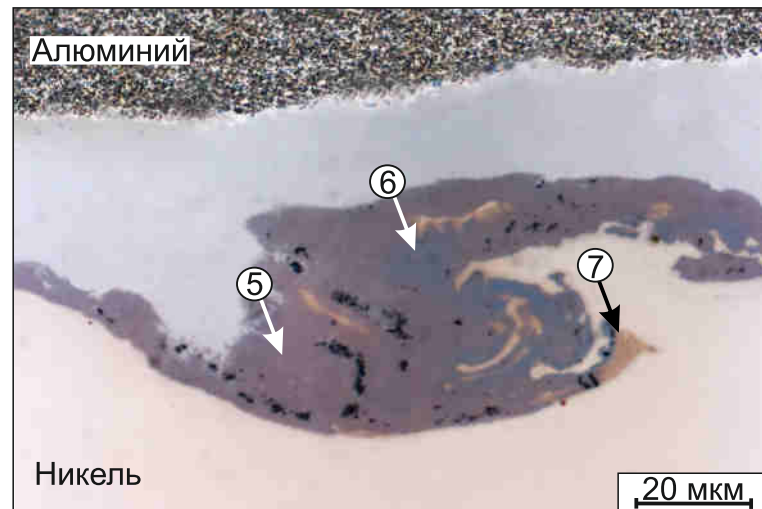


б

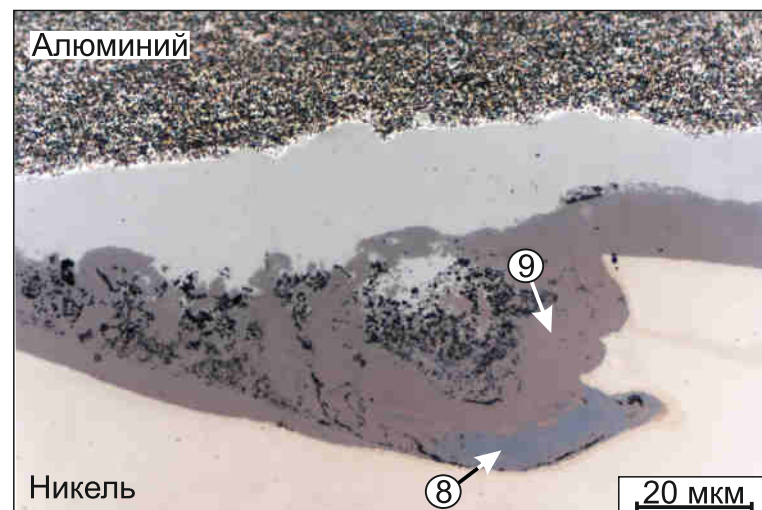
Рисунок 4.8 – Результаты рентгенофазового анализа слоистых композитов « $Ni-Al$ », полученных сваркой взрывом и отожженных при $550^\circ C$ в течение 1 часа (а) и 4 часов (б)



а



б



в

Рисунок 4.9 – Структурные изменения, происходящие в процессе отжига при температуре 620 °С в вихревых участках зоны перемешивания: а – после 30 минут отжига, б – после 2 часов отжига, в – после 3 часов отжига

Таблица 4.4 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа вихревых зон в сваренных взрывом образцах (после 5 минут, 30 минут и 10 часов отжига при температуре 550 °С)

Номер спектра на рисунке 4.9 а – в	Al, ат. %	Ni, ат. %
1	59,4	40,8
2	47,2	52,8
3	26,4	73,4
4	37,3	62,7
5	40,5	39,5
6	46,1	53,9
7	27,9	72,1
8	60,1	39,1
9	45,5	54,5

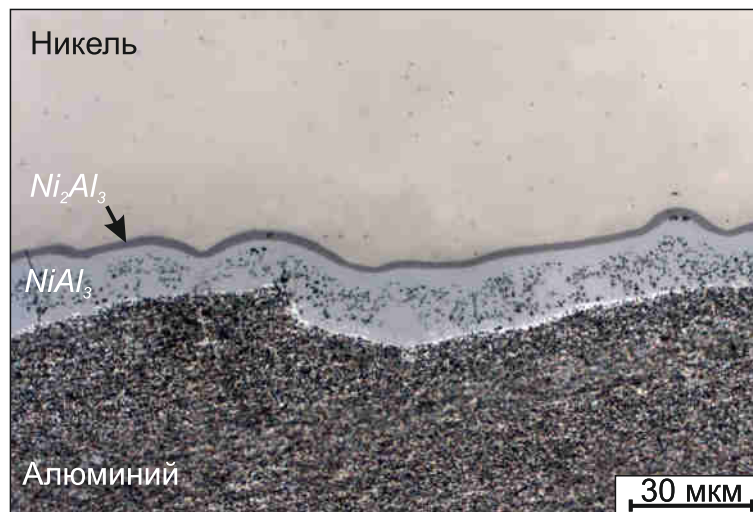
Механизм перехода зоны перемешивания в стабильную интерметаллидную прослойку на границах соединения типа «Al/Ni» и «Ni/Al» различается. Основное отличие состоит в том, что из-за более высокой дисперсности частиц на границе типа «Ni/Al» их полное растворение с образованием стабильных интерметаллидов происходит уже через пять минут выдержки при 550 °С (рисунок 4.10 а). На начальном этапе происходит образование соединения $NiAl_3$, тем не менее, с увеличением продолжительности отжига толщина слоя Ni_2Al_3 начинает постепенно преобладать (рисунок 4.10 а – д).

4.1.3 Особенности строения интерметаллидных прослоек, сформированных при отжиге сваренных взрывом пластин никеля и алюминия

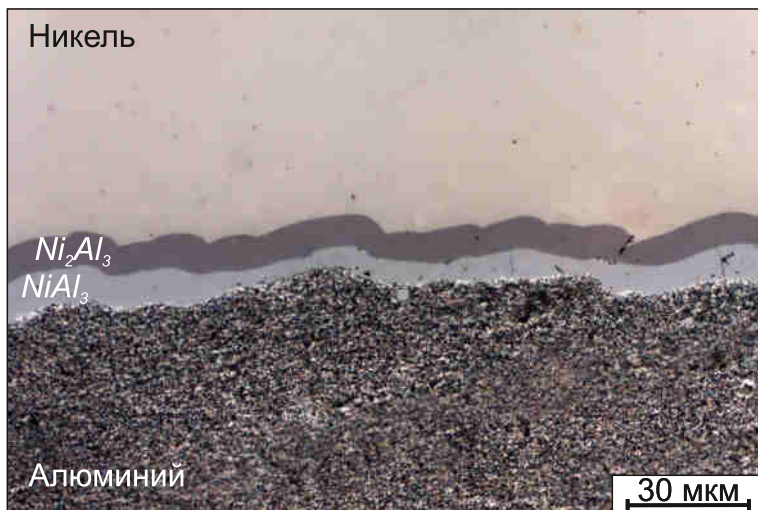
В предыдущем разделе отмечалось, что в процессе термической обработки композитов «Ni – Al» между алюминием и никелем образуется интерметаллидный слой, состоящий из двух прослоек: Ni_2Al_3 и $NiAl_3$. Ниже представлены результаты исследования структуры этих слоёв, сформированных при 550 °С и 620 °С.



а



б



в



г

Рисунок 4.10 – Интерметаллидная прослойка, образующаяся на границах соединения типа «Ni-Al» в процессе отжига при 620 °С аперемешивания: а – после 5 минут отжига, б – после 30 минут отжига, в – после 2 часов отжига, г – после 4 часов отжига, д – после 10 часов отжига

Прослойка фазы Ni_2Al_3 располагается между пластиной никеля и соединением $NiAl_3$. После полирования поперечного шлифа коллоидным раствором оксида кремния в ней отчётливо выявляется зёрненная структура. По сечению прослойки размер зёрен соединения Ni_2Al_3 не постоянен. В образце, термически обработанном при $550\text{ }^\circ\text{C}$, размер зерна уменьшается от ~ 300 нм до ~ 100 нм в направлении от пластины никеля к слою $NiAl_3$ (рисунок 4.11 а). Повышение температуры отжига до $620\text{ }^\circ\text{C}$ сопровождается ростом среднего размера зерен Ni_2Al_3 . При этом тенденция к градиентному изменению размера зерна в направлении от никеля к фазе $NiAl_3$ сохраняется (рисунок 4.11 б). Измерения показали, что вблизи слоя никеля размер зерна составлял ~ 100 нм, а вблизи слоя $NiAl_3 \sim 2$ мкм.

Отмеченные изменения размера зерна соединения Ni_2Al_3 в поперечном сечении связаны с характером диффузионных процессов, происходящих при росте интерметаллидов. Скорость диффузии алюминия в никеле существенно выше скорости диффузии никеля в алюминии [71]. Таким образом, на границе « $Ni - Ni_2Al_3$ » активно происходит зарождение новых мелких зёрен Ni_2Al_3 в процессе отжига, в то время как зерна Ni_2Al_3 , возникшие ранее по этому же механизму или в результате реакции « $Ni + NiAl_3 = Ni_2Al_3$ », постепенно увеличиваются в размерах.

Следует отметить, что фаза Ni_2Al_3 существует при концентрации никеля в диапазоне 37...41 ат. %. Данные микрорентгеноспектрального анализа соответствуют этим значениям. Экспериментально установлено, что концентрация никеля по сечению прослойки Ni_2Al_3 изменяется. Максимальное её значение (40 %) зафиксировано вблизи соединения $NiAl_3$ (рисунок 4.12, таблица 4.5). В составе интерметаллидной прослойки Ni_2Al_3 также было зафиксировано 0,17 ат. % железа, которое является основным примесным элементом исходного алюминия марки А5.

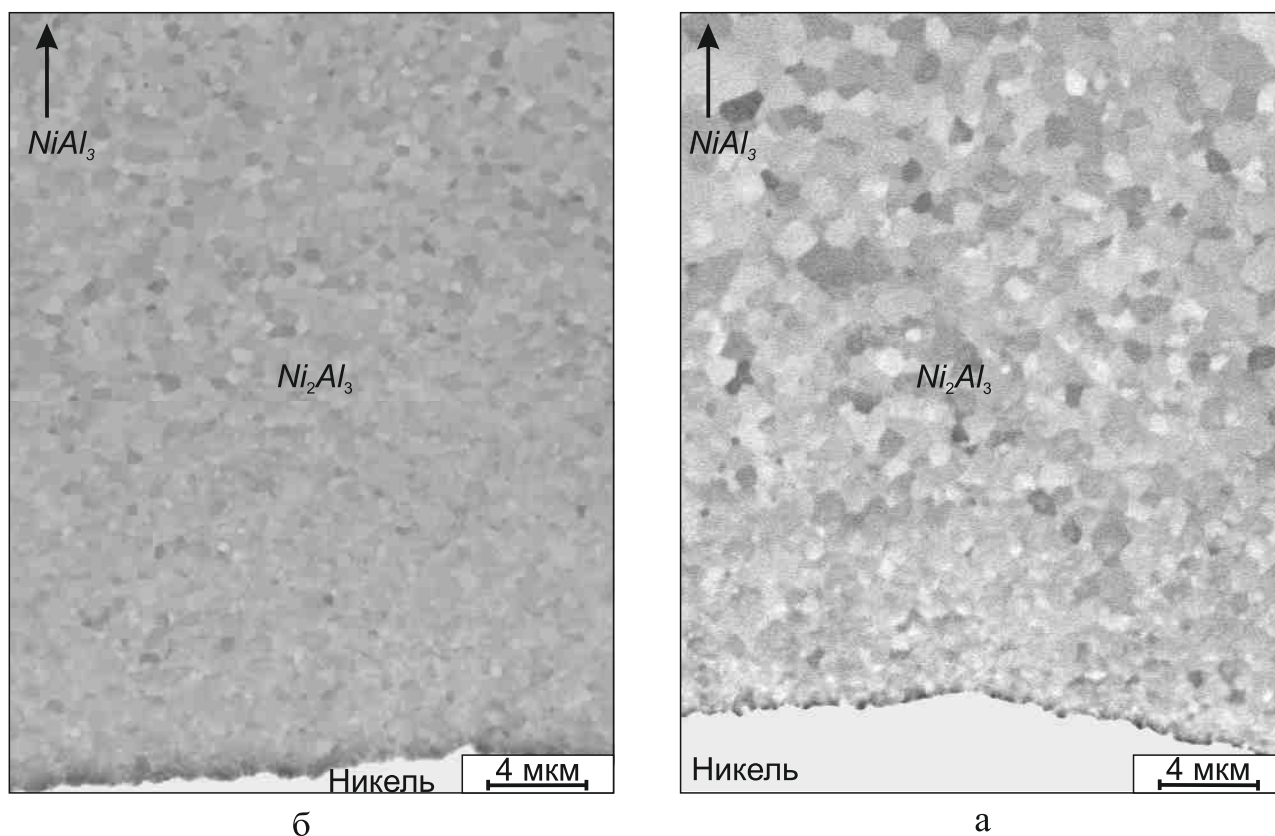


Рисунок 4.11 – Зеренная структура интерметаллида Ni_2Al_3 : а – отжиг при 550, °C, б – отжиг при 620 °C

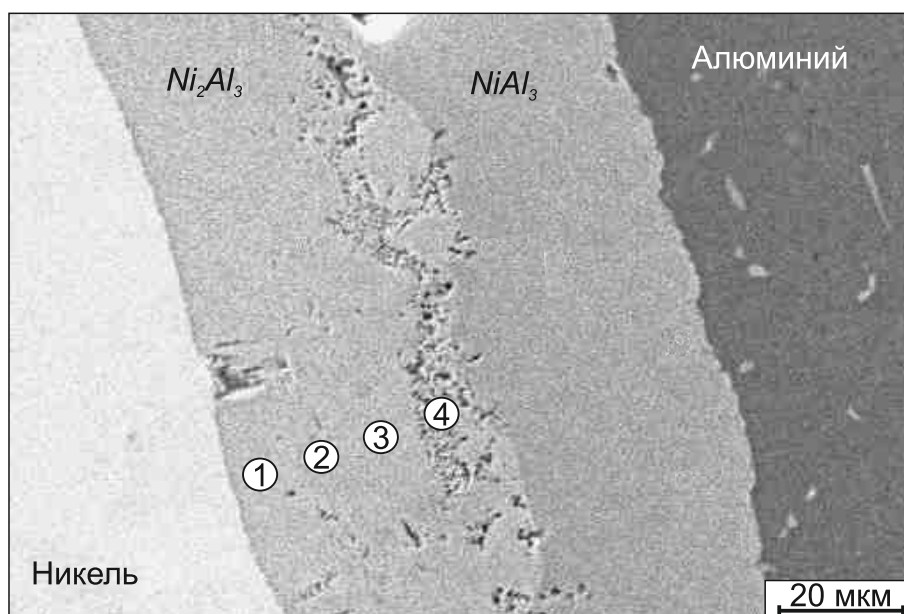


Рисунок 4.12 – Микрорентгеноспектральный анализ локальных участков интерметаллидной прослойки Ni_2Al_3 (по мере продвижения от границы с никелем к границе раздела с интерметаллидом $NiAl_3$)

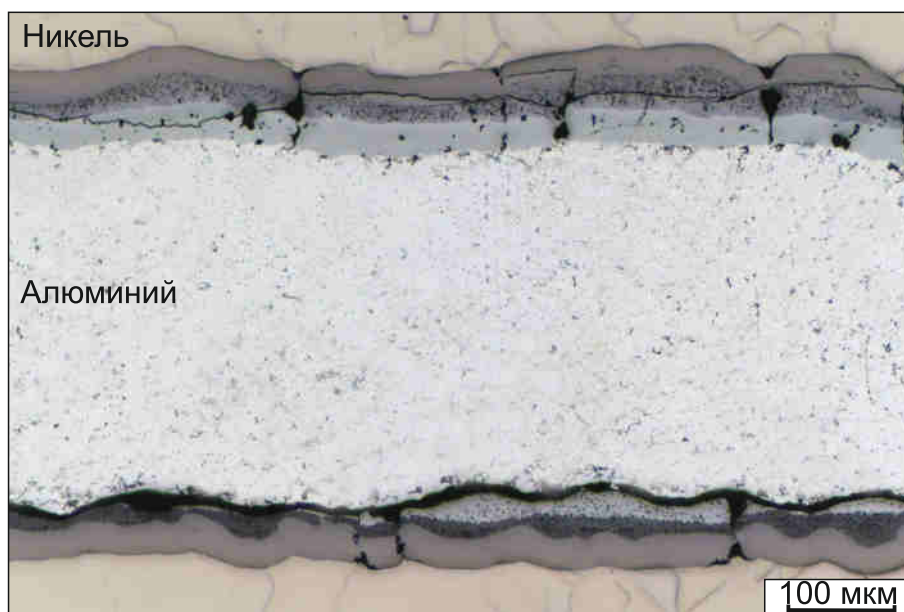
Таблица 4.5 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа локальных зон фазы Ni_2Al_3

Номер спектра на рисунке 4.12	<i>Al</i> , ат. %	<i>Ni</i> , ат. %	<i>Fe</i> , ат. %
1	60	40	-
2	61	39	-
3	61,5	38,5	-
4	62,6	37,4	0,17

В образовавшихся при отжиге интерметаллидных прослойках встречаются дефекты в виде трещин и пор. Трещины развиваются по границам зерен соединения Ni_2Al_3 преимущественно в продольном направлении (рисунок 4.13). Причиной их образования является разница в температурных коэффициентах линейного расширения фаз, входящих в композит (металлов и интерметаллидов).

На границе сопряжения фаз $NiAl_3$ и Ni_2Al_3 встречаются участки, представляющие собой множество мелкодисперсных пор величиной менее 1 мкм (рисунки 4.7 б – г, 4.12, 4.13). Их присутствие можно объяснить эффектом Киркендалла. Для полного устранения пористости необходимо в процессе отжига дополнительно прикладывать давление на образец [47].

Микротвердость интерметаллидных фаз $NiAl_3$ и Ni_2Al_3 , сформированных в результате отжига на границах соединения разнородных пластин, находится на уровне 5000 МПа и 7500 – 9000 МПа соответственно. Эти данные согласуются с представленными в литературе значениями твёрдости интерметаллидов системы « $Ni - Al$ » [4–10]. После термической обработки при 620 °С в течение 10 часов микротвердость никеля и алюминия снижается до 1000 МПа и 300 МПа соответственно (рисунок 4.4), что свидетельствует о релаксации напряжений в материале и снижении степени его наклепа.



а



б

Рисунок 4.13 – Дефекты, возникшие в интерметаллидной прослойке Ni_2Al_3 : а – трещины, б – зеренное растрескивание

4.2 Структура металл-интерметаллидных композитов, полученных заливкой алюминия в зазоры между пластинами никеля с последующим отжигом

Альтернативная технология получения слоистых металл-интерметаллидных композиционных материалов заключалась в заливке расплавленного алюминия в зазоры между никелевыми пластинами. Образцы, подготовленные по этой технологии, были использованы для сравнения с композитами, сваренными взрывом. Рассмотренный в данном разделе подход к получению слоистых композиционных материалов заключается в последовательной реализации двух этапов. На первом этапе расплавленный алюминий заливался в вакуумированную форму, в которой с определенным зазором были установлены пластины никеля. Полученный при заливке алюминия композиционный материал подвергался термической обработке при 620 °С. Время изотермической выдержки слоистых образцов изменялось в пределах от 5 минут до 50 часов.

С использованием заготовок, сформированных по технологии литья, были также проведены эксперименты по росту интерметаллидных слоев в присутствии жидкой фазы алюминия. Для этого заготовки выдерживались при 720 °С.

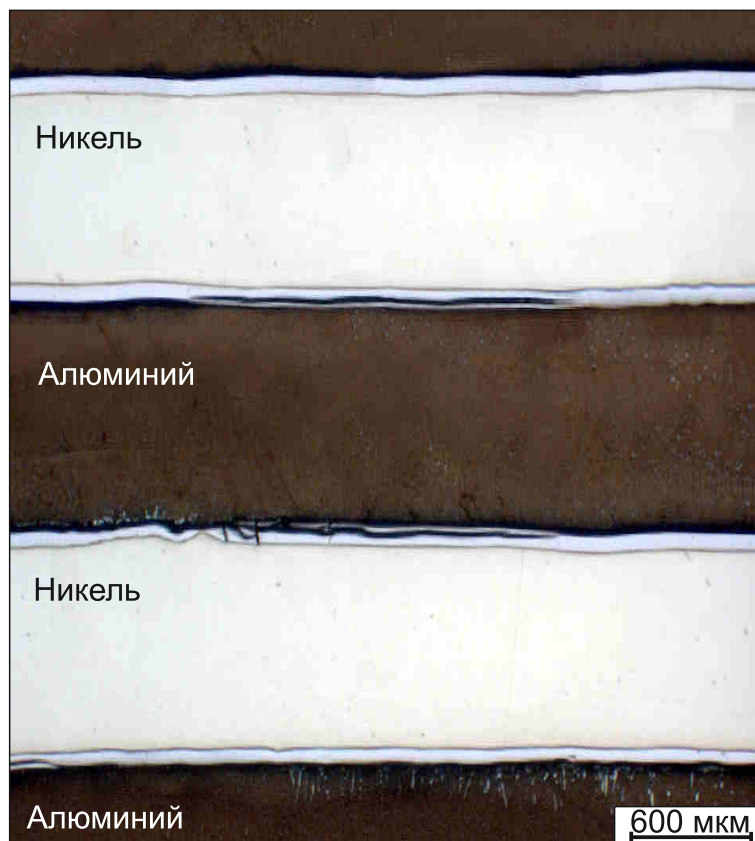
Следует отметить, что один из факторов, объясняющих высокую скорость диффузионных процессов в сваренных взрывом композитах «Ni – Al», связан с отсутствием оксидных плёнок на межслойных границах. Было показано, что при сварке взрывом оксидные плёнки удаляются с поверхности соединяемых пластин под действием кумулятивной струи. Очевидно, что при использовании большинства других технологий получения слоистых композиционных материалов, оксидные плёнки, находящиеся на поверхности соединяемых пластин, будут оказывать негативное влияние на процессы образования интерметаллидных слоев при термической обработке. В связи с этим в диссертационной работе была поставлена задача, связанная с изучением влияния поверхностных оксидных плёнок на процесс формирования слоистого композиционного материала. С этой целью проведена серия экспериментов по исследованию процесса формирования интер-

металлидных слоев на границах между алюминием и никелевыми пластинами, характеризующимися оксидными пленками различной толщины.

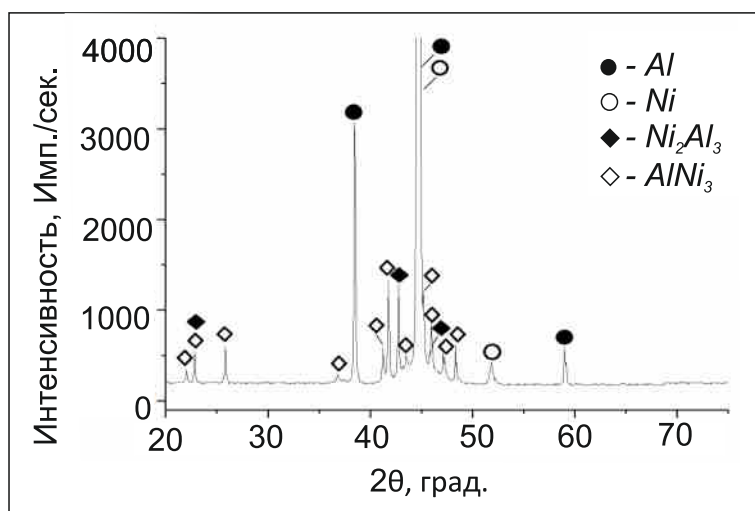
4.2.1 Структура композитов, полученных методом заливки алюминия в зазоры между никелевыми пластинами и последующей выдержки при 620 и 720 °С

Структура композитов, полученных методом литья и последующей термической обработки, близка к структуре материалов, сформированных сваркой взрывом в сочетании с последующей изотермической выдержкой. Общий вид полученного образца представлен на рисунке 4.14 а. На границах раздела формируются одинаковые интерметаллидные фазы: $NiAl_3$ — со стороны алюминия и Ni_2Al_3 — со стороны никеля (рисунок 4.14 б, 4.15 а). В интерметаллидных прослойках присутствуют те же дефекты (трещины), что и после отжига сваренных взрывом образцов. Однако продольные трещины, возникшие при использовании технологии литья, характеризуются большей протяженностью и встречаются чаще (рисунок 4.14 а, 4.15 а – в).

В то же время анализируемая структура имеет и ряд отличий. Одно из них заключается в постоянстве толщины интерметаллидных прослоек $NiAl_3$ и Ni_2Al_3 . Этот факт обусловлен тем, что в образцах, полученных путем заливки алюминия, граница раздела между никелем и алюминием прямолинейная, а не волнообразная, как в случае сваренных взрывом образцов. Кроме того, отличительной чертой композитов, полученных из отлитых заготовок, является наличие эвтектики, представляющей собой мелкодисперсную смесь Al и $NiAl_3$, равномерно распределенную по всей толщине алюминиевой прослойки (рисунок 4.15 в, г). Образование подобного рода структуры обусловлено активной диффузией атомов никеля в слое жидкого алюминия в процессе литья [53]. Результаты микрорентгеноспектрального анализа участков анализируемой структуры представлены в таблице 4.6.

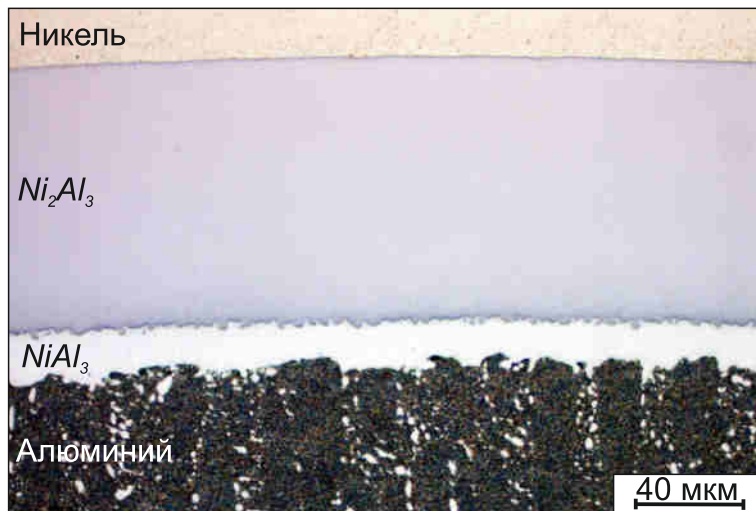


а

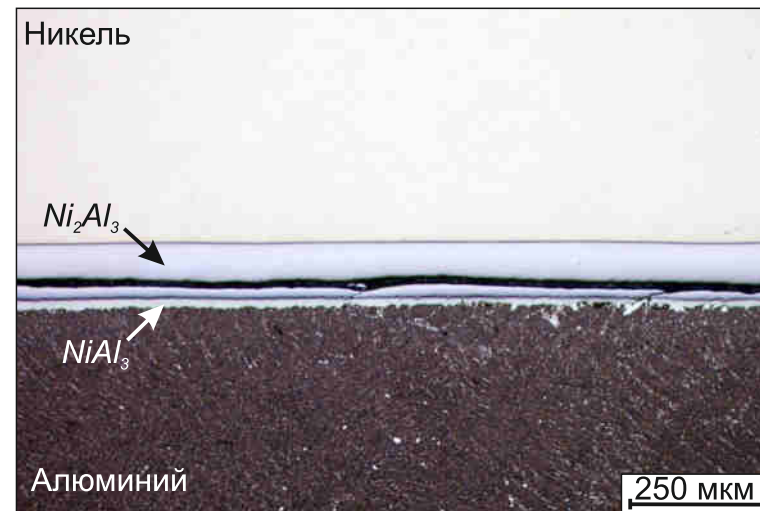


б

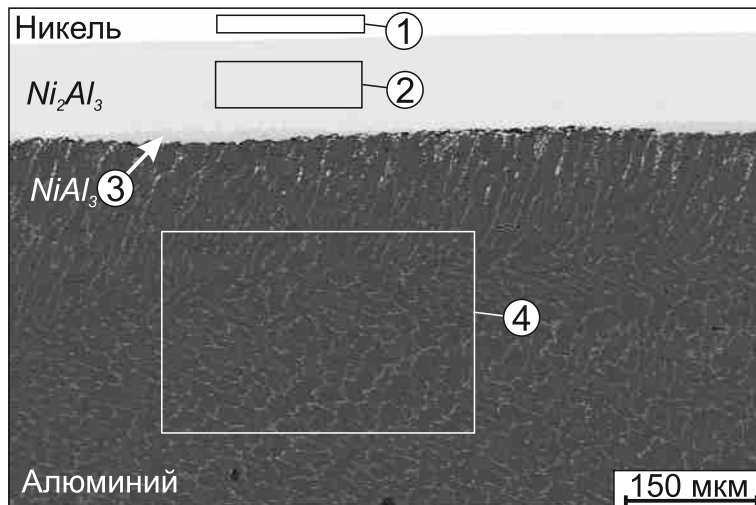
Рисунок 4.14 – Композит, полученный методом заливки расплавленного алюминия в зазоры между никелевыми пластинами и последующего отжига пакета при 620 °С: а – общий вид поперечного сечения образца, б – результаты рентгенофазового анализа поверхности, представленной на рисунке (а)



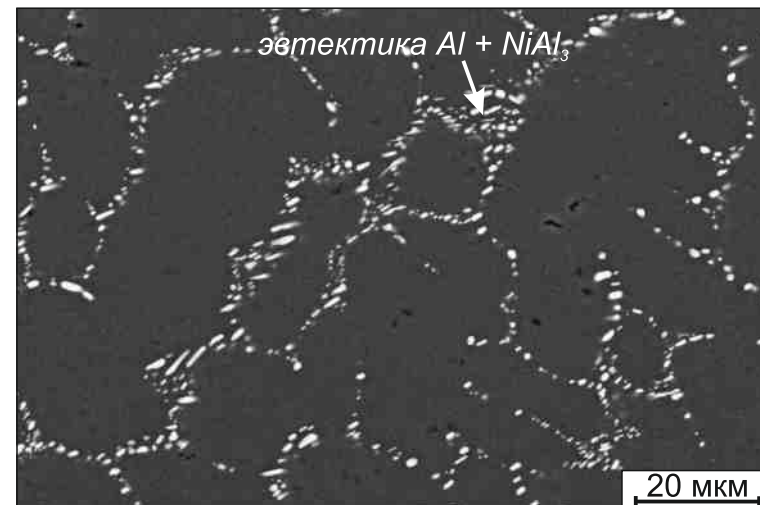
а



б



в



г

Рисунок 4.15 – Композит, полученный методом заливки расплавленного алюминия в зазоры между никелевыми пластинами и последующего отжига пакета при $620\text{ }^{\circ}\text{C}$: а – структура интерметаллидной прослойки, б – трещины в интерметаллидном слое Ni_2Al_3 , в – микрорентгеноспектральный анализ участков образца (к таблице 4.6), г – эвтектика $Al + NiAl_3$, расположенная по границам зерен алюминия

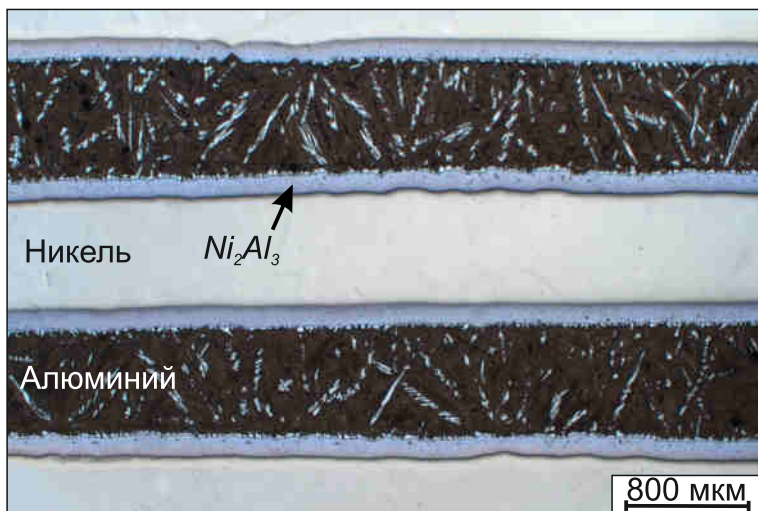
Таблица 4.6 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа локальных зон слоистого композита, полученного методом литья и последующей термообработки при 620 °С

Номер спектра на рисунке 4.15 в	Al, ат.%	Ni, ат.%
1	98,4	100
2	43,1	56,9
3	79,0	21,0
4	98,9	1,1

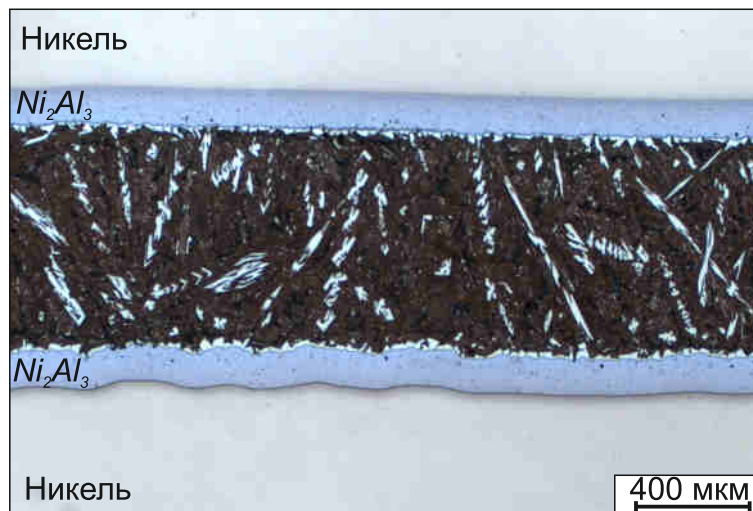
Увеличение температуры нагрева до 720 °С сопровождается переходом алюминия в расплавленное состояние. Диффузионные процессы при этом существенно ускоряются. Отмеченное обстоятельство объясняет растворение большого количества никеля в алюминии в течение короткого промежутка времени. Поперечное сечение образца, термически обработанного при 720 °С, и строение интерметаллидных участков показано на рисунке 4.16 а, б. Если концентрация никеля в расплавленном алюминии превышает 3,6 ат. %, то при последующем охлаждении образца в нём формируются первичные кристаллы $NiAl_3$ и эвтектика $Al + NiAl_3$ (рисунок 4.16 в, г). Образование кристаллов дендритной морфологии при взаимодействии жидкого алюминия с никелем $NiAl_3$ наблюдалось в различных работах [53, 114]. Фазовый и элементный составы композита были выявлены методами рентгенофазового и микрорентгеноспектрального анализа. Результаты исследований представлены в таблице 4.7.

Таблица 4.7 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа локальных зон композита, полученного методом литья и последующей выдержки при 720 °С

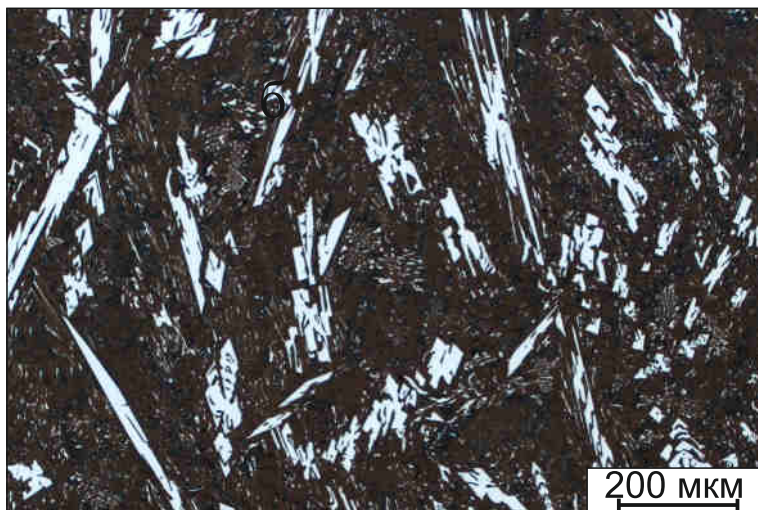
Номер спектра на рисунке 4.16 г	Al, ат. %	Ni, ат. %
1	100	-
2	75,7	24,3



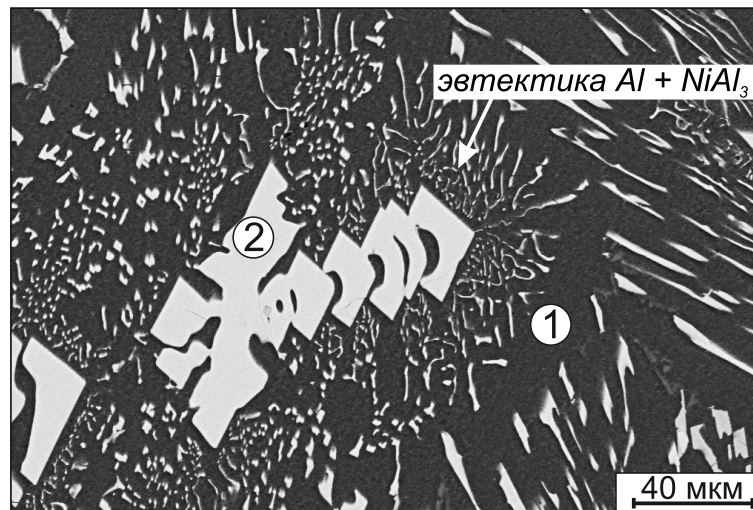
а



б



в



г

Рисунок 4.16 – Структура образца, полученного методом заливки расплавленного алюминия в зазоры между никелевыми пластинами и последующего отжига при 720 °С: а – строение образца в поперечном сечении (после 3 часов отжига), б – структура интерметаллидной прослойки, в, г – структура участка, сформированного при кристаллизации жидкой фазы

Размер зерна интерметаллида Ni_2Al_3 (рисунок 4.17 а) в образцах после литья и термообработки при $620\text{ }^{\circ}C$ соответствует значениям, зафиксированным после отжига при таких же условиях сваренных взрывом композитов и находится в диапазоне от ~ 300 нм до ~ 2 мкм. Повышение температуры нагрева до $720\text{ }^{\circ}C$ приводит к увеличению размера зерна до $3\text{--}7$ мкм (рисунок 4.17 б). Как и в сваренных взрывом образцах, в литых композитах, изотермически выдержанных при $620\text{ }^{\circ}C$ и $720\text{ }^{\circ}C$, рост зерен интерметаллида Ni_2Al_3 наблюдается в направлении от прослойки $NiAl_3$ к никелю.

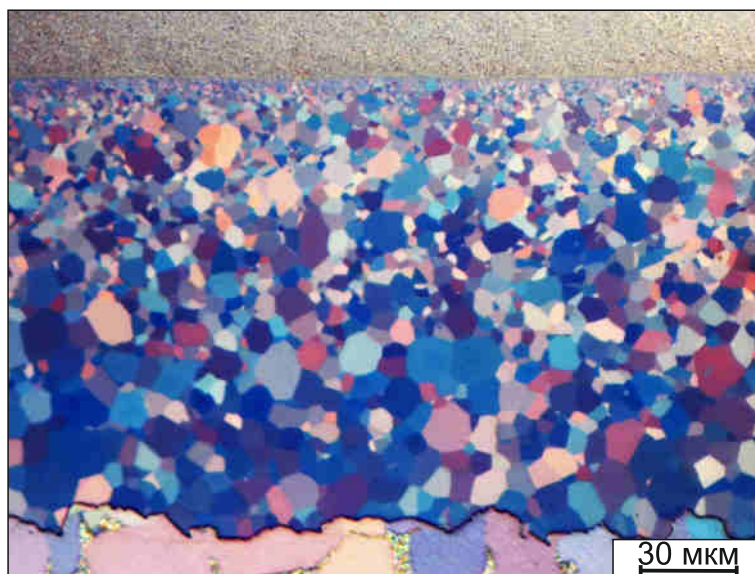
Известно, что в анализируемой паре «никель – алюминий» скорость роста интерметаллидов Ni_2Al_3 [41, 53, 174] и $NiAl_3$ [53, 71] при температуре выдержки, не превышающей температуру плавления алюминия, подчиняется параболической зависимости. Выше упоминалось, что скорость роста фазы $NiAl_3$ в несколько раз ниже чем Ni_2Al_3 . Эта закономерность подтверждается результатами настоящего эксперимента (рисунок 4.18 а, б). Для процесса, реализующегося при температуре, превышающей температуру плавления алюминия ($720\text{ }^{\circ}C$), благодаря ускорению реакции в присутствии жидкой фазы, наблюдается существенное увеличение скорости роста интерметаллида Ni_2Al_3 (рисунок 4.18 а).

4.2.2 Влияние оксидных плёнок на рост интерметаллидных прослоек при термической обработке композитов «никель – алюминий», полученных методом литья алюминия в зазоры между никелевыми пластинами

Многие технологические процессы, обеспечивающие соединение алюминия и никеля, например, заливка алюминия в зазоры между никелевыми пластинами, совместная прокатка или реакционное спекание, реализуются в присутствии оксидных пленок на межслойных границах. При дальнейшей термообработке полученных таким образом заготовок оксидные плёнки могут оказывать существенное влияние на рост интерметаллидов, замедляя взаимную диффузию никеля и алюминия. Одна из задач диссертационной работы была связана изучением влияния оксидных плёнок на процесс роста интерметаллидов. С этой целью пластины ни-

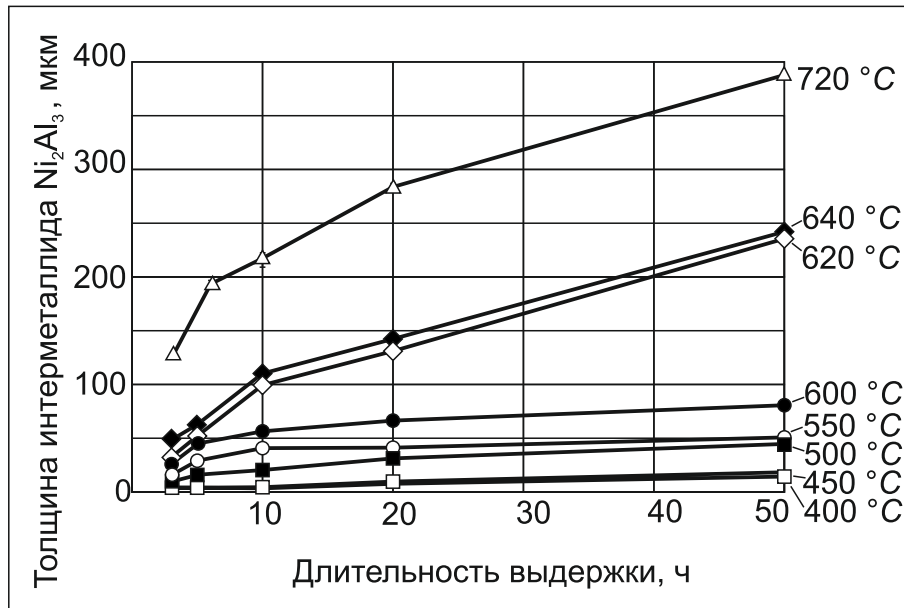


а

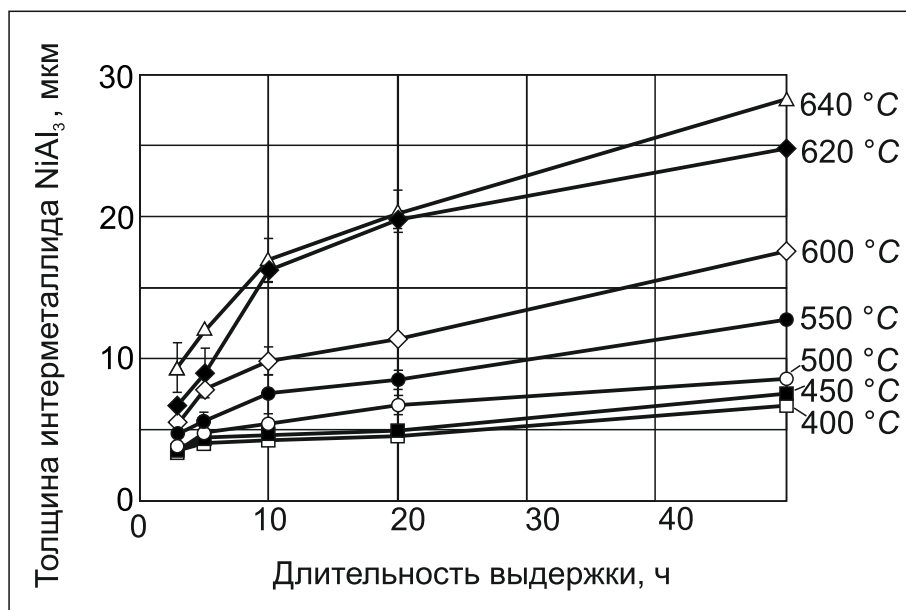


б

Рисунок 4.17 – Зеренная структура интерметаллидной прослойки Ni_2Al_3 : а – отжиг при $620\text{ }^{\circ}\text{C}$, б – отжиг при $720\text{ }^{\circ}\text{C}$



а



б

Рисунок 4.18 – Зависимость толщины интерметаллидных прослоек от длительности выдержки при различных температурах в слоистых композитах, полученных методом заливки алюминия в зазор между пластинами никеля: а – интерметаллид Ni_2Al_3 , б – интерметаллид $NiAl_3$

келя выдерживались в течение 1 часа в печи, нагретой до различных температур (от 100 до 600 °C).

Известно, что в процессе выдержки никелевых пластин при повышенных температурах в атмосфере воздуха на их поверхности происходит образование плотных оксидных пленок NiO . С повышением температуры толщина пленок возрастает. С учетом этого обстоятельства были получены пластины никеля с различной толщиной оксидных пленок. В зазор между окисленными никелевыми пластинами заливали жидкий алюминий. Полученные таким образом заготовки были отожжены при 620 °C в течение 1 часа. На межслойных границах композиций измерялась толщина возникших слоев интерметаллида.

Зависимость толщины интерметаллидных прослоек от температуры образования оксидных пленок на никелевой пластине демонстрирует диаграмма, представленная на рисунке 4.19. Прямолинейный участок в низкотемпературной области диаграммы свидетельствует о том, что нагрев пластин до температур, не превышающих 200 °C, на процесс формирования интерметаллидного слоя не влияет (рисунок 4.20 а). Дальнейшее повышение температуры образования оксидных пленок ведет к резкому уменьшению толщины интерметаллидного слоя. Причиной этому является тот факт, что оксидные пленки, образующиеся на никелевых пластинах при высоких температурах, становятся более толстыми. Диффузия атомов никеля и алюминия сквозь них становится более затруднительной. На металлографических снимках образцов с никелевыми пластинами, нагретыми в интервале от 200 до 300 °C видно, что интерметаллидные слои носят прерывистый характер (рисунок 4.20 б, в). Сплошных прослоек алюминиды никеля в микроструктуре, соответствующей нагреву в диапазоне температур 300...400 °C, практически не наблюдается. В образцах, сформированных с использованием никелевых пластин, предварительно нагретых до 400 °C и выше, интерметаллидных фаз зафиксировано не было (рисунок 4.20 г). Обусловлено это тем, что диффузия металлов сквозь толстую оксидную пленку, возникшую при температурах выше 400 °C, крайне затруднительна.

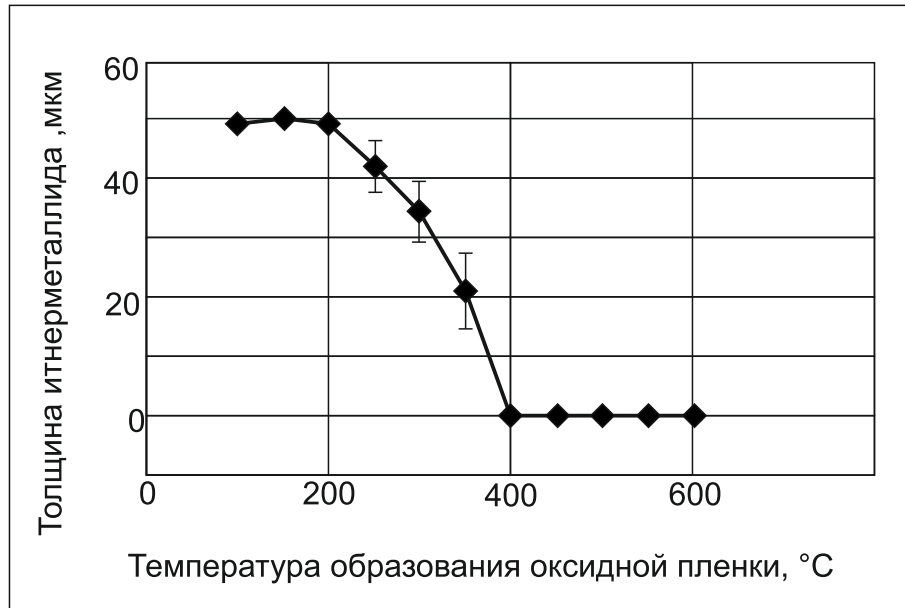


Рисунок 4.19 – Зависимость толщины интерметаллидных прослоек, формирующихся в процессе отжига при 620 °C, от температуры образования оксидной пленки на никелевой пластине

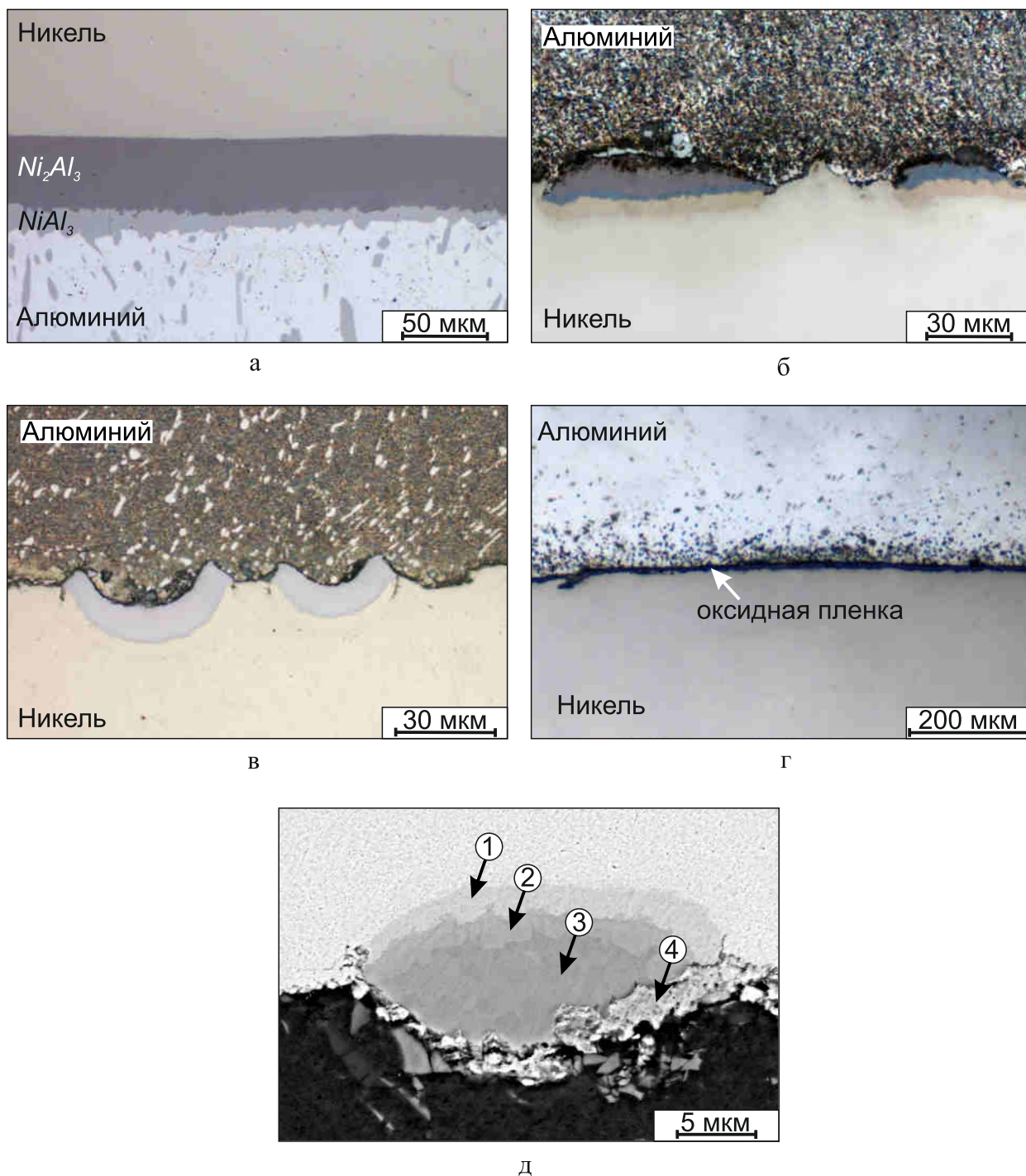


Рисунок 4.20: а – Структура границ соединения никеля и алюминия, полученных методом заливки алюминия в зазоры между пластинами никеля (а-г). Температура образования оксидной пленки на никеле 200 °C (а), 300 °C (б), 350 °C (в), 600 °C (г). д – интерметаллидная частица с оксидной пленкой NiO со стороны алюминия

Следует отметить, что оксидные плёнки, сформированные на никелевых пластинах при температурах нагрева от 300 °С и выше, отчетливо видны на металлографических снимках (рисунок 4.20 б – д). Толстая оксидная пленка *NiO* препятствует диффузии алюминия в никель. Таким образом, из-за замедления диффузионных процессов большинство интерметаллидных выделений имеют градиентное распределение алюминия и никеля по сечению (рисунок 4.20 д, таблица 4.8).

Таблица 4.8 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа интерметаллидной частицы с градиентной структурой, сформированной в результате диффузии сквозь оксидную пленку

Номер спектра на рисунке 4.20 д	<i>Al</i> , ат.%	<i>Ni</i> , ат.%	<i>O</i> , ат.%
1	35,6	64,5	-
2	52,7	47,3	-
3	58,4	41,6	-
4	0,6	44,0	55,4

4.3 Сравнение скорости роста интерметаллидных прослоек в образцах, полученных по технологиям литья и сварки взрывом

Известно, что в общем случае уровень прочностных свойств слоистых композиционных материалов определяется соотношением объемных долей составляющих его компонентов. Возможность контролировать толщину интерметаллидных прослоек в процессе отжига позволяет получать композиционные материалы с необходимым уровнем механических и эксплуатационных свойств. Таким образом, выявление зависимости толщины интерметаллидной прослойки от длительности термической обработки представляет не только научный, но также и прикладной интерес. В данном разделе представлено сравнение зависимостей толщины интерметаллидных прослоек от времени термической обработки для компози-

ционных материалов, получаемых из сваренных взрывом и литых заготовок (рисунок 4.21).

На основании анализа полученных данных можно сделать вывод о том, что скорость роста интерметаллидной прослойки существенно зависит от метода получения заготовки. Скорость образования алюминида никеля в сваренных взрывом заготовках существенно выше, чем в заготовках, получаемых по технологии литья. Особенно заметны различия на начальных этапах отжига (в пределах первого часа выдержки). Экспериментально установлено, что скорость роста интерметаллидных прослоек на начальной стадии термической обработки в 5 раз превышает скорость роста прослоек в композитах, полученных с использованием технологии литья. Имеется несколько причин, объясняющих полученные результаты.

Во-первых, при сварке взрывом происходит очистка поверхностных слоев пластин никеля и алюминия кумулятивной струей. Таким образом, соединяемые пластины не содержат загрязнений и окисленных слоев. Если на каких-либо участках окисленные слои остаются, их сплошность нарушается в процессе интенсивной пластической деформации. Следовательно, при сварке взрывом между собой соединяются практически чистые участки разнородных металлов. В то же время, поверхностные слои пластин никеля при получении композита по технологии литья являются окисленными. В разделе 4.2.2 было показано, что слои окислов представляют собой преграду, резко замедляющую развитие диффузионных процессов.

Во-вторых, при сварке взрывом происходит интенсивное перемешивание материалов, в результате чего удельная площадь поверхности между реагирующими материалами существенно возрастает. Методами структурного анализа показано, что в зонах перемешивания образование интерметаллидов происходит уже на стадии формирования сварных соединений.

В-третьих, высокие степени деформации материала при сварке взрывом способствуют образованию в приграничных зонах большого количества дефектов



Рисунок 4.21 – Зависимость толщины интерметаллидной прослойки от длительности отжига сваренного взрывом «Ni – Al» композита при температуре 620 °C. 1 – средняя толщина прослоек в образце, полученном сваркой взрывом, 2 – средняя толщина прослоек в образце, полученном путем заливки алюминия в зазоры между пластинами никеля

(дислокаций и вакансий), которые существенно ускоряют развитие диффузионных процессов.

4.4 Выводы

1. Сварка взрывом в сочетании с последующей термической обработкой полученных заготовок является эффективной, экономичной и не требующей использования сложного оборудования технологией создания слоистых композиционных материалов «никель – интерметаллид – алюминий». Отжиг сваренных взрывом композитов «никель – алюминий» при температурах 550 и 620 °C приводит к формированию алюминидов никеля на границах раздела разнородных металлов. Со стороны алюминия образуется соединение $NiAl_3$, со стороны никеля — Ni_2Al_3 .

2. Структурные преобразования в зонах перемешивания сваренных взрывом материалов в процессе отжига реализуется в определенной последовательности. На начальном этапе имеет место превращение метастабильных интерметаллидов (соединения Ni_2Al_9 и декагональной квазикристаллической фазы) в стабильные. Далее происходит преобразование алюминида никеля $AlNi$ 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.

3. На начальных этапах отжига в образцах, сваренных взрывом, интерметаллидные прослойки растут более интенсивно, чем в образцах, полученных методом заливки алюминия в зазоры между никелевыми пластинами. Причиной этому является присутствие на границах раздела сваренных взрывом композитов зон перемешивания материалов, для которых характерна увеличенная удельная площадь реакции между никелем и алюминием. Кроме того, фактором, увеличивающим скорость роста интерметаллидных прослоек, является образование в процессе сварки взрывом кумулятивной струи, которая приводит к очистке поверхности соединяемых пластин от загрязнений и оксидов.

4. Строение металл-интерметаллидных композитов на основе никеля и алюминия, сформированных с применением технологии литья в сочетании с последующим отжигом, аналогично композитам, полученным методом сварки взрывом с последующим нагревом. Однако, для литых композитов характерно присутствие протяженных продольных трещин в интерметаллиде, образование более однородных по толщине интерметаллидных прослоек и формирование в слое алюминия эвтектики « $NiAl_3-Al$ ».

5. 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 $620\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5. РЕЗУЛЬТАТЫ МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ МНОГОСЛОЙНЫХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ И АЛЮМИНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ ПО ТЕХНОЛОГИИ СВАРКИ ВЗРЫВОМ И ОТЖИГА

Оценка поведения композиционных материалов в условиях внешнего нагружения является важной задачей, имеющей прикладное значение. В отечественных и зарубежных публикациях, связанных с механическими испытаниями многослойных никель-алюминиевых композитов с интерметаллидными прослойками, наиболее часто оценивают временное сопротивление разрушению и ударную вязкость [138–140, 175]. По этой причине в диссертационной работе оценивали те же механические свойства. Прочностные характеристики материала определяли на сваренных взрывом образцах до их термической обработки, а также после отжига в течение 10 часов при температуре 620 °С.

5.1 Свойства многослойных композитов «никель – алюминий», полученных по технологии сварки взрывом

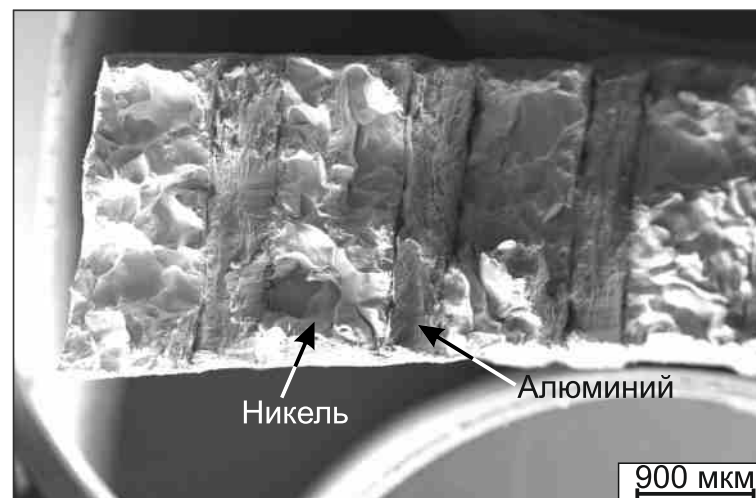
Испытания на растяжение композитов типа «никель – алюминий»

Прочностные свойства, зафиксированные при испытаниях на растяжение, являются основными показателями, которые принимаются во внимание конструкторами при проведении большинства расчётов. По этой причине все новые материалы подвергаются испытаниям на одноосное растяжение. В данной работе при проведении механических испытаний растягивающая нагрузка прикладывалась параллельно слоям композиционного материала.

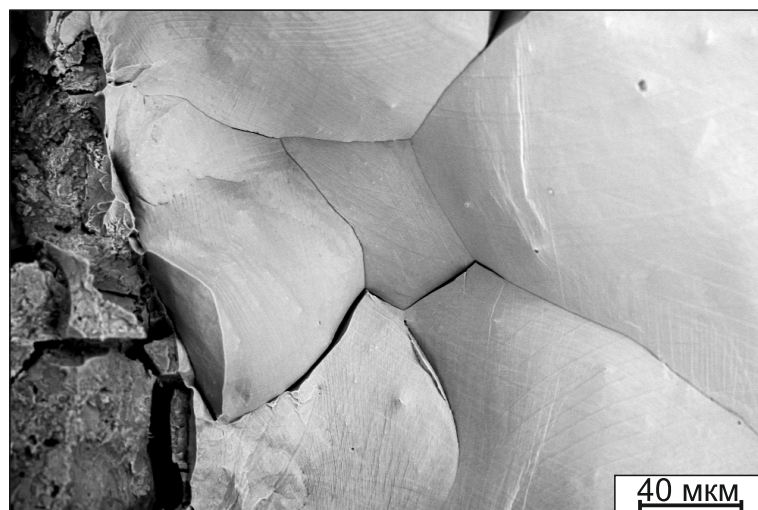
Фотографии типичного образца после разрушения, а также результаты фрактографических исследований представлены на рисунке 5.1. На боковой поверхности образца не наблюдалось расслоений и растрескиваний, что свидетельствует о качественном соединении пластин. В результате проведенных испытаний установлено, что предел прочности композита «никель – алюминий» составляет 325 МПа, предел текучести — 245 МПа, относительное удлинение — 23 %.



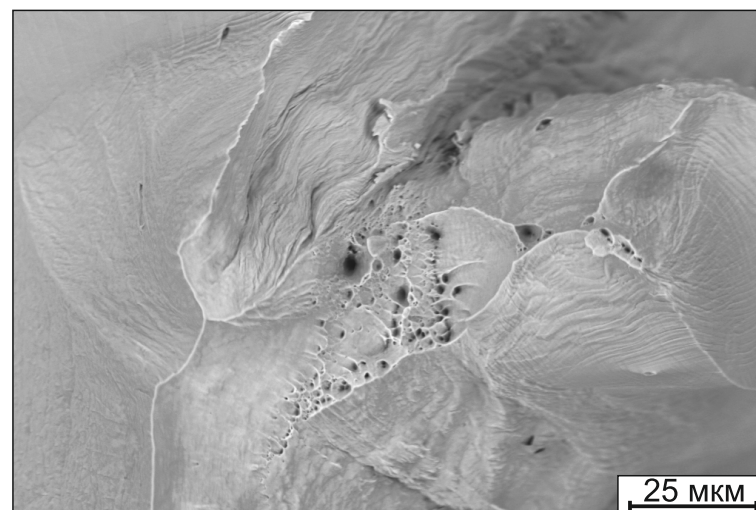
а



б



в



г

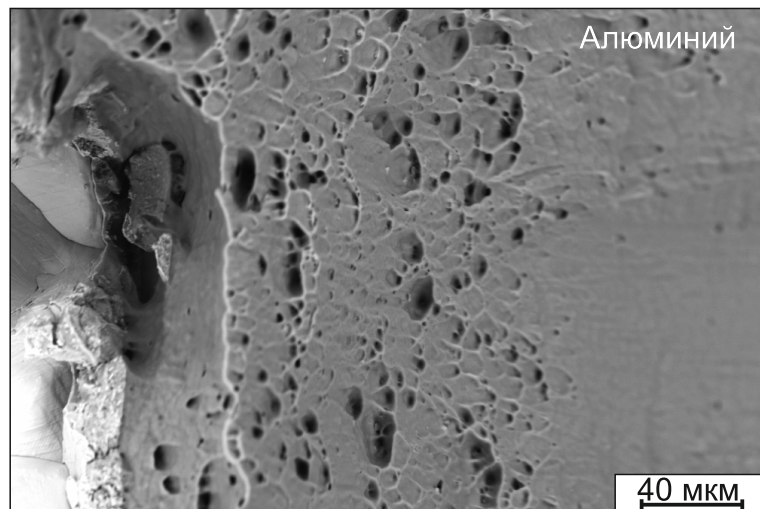
Рисунок 5.1 – Результаты фрактографических исследований сваренного взрывом композита «никель – алюминий» после испытаний на растяжение: а, б – общий вид разрушенного образца, в – хрупкое разрушение никеля, г – вязкое разрушение никеля

Следует отметить, что предел прочности образцов никеля и алюминия в исходном состоянии находился на уровне ~ 355 и 60 МПа соответственно. Используя известное правило смесей, учитывающее значения механических свойств и объёмных долей исходных материалов, можно оценить ожидаемый уровень предела текучести и предела прочности композита $Ni - Al$ после сварки взрывом. Проведенные расчеты показали, что эти параметры должны составлять $105,6$ МПа и 258 МПа соответственно. Таким образом предел прочности полученного композита в $1,26$ раза превышает значение предела прочности, рассчитанное по правилу смесей, а предел текучести — в $2,32$ раза. Данный факт объясняется деформационным упрочнением никеля и алюминия в процессе сварки взрывом. Характер деформационного упрочнения этих материалов в сваренных взрывом образцах легко выявляется при измерении микротвёрдости (см. главу 4 работы).

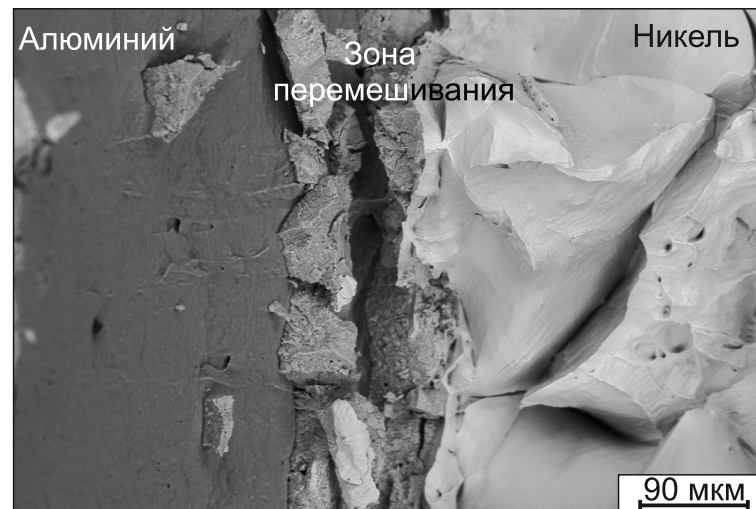
Несмотря на то, что до сварки пластины никеля находились в отожженном состоянии, разрушение этого материала в слоистом компакте происходило по хрупкому механизму (рисунок 5.1 в). Вязкий (чашечный) характер разрушения проявлялся лишь в некоторых участках (рисунок 5.1 г). Охрупчивание никеля является результатом существенного повышения плотности дислокаций в процессе сварки взрывом. Алюминиевые слои разрушаются вязко, о чем свидетельствует преимущественно ямочное строение поверхностей излома (рисунок 5.2 а). Для зон перемешивания материалов, расположенных на границах соединения пластин, характерно хрупкое разрушение. Наблюдались участки с отколовшимися фрагментами охрупченного материала (рисунок 5.2 в, г) и частицы, прочно соединенные с алюминиевым слоем (рисунок 5.1 д).

Ударная вязкость сваренных взрывом композитов типа «никель – алюминий»

Одним из важных показателей, отвечающих за уровень надежности материалов, является их ударная вязкость. По уровню данной характеристики можно судить о поведении материала в условиях динамического нагружения. В диссертационной работе в качестве объектов исследования были использованы образцы с U -образными концентраторами, расположенными параллельно слоям композита.



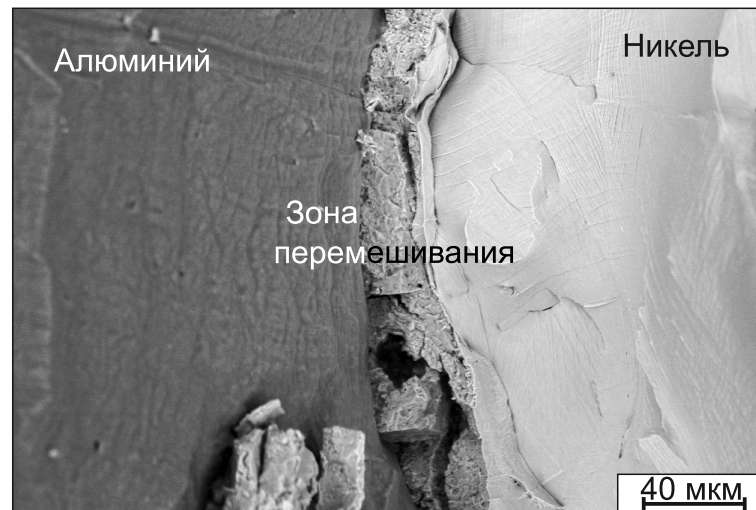
а



б



в



г

Рисунок 5.2 – Результаты фрактографических исследований сваренного взрывом композита «никель – алюминий» после испытаний на растяжение: а – вязкое разрушение алюминия, б, в, г – механизм разрушения зоны перемешивания

Таким образом, нагрузка прилагалась перпендикулярно плоскости соединения пластин. Схема исследуемых образцов представлена во второй главе работы на рисунке 2.8 в.

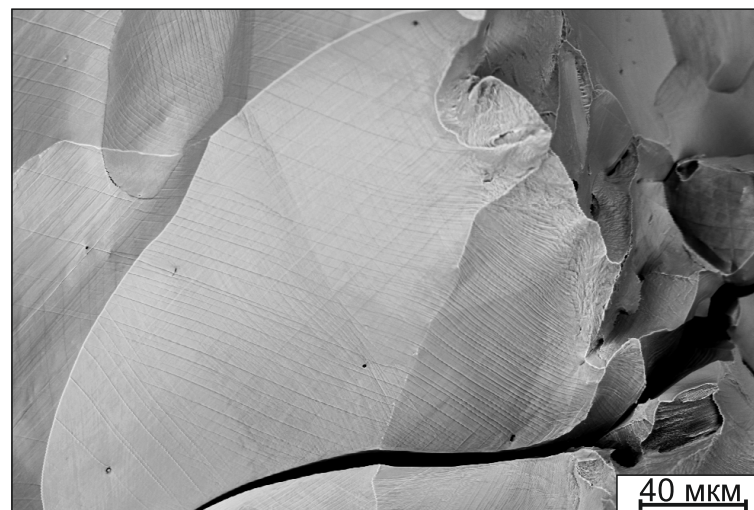
Результаты испытаний показали, что уровень ударной вязкости композитов «никель – алюминий» составляет 50 Дж/см². Ударная вязкость исходных пластин никеля и алюминия, находившихся в отожженном состоянии, была равной 180 и 100...120 Дж/см² соответственно [между 175 и 176]. Относительно низкий уровень свойств композита объясняется хрупким характером разрушения содержащегося в нем никеля, о чем свидетельствует растрескивание этого материала по границам зерен (рисунок 5.3 а). Отличительной особенностью изломов пластин никеля после испытаний на растяжение и ударную вязкость является наличие множества параллельных полос, пересекающихся между собой. Эти полосы могут образовываться как в результате множественного скольжения дислокаций в процессе сварки взрывом (рисунок 5.3 б), так и в процессе пластической деформации материала, имеющей место при механических испытаниях.

Алюминиевые прослойки, в отличие от никеля, деформируются пластично (рисунок 5.3 а), о чем свидетельствуют характерные ямки на поверхности разрушения (рисунок 5.3 в).

Характер разрушения зон перемешивания в образцах после испытаний на ударную вязкость и одноосное растяжение примерно одинаков. В процессе ударного нагружения зоны перемешивания материалов разрушались хрупко. Тем не менее, прочность соединения зон перемешивания с алюминиевыми пластинами была достаточно высокой. Об этом свидетельствует тот факт, что отдельные участки зон перемешивания от алюминиевых пластин не отделялись (рисунок 5.3 г).



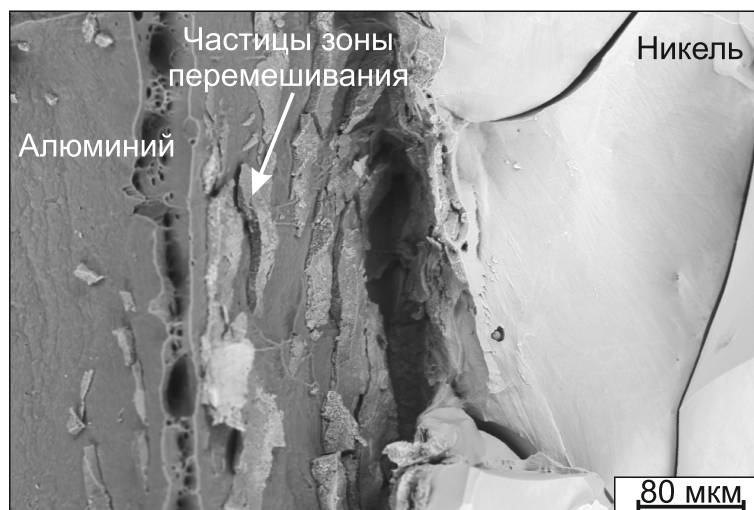
а



б



в



г

Рисунок 5.3 – Поверхность разрушения сваренного взрывом композита «никель – алюминий» после испытаний на ударную вязкость. а – общий вид поверхности разрушения, б – хрупкое разрушение никеля, в, г – вязкое разрушение алюминия и хрупкий характер разрушения зоны перемешивания

5.2 Прочностные испытания многослойных металл-интерметаллидных композитов на основе никеля и алюминия, полученных по технологии сварки взрывом и последующего отжига

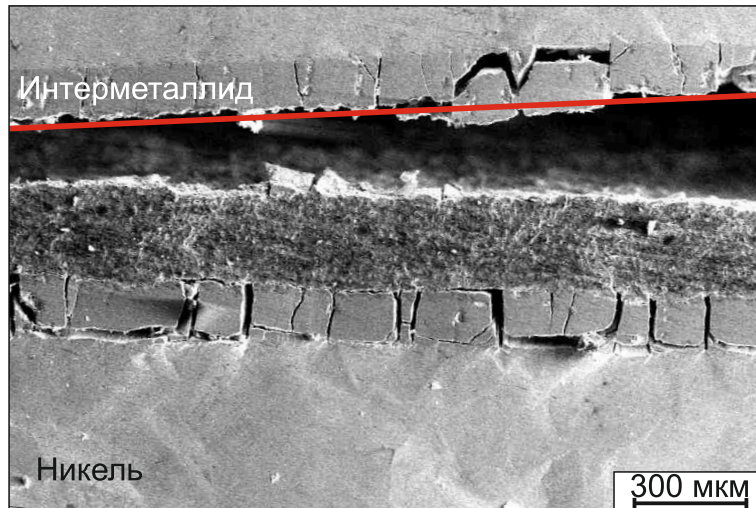
Испытания на растяжение композитов «никель – алюминид никеля – алюминий»

Предел текучести в условиях статического растяжения композита типа «никель – алюминид никеля – алюминий» составил 105 МПа, предел прочности — 200 МПа. Относительное удлинение находилось на высоком уровне (36 %). Отжиг образцов при 620 °С сопровождался структурными преобразованиями. Отмеченные структурные изменения, с одной стороны, привели к росту пластичности материала, с другой — явились причиной снижения прочностных свойств композита.

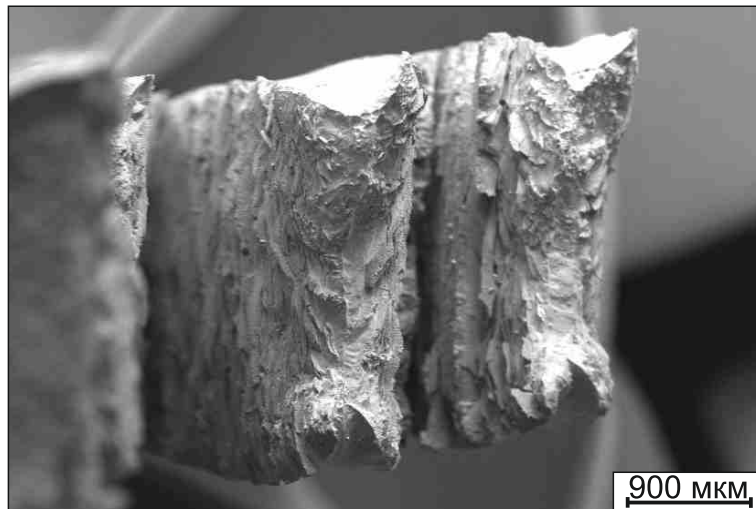
Фрактографические исследования образцов «никель – алюминид никеля – алюминий», испытанных на растяжение и изгиб, показали, что после сварки взрывом и отжига композита при 620 °С механизм разрушения никеля поменялся с хрупкого на вязкий, алюминий также разрушался по вязкому механизму. При этом для интерметаллидных слоев характерны явные признаки хрупкого излома (рисунки 5.4, 5.5).

В интерметаллидном слое на боковой поверхности образца по всей его длине зафиксированы поперечные трещины, между отдельными разнородными пластинами наблюдалось расслоение композита (рисунок 5.4 а). В большинстве случаев материал расслаивался вблизи границы "интерметаллид – алюминий". Объясняется это тем, что на границе с алюминием формируется наиболее хрупкий тип алюминидов никеля — $NiAl_3$. Слои никеля после термической обработки обладают высокой пластичностью, о чём свидетельствует их вытяжка под действием растягивающих напряжений (рисунок 5.4 б, в).

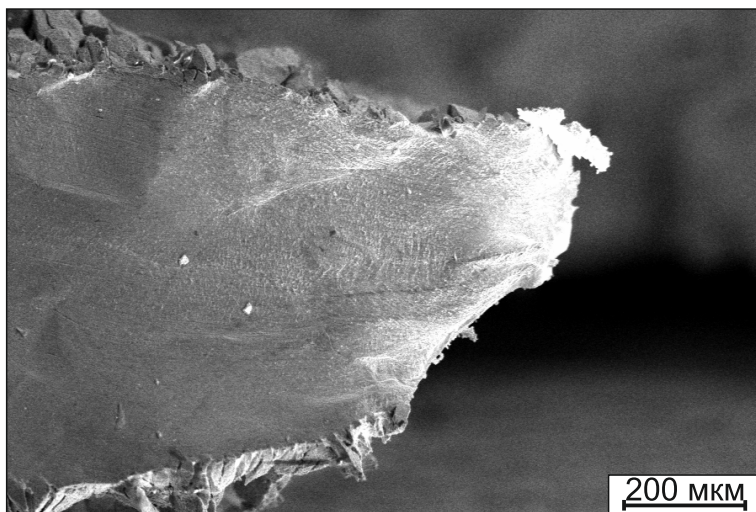
Под действием растягивающих напряжений интерметаллидный слой вблизи поверхности разрушения разделяется на отдельные блоки (рисунок 5.5 а). В то же время отделения возникших фрагментов от никеля и не происходило, что указы-



а

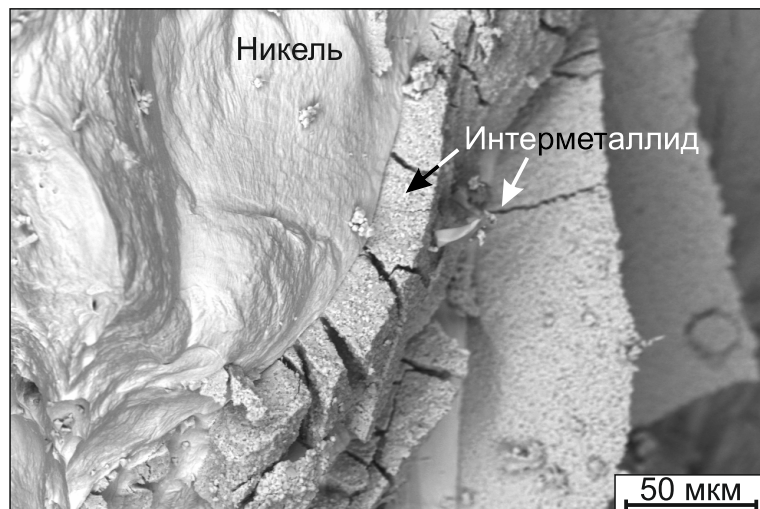


б

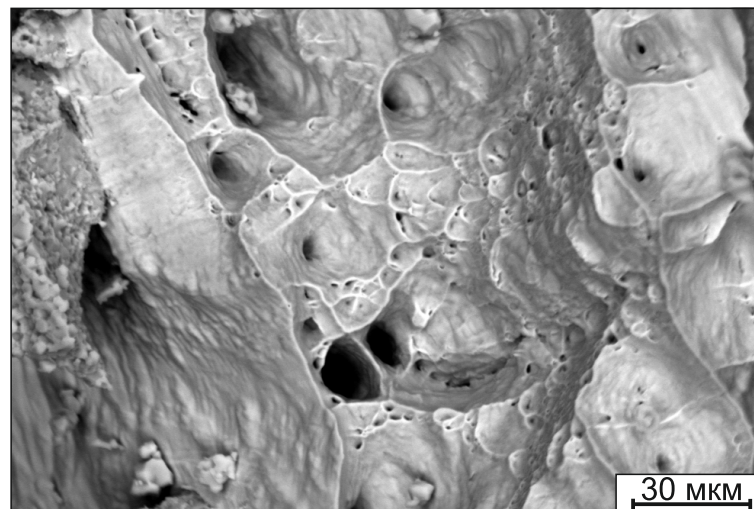


в

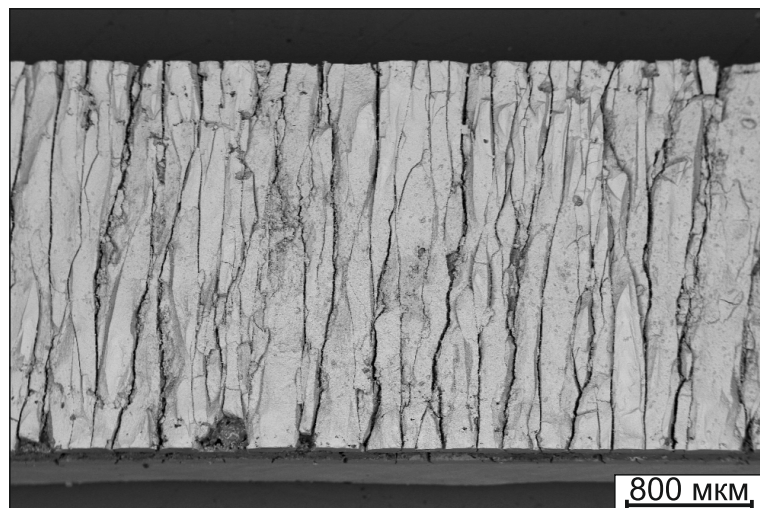
Рисунок 5.4 – Композит «никель – алюминид никеля – алюминий» после испытаний на растяжение: а, б – вид различных участков образца сбоку, в – общий вид поверхности разрушения, г - разрушение никелевого слоя, вид сбоку



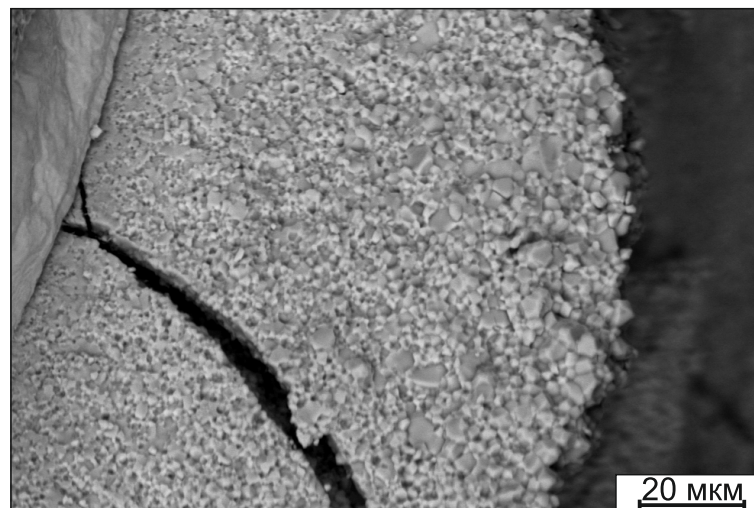
а



б



в



г

Рисунок 5.5 – Композит «никель – алюминид никеля – алюминий» после испытаний на растяжение: а – слой никеля и интерметаллидной прослойки на поверхности разрушения образца, б – вязкое разрушение участков никеля, в – трещины в отслоившейся интерметаллидной прослойке (вид плоскости, отмеченной на рисунке 5.3 б красной линией), г – зеренная структура интерметаллида

вают на высокие адгезионные свойства в этой паре. Из-за повышенной хрупкости интерметаллид растрескивался также и в плоскости, перпендикулярной действию растягивающих сил (рисунок 5.5 в – вид на плоскость, отмеченную на рисунке 5.4 а красной линией).

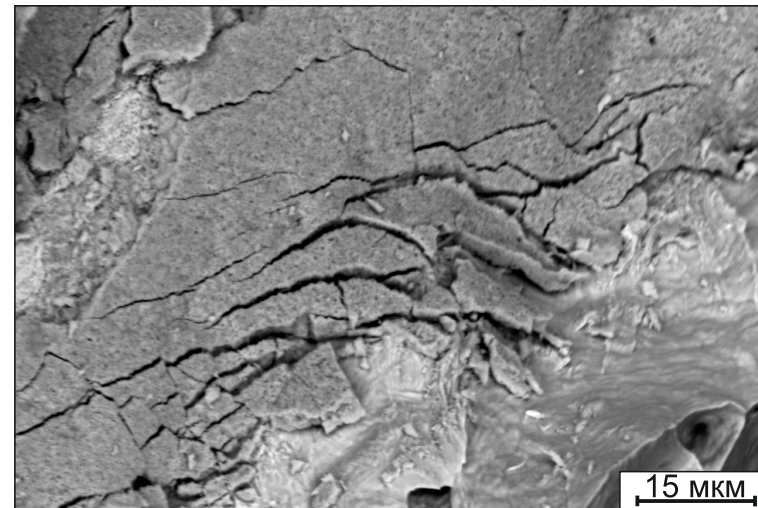
Следует отметить, что разрушение интерметаллидов преимущественно происходит по интеркристаллитному механизму. На поверхности излома (рисунок 5.5 г) отчётливо наблюдаются отдельные зёрна интерметаллида. Причём наиболее крупные зерна интерметаллида зафиксированы вблизи слоя алюминия, что соответствует результатам представленных ранее структурных исследований. По мере приближения к никелевому слою размер зерен интерметаллида плавно снижается.

Испытания на ударную вязкость композитов «никель – алюминид никеля – алюминий»

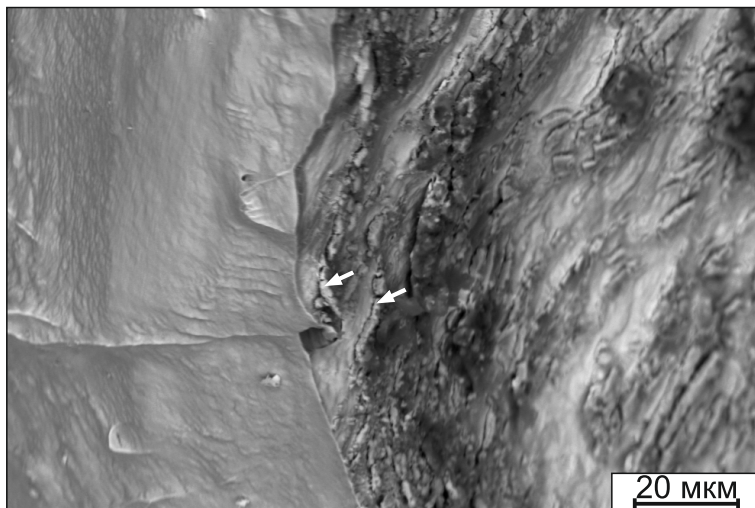
Схема проведения испытаний на ударную вязкость композитов «никель – алюминид никеля – алюминий» приведена во второй главе на рисунке 2.10. Результаты проведенных испытаний показали, что энергия, затраченная на разрушение композита, составила 180 Дж. Следует отметить, что разрушения композита на две отдельные части при динамическом нагружении образцов не происходило. Полное разделение наблюдалось лишь на нескольких первых слоях никеля и алюминия (рисунок 5.6 а). Таким образом, на распространение магистральной трещины была израсходована лишь некоторая часть энергии удара. Механизмы рассеивания энергии удара были связаны не только с пластической деформацией слоёв алюминия и никеля, разрушением хрупкой интерметаллидной составляющей композита (рисунок 5.6 б, в, г), но также с расслаиванием композита (рисунок 5.6 а).



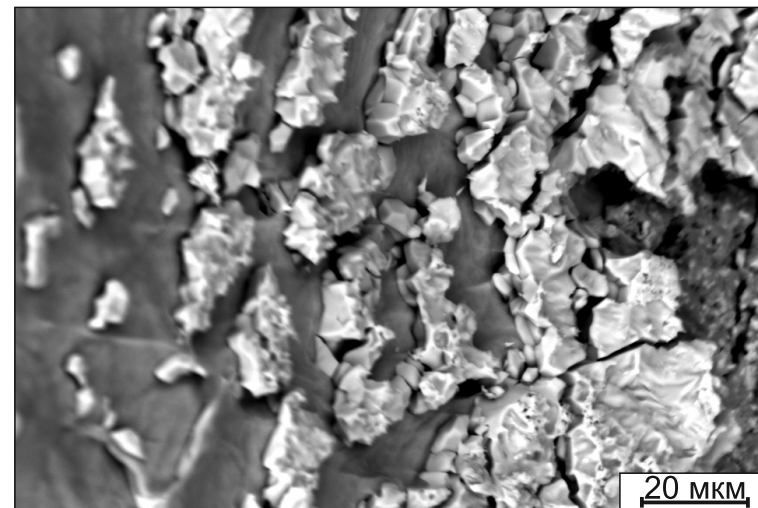
а



б



в



г

Рисунок 5.6 – Композит «никель – алюминид никеля – алюминий» после испытаний на ударную вязкость: а – общий вид образца, б – разрушение интерметаллидного слоя на поверхности никеля, в – интерметаллидные частицы на поверхности никеля г – интерметаллидные частицы на поверхности алюминия

5.3 Выводы

1. Зафиксированный экспериментально уровень прочности композиционных материалов, полученных по технологии сварки взрывом никеля и алюминия, превышает значения прочности, рассчитанные по правилу смесей. Обусловлено это деформационным упрочнением материалов в процесс 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.

2. 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 материалов.

6 ФОРМИРОВАНИЕ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ «НИКЕЛЬ – АЛЮМИНИД НИКЕЛЯ» С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕХНОЛОГИИ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

Очевидно, что в композитах типа «никель – алюминид никеля – алюминий» присутствие прослоек алюминия благоприятно сказывается на снижении удельного веса композита, а также снижении его стоимости. Однако область применения данного материала ограничена относительно низкими температурами вследствие значительного термического разупрочнения алюминия. При температурах более 300 °С прочность сплавов на основе алюминия не значительна [176]. Кроме того, невысокие по сравнению с никелем и алюминидами никеля прочностные свойства алюминия снижают общий уровень механических свойств композита. Таким образом, в условиях эксплуатации с более высокими нагрузками целесообразно использование композитов «никель – алюминид никеля» (без алюминиевых прослоек).

Для формирования композитов «никель – алюминид никеля» рационально использовать более тонкие фольги в связи с тем, что уменьшение толщины исходного алюминия сокращает время перехода всего объема алюминия в интерметаллид и существенно сокращает время, затрачиваемое на термическую обработку. Однако реализация технологии сварки взрывом с использованием тонких фольг сопровождается рядом технологических проблем. В частности, при уменьшении толщины исходных тонколистовых заготовок снижается их жесткость. В связи с этим достаточно проблематично обеспечить постоянство зазора и угла соударения между фольгами в процессе метания, что может привести к разрушению образца во время сварки взрывом.

Искровое плазменное спекание является эффективным способом формирования композитов «никель – алюминид никеля» на основе тонколистовых фольг. Принято считать, что при *SPS*-спекании происходит соединение чистых поверхностей, результатом которого является формирование высококачественного материала. Благодаря скин-эффекту, проявляющемуся при искровом плазменном спе-

кании, происходит быстрое испарение поверхностных загрязнений и оксидов [77, 143, 144, 145]. При этом удается снизить количество примесных элементов, скапливающихся в центре интерметаллидной прослойки, что благоприятно сказывается на прочностных свойствах композитов [77]. Присутствие данных элементов обычно фиксируется в структуре композитов данного типа, полученных методом традиционного нагрева заготовок под давлением в вакууме [47].

Искровое плазменное спекание представляет собой относительно новую прогрессивную технологию, которая начала активно развиваться около 20–25 лет назад. Однако спекание фольг, в отличие от порошковых материалов, в известной литературе отражено недостаточно подробно и многие особенности этого процесса требуют дополнительных исследований.

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

Образцы с толщиной алюминиевых фольг 100 мкм спекались упакованными в никелевую форму типа «стакан в стакан», представленную во втором разделе на рисунке 2.5. Такой подход позволил предотвратить вытекание жидкого алюминия из заготовки при нагреве выше 660 °С. Серия образцов с алюминиевыми фольгами толщиной 25 мкм спекалась в графитовой форме без использования никелевой оболочки.

6.1 Влияние температуры спекания на структуру и свойства многослойных композитов «никель – алюминид никеля»

Искровое плазменное спекание многослойных пакетов, состоящих из попеременно уложенных фольг никеля и алюминия толщиной 200 мкм и 100 мкм соответственно (по схеме, представленной во второй главе на рисунке 2.6) проводи-

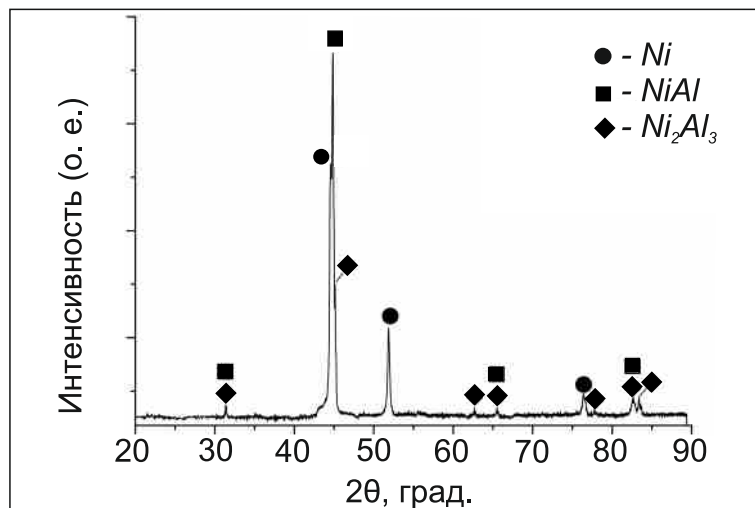
лось при температурах 900 (образец № 1), 1000 (образец №2) и 1100 °С (образец №3). Давление пуансона на образцы составляло 20 МПа.

Приведенные на рисунке 6.1 рентгенограммы, соответствующие материалу поперечного сечения, свидетельствуют о том, что весь алюминий в процессе реакции перешел в состав интерметаллидной прослойки. Таким образом, каждый из трех указанных выше композитов состоит из чередующихся слоёв никеля и интерметаллидов системы « $Ni - Al$ ». Интенсификация диффузионных процессов, обусловленная увеличением температуры спекания, сопровождается ростом толщины интерметаллидной прослойки и уменьшением толщины никелевого слоя. В образце № 1 среднее значение толщины никелевого слоя составляет 190 мкм, а интерметаллидной прослойки — 83 мкм, в образце № 2 — 172 и 87 мкм и в образце № 3 — 167 и 95 мкм соответственно.

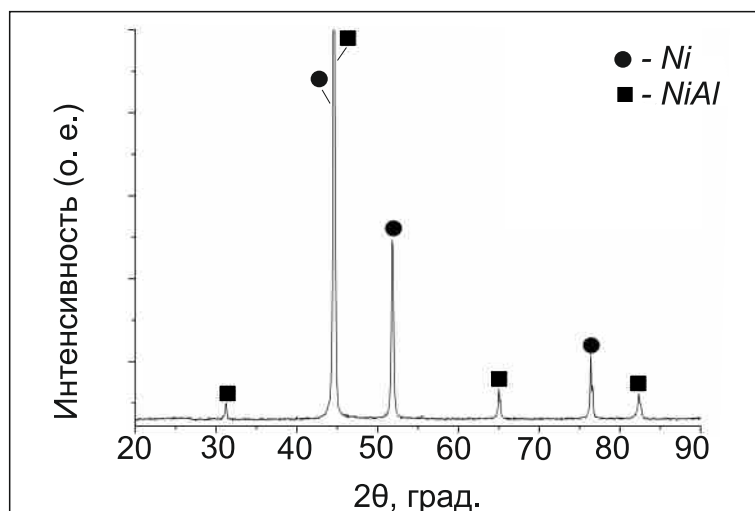
В ходе исследований было установлено, что образец, спеченный при 900 °С, кроме никеля содержит фазы Ni_2Al_3 и $NiAl$. При этом микрообъемы Ni_2Al_3 , в соответствии с данными микрорентгеноспектрального анализа, располагаются в центре интерметаллидной прослойки, а фаза $NiAl$ — ближе к границе с никелем (рисунок 6.2 а, таблица 6.1). Зеренная структура фазы Ni_2Al_3 отчетливо выявляется на металлографических снимках.

В структуре композитов, спеченных при 1000 °С и 1100 °С, преобладает интерметаллид $NiAl$ (рисунок 6.2 б, в). Следует отметить, что в этих образцах наблюдается постепенное изменение концентрации никеля в слое $NiAl$ от его центра к границам с никелем (таблица 6.1), что объясняется широкой областью гомогенности этой фазы (от 45 ат. % до 59,5 ат. % Ni). Повышение температуры спекания от 900 до 1100 °С приводит к увеличению объемной доли участков с высокой концентрацией никеля в фазе $NiAl$, о чем также свидетельствуют результаты микрорентгеноспектрального анализа.

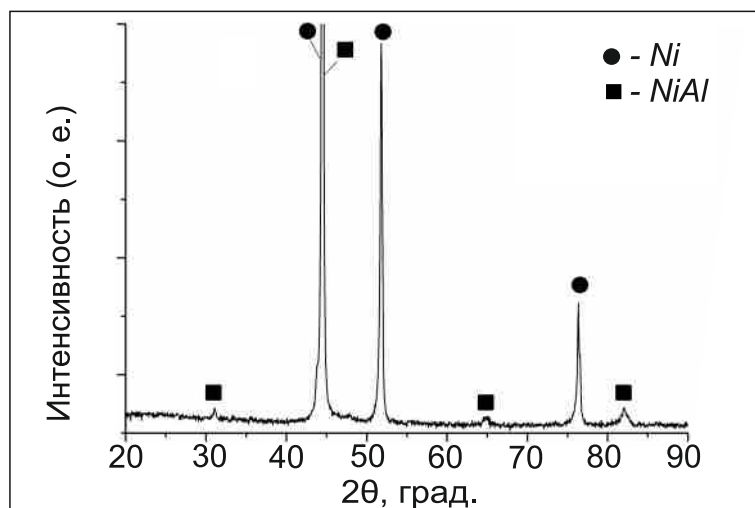
В образце № 3 (рисунок 6.2 в, г) наблюдается интерметаллидная фаза с пластинчатой морфологией. Концентрация никеля в ней составляет ~ 61,7 ат. %. При быстром охлаждении сплава «никель – алюминий» с таким составом образуется мартенситная структура $L1_0$, представляющая собой пересыщенный никелем ин-



а

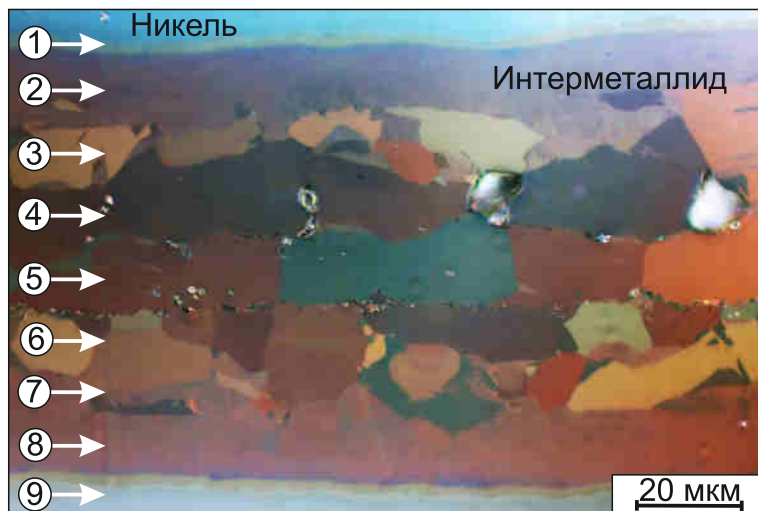


б



в

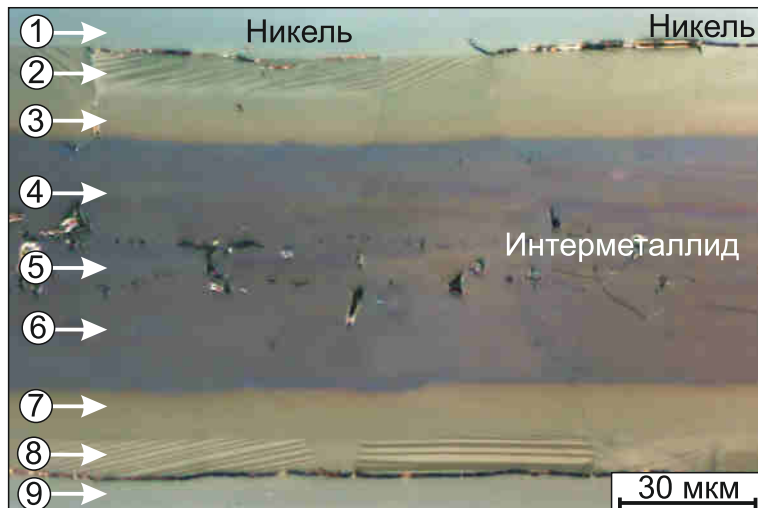
Рисунок 6.1 – Результаты рентгенофазового анализа образцов, полученных методом искрового плазменного спекания фольг никеля и алюминия при 900 °C (а), 1000 °C (б) и 1100 °C (в)



а



б



в



г

Рисунок 6.2 – Строение интерметаллидных прослоек образцов, полученных методом искрового плазменного спекания фольг никеля и алюминия при $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ (а), $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ (б) и $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (в). г – область с мартенситным участком в образце, спекленном при $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$

терметаллид β - $NiAl$. Эта фаза состоит из множества тонких параллельных пластинок, которые находятся между собой в двойниковой ориентации. В литературе отмечается, что двойникование происходит непосредственно в процессе мартенситного превращения и протекает достаточно легко, в результате чего в структуре происходит релаксация упругих напряжений [25, 177].

Результаты дюрометрических испытаний свидетельствуют о том, что наибольшим уровнем микротвердости характеризуется фаза Ni_2Al_3 (7000... 8000 МПа). Участки фазы $NiAl$ с повышенной концентрацией никеля обладают микротвердостью в диапазоне 5500...6000 МПа, зоны интерметаллида $NiAl$ с повышенной концентрацией алюминия — 3200...3800 МПа (рисунок 6.3). Полученные значения соответствуют литературным данным по микротвердости алюминидов никеля различного состава [6–16].

Таблица 6.1 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа интерметаллидных прослоек композитов № 1, № 2 и № 3

Номер спектра рисунок 6.2 а – в	Образец № 1 (рисунок 6.2 а)		Образец № 2 (рисунок 6.2 б)		Образец № 3 (рисунок 6.2 в)	
	Al, ат. %	Ni, ат. %	Al, ат. %	Ni, ат. %	Al, ат. %	Ni, ат. %
1	53,8	46,2	1,4	98,6	2,5	97,5
2	55,4	44,6	37,5	62,5	38,2	61,8
3	57,7	42,3	51,9	48,1	43,5	56,4
4	58,5	41,5	52,8	47,2	47,7	52,3
5	57,4	42,6	53,0	47	54,5	45,5
6	56,2	43,8	52,0	48	46,3	53,7
7	54,9	45,1	51,5	48,5	42,2	57,8
8	53,6	46,4	36,5	63,5	38,3	61,7
9	98,7	1,3	1,2	98,1	1,9	98,1

По результатам проведенных экспериментов, а также в соответствии с многочисленными литературными данными, повышение температуры спекания от 900 до 1100 °С способствует формированию интерметаллидных фаз с более высо-

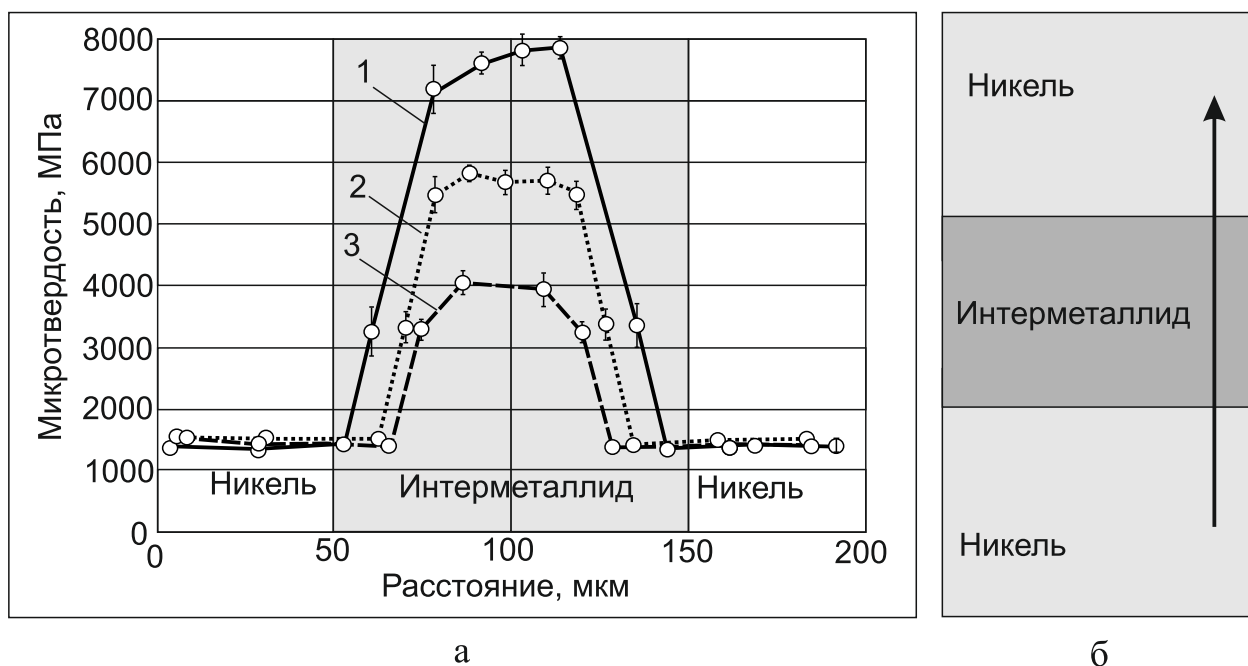


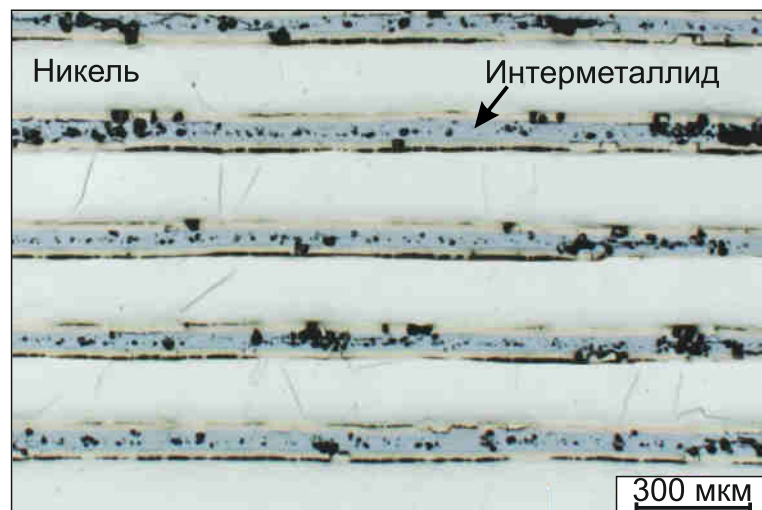
Рисунок 6.3 – Микротвердость композитов типа «никель - алюминид никеля», полученных методом искрового пламенного спекания при температурах 900 °С (1), 1000 °С (2), 1100 °С (3). б – схема измерения

ким содержанием никеля, что приводит к повышению прочностных свойств композитов. Температура спекания $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ была определена как наиболее оптимальная для искрового плазменного спекания порошковых материалов на основе никеля и алюминия в ходе экспериментов, проведенных сотрудниками Новосибирского государственного технического университета совместно со специалистами Института Гидродинамики им. Лаврентьева СО РАН [15]. В связи с этими обстоятельствами, температура $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ была выбрана для дальнейших экспериментов в рамках данной работы.

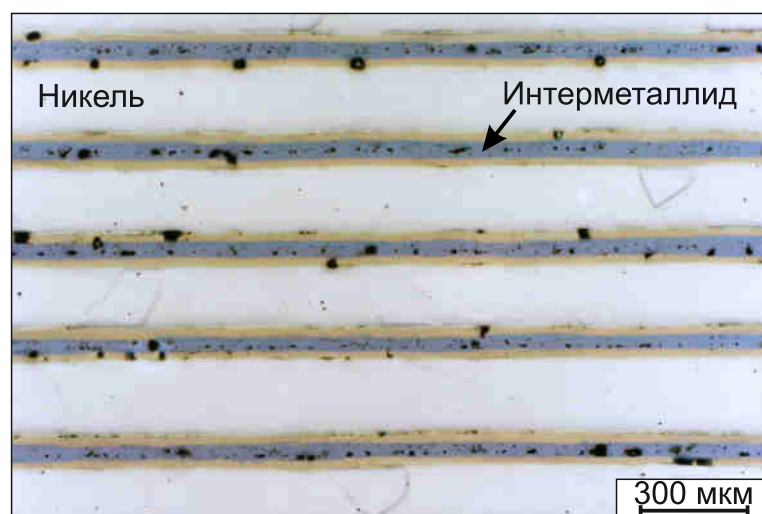
6.2 Влияние давления на пористость композитов на основе никеля и алюминия

При выполнении структурных исследований металл-интерметаллидных композитов, полученных с приложением давления 20 МПа (образцы № 1, 2, 3, описанные в пункте 6.1), в интерметаллидных слоях было зафиксировано присутствие достаточно крупных (до 70 мкм) пор. Являясь концентраторами механических напряжений, поры негативно отражаются на прочностных свойствах композитов. Для оценки влияния обжаривания (прилагаемого на финальном этапе обработки) на пористость образцов были получены композиты, спеченные при давлении 10 (образец № 4), 20 (образец № 3) и 30 МПа (образец № 5). Температура спекания была равна $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, выдержка при этой температуре составляла восемь минут. В образце № 4 средняя толщина никелевого слоя составила 185 мкм , интерметаллидной прослойки — 105 мкм , в образце № 3 средняя толщина никеля была равной 167 мкм , интерметаллида — 95 мкм , и в образце № 5 — 158 и 71 мкм соответственно. Таким образом, можно отметить, что толщина слоев композита уменьшалась по мере возрастания давления.

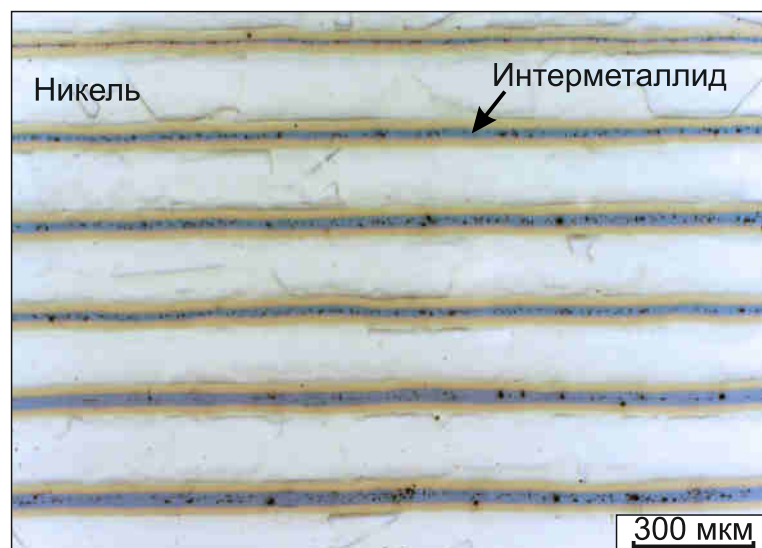
На рисунке 6.4 показано поперечное сечение каждого из образцов. Из представленных фотографий следует, что образец, спеченный при 10 МПа , обладает наибольшей пористостью. При увеличении давления до 30 МПа поры почти устраняются. В образцах № 3 и 4 на границах между слоями никеля и интерме-



а



б



в

Рисунок 6.4 – Поперечное сечение композитов «никель - интерметаллид никеля», полученных методом искрового плазменного спекания. а - давление на пуансон 10 МПа, б – 20 МПа, в – 30 МПа

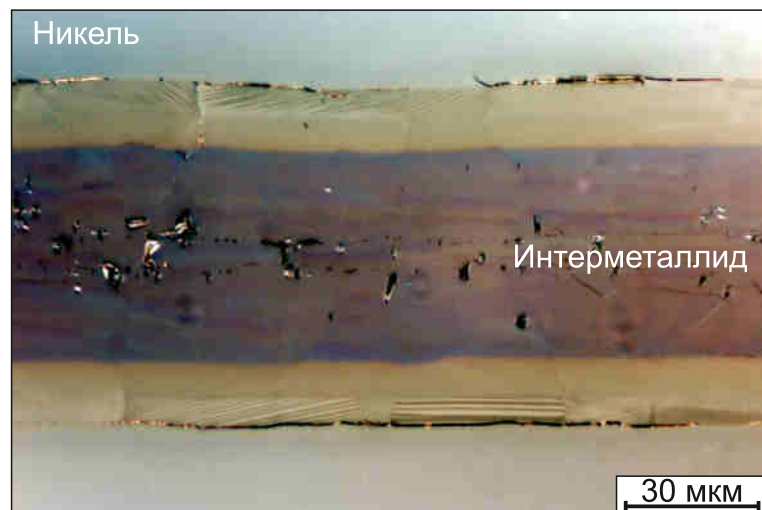
таллидов наблюдаются продольные трещины (рисунок 6.5 а – в). Вероятная причина образования таких трещин заключается в разнице коэффициентов термического расширения никеля и интерметаллидной прослойки.

В образце № 5, спеченном при максимальном давлении (30 МПа), трещины между никелем и интерметаллидом отсутствуют. При увеличении давления от 10 до 30 МПа предел прочности при растяжении возрастает в 1,5 раза (от 190 МПа до 285 МПа), предел прочности при трехточечном изгибе увеличивается в 2 раза (от 460 МПа до 910 МПа) (рисунок 6.6).

Анализ фазового состава полученных композиций показал, что все три вида композитов содержат интерметаллидную фазу $NiAl$ (рисунок 6.7 а – в). Как и в образце, полученном под давлением 20 МПа, в композитах, спеченных при 10 и 30 МПа, вблизи границы с никелевым слоем также присутствуют области с мартенситной структурой (рисунок 6.5 а – в).

Фрактографические исследования образцов после испытаний на растяжение и изгиб свидетельствуют о том, что для никелевых слоев характерен вязкий механизм разрушения, интерметаллидные же слои разрушаются хрупко (рисунок 6.8 а). Под действием растягивающих напряжений интерметаллидные слои растрескивались в направлении, перпендикулярном направлению приложенной силы (рисунок 6.8 б). Однако, благодаря адгезии между никелем и интерметаллидными прослойками, композит сохранял свою целостность до полного разрушения никелевых слоев (рисунок 6.8 б). Вблизи поверхности разрушения наблюдали расслаивание пакета (рисунок 6.8 в). Окончательное разрушение никеля происходило по центру каждой пластины, о чем свидетельствуют их заостренные края (рисунок 6.8 в).

На поверхности разрушения интерметаллидного слоя проявляются мартенситные участки (рисунок 6.8 г), образование которых наблюдалось и при выполнении металлографических исследований. Характер разрушения интерметаллидных слоев в центре и по краям различен. Центральная область прослойки характеризуется гладкой поверхностью скола. В участках с большим содержанием никеля на изломе проявляются многочисленные фасетки скола и узоры "перистого"



а

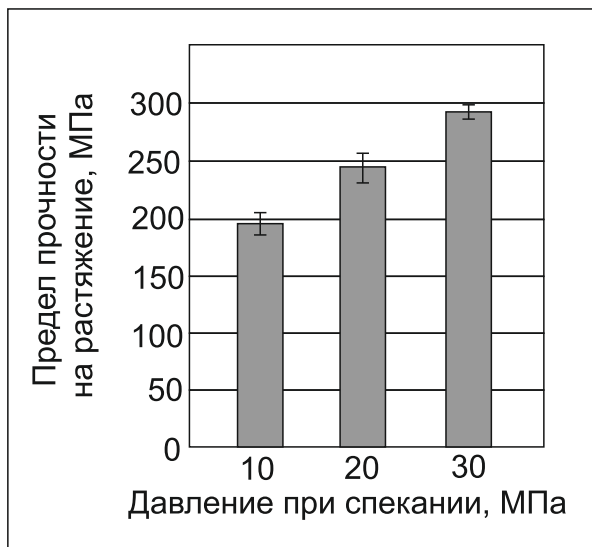


б

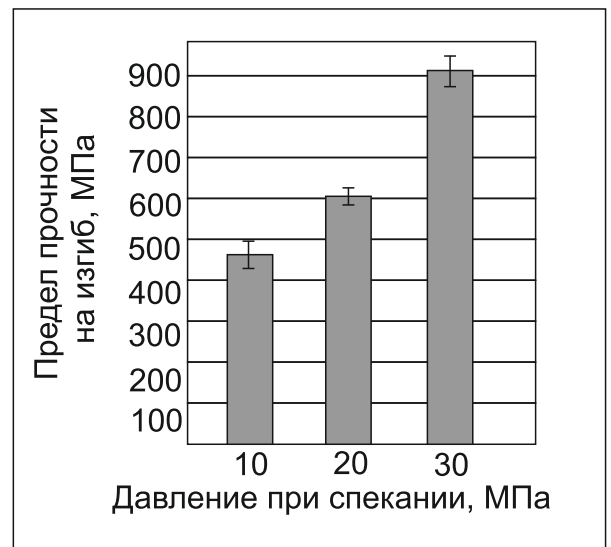


в

Рисунок 6.5 – Строение интерметаллидных прослоек композитов «никель – интерметаллид никеля», полученных методом искрового пламенного спекания: а – давление 10 МПа, б – 20 МПа, в – 30 МПа

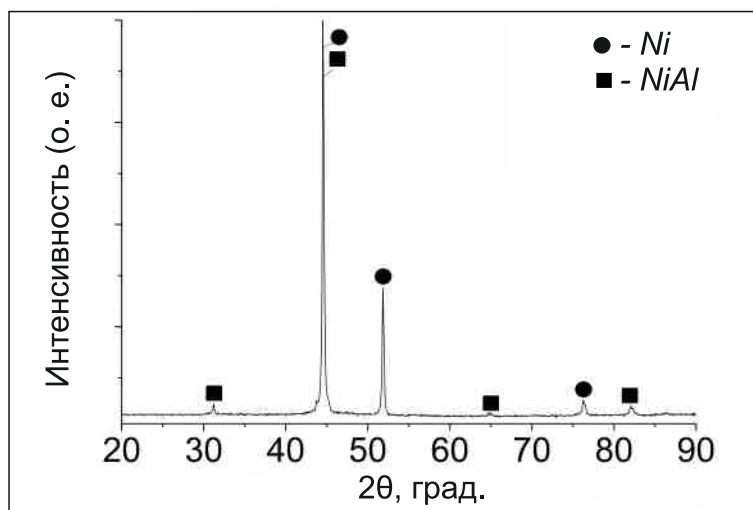


а

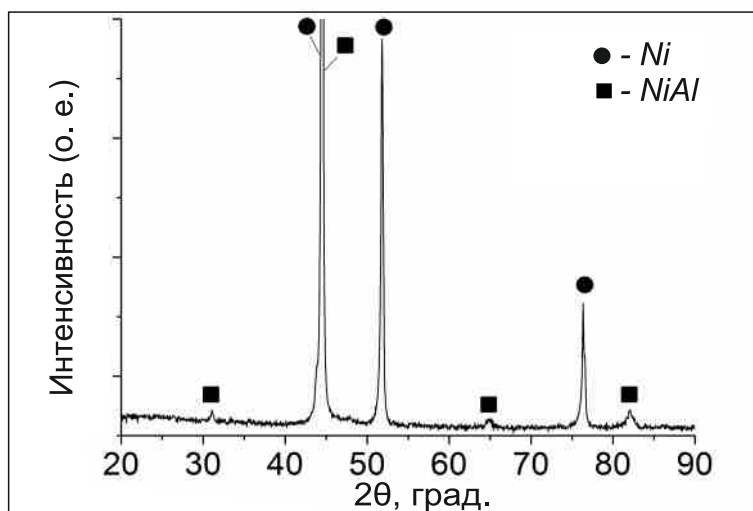


б

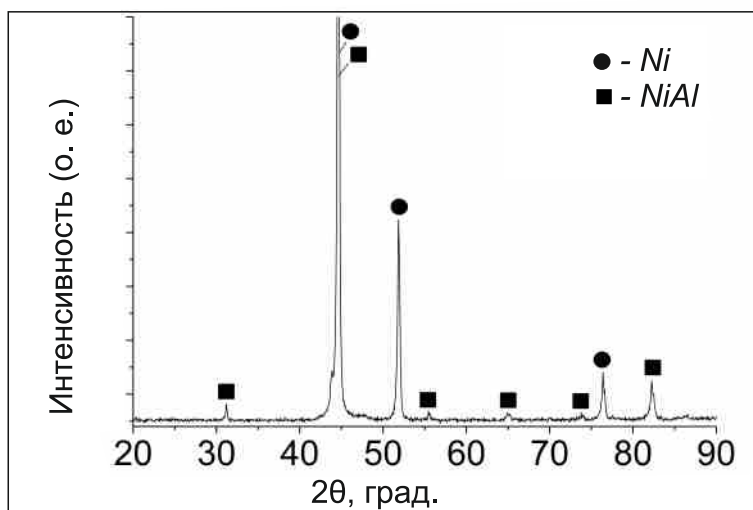
Рисунок 6.6 – Результаты испытаний на растяжение (а) и изгиб (б) композитов «никель - алюминид никеля», полученных методом искрового пламенного спекания при давлении 10 МПа, 20 МПа и 30 МПа



а



б

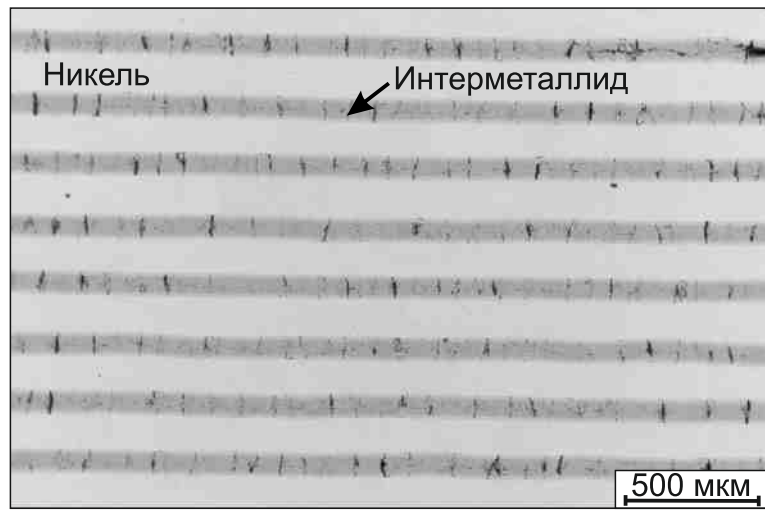


в

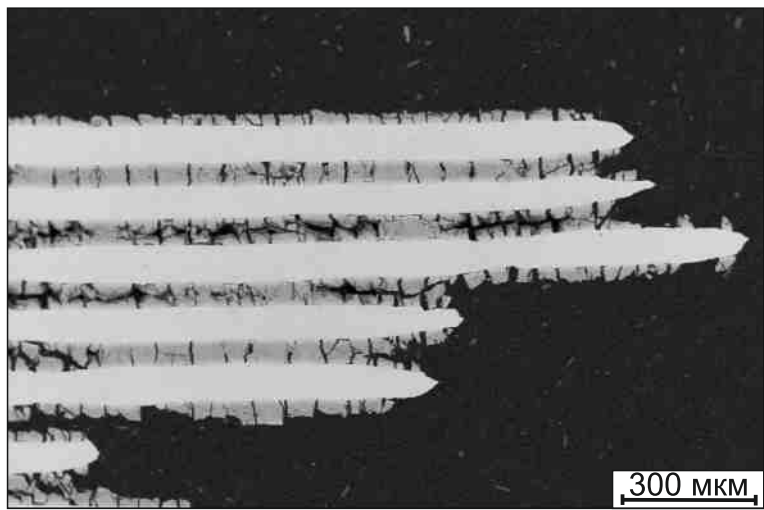
Рисунок 6.7 – Результаты рентгенофазового анализа образцов, полученных методом искрового плазменного спекания никелевых и алюминиевых фольг: а – давление 10 МПа, б – 20 МПа, в – 30 МПа



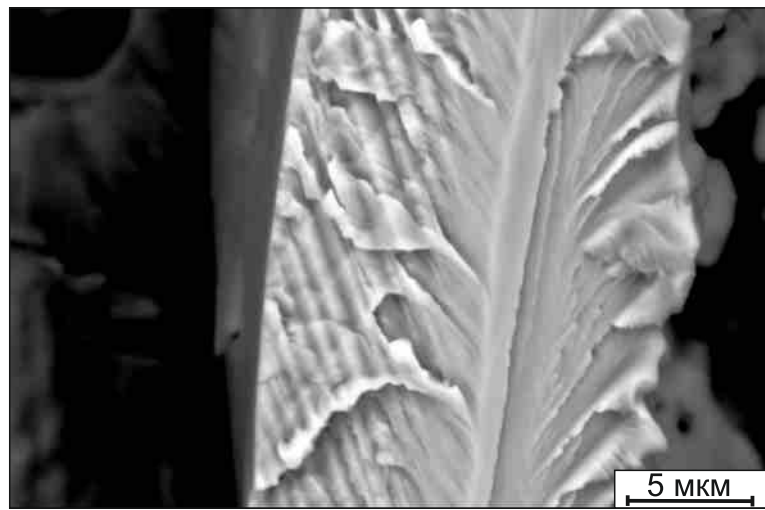
а



б



в



г

Рисунок 6.8 – Изломы образцов после испытаний на растяжение и изгиб: а, г – поверхность разрушения, б, в – вид боковой поверхности разрушенного образца

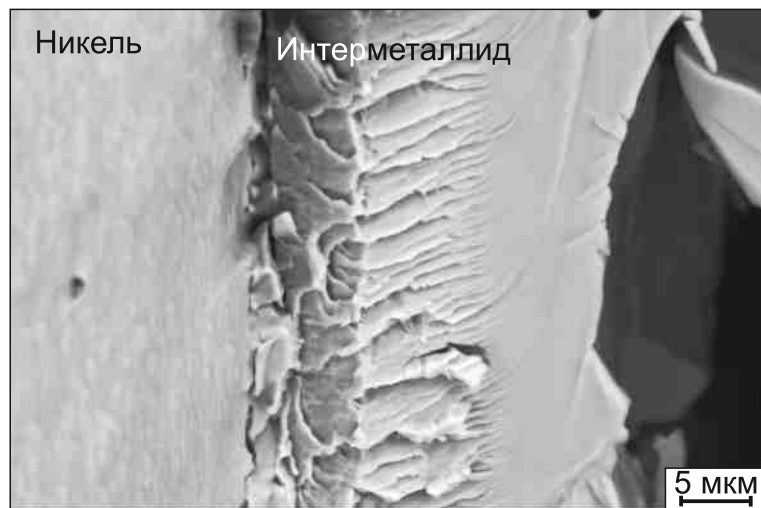
типа (рисунок 6.8 г, 6.9 а). Смена механизмов разрушения обусловлена разницей в химическом составе данных участков.

На изломе, возникающем при расслоении вдоль середины интерметаллидного слоя, отчетливо выявляется зеренная структура алюминид никеля (рисунок 6.9 б). Этот факт свидетельствует о том, что разрушение интерметаллида в продольном направлении происходит по межзеренным границам. Множество параллельных трещин в интерметаллиде развивается также в направлении, перпендикулярном действию растягивающих напряжений. Трещины пересекают зерна интерметаллида, что свидетельствует о транскристаллитном механизме разрушения (рисунок 6.9 в). На поверхности излома заметны дефектные пористые участки, характерные для центра интерметаллидной прослойки слоистых металл-интерметаллидных структур (рисунок 6.9 в, г).

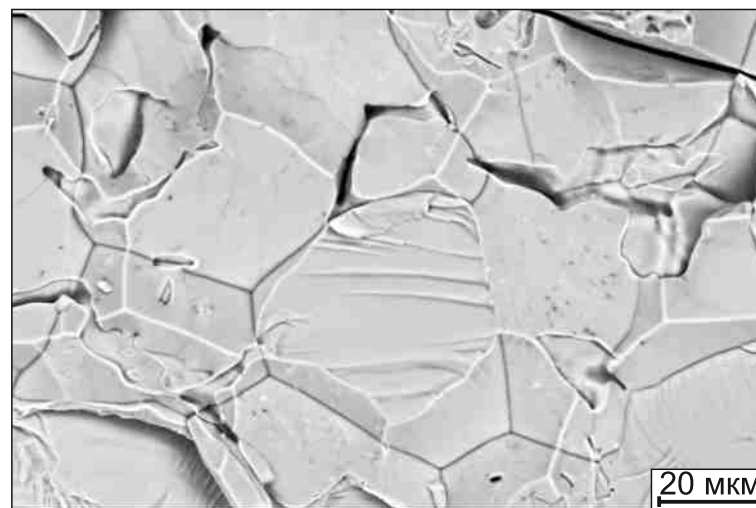
6.3 Влияние толщины спекаемых фольг на структуру многослойных композитов «никель – алюминид никеля», полученных методом искрового плазменного спекания

Для выявления влияния толщины исходных фольг на структуру композитов было проведено спекание двух типов образцов, различающихся толщиной исходных заготовок. В первом образце толщина никеля и алюминия составляла 200 мкм и 100 мкм соответственно (образец № 5, результаты исследования которого были представлены ранее), во втором – 100 и 25 мкм (образец № 6) соответственно. Спекание проводилось в течение 8 минут при температуре 1100 °С и давлении 30 МПа.

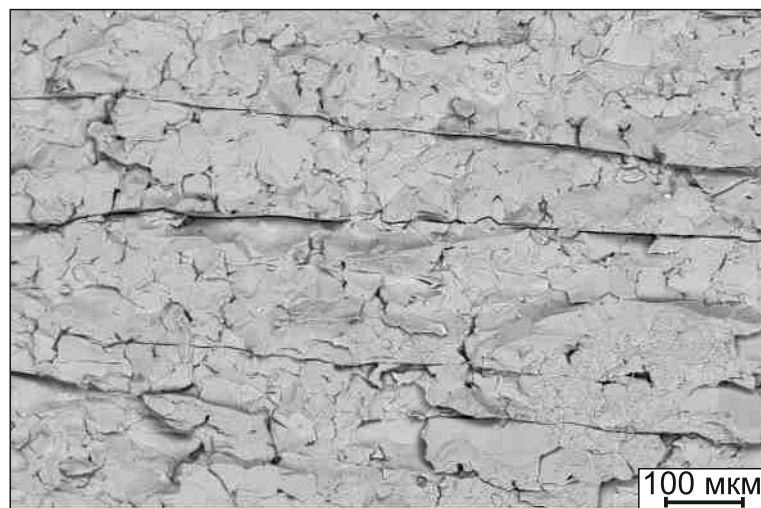
Рентгенофазовый анализ композитов свидетельствует о том, что, в отличие от образца № 3, содержащего интерметаллидную фазу $NiAl$, образец, полученный при спекании более тонких фольг, не содержит интерметаллидов (рисунок 6.10). Это связано с тем, что весь алюминий был растворен в никелевой матрице. Таким образом, материал состоял из чередующихся слоев никеля и твердого раствора алюминия в никеле. На металлографических снимках твердому раствору соответствуют слои, характеризующиеся слабой травимостью (рисунок 6.11 а, б). При-



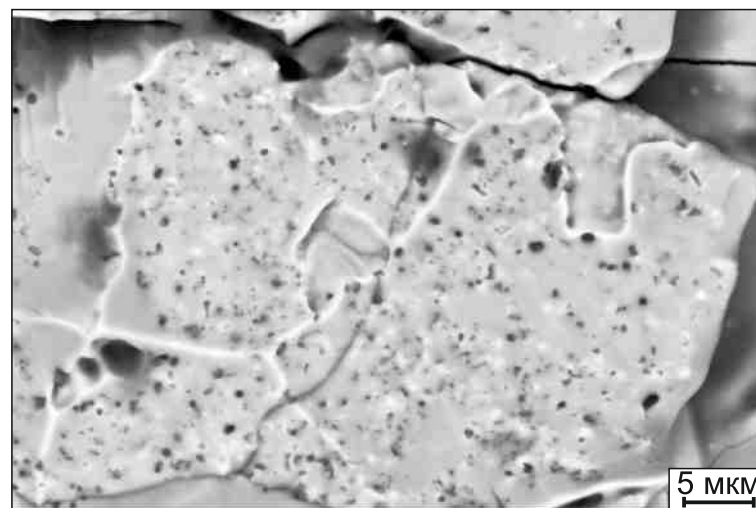
а



б



в



г

Рисунок 6.9 – Изломы образцов после испытаний на растяжение и изгиб: а – поверхность разрушения, б, в, г – поверхность разрушения в центре интерметаллидной прослойки

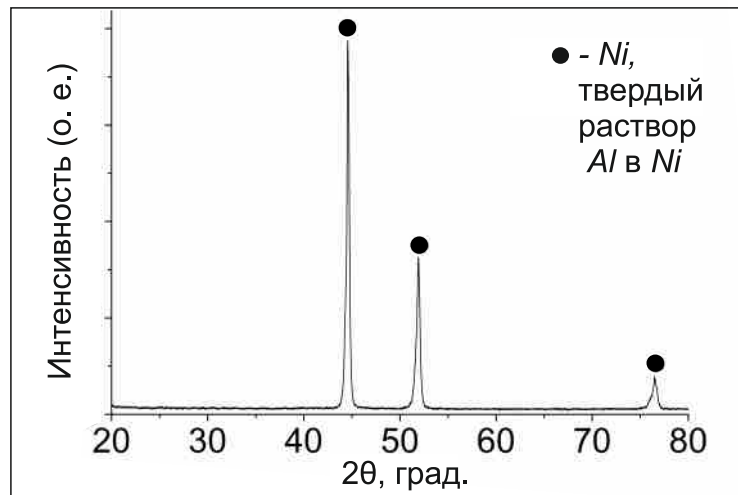


Рисунок 6.10 – Результаты рентгенофазового анализа образца, полученного методом искрового плазменного спекания фольг никеля и алюминия толщиной 100 и 25 мкм соответственно при 1100 °С, давлении 30 МПа и длительности выдержки – 8 минут

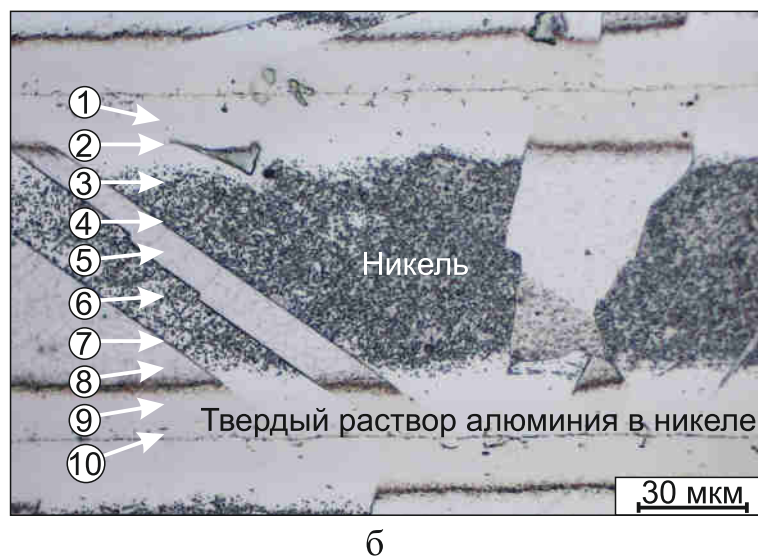
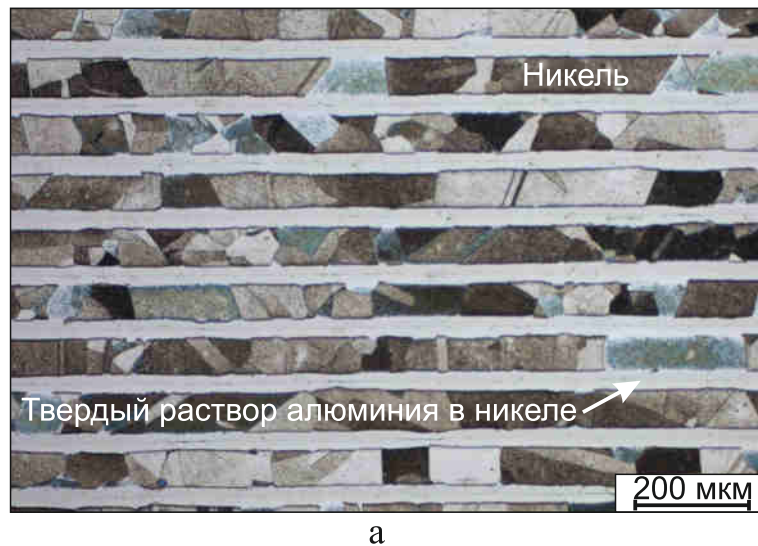


Рисунок 6.11 – Структура композита, состоящего из чередующихся слоев никеля и твердого раствора алюминия в никеле, полученного методом искрового плазменного спекания

существование алюминия в данном образце было зафиксировано методом микрорентгеноспектрального анализа (рисунок 6.11 б, таблица 6.2). Установлено, что количество алюминия в твердом растворе достигает 17 ат. % в центральной области нетравящейся прослойки и постепенно снижается до нуля по мере приближения к границе с никелем.

Таблица 6.2 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа прослоек в композите № 9

Номер спектра на рисунке 6.11 б	Al, ат. %	Ni, ат. %
1	16,9	83,1
2	5,8	94,2
3	0	100
4	0	100
5	0	100
6	0	100
7	0	100
8	0	100
9	12,9	87,1
10	15,6	54,4

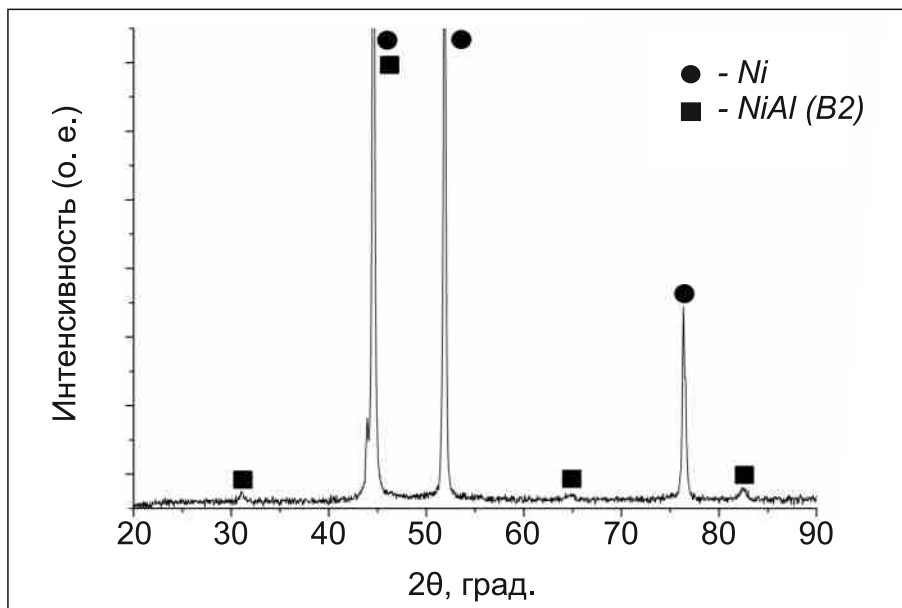
Уменьшение толщины исходных слоев металлов привело к увеличению суммарной площади контакта реагирующих компонентов и повышению скорости реакции. Таким образом, если в начальный момент процесса могло образоваться некоторое количество интерметаллидов, то при дальнейшей выдержке образца при повышенных температурах эти интерметаллиды растворились в никелевых слоях.

6.4 Влияние длительности искрового плазменного спекания на структуру и свойства многослойных композитов «никель – алюминид никеля»

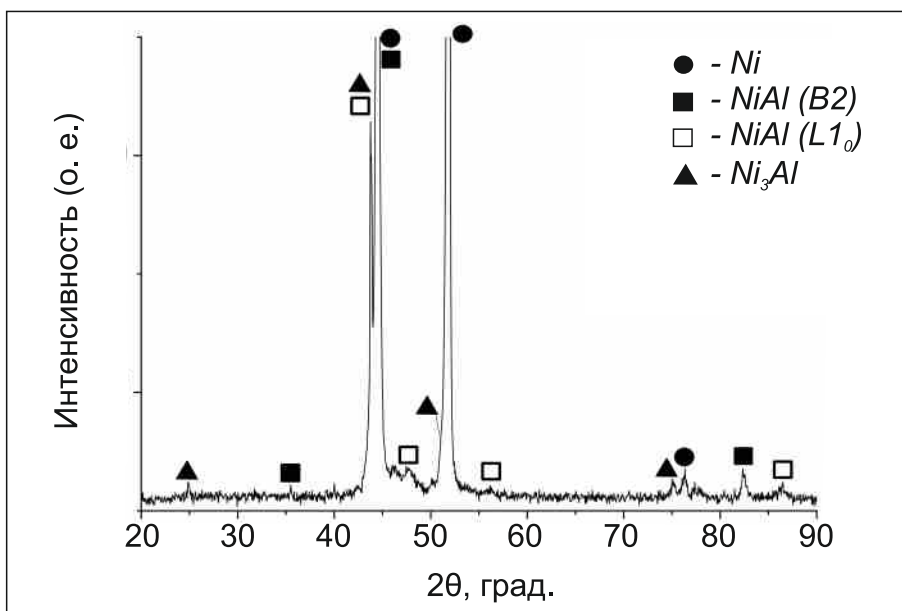
В предыдущем разделе было показано, что результатом длительной выдержки тонких фольг при повышенных температурах является диффузионное растворение алюминиевой пластины и формирование твёрдого раствора на основе никеля с неоднородным распределением алюминия по сечению образца. При этом формирования слоистой металл-интерметаллидной структуры не происходит. Таким образом, для получения композита «никель – интерметаллид» на основе фольг никеля и алюминия толщиной 100 и 25 мкм необходимо ограничивать длительность выдержки материала при максимальной температуре.

В описанной в данном разделе серии экспериментов время выдержки образцов при 1100 °С изменялось и составляло 8 минут (образец № 6), 3 минуты (образец № 7) и 0,5 минут (образец №8). Остальные параметры спекания оставались неизменными (температура – 1100 °С, давление – 30 МПа). Средняя толщина интерметаллидных прослоек в композитах № 7 и № 8 составляла 15 мкм, никелевых — 86 мкм.

В соответствии с данными рентгенофазового анализа в составе образца, спеченного в течение 0,5 минут, помимо никеля присутствует фаза $NiAl$ (рисунок 6.11 а), отдельные участки которой находятся в мартенситном состоянии (рисунок 6.12 в). Образец, спеченный в течение 3 минут, состоял из никеля, а также соединений $NiAl$ и Ni_3Al (рисунок 6.12 б). Согласно данным микрорентгеноспектрального анализа (рисунок 6.13 г, таблица 6.3) микрообъемы $NiAl$ располагаются в центре интерметаллидной прослойки, фаза Ni_3Al прилегает к границе с никелем. В данном образце значительная доля интерметаллидной фазы обладала ярко выраженной мартенситной структурой (рисунок 6.13 б, г). В связи с этим помимо признаков кубической фазы $NiAl$ ($B2$) на рентгеновских дифрактограммах присутствуют пики тетрагональной мартенситной фазы $NiAl$ ($L1_0$). На рентгеновских дифрактограммах образцов, содержащих незначительное количество мартенситных участков (образцы № 3, 4, 5 и 8), присутствует лишь след наиболее интенсивного

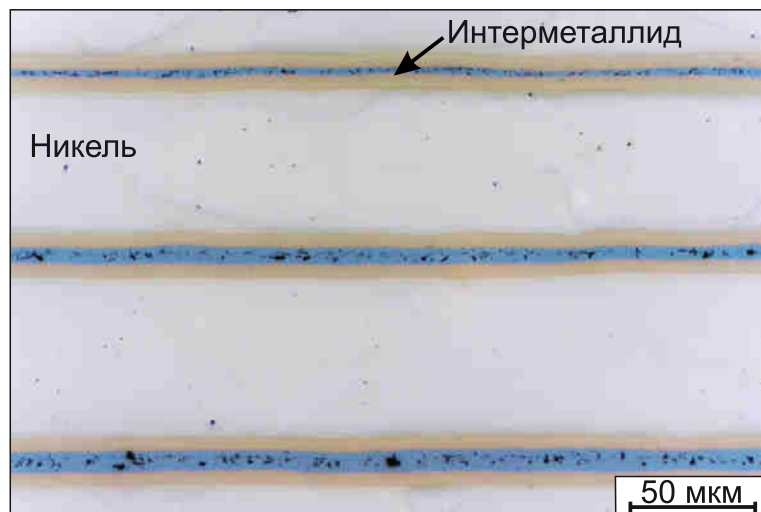


а

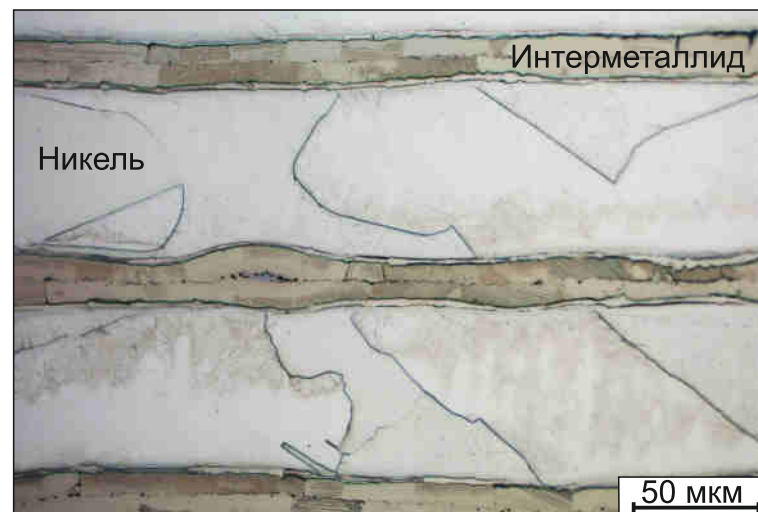


б

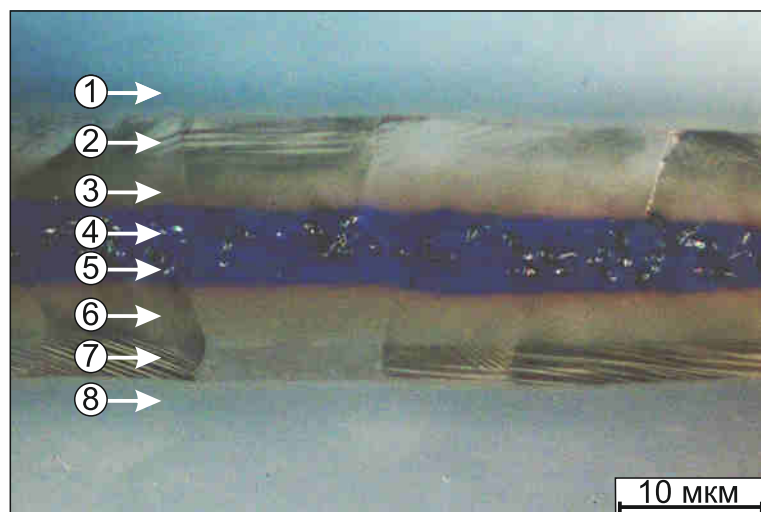
Рисунок 6.12 – Результаты рентгенофазового анализа образца, полученного методом искрового плазменного спекания фольг никеля и алюминия с различной длительностью выдержки в пресс-форме: а – 0,5 минут, б – 3 минуты



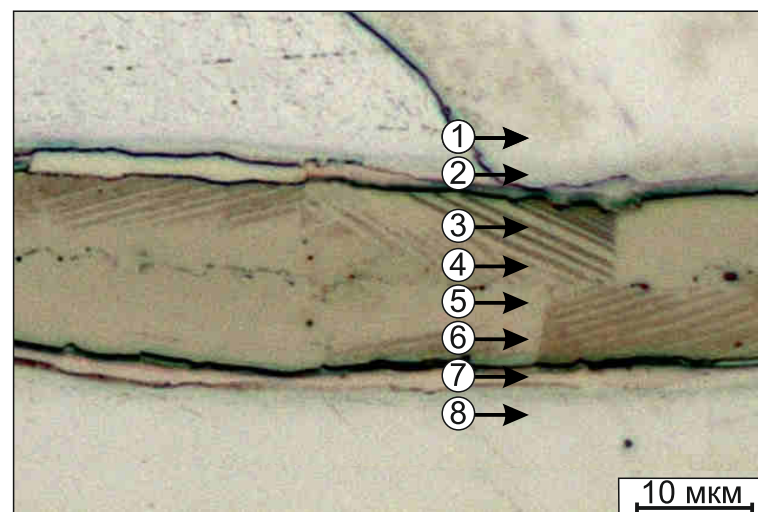
а



б



в



г

Рисунок 6.13 – Структура интерметаллидных прослоек в композитах, полученных методом искрового плазменного спекания фольг никеля и алюминия с различной длительностью выдержки: а, в – 0,5 минут, б, г – 3 минуты

пика фазы $L1_0$ ($2\theta = 43,575^\circ$). Области с мартенситной структурой, согласно данным микрорентгеноспектрального анализа, содержат $\sim 67,6$ % никеля. Образец, спеченный в течение 8 минут, как показано в предыдущем разделе, интерметаллидных фаз не содержит. Одновременно с увеличением содержания никеля в диффузионной прослойке уменьшается и ее микротвердость (от 4000 до 2000 МПа).

С увеличением времени выдержки возрастал и уровень прочностных свойств композитов. Обусловлено это увеличением объемной доли фаз с высоким содержанием никеля (рисунок 6.14). Предел прочности на растяжение исходных отожженных пластин никеля составлял 355 МПа. Несмотря на то, что объемная доля интерметаллидных фаз в образцах, спеченных в течение 0,5 и 3 минут, составляет ~ 15 %, предел прочности при растяжении данных композитов возрос до 485 и 575 МПа соответственно. Согласно правилу смеси, это косвенно свидетельствует о высоких прочностных характеристиках интерметаллидной составляющей композиционного материала.

Таблица 6.3 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа интерметаллидной прослойки в композитах № 7 и № 8

Номер спектра на рисунке 6.13	Образец № 7 (рисунок 6.13 в)		Образец № 8 (рисунок 6.13 г)	
	Al, ат. %	Ni, ат. %	Al, ат. %	Ni, ат. %
1	2,1	97,9	0	100
2	40,9	60,1	5,3	94,7
3	42,8	57,2	32,4	67,6
4	48,4	51,6	40,7	59,3
5	46,9	53,1	41,8	59,1
6	41,8	58,2	40,8	59,4
7	38,7	62,3	26,5	69,9
8	2,5	97,5	7,9	92,1

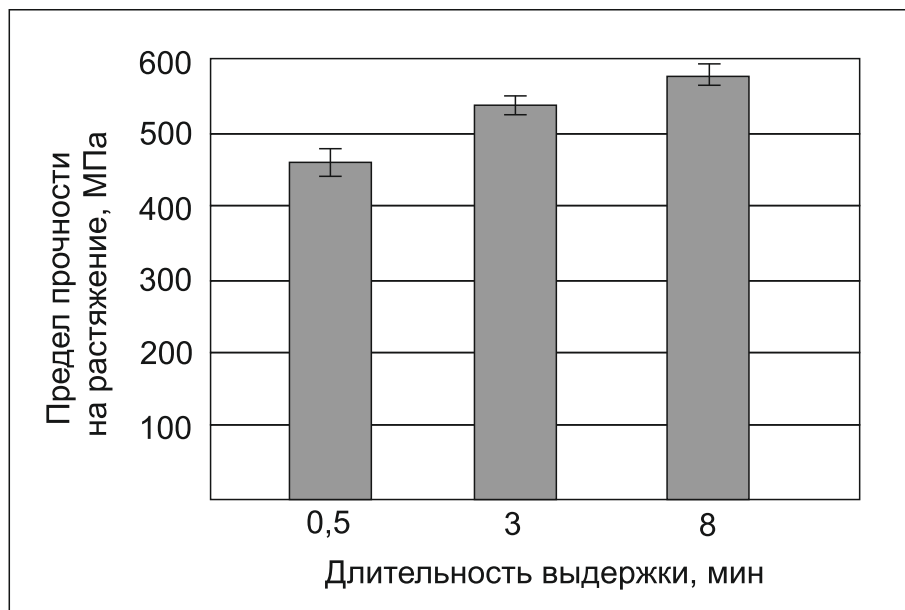


Рисунок 6.14 – Результаты испытаний на растяжение образцов, полученных методом искрового плазменного спекания фольг никеля и алюминия с различной длительностью выдержки: 0,5 минут, 3 минуты и 8 минут

Результаты фрактографических исследований образцов № 7 и № 8 представлены на рисунке 6.15 а – г. В большинстве участков образца № 7 интерметаллид по центру прослойки не расслаивается. При этом на границе слоев никеля и интерметаллида наблюдается расслоение материала. В то же время в образце № 8 наблюдается расслоение по центру интерметаллидной прослойки. Кроме того, в процессе разрушения образца № 8 хрупкие интерметаллидные слои дробились на фрагменты, между которыми никель продолжал пластически деформироваться до полного разрушения (рисунок 6.15 в). Возможные объяснения различий в характере разрушения интерметаллидных прослоек этих образцов связаны с различием фазового состава, а также адгезионных и прочностных свойств отмеченных фаз.

Образец № 6, в составе которого не было обнаружено интерметаллидных участков, разрушается вязко по всей площади поверхности разрушения (рисунок 6.15. д). Расслоения материала вблизи поверхности разрушения в образце № 6 не наблюдалось.

6.5 Выводы

1. Искровое плазменное спекание фольг никеля и алюминия является эффективным способом создания многослойных композиционных материалов типа «никель – алюминид никеля».

2. 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).

3. В образцах, спеченных при 1100 °С, в участках с концентрацией никеля ~ 61,7 и 67,6 ат. % формируется двойникованная мартенситная структура.

4. Увеличение давления на финальном этапе от 10 до 30 МПа сопровождается снижением количества пор и благоприятно отражается на качестве спекаемого материала. Результатом происходящих структурных преобразований является

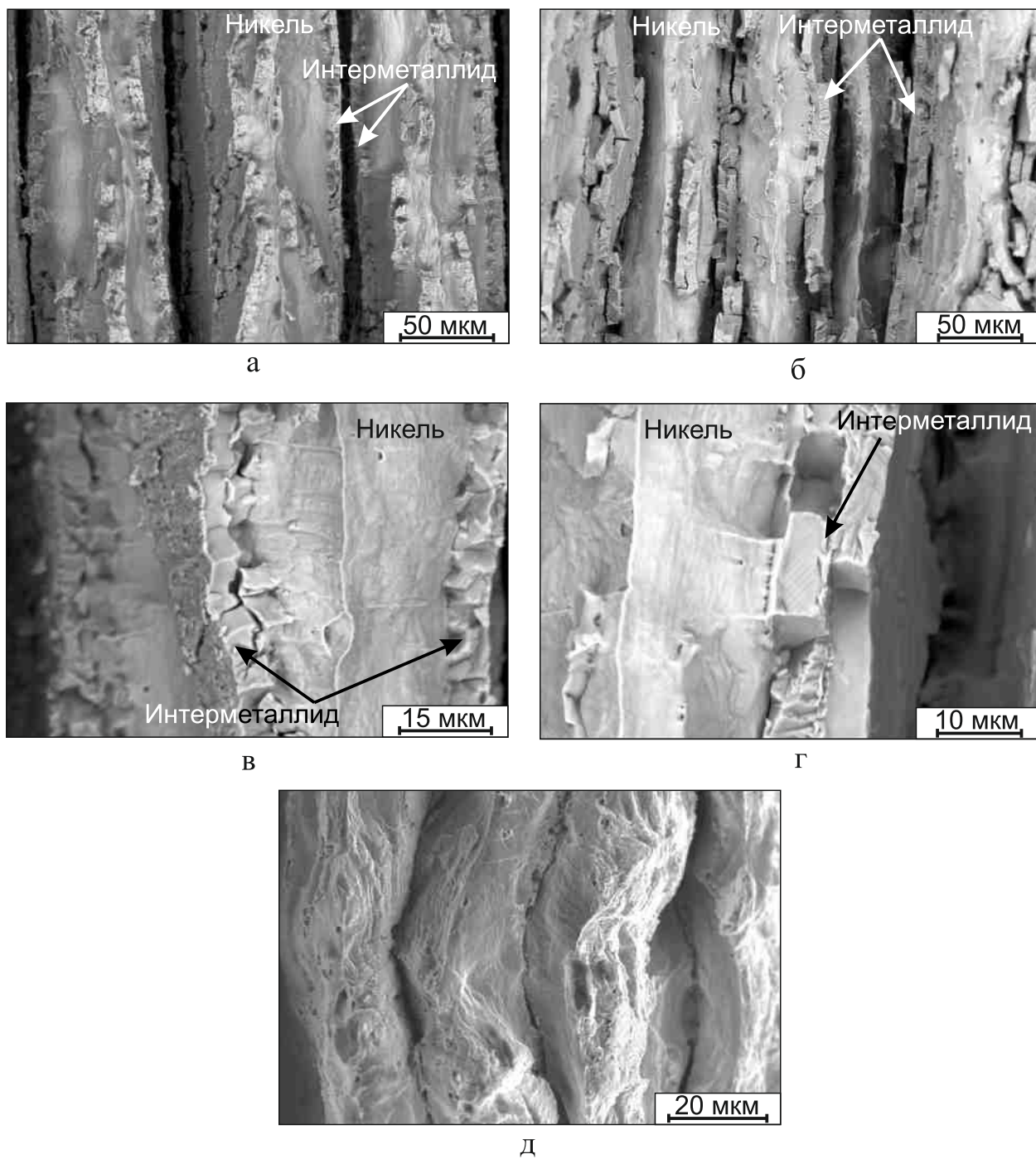


Рисунок 6.15 – Поверхности разрушения спеченных образцов после испытаний на растяжение и изгиб: а, в – образец, спеченный в течение 0,5 минут, б, г – образец, спеченный в течение 3 минут, д – образец, спеченный в течение 8 минут

повышение прочности композита при растяжении в 1,5 раза, а при испытаниях на изгиб — в 2 раза.

5. Длительность пребывания материала в высокотемпературном состоянии является важным технологическим параметром, требующим контроля при спекании тонких фольг алюминия и никеля. Изменение выдержки в диапазоне от 0,5 до 8 минут существенно влияет на фазовый состав продуктов реакции. Термическая обработка слоистых пакетов при 1100 °С в течение 0,5 минут приводит к формированию интерметаллидных прослоек $NiAl$. Результатом увеличения длительности выдержки до 3 минут является образование соединений $NiAl$ и Ni_3Al . Выдержка в течение 8 минут приводит к полному растворению интерметаллидной прослойки в никеле и формированию композита в виде чередующихся слоев никеля и твердого раствора алюминия в никеле.

6. Наибольшим уровнем прочности (535 МПа) среди разработанных композитов типа «металл – интерметаллид» обладает материал, полученный путем спекания в течение трех минут фольг никеля и алюминия толщиной 100 и 25 мкм соответственно при температуре 1100 °С и давлении 30 МПа.

7 АПРОБАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

При выполнении диссертационной работы были исследованы многослойные композиционные материалы трех типов. Первый из них состоял из чередующихся слоев никеля и алюминия, соединенных методом сварки взрывом. Материалы второго типа отличались от первого наличием прослоек алюминидов никеля, образовавшихся при термической обработке на границах между никелем и алюминием. Третий тип композиционного материала был получен методом искрового плазменного спекания фольг никеля и алюминия и представлял собой чередующиеся слои никеля и алюминидов никеля. На основании результатов, полученных при выполнении диссертационной работы, можно сделать вывод о том, что исследуемые материалы обладают рядом преимуществ, позволяющих рекомендовать их к использованию в практических целях.

Полученные при выполнении диссертационной работы экспериментальные данные используются в учебном процессе в Новосибирском государственном техническом университете.

7.1 Преимущества слоистых материалов, полученных по технологии сварки взрывом

Интенсивное развитие различных отраслей промышленного производства требует использования материалов, обладающих высоким комплексом физических, механических и эксплуатационных характеристик. Во многих случаях традиционные методы улучшения свойств конструкционных материалов, широко используемые в современном машиностроении, не в состоянии удовлетворить требованиям, возникающим при реализации перспективных технических и конструкторских решений.

В последние десятилетия в наиболее развитых областях промышленности все чаще используются композиционные материалы. Сочетания металлических

материалов, которые практически невозможно соединить традиционными способами сварки, на практике могут быть обеспечены лишь с применением энергоёмких технологий, одной из которых является сварка взрывом. Слоистые композиционные материалы, полученные с применением метода сварки взрывом, широко используются в машиностроении, химической промышленности, энергетике, и других отраслях промышленности.

Объединение в одном композите материалов, обладающих различными характеристиками, во многих случаях позволяет достичь требуемого уровня механических и эксплуатационных свойств и расширить возможности современных машин и конструкций. Например, соединение сплава, характеризующегося высокой прочностью и твердостью, с пластичными материалами является одним из эффективных способов повышения запаса надежности композитов. Сварка высокопрочного дорогостоящего материала с более дешевым сплавом, обладающим низким удельным весом, позволяет снизить стоимость получаемого композита, и, следовательно, расширить область его применения.

Экспериментально было показано, что сложная структура сварных швов играет особую роль в формировании комплекса прочностных и усталостных свойств композиционных материалов. Благодаря особенностям строения, границы сварки взрывом являются фактором, препятствующим распространению усталостных трещин. Волнообразная структура сварного шва способствует тому, что усталостная трещина разветвляется вдоль границ сварных швов, а также часто меняет направление движения. Эти особенности делают распространение трещины более энергозатратным процессом, что способствует повышению усталостных свойств материалов [147, 178, 179].

Известно, что сварка материалов взрывом обычно сопровождается эффектом деформационного упрочнения. В представленной к защите диссертационной работе показано, что динамическое взаимодействие пластин никеля и алюминия приводит к росту их микротвердости и прочностных характеристик композита. Следует подчеркнуть, что наибольшую пластическую деформацию претерпевают участки никеля и алюминия, находящиеся в околошовных зонах.

Особенности сварки взрывом разнородных материалов в значительной степени зависят от природы соединяемых металлов, в том числе от их физико-механических свойств. На основании исследований, проведенных в работе, были сформулированы рекомендации по оптимизации технологического процесса сварки взрывом пластин никеля и алюминия, максимальному снижению количества дефектов в структуре многослойных композиций и получению материала высокого качества. Разработанные рекомендации переданы в конструкторско-технологический филиал Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института гидродинамики им. М.А. Лаврентьева Сибирского отделения Российской академии наук. Экспериментальные данные, полученные на этапе выполнения диссертационной работы, позволяют оптимизировать режимы сварки разнородных материалов, склонных к формированию квазикристаллических соединений, снизить количество дефектов сварного происхождения, осуществить выбор наиболее рациональной структуры многослойных пакетов. Акт использования результатов приведен в Приложении А.

7.2 Преимущества слоистых материалов типа «металл – интерметаллид» на основе никеля и алюминия

В последние десятилетия интерметаллидам на основе никеля и алюминия уделяется повышенное внимание как материалам, работающим при повышенных температурах. Алуминиды никеля характеризуются высокими значениями удельной жесткости, прочности при сжатии и изгибе, твердости, стойкостью к окислению (в том числе при повышенных температурах), а также высокой износостойкостью и термостойкостью. Это делает их перспективными для таких областей промышленности как авиа- и ракетостроение, химическая промышленность и энергетика. Тем не менее, широкое использование алуминидов никеля ограничено их повышенной хрупкостью при комнатной температуре и сложностью механической обработки материала. Относительное удлинение алуминидов никеля при одноосном растяжении находится в диапазоне от 0 до 2,5 % [15]. Расширение

области применения материалов на основе алюминидов никеля путем повышения их запаса пластичности является одной из актуальных задач современного материаловедения.

Формирование композиционных материалов, в которых интерметаллидная компонента чередуется с прослойками металла, является одним из эффективных подходов к решению отмеченной выше задачи. Металлические слои придают материалу повышенный уровень пластичности, в то же время интерметаллидные прослойки обеспечивают требуемые функциональные и механические свойства. Одним из качеств, характерных для металл-интерметаллидных композиционных материалов, является их высокая удельная жёсткость. В общем случае материалы анализируемого типа обладают комплексом физических, механических и эксплуатационных свойств, обеспечивающих повышенный уровень надежности и долговечности изделий ответственного назначения.

В условиях одноосного растяжения в зависимости от объемной доли металлической составляющей относительное удлинение композиционных материалов типа «никель – алюминид никеля», полученных методом SPS-спекания, колеблется от ~ 2 до $\sim 6,5$ %. Предел прочности такого рода композитов определяется не только объемной долей интерметаллидов, но также и их фазовым составом. Так, предел прочности материала, в состав которого входят соединения типа $NiAl$ и Ni_3Al с объемной долей интерметаллидов лишь 17 %, превышает предел прочности исходных никеля и алюминия в 1,6 раз и 9,6 раз соответственно.

Композиционный материал «никель – алюминид никеля – алюминий» характеризуется более низким уровнем прочностных свойств из-за присутствия в его структуре прослоек алюминия. В то же время такой композиционный материал обладает малым удельным весом, что способствует снижению стоимости и общего веса конструкции.

Варьируя толщиной исходных заготовок и регулируя режимы термической обработки, возможно контролировать геометрические параметры формируемых при спекании слоев и регулировать фазовый состав интерметаллидных прослоек. Таким образом, в зависимости от назначения разрабатываемого материала, воз-

можно создавать металл-интерметаллидные композиты с заданной структурой и необходимым уровнем механических и эксплуатационных свойств.

7.3 Перспективы использования слоистых материалов типа «металл – интерметаллид» на основе никеля и алюминия

Уникальные характеристики многослойных металл-интерметаллидных материалов, являются фактором, объясняющим интерес к материалам такого типа со стороны специалистов, работающих в областях авиа- и ракетостроения, судостроения, нефтяной, химической и энергетической отраслях промышленности. Чередование пластичных и прочных слоев обеспечивают высокий комплекс механических свойств сформированных на их основе композитов. Это делает данные материалы перспективными для изготовления защитных конструктивных элементов, камер для поглощения энергии взрыва, других типов изделий [80, 271]. Высокая удельная жесткость позволяет рассматривать металл-интерметаллидные композиты на основе алюминидов в качестве материалов для изготовления деталей авиатехники, высокоскоростного железнодорожного и морского транспорта, космических аппаратов [13].

Одним из важных преимуществ анализируемых в работе металл-интерметаллидных слоистых композитов является снижение металлоемкости и стоимости конструкции за счет использования дешевого и легкого алюминия. Это дает возможность обсуждать варианты замены никелевых суперсплавов, применяемых в авиа- и ракетостроении для изготовления деталей реактивных двигателей различного типа [77].

Композиционные материалы, содержащие алюминиды никеля, находят применение в качестве жаростойких защитных покрытий в полупроводниковой и химической промышленности, радиотехнике и атомной энергетике. Покрытия слоистого типа на основе никеля и алюминид никеля Ni_2Al_3 эффективно эксплуатируются в диапазоне температур до 700 °C [37, 38, 40, 75, 180]. Подобного рода покрытия надежно защищают высоколегированные стали [37], а также никелевые

[75] и медные сплавы от действия агрессивных сред [40]. Поверхностные слои интерметаллидов обеспечивают высокую коррозионную стойкость при повышенных температурах благодаря образованию плотной оксидной пленки Al_2O_3 , характеризующейся хорошим качеством соединения сцеплением с подложкой. Никель, в свою очередь, является прослойкой, способствующей прочному соединению основного материала с интерметаллидным покрытием.

Известно, что интерметаллиды никеля (в частности соединение Ni_2Al_3) характеризуются низкими значениями теплопроводности. Эта особенность позволяет считать слоистые металл-интерметаллидные композиты перспективными для изготовления элементов теплообменного оборудования (в частности, для изделий типа теплоизолирующих экранов, терморегуляторов и других). Сочетание жаропрочности и теплоизоляционных свойств лежит в основе предложений по использованию анализируемых в работе материалов при разработке и изготовлении деталей оборудования и элементов конструкций, подвергающихся химическому и термическому воздействию [40, 181, 182]. Например, в работах [40, 183] описан процесс изготовления слоистых композитов «никель – $NiAl_3/Ni_2Al_3$ – алюминий» с внутренними полостями по технологии сварки взрывом и последующего отжига. Материалы такого рода предлагается использовать в качестве различного рода теплообменников.

Композиты с покрытием из интерметаллидной фазы $NiAl$ хорошо зарекомендовали себя в условиях эксплуатации, связанных с окислением при высоких температурах (750...850 °C) в сочетании с изнашиванием [184]. Металл-интерметаллидные композиты, содержащие прослойки соединения Ni_3Al , представляют особый интерес с точки зрения повышения жаропрочности никелевых сплавов.

Важным преимуществом технологии получения металл-интерметаллидных материалов является возможность создавать полости необходимых размеров в отдельных слоях композитов на стадии сборки многослойных пакетов. Отмеченное технологическое решение считается перспективным при создании multifunctionальных материалов с 3D-архитектурой. Примерами такого рода композитов

могут служить материалы для гашения вибраций с полостями в интерметаллидных слоях, которые могут быть заполнены гранулами из другого материала (например, стальными шариками) [186, 187], а также материалы для изготовления электронных печатных плат [187].

7.4 Применение результатов проведенных исследований в учебном процессе

Материалы, полученные автором работы, переданы на кафедру «Материаловедение в машиностроении» Новосибирского государственного технического университета для реализации учебного процесса при подготовке бакалавров и магистрантов по направлению «Материаловедение и технологии материалов», а также бакалавров по направлению «Наноинженерия». Переданные материалы использованы при подготовке лекционных материалов и выполнении лабораторных работ по дисциплинам «Порошковая металлургия и композиционные материалы», «Прогрессивные материалы и технологии» и «Диффузия в металлах и сплавах». Полученные при выполнении данные используются также в процессе выполнения учебной практики. Акт, отражающий применение результатов диссертационной работы в учебном процессе, приведен в приложении Б.

Результаты экспериментальных исследований, выполненных в данной работе, могут быть полезны при проведении подобных исследований по формированию многослойных металл-интерметаллидных материалов на основе других металлических материалов.

7.5 Выводы

1. Слоистые материалы типа «никель – алюминий», сваренные взрывом, композиты «никель – алюминид никеля – алюминий», сформированные по технологии сварки взрывом и последующего отжига, а также композиционные материалы «никель – алюминид никеля», полученные методом искрового плазменного спекания, характеризуются малым удельным весом и повышенным комплексом

механических свойств. Это позволяет рекомендовать их для изготовления деталей машин и элементов конструкций в таких отраслях производства как авиа- и ракетостроение, химическая и нефтяная промышленность, энергетика.

2. Материалы экспериментальных исследований переданы в конструкторско-технологический филиал Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН для решения задач по оптимизации режимов сварки разнородных материалов, склонных к формированию квазикристаллических соединений.

3. Результаты, полученные при выполнении экспериментальных исследований, используются в учебном процессе при подготовке лекционных материалов и выполнении лабораторных работ по дисциплинам «Порошковая металлургия и композиционные материалы», «Прогрессивные материалы и технологии», а также «Диффузия в металлах и сплавах» в Новосибирском государственном техническом университете.

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 микрообъёмов жидкой фазы и их последующим высокоскоростным охлаждением за счёт отвода тепла в слабodeформированные 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 посторонений, 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 °С. 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 выдержки 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, полу-

ченных 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 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, 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 $620\text{ }^{\circ}\text{C}$.

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 $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 10 часов приводит к развитию релаксационных процессов в деформационно-упрочнённых пластинах никеля и алюминия и, как следствие, к снижению прочностных характеристик 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 $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ в интерметаллидных прослойках увеличивается содержание никеля, их фазовый состав меняется от Ni_2Al_3 и $NiAl$ (при $900\text{ }^{\circ}\text{C}$) до $NiAl$ при ($1100\text{ }^{\circ}\text{C}$). 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 ЛИТЕРАТУРЫ

1. Okamoto, H. Al–Ni (Aluminum–Nickel) [Text] / H. Okamoto // *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*. – 2004. – Vol. 25, iss. 4. – P. 394.
2. Ellner, M. Ni_3Al_4 – a phase with ordered vacancies isotypig to Ni_3Ga_4 [Text] / M. Ellner, S. Kek, B. Predel // *Journal of the Less-Common Metals*. – 1989. – Vol. 154. – P. 207–215.
3. Damle, Ch. Intermetallic Phase Transformations during Low-Temperature Heat Treatment of Al/Ni Nanoparticles Synthesized within Thermally Evaporated Fatty Acid Films [Text] / Ch. Damle, A. Gopal, M. Sastry // *Nano Letters*. – 2002. – Vol. 2, iss. 4. – P. 365–368.
4. Синельникова, В. С. Алюминиды [Текст] / В. С. Синельникова, В. А. Подергин, В. Н. Речкин. – Киев : Наукова думка, 1965. – 242 с.
5. Алюминиевые сплавы. Металловедение алюминия и его сплавов. Справочное руководство [Текст] / А. И. Беляев, О. А. Романова, К. С. Походаев, Н. Н. Буйнов, Н. А. Локтионова, И. Н. Фридляндер; под. ред. И. Н. Фридляндера . – Москва : Металлургия, 1971. – 352 с.
6. Иванько, А. А. Твердость. Справочник [Текст] / А. А. Иванько. – Киев : Наукова думка, 1968. – 128 с.
7. Диаграммы состояния на основе систем алюминия и магния [Текст] : справочник / М. Е. Дриц, Н. Р. Бочвар, Э. С. Кадандер, Е. М. Падежнова, Л. Л. Рохлин, З. А. Свидерская, Н. И. Туркина ; отв. ред. Н. Х. Абрикосова. – Москва : Наука, 1977. – 228 с.
8. Чуларис, А. А. Исследование переходной зоны взаимодействия никеля с алюминием в условиях пайки [Текст] / А. А. Чуларис, Г. В. Чумаченко, П. И. Селезнев // *Вестник ДГТУ*. – 2006. – Т. 6, № 2 (29). – С. 103–109.
9. Изучение природы и особенностей формирования приконтактной зоны при растекании алюминия по никелю / Еременко В.Н., Иванова Т.С., Лесник Н.Д. и др. // *Адгезия расплавов и пайка материалов*. – 1989. – №5. – С.21–25.

10. Чуларис, А. А. Кинетика растекания алюминия на никеле в условиях пайки [Текст] / А. А. Чуларис, Г. В. Чумаченко, П. И. Селезнев // Вестник ДГТУ. – 2006. – Т. 6, № 2 (29). – С. 110–115.
11. Николаев, Б. В. Влияние подготовки расплава на структуру и свойства интерметаллидного сплава на основе Ni_3Al [Текст] / Б. В. Николаев, Г. В. Тягунов, Б. А. Баум и др. // Известия АН СССР. Металлы. – 1991. – №1. – С.104–200.
12. *Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Pure Metals (Metals Handbook) [Text] / editor D. Benjamin ; American Society for Metals. – 9th edition. – Ohio : Metals Park, 1979. – 855 p.*
13. Патент 6357332 США, МПК F 41 Н 5/04. *Process for making metallic/intermetallic composite laminate materian and materials so produced especially for use in lightweight armor [Text] / K. Vecchio. – Заявл. 06.08.1998 ; опубл. 19.03.2003. – 6 с. : ил.*
14. Гринберг, Б. А. Интерметаллиды Ni_3Al и $TiAl$: микроструктура, деформационное поведение [Текст] / Б. А. Гринберг, М. А. Иванов. – Екатеринбург : УрО РАН, 2002. – 358 с.
15. Шевцова, Л. И. Структура и механические свойства материалов на основе алюминида никеля, полученных по технологии искрового плазменного спекания порошковых смесей [Текст] : дис. ... канд. техн. наук: 05.16.09 / Л. И. Шевцова. – Новосибирск, – 2015. – 197 с.
16. *Spark Plasma Sintering of Nanoscale (Ni+Al) Powder Mixture [Text] / J. S. Kim, H. S. Choi, D. Dudina, J. K. Lee, Y. S. Kwon // Solid State Phenomena . – 2007. – Vol. 119. – P. 35–38.*
17. Диаграммы состояния двойных металлических систем : справочник. В 3 т. Т. 1 [Текст] / под общ. ред. Н. П. Лякишева. – Москва : Машиностроение, 1996. – 992 с.
18. Pohla, C. Crystalline and quasicrystalline phases inrapidly solidified Al-Ni alloys [Text] / C. Pohla and P. L. Ryder // *Acta mater.* – 1997. – Vol. 45. – iss. 5. – P. 2155–2166.

19. *Intermetallic phase formation during annealing of Al/Ni multilayers [Text] / A. S. Edelstein, R. K. Everett, G. Y. Richardson, S. B. Qadri, E. I. Altman, J. C. Foley, J. H. Perepezko // Journal of applied physics. – 1994. – Vol. 76. – P. 7850–7859.*
20. *Colgan, E. A review of thin-film aluminide formation [Text] / E. Colgan. – // Materials Science Reports/ – Vol. 5, iss. 1. – 1990. – P. 1–44.*
21. *Tonejc, A. Mechanical and structural properties of Al-Ni alloys rapidly quenched from the melt [Text] / A. Tonejc, D. Rocak, A. Bonefacic // Acta Metall. – 1971. – 19. – P. 311–316.*
22. Патент 6534194 США, МПК В32В 15/00. *Method of Making Reactive Multilayer Foil and Resulting Product [Text] / T. P. Weihs, M. Reiss ; заявитель и патентообладатель Johns Hopkins University. – № 09/846,447 ; заявл. 01.05.2001 ; опубл. 18.03.2003. – 6 с. : ил.*
23. *Michaelsen, C. Calorimetric determination of NiAl₃-growth kinetics in sputter-deposited Ni/Al diffusion couples [Text] / C. Michaelsen, K. Barmak // Journal of Alloys and Compounds. – 1997. – Vol. 257. – P. 211–214.*
24. *Khadkikar, P. S. An investigation of the Ni₅Al₃ phase [Text] / P. S. Khadkikar, K. Vedula // J. Mater. Res. – 1987. – Vol. 2, iss. 2. – P. 163–167.*
25. Косицын, С. В. Фазовые и структурные превращения в сплавах на основе моноалюминида никеля [Текст] / С. В. Косицын, И. И. Косицына // Успехи физики металлов. – 2008. – Т. 9. – С. 195–258.
26. *Transformation to Ni₅Al₃ in a 63.0 at. pct Ni-Al Alloy [Text] / P. S. Khadkikar, I. E. Locci, K. Vedula, G. M. Michal // Metallurgical transactions A. – 1993. – Vol. 24A. – P. 83–94.*
27. *Taub, A. I. Fleischer intermetallic compounds for high-temperature structural use [Text] / A. I. Taub, R. L. Fleischer // Science. – 1989. – Vol. 243. – P. 616–621.*
28. *Noguchi, O. The effect of nonstoichiometry on the positive temperature dependence of strength of Ni₃Al and Ni₃Ga [Text] / O. Noguchi, Y. Oya, T. Suzuki // Metall. Trans. A. – 1981. – Vol. 12, iss. 9. – P. 1647–1653.*

29. Суперсплавы II : Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок [Текст] / под ред. Ч. Т. Симса, Н. С. Столоффа, У. К. Хагеля : Пер. с англ. В 2-х книгах, Кн. 1 / под ред. Р. Е. Шалина – Москва : Металлургия, 1995. – 384 с.
30. Суперсплавы II : Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок [Текст] / под ред. Ч. Т. Симса, Н. С. Столоффа, У. К. Хагеля : Пер. с англ. В 2-х книгах, Кн. 2 / под ред. Р. Е. Шалина – Москва : Металлургия, 1995. – 384 с.
31. *Torun, O. Boriding of nickel aluminide [Text] / O. Torun // Surface & Coatings Technology. – 2008. – Vol. 202. – P. 3549–3554.*
32. *O. Torun, I. Celikyurek Boriding of diffusion bonded joints of pure nickel to commercially pure titanium [Text] / O. Torun, I. Celikyurek // Materials and Design. – 2009. – Vol. 30. – P. 1830–1834.*
33. Рахманкулов, М. М. Технология литья жаропрочных сплавов : монография [Текст]./ М. М. Рахманкулов, В. М. Парашенко. – Москва : Интермет Инжиниринг, 2000. – 464 с.
34. Колачѐв, Б. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов : учеб. для вузов [Текст] / А. Б. Колачѐв, В. И. Елагин, В. А. Ливанов. – Москва : МИСиС, 2005. – 432 с.
35. Лариков, Л. Н. Структура и свойства металлов и сплавов. Тепловые свойства металлов и сплавов. Справочник [Текст] / Л. Н. Лариков, Ю. Ф. Юрченко. – Киев : Наукова думка, 1985. – 242 с.
36. Металлы и сплавы Металлы и сплавы : справочник [Текст]/ В. К. Афонин, Б. С. Ермаков, Е. Л. Лебедев, Е. И. Пряхин, Н. С. Самойлов, Ю. П. Солнцев, В. Г. Шипина // СПб. : АНО НПО «Профессионал», 2007. – 1090 с.
37. *Degradation kinetics at 650 °C and lifetime prediction of Ni₂Al₃/Ni hybrid coating for protection against high temperature oxidation of creep resistant ferritic steels [Text] / Z. D. Xiang, D. Zeng, C.Y. Zhu, D. J. Wua, P. K. Datta // Corrosion Science. – 2011. – Vol. 53. – P. 3426–3434.*

38. *A phenomenological model for lifetime design of Ni₂Al₃/Ni hybrid coating formed on creep resistant ferritic steels [Text] / Z. D. Xiang, D. Zeng, C. Y. Zhu, D. J. Wu, P. K. Datta // J Mater Sci. – 2012. – Vol. 47. – P. 257–266.*
39. Король, В. К. Основы технологии производства многослойных металлов [Текст] / В. К. Король, М. С. Гильденгорн. – Москва : Metallurgiya, 1970. – 236 с.
40. Богданов, А. И. Формирование структуры и свойств слоистых покрытий системы Ni-Al на поверхности стальных изделий машиностроения [Текст] : дис. ... канд. техн. наук : 05.16.09 / А. И. Богданов. – Волгоград, – 2012. – 175 с.
41. Итин, В. И. Высокотемпературный синтез интерметаллических соединений [Текст] / В. И. Итин, Ю. С. Найбороденко; под ред. А. Д. Коротаева. – Томск. – Изд-во Том. ун-та, 1989. – 214 с.
42. *Zhu, P. Reaction mechanism of combustion synthesis of NiAl [Text] / P. Zhu, J.C.M. Li, C.T. Liu // Mater. Sci. Eng. A. – 2002. – Vol. 329–331. – P. 57–68*
43. *Zhu, P. Combustion reaction in multilayered nickel and aluminum foils [Text] / P. Zhu, J. C. M. Li, C. T. Liu // Mater. Sci. Eng. A. – 1997. – Vol. 239–240. – P. 532–539.*
44. *Combustion synthesis reactions in cold-rolled Ni/Al and Ti/Al multilayers [Text] / X. Qiu, r. Liu, S. Guo, J. H. Graeter, I. Kecskes, J. Wang // Wang Metall. Mater. Trans. A. – 2009. – Vol. 40A. – P. 1541–1546.*
45. *Kim, H. Y. Intermixing criteria for reaction synthesis of Ni/Al multilayered microfoils [Text] / H. Y. Kim, D. S. Chung, S. H. Hong // Scripta Mater. – 2006. – Vol. 54. – P. 1715–1719.*
46. *Zhang, J. Layered structure of Ni-Al multi-layered metal-intermetallic composites fabricated by in-situ reactions [Text] / J. Zhang, B.-D. Sun, Z.-H. Xia // Trans. Nonferrous Met. Soc. China. – 2004. – Vol. 14, iss. 6. – 1117–1122.*
47. *Kim, H. Y. Reaction synthesis and microstructures of NiAl/Ni micro-laminated composites [Text] / H. Y. Kim, D. S. Chung, S. H. Hong // Mater. Sci. Eng. A. – 2005. – Vol. 396. – P. 376–384.*

48. *A study of self-propagating high-temperature synthesis of NiAl in thermal explosion mode [Text]* / A. Biswas, S. K. Roy, K. R. Gurumurthy, N. Prabhu, S. Banerjee // *Acta Mater.* – 2002. – Vol. 50. – P. 757–773.
49. *Processing, microstructure and properties of laminated Ni-intermetallic composites synthesised using Ni sheets and Al foils [Text]* / M. Konieczny, R. Mola, P. Thomas, M. Kopciał // *Archives of metallurgy and materials.* – 2011. – Vol. 56, iss. 3. – P. 693–702.
50. *Fabrication of laminated metal–intermetallic composites by interlayer in-situ reaction [Text]* / Z. Xia, J. Liu, S. Zhu, Y. Zhao // *J. Mater. Sci.* – 1999. – Vol. 34. – P. 3731–3735.
51. *Determination of the activities in the (Ni + Al) alloys in the temperature range 870 K to 920 K by a solid-state galvanic cell using a CaF₂ electrolyte [Text]* / G. Róg, G. Borchardt, M. Wellen, W. Löser // *J. Chem. Thermodyn.* – 2003. – Vol. 35. – P. 261–268.
52. *Huang, W. A thermodynamic analysis of the Ni-Al system [Text]* / W. Huang, Y. A. Chang // *Intermetallics.* – Vol. 6. – P. 487–498.
53. *Formation and growth kinetics of intermediate phases in Ni-Al diffusion couples [Text]* / R. Xiao, Ch. Guoqing, Zh. Wenlong, W. Chengwei, Zh. Junshan // *Journal Wuhan University of Technology, Materials Science Edition.* – 2009. – Vol. 24 (5). – P. 787–790.
54. *Fan, Q. Dissolution–precipitation mechanism of self-propagating high-temperature synthesis of mononickel aluminide [Text]* / Q. Fan, H. Chai, Z. Jin // *Intermetallics.* – 2001. – Vol. 9. – P. 609–619.
55. *Morsi, K. Self-propagating high-temperature synthesis (SHS) of rotator mixed and mechanically alloyed Ni/Al powder compacts [Text]* / K. Morsi, S. Shinde, E. A. Olevsky // *J Mater Sci.* – 2006. – Vol. 41, iss. 17. – P. 5699–5703.
56. *A new family of nickel powder for electrical engineering applications [Text]* / M. Lucaci, S. Gavriiliu, M. Lungu, I. Vida Simiti, I. Roman // *J. Optoelectron. Adv. M.* – 2004. – Vol. 6, iss. 3. – P. 947–950.

57. Mozaffari, A. *Al/Ni metal intermetallic composite produced by accumulative roll bonding and reaction annealing [Text]* / A. Mozaffari, M. Hosseini, H. Manesh // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2011. – Vol. 509. – P. 9938–9945.
58. Tingaud, D. *Influence of non-reactive particles on the microstructure of NiAl and NiAl–ZrO₂ processed by thermal explosion [Text]* / D. Tingaud, F. Nardou // *Intermetallics*. – 2008. – Vol. 16. – P. 732–737.
59. Мержанов А. Г. Твердопламенное горение [Текст] / А. Г. Мержанов. – Черноголовка: ИСМАН, 2000. – 224 с.
60. Розовский, А. Я. Кинетика топохимических реакций [Текст] / А. Я. Розовский. – Москва : Химия, 1974. – 224 с.
61. *Laser shock compression and spalling of reactive nial laminate composites [Text]* / C. T. Wei1, B. R. Maddox, T. P. Weihs, A. K. Stove, V. F. Nesterenko, M. A. Meyers // *American Physical Society : 16 APS Topical Conference on Shock Compression of Condensed Matter, 28 June-3 July, 2009 : abstract*. – P. 305–308.
62. *Effect of Al Content on Reaction Laser Sintering of Ni–Al Powder [Text]* / L. Qin, J. Hu, C. Cui, H. Wang, Z. Guo // *Science of Sintering*. – 2008. – Vol. 40. – P. 295–301.
63. Физическая химия. Современные проблемы. Ежегодник. [Текст] / под ред. акад. Я. М. Колотыркина. Москва : Химия, 1983. – 224 с.
64. Мержанов, А. Г. Концепция развития СВС как области научно-технического прогресса [Текст] / А. Г. Мержанов. – Черноголовка : Территория, 2003. – 368 с.
65. Рогачев, А. С. Горение для синтеза материалов : введение в структурную макрокинетику [Текст] / А. С. Рогачев, А. С. Мукасьян. – Москва : Физматлит, 2013. – 400 с.
66. *Solid state reactions in Al/Ni alternate foils induced by cold rolling and annealing [Text]* / L. Battezzati, P. Pappalepore, F. Durbiano and I. Gallino // *Acta mater*. – 1999. – Vol. 47, iss. 6. – P. 1901–1914.

67. *Anisothermal solid-state reactions of Ni/Al nanometric multilayers [Text] / S. Simões, F. Viana, A. S. Ramos, M. T. Vieira, M. F. Vieira // Intermetallics. – 2001. – Vol. 19. – P. 350–356.*
68. *Intermetallic phase formation during annealing of Al/Ni multilayers [Text] / A. S. Edelstein, R. K. Everett, G. Y. Richardson, S. B. Qadri, E. I. Altman et al. // J. Appl. Phys. – 1994. – Vol. 76. – P. 7850–7859.*
69. *Noro, J. Intermetallic phase formation in nanometric Ni/Al multilayer thin films [Text] / J. Noro, A. S. Ramos, M. T. Vieira // Intermetallics. – 2008. – Vol. 16. – P. 1061–1065.*
70. *Reaction diffusion and formation of Al_3Ni and Al_3Ni_2 phases in the Al-Ni system [Text] / S. B. Jung, Y. Minamino, T. Yamane, S. Saji // Journal of materials science letters. – 1993. – Vol. 12. – P.1684–1686.*
71. *Liu, J. C. Phase formation of $NiAl_3$ on lateral diffusion couples [Text] / C. J. Liu, J. W. Mayer // J. Appl. Phys. – 1988 – Vol. 64. –P. 651–655.*
72. *Fabrication of laminated metal–intermetallic composites by interlayer in-situ reaction [Text] / Zh. Xia, J. Liu, Sh. Zhu, Y. Zhao // Journal of materials science. – 1999. – Vol. 34. – P. 3731–3735.*
73. *Consolidation synthesis of materials by electric current activated assisted sintering [Text] / R. Orrü, R. Licheri, A. M. Locci, A. Cincotti, G. Cao // Mater. Sci. Eng. R. – 2009. – Vol. 63. – P. 127–287.*
74. *Fabrication of multilayered Ti–Al intermetallics by spark plasma Sintering [Text] / Y. Sun, S. Kumar Vajpai, K. Ameyama, Ch. Maa // Journal of Alloys and Compounds. – 2014. – Vol. 585. – P. 734–740.*
75. *Multilayered Ti-Al intermetallic sheets fabricated by cold rolling and annealing of titanium and aluminum foils [Text] / Y.-B. Sun, Y.-Q. Zhao, D. Zhang, C.-Y. Liu, H.-Y. Diao, C.-L. Ma / Trans. Nonferrous Metals Soc. of China. – 2011. – Vol. 21. – P. 1722–1727.*
76. *Yurovskikh, A. S. Special features of the structure and phase composition of a Ti – 23Al – 26Nb_Al layered material obtained by plasma-spark sintering [Text] / A.*

S. Yurovskikh, S. L. Demakov, E. V. Kolosova // Metal Science and Heat Treatment. – 2013. – Vol. 54. – P. 35–40.

77. *Properties of Ni-aluminides-reinforced Ni-matrix laminates synthesized by pulsed-current hot pressing (PCHP) [Text] / K. Mizuuchi, K. Inoue, M. Sugioka, M. Itami, J.-H. Lee, M. Kawahara // Materials Science and Engineering A. – 2006. – Vol. 428. – P. 169–174.*

78. *The absence of plasma in “spark plasma sintering” [Text] / D. M. Hulbert, A. Anders, D. V. Dudina, J. Andersson, D. Jiang, C. Unuvar, U. Anselmi-Tamburini, E. J. Lavernia, A. K. Mukherjee // J. Appl. Phys. – Vol. 104. – 033305.*

79. *A discussion on the absence of plasma in spark plasma sintering [Text] / D. M. Hulbert, A. Anders, J. Andersson, J. L. Enrique, A. K. Mukherjee // Scripta Materialia. – 2009. – Vol. 60, iss. 10. – P. 835–838.*

80. *Tokita, M. Development of Large-Size Ceramic/Metal Bulk FGM Fabricated by Spark Plasma Sintering [Text] / M. Tokita // Materials Science Forum; Proceedings of the 5th Intern. Symposium on Functionally Graded Materials, Switzerland, Aerdernsdorf, 1999. – Vol. 308–311, P. 83–88.*

81. *Spark plasma sintering of alumina [Text] / Z. Shen, M. Johnsson, Z. Zhao, M. Nygren // Journal of the American Ceramic Society. – 2002. – Vol. 85, iss. 8. – P. 1921–1927.*

82. *Nygren, M. On the preparation of bio-, nano- and structural ceramics and composites by spark plasma sintering [Text] / M. Nygren, Zh. Shen // Solid State Sci. – 2003. – Vol. 5, iss. 1. – P. 125–131.*

83. *Microstructure inhomogeneity in Al₂O₃ sintered bodies formed during the plasma-activated sintering process [Text] / S. W. Wang, L. D. Chen, T. Hirai, Y. S. Kang // J. Mater. Sci. Letts. – 1999. – Vol. 18, iss. 14. – P. 1119–1121.*

84. *Spark plasma sintering and characterization of bulk nanostructured fully stabilized zirconia: Part I. Densification studies [Text] / U. Anselmi-Tamburini, J. E. Garay, Z. A. Munir, A. Tacca, F. Maglia, G. Spinolo // Journal of materials research. – 2004. – Vol. 19, iss. 11. – P. 3255–3262.*

85. Anselmi-Tamburini, U. *Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process: III. Current effect on reactivity [Text]* / U. Anselmi-Tamburini, J. E. Garay, Z. A. Munir // *Materials Science and Engineering: A*. – 2005. – Vol. 407, iss.1. – P. 24–30.
86. *Challenges and Opportunities for Spark Plasma Sintering: A Key Technology for a New Generation of Materials [Electronic resource]* / M. Suárez, A. Fernández, J. L. Menéndez, R. Torrecillas, H. U. Kessel, J. Hennicke, R. Kirchner, T. Kessel // *InTech*. – Access mode : <http://www.intechopen.com/books/sintering-applications/challenges-and-opportunities-for-spark-plasma-sintering-a-key-technology-for-a-new-generation-of-mat>. – Screen title.
87. *Synthesis by spark plasma sintering: A new way to obtain electrode materials for lithium ion batteries [Text]* / Dumont-Botto E., Bourbon C., Patoux S., Rozier P., Dolle M. // *J. Power Sources*. – 2011. – Vol. 196, iss. 4. – P. 2274–2278.
88. Meng, J. *Effect of mechanical alloying on structure and property of Ni₃Al by spark plasma sintering [Text]* / J. Meng, C. C. Jia, Q. He // *Powder Metallurgy*. – 2008. – Vol. 51, iss. 3. – P. 227–230.
89. *High-flux current effects in interfacial reactions in Au–Al multilayers [Text]* / N. Bertolino, J. Garay, U. Anselmi-Tamburini, Z. A. Munir // *Phil. Mag.* – 2002. – Vol. B 82, – iss. 8. – P. 969–985.
90. *Electromigration effects in Al-Au multilayers [Text]* / N. Bertolino, J. Garay, U. Anselmi-Tamburini, Z. A. Munir // *Scripta Mater.* – 2001. – Vol. 44, iss. 5. – P. 737–742.
91. Garay, J. E. *Enhanced growth of intermetallic phases in the Ni–Ti system by current effects [Text]* / J. E. Garay, U. Anselmi-Tamburini, Z. A. Munir // *Acta Mater.* – 2003. – Vol. 51, iss. 15. – P. 4487–4495.
92. *Effects of Mn addition on microstructure and mechanical properties of (Al+x at.%Mn)₃Ti intermetallic compounds prepared by mechanical alloying and spark plasma sintering [Text]* / H. S. Jang, Ch. W. Kang, Y. Kim, K. T. Hong, S.-J. Kim // *Intermetallics*. – 2004. – V. 12. – P. 477–485.

93. *Microstructure and mechanical properties of a spark plasma sintered Ti–45Al–8.5Nb–0.2W–0.2B–0.1Y alloy [Text]* / X. Lu, X. B. He, B. Zhang, L. Zhang, X. H. Qu, Z. X. Guo // *Intermetallics*. – 2009. – Vol. 17. – P. 840–846.
94. *Microstructures and mechanical properties of TiAl alloys consolidated by spark plasma sintering [Text]* / A. Couret, G. Molernat, J. Galy, M. Thomas // *Intermetallics*. – 2008. – Vol. 16. – P. 1134–1141.
95. *Microstructures and mechanical properties of TiAl alloy prepared by spark plasma sintering [Text]* / Sh.-L. Xiao, J. Tian, L.-J. Xu, Y.-Y. Chen, H.-B. Yu, J.-C. Han // *Nonferrous Met. Soc. China*. – 2009. – Vol.19. – P. 1423–1427.
96. *Refinement of lamellar microstructures by boron incorporation in Ge-TiAl alloys processed by Spark Plasma Sintering [Text]* / J. S. Luo, T. Voisin, J. P. Monchoux, A. Couret // *Intermetallics*. – 2013. – Vol. 36. – P. 12–20.
97. *Lagos, M. A. SPS synthesis and consolidation of TiAl alloys from elemental powders: Microstructure evolution [Text]* / M. A. Lagos, I. Agote // *Intermetallics*. – 2013. – Vol. 36. – P. 51–56.
98. *Dual phase metallic glassy composites with large-size and ultra-high strength fabricated by spark plasma sintering [Text]* / G. Xie, D. V. Louzguine-Luzgin, Li Song, H. Kimura, A. Inoue // *Intermetallics*. – 2009. – Vol. 17. – P. 512–516.
99. *Synthesis of bulk FeAl nanostructured materials by HVOF spray forming and Spark Plasma Sintering [Text]* / Th. Grosdidier, G. Ji, F. Bernard, E. Gaffet, Z. A. Munir, S. Launois // *Intermetallics*. – 2006. – Vol. 14. – P. 1208–1213.
100. *The mechanisms of microstructure formation in a nanostructured oxide dispersion strengthened FeAl alloy obtained by spark plasma sintering [Text]* / G. Ji, Th. Grosdidier, N. Bozzolo, S. Launois // *Intermetallics*. – 2007. – Vol. 15. – P. 108–118.
101. *Hu, J.-H. Synthesis of Ni/Al System Intermetallic Compound Under the Influence of Pulsating Electric Current [Text]* / Hu J.-H., Shi Y.-X. // *Jottmal of Wuhan University of Technology - Mater. Sci. Ed.* – 2003. – Vol. 18, iss. 2. – P. 38–40.
102. *Spark Plasma Sintering of Nanoscale (Ni+Al) Powder Mixture [Text]* / J. S. Kim, H. S. Choi, D. Dudina, J. K. Lee, Y. S. Kwon // *Solid State Phenomena* . – 2007. – Vol. 119. – P. 35–38.

103. *The oxidation of nanocrystalline Ni₃Al fabricated by mechanical alloying and spark plasma sintering [Text]* / G. Cao, L. Geng, Zh. Zheng, M. Naka // *Intermetallics*. – 2007. – Vol. 15. – P. 1672–1677.
104. *NiAl–Al₂O₃ composites produced by pulse plasma sintering with the participation of the SHS reaction [Text]* / A. Michalski, J. Jaroszewicz, M. Rosin'ski, D. Siemiaszko // *Intermetallics*. – 2006. – Vol. 14. – P. 603–606.
105. 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.
106. *Behrisch, R. Sputtering by Particle Bombardment: Experiments and Computer Calculations from Threshold to MeV Energies [Text]* / R. Behrisch, W. Eckstein. – Springer, 2007. – 509 p.
107. Голованенко, С. А. Сварка прокаткой биметаллов. [Текст] / С. А. Голованенко ; под. ред. Э. С. Каракозова. – Москва : Metallurgiya, 1977. – 158 с.
108. Сегал, В. М. Совместная деформация слоистых металлов при простом сдвиге [Текст] // В. М. Сегал, Д. А. Павлик // *Технология легких сплавов*. – 1981. – №10. – С. 47–52.
109. Сегал, В. М. Обработка литых образцов простым сдвигом [Текст] / В. М. Сегал, О. А. Ганаго, Д. А. Павлик // *Кузнечно–штамповое производство*. – 1980. – №2. – С. 7–9.
110. Кобелев, А. Г. Технология слоистых металлов : учеб. пособие для вузов [Текст] / А. Г. Кобелев, И. Н. Потапов, Е. В. Кузнецов. – Москва : Metallurgiya, 1991. – 249 с.
111. Биметаллический прокат [Текст] / П.Ф. Засуха, В.Д. Корщиков, О.Б. Бухвалов, А.А. Ершов Москва : Metallurgiya, 1970. – 263 с.
112. Qiu, X. Experimental evidence of two-stage formation of Al₃Ni in reactive Ni/Al multilayer foils [Text] / X. Qiu, J. Wang // *Scripta Mater.* – 2007. – Vol. 56, iss. 12. – P. 1055–1058.

113. Казаков, Н. Ф. Диффузионная сварка материалов [Текст] : производств.-практ. изд. / Н. Ф. Казаков. – Изд. 2-е, перераб. и доп. – Москва : Машиностроение, 1976. – 312 с.
114. *Jain, M. Formation of intermetallic compounds in the Ni–Al–Si ternary system [Text] / M. Jain, S.P. Gupta // Materials Characterization. – 2003. – Vol. 51. – P. 243–257.*
115. Захаренко, И. Д. Сварка металлов взрывом [Текст] / И. Д. Захаренко. – Минск : Навука і тэхніка, 1990. – 205 с.
116. Дерibas, А. А. Физика упрочнения и сварка взрывом [Текст] / А. А. Дерibas. – Новосибирск : Наука, 1980. – 221 с.
117. Симонов, В. А. Дополнительные ограничения области сварки взрывом [Текст] / В. А. Симонов // Физика горения и взрыва. – 1992. – Т. 28, № 1. – С. 110–114.
118. Конон, Ю. А. Сварка взрывом [Текст] / Ю. А. Конон, Л. Б. Первухин, А. Д. Чудновский ; под ред. В. М. Кудинова. – Москва : Машиностроение, 1987. – 216 с.
119. Лысак, В. И. Сварка взрывом [Текст] / В. И. Лысак, С. В. Кузьмин // Москва : Машиностроение, 2005. – С. 490.
120. *Ferjutz, K. ASM Handbook. Vol. 6. Welding, brazing, and soldering [Text] / K. Ferjutz, J. R. Davis. Materials Park : ASM International (ASM Handbook), 1994. – 525 p.*
121. *Abrahamson, G. R. The Hump Deformation Preceding a Moving Load on a Layer of Soft Material [Text] / G. R. Abrahamson, J. N. Goodier // J. Appl. Mech. – 1961. – V 28, iss. 4. – P. 608–610.*
122. Годунов, С. К. Волнообразование при сварке взрывом [Текст] / С. К. Годунов, А. А. Дерibas, Н. С. Козин // Прикладная механика и техническая физика. – 1971. – № 3. – С. 63–72.
123. *Crossland, B. Explosive welding of metals and its application [Text] / B. Crossland // Oxford : University Press, 1982. – 242 p.*

124. Кудинов, В. М. Влияние начальных параметров на процесс волнообразования при сварке металлов взрывом [Текст] / В. М. Кудинов, А. А. Дерibas, Ф. И. Матвеевков // *Физика горения и взрыва*. – 1967. – Т. 3. – № 4. – С.561–568.
125. Abrahamson, G. R. *Permanent Periodic Surface Deformations Due to a Traveling Jet* [Text] / G. R. Abrahamson // *J. Appl. Mech.* – 1961. – V. 28, iss. 4, P. 519–528.
126. Bahrani, A. S. *The mechanics of wave formation in explosive welding* [Text] / A. S. Bahrani, T. J. Black, B. Crossland // *Proc. Royal Soc. Ser. A.* – 1967. – Vol. 296, iss. 1445. – P. 123–136.
127. *Metal-intermetallic laminate Ti-Al₃Ti composites produced by spark plasma sintering of titanium and aluminum foils enclosed in titanium shells* [Text] / D. Lazurenko, V. Mali, I. Bataev, A. Thoemmes, A. Bataev, A. Popelukh, A. Anisimov, N. Belousova // *Metallurgical and Materials Transactions. A. Physical Metallurgy and Materials Science*. – 2015. – Vol. 46, iss. 9. – P. 4326–4334.
128. *Structural and mechanical properties of metallic–intermetallic laminate composites produced by explosive welding and annealing* [Text] / I. A. Bataev, A. A. Bataev, V. I. Mali, D. V. Pavliukova, // *Materials & Design*. – 2012. – Vol. 35. – P. 225–234.
129. Зарождение и рост алюминидов титана в слоистом композите, сваренном взрывом [Текст] / И. А. Батаев, А. А. Батаев, В. И. Мали, Д. В. Павлюкова, П. С. Ярцев, Е. Д. Головин // *Физика металлов и металловедение*. – 2012. – Т. 113, № 10. – С. 998–1007.
130. Влияния исходного состояния магния на свойства его соединения с алюминием и температурно-временная зависимость последних [Текст] / Ю. П. Трыков, А. В. Ерохин, Н. Н. Казак, В. С. Седых // *Новое в технологии сварки взрывом*. Киев, 1970. С. 113–117.
131. Трыков, Ю. П. Свойства механически неоднородных композиционных соединений МА2-1-АД1-АМг6, полученных сваркой взрывом [Текст] / Ю. П. Трыков, А. В. Ерохин, В. П. Белоусов и др. // *Применение энергии взрыва в сварочной технике: сб. науч. трудов*. – Киев: ИЭС им. Патона. – 1983. – С. 53–57.

132. Комплексная технология получения магниево-алюминиевого композита [Текст] / В. Н. Арисова, Ю. П. Трыков, Л. М. Гуревич, Д. С. Самарский, В. Г. Шморгун // Известия ВолгГТУ. – 2007. – № 5. – С. 7–13.

133. Гульбин, В. Н. Создание жаропрочного композиционного материала системы титан-железо [Текст] / В. Н. Гульбин, Ю. П. Трыков, А. П. Ярошенко, А. И. Еловенко // В сб.: Вопросы атомной науки и техники. – Москва : Минатом-энергопром, 1991. – С. 12–14.

134. Пат. 2202456 Российская Федерация, МПК В23К20/08 Способ получения износостойкого покрытия на поверхности стальных деталей [Текст] / С. В. Крашенинников, С. В. Кузьмин, В. И. Лысак, Ю. Г. Долгий; заявитель и патенто-обладатель Волгоградский государственный технический университет. – 2001123820/02; заявл. 27.08.2001; опубл. 20.04.2003, Бюл. № 11. – 14 с. : ил.

135. *Explosive cladding of a thin Ni-film to an aluminium alloy [Text] / M. Gerland, H. N. Presles, J. P. Guin, D. Bertheau // Materials Science and Engineering A. – 2000. – 280. – P. 311–319.*

136. Закономерности формирования структурно-механической неоднородности при сварке взрывом алюминия с никелем [Текст] / Ю. П. Трыков, В. Г. Шморгун, А. И. Богданов, О. В. Слаутин, В. Н. Арисова, А. Н. Зинченко // Известия ВолгГТУ. – 2009. – С. 11–15.

137. Влияние термического и силового воздействия на кинетику роста диффузионной прослойки в никель-алюминиевом композите [Текст] / В. Г. Шморгун, Ю. П. Трыков, О. В. Слаутин, А. И. Богданов, А. Е. Битюцких // Известия ВолгГТУ. – 2009. – Т. 1, № 59. – С. 15–19.

138. *Alman, D. E. Processing, structure and properties of metal-intermetallic layered composite [Text] / D. E. Alman, C. P. Dogan, J. A., Hawk, J. C. Rawers // Mater. Sci. Eng. A. – 1995. – Vol. 192/193. – P. 624–632.*

139. *Kim, H. Y. Tensile and fracture properties of NiAl/Ni micro-laminated composites prepared by reaction synthesis [Text] / H. Y. Kim, D. S. Chung, S. H. Hong // J. Mater. Res. – 2006. – Vol. 21, iss. 5. – P. 1141–1149.*

140. *Rawers, J. C. Fracture characteristics of metal/intermetallic laminar composites produced by reaction sintering and hot pressing [Text] / J. C. Rawers, D. E. Alman // Composites Science and Technology. – 1995. – Vol.54. – P. 379–384.*
141. *Nardone, V.C. NiAl-based microstructurally toughened composites [Text] / V. C. Nardone, J. R. Strife // Metall. Trans. A. – 1991. – Vol. 22. – P. 183–189.*
142. *Venkateswara Rao, K. T. Ductile-Phase Toughening and Fatigue-Crack Growth in Nb-Reinforced Molybdenum Disilicide Intermetallic Composites [Text] / K. T. Venkateswara Rao, W. O. Soboyejo, R. O. Ritchie // Metall. Trans. A. – 1992. – Vol. 23. – P. 2249–2257.*
143. *Effects of Pulse Current on an Aluminum Powder Oxide Layer During Pulse Current Pressure Sintering [Text] / T. Nagae, M. Yokota, M. Nose, S. Tomida, T. Kamiya, Sh. Saji // Materials Transactions. – 2002. – Vol. 43, iss. 6. – P. 1390–1397.*
144. *Thermal properties of diamond-particle-dispersed Cu-matrix-composites fabricated by spark plasma sintering (SPS) [Text] / K. Mizuuchi, K. Inoue, Y. Agari, Sh. Yamada, M. Tanaka, M. Sugioka, T. Takeuchi, J. Tani, M. Kawahara, J. H. Lee, Yu. Makino // Materials Science Forum. – 2010. – Vols. 638–642. – P. 2115–2120.*
145. *Microstructure and mechanical properties of gas atomized aluminum alloy powder compact densified by pulsed current pressure sintering process [Text] / T. Nagae, M. Yokota, M. Nose, Sh. Tomida, K. Otera, T. Kamiya, Sh. Saji // Materials Transactions. – 2002. – Vol. 43, iss. 3. – P. 537–543.*
146. ГОСТ 9450-76. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников [Текст]. – Введ. 1977–01–01. – Москва : Изд-во стандартов, 1993. – 35 с.
147. Батаев, И. А. Структура и механические свойства многослойных материалов, сформированных по технологии сварки взрывом тонколистовых заготовок из низкоуглеродистой стали [Текст]: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.09 / И. А. Батаев; Новосиб. гос. техн. ун–т. – Новосибирск, 2010. – 266 с.
148. *Metallic glass formation at the interface of explosively welded Nb and stainless steel [Text] / I. A. Bataev, K. Hokamoto, H. Keno, A. A. Bataev, I. A. Balagansky, A. V. Vinogradov // Met. Mater. Int. – 2015. – Vol. 21, iss. 4. – P. 713–718.*

149. Johnson, R. G. *Constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain-rates and high temperature [Text]* / R. G. Johnson, W. H. A. Cook // *Proceedings of the Seventh International Symposium on Ballistics. – The Hague, Netherlands. – 1983. – P. 541–547.*
150. Liu, G.-R. *Smoothed particle hydrodynamics: a meshfree particle method [Text]* / G.-R. Liu, M. B. Liu // *World Scientific, 2003. – 449 c.*
151. Monaghan, J. J. *Smoothed particle hydrodynamics [Text]* / J. J. Monaghan // *Rep. Prog. Phys. – 2005. – Vol. 68. – P. 1703–1759.*
152. Tanaka, K. *Numerical studies of explosive welding by SPH [Text]* / K. Tanaka // *Materials Science Forum. – 2008. – Vol. 566. – P. 61–64.*
153. *Numerical study of the mechanism of explosive/impact welding using smoothed particle hydrodynamics method [Text]* / X. Wang, Yu. Zheng, H. Liu, Z. Shen, Y. Hu, W. Li, Y. Gao, Ch. Guo // *Materials and Design. – 2012. – Vol. 35. – P. 210–219.*
154. *SPH analysis on formation manner of wavy joint interface in impact welded Al/Cu dissimilar metal plates [Text]* / J. Nishiwaki, Y. Sawa, Y. Harada, Sh. Kumai // *Materials Science Forum. – 2014, Vols. 794–796. – P. 383–388.*
155. Kakizaki, Sh. *Simulation and experimental analysis of metal jet emission and weld interface morphology in impact welding [Text]* / Sh. Kakizaki, M. Watanabe, Sh. Kumai // *Materials Transactions. – 2011. – Vol. 52, iss. 5. – P. 1003–1008.*
156. *Numerical study on mechanism of explosive welding [Text]* / X. J. Li, F. Mo, X. H. Wang, B. Wang, K. X. Liu // *Science and Technology of Welding and Joining. – 2012. – Vol. 17, iss. 1. – P.36–41.*
157. Суравикин, А. Ю. Реализация метода SPH на CUDA для моделирования несжимаемых жидкостей [Текст] / А. Ю. Суравикин // *Электронный научно – технический журнал «Наука и образование», Научное издание МГУ им. Н. Э. Баумана El № FS 77–48211. – 2012. – № 07, С. 87–106.*
158. Liu, M. B. *Smoothed particle hydrodynamics (SPH): an overview and recent developments [Text]* / M. B. Liu, G. R. Liu // *Arch Comput Methods Eng. – 2010. – Vol.17. – P. 25–76.*

159. *Single-shot explosive welding technique for the fabrication of multilayered metal base composites: effect of welding parameters leading to optimum bonding condition [Text]* / K. Hokamoto, A. Chiba, M. Fujita, T. Izuma // *Composites Engineering*. – 1995. – Vol. 5, iss. 8. – P. 1069–1079.
160. *Explosive welding of titanium/stainless steel by controlling energetic conditions [Text]* / P. Manikandan, K. Hokamoto, A. A. Deribas, K. Raghukandan, R. Tomoshige // *Materials Transactions*. – 2006. – Vol. 47, iss. 8. – P. 2049–2055.
161. *Anantharaman, T. Rapidly Solidified Metals: A Technological Overview [Text]* / T. Anantharaman, C. Suryanarayana. – Trans Tech Publications, 1987. – 272 p.
162. *Pohla, C. Quasicrystals in Al-Ni alloys [Text]* / C. Pohla, P. L. Ryder // *Materials Science and Engineering, A*. – 1991. – Vol. 134. – P. 947–950.
163. *Metastable formation of decagonal quasicrystals during solidification of undercooled Al-Ni melts: In situ observations by synchrotron radiation [Text]* / O. Shuleshova, D. Holland-Moritz, W. Löser, G. Reinhart, G. N. Iles and B. Büchner // *EPL*. – 2009. – Vol. 86. – Art. 36002.
164. *Abe, E. Tsai Structure of a metastable Al Ni decagonal quasicrystal: comparison with a highly perfect Al₇₂Ni₂₀Co₈ [Text]* / E. Abe, A. P. Tsai // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2002. – Vol. 342. – P. 96–100.
165. *Chiba, A. Microstructure of bonding interface in explosively-welded clads and bonding mechanism [Text]* / A. Chiba, M. Nishida, Ya. Morizono // *Materials Science Forum*. – 2004. – Vols. 465–466. – P. 465–474.
166. *Formation of nonequilibrium phases at collision interface in an explosively welded Ti/Ni clad [Text]* / M. Nishida, A. Chiba, Ya. Morizono, M. Matsumoto, T. Murakami, A. Inoue // *Materials Transactions, JIM*. – 1995. – Vol. 36, iss. 11. – P. 1338–1343
167. *Athanasiou, N. S. Formation, characterization and magnetic properties of some ternary Al–Cu–m (m = transition metal) quasicrystals prepared by conventional solidification [Text]* / N. S. Athanasiou // *Int. J. Mod. Phys. B*. – 1997. – Vol. 11, iss. 20. – P. 2443–2464.

168. Meyers, M. *Shock Waves and High-Strain-Rate Phenomena in Metals : Concepts and Applications [Text]* / M. Meyers, L. Murr. – New York : Plenum Press, 1981. – 1101 p.
169. Hirth, J. *Theory of Dislocations [Text]* / J. Hirth, J. Lothe. – Malabar, Florida : Krieger Pub Co; Reprint edition, 1992. – 857 p.
170. Бокштейн, Б. С. Термодинамика и кинетика диффузии в твердых телах [Текст] / Б. С. Бокштейн, С. З. Бокштейн, А. А. Жуховицкий. – Москва : Металлургия, 1974. – 280 с.
171. Корнеев, Н. И. Основы физико-химической теории обработки металлов давлением: термомеханические факторы обработки металлов и сплавов : монография [Текст] / Н. И. Корнеев, И. Г. Скугарев. – Москва : Машгиз, 1960. – 316 с.
172. *Determination of diffusion coefficients of Zn, Co and Ni in aluminium by a resistometric method [Text]* / G. Erdélyi, D. L. Beke, F. J. Kedves, I. Gödény // *Philosophical magazine B*. – 1978. – Vol. 38, iss. 5. – P. 445–462.
173. *First principles calculations of alloying element diffusion coefficients in Ni using the five-frequency model [Text]* / W. Qiong, L. Shu-Suo, M. Yue, G. Sheng-Kai // *Chinese Physics B*. – 2012. – Vol. 21, iss. 10. – Art. 109102.
174. Mehrer, H. *Diffusion on intermetallics [Text]* / H. Mehrer // *Materials Transactions, JIM*. – 1996. – Vol. 37, No. 11. – P. 1259–1280.
175. Konieczny, M. *Mechanical properties and deformation behavior of laminated Ni-(Ni₂Al₃+NiAl₃) and Ni-(Ni₃Al+NiAl) composites [Text]* / M. Konieczny // *Materials Science & Engineering A*. – 2013. – Vol. 586. – P. 11–18.
176. Металлические конструкции, Общий курс: учебник для вузов [Текст] / Е. И. Беленя, В. А. Балдин, Г. С. Ведеников и др. Под общ. ред. Е.И. Беленя 6-е изд., перераб. и доп. – Москва : Стройиздат, 1986. – 560 с.
177. *Microstructures and interfaces in Ni–Al martensite: comparing HRTEM observations with continuum theories [Text]* / D. Schryvers, Ph. Boullay, P. L. Potapov, R.V. Kohn, J. M. Ball // *International Journal of Solids and Structures*. – 2002. – Vol.39. – P. 3543–3554.

178. Павлюкова, Д. В. Структура и механические свойства слоистых материалов на основе титана и алюминия, полученных по технологии сварки взрывом и дополнительной термической обработки [Текст]: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.09 / Д. В. Павлюкова; Новосиб. гос. техн. ун-т. – Новосибирск, 2011. – 236 с.

179. Приходько, Е. А. Формирование многослойных материалов с повышенным уровнем конструктивной прочности методом сварки взрывом углеродистых и легированных сталей [Текст]: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.09 / Е. А. Приходько; Новосиб. гос. техн. ун-т. – Новосибирск, 2012. – 222 с.

180. *Susan, D. F. Reaction synthesis of Ni-Al-based particle composite coatings [Text] / D. F. Susan, W. Z. Misiolek, A. R. Marder // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2001. – Vol. 32A. – P. 379–390.*

181. Шморгун, В. Г. Формирование структурно-механической неоднородности в слоистых металлических и интерметаллидных композитах, создаваемых с помощью комплексных технологий [Текст]: дис. ... док. техн. наук: 05.02.01 / В. Г. Шморгун; Волгоград. гос. техн. ун-т. – Волгоград, 2007. – 299 с.

182. *Morsi, K. A. Review: reaction synthesis processing of Ni-Al intermetallic materials [Text] / A K. Morsi // Materials Science and Engineering. – 2001. – Vol. 299. – P. 1–15.*

183. Пат. 2399471 Российская Федерация, МПК В23К20/08 Способ получения композиционных алюминиево-никелевых изделий с внутренними полостями сваркой взрывом [Текст] / Ю. П. Трыков, С. П. Писарев, Л. М. Гуревич, В. Г. Шморгун, О. В. Слаутин, В. Ф. Казак, А. И. Богданов, О. С. Киселев, А.С. Сергиенко; заявитель и патентообладатель Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования Волгоградский государственный технический университет (ВолгГТУ). – 2009136309/02; заявл. 30.09.2009; опубл. 20.09.2010, Бюл. № 26. – 14 с. : ил.

184. *Ni-Al and NiO-Al composite coatings by combustion-assisted flame spraying [Text] / G. Xanthopoulou, A. Marinou, G. Vekinis, A. Lekatou, M. Vardavoulias // Coatings. – 2014. – Vol. 4. – P. 231–252.*

185. *Fracture toughness of intermetallic compacts consolidated from nanocrystalline powders [Text] / R. A. Varin, L. Zbroniec, T. Czujko, Y.-K. Song // Materials Science and Engineering A. – 2001. – Vol. 300. – P. 1–11.*

186. *Vecchio, K. S. Synthetic multifunctional metallic-intermetallic laminate composites [Text] / K. S. Vecchio // JOM. – 2005. – Vol. 57, iss. 3. P. 25–31.*



Утверждаю
 Директор КТФ
 ИГиЛ СО РАН
 д.ф.-м.н., профессор
 А.А. Штерцер
 19 мая 2016 г.



Утверждаю
 Проректор НИТУ
 по научной работе
 д.т.н., профессор
 А.Г. Вострецов
 19 мая 2016 г.

АКТ

использования результатов диссертационных работ Т.С. Огневой и
 И.А. Батаева в конструкторско-технологическом филиале
 Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института
 гидродинамики им. М.А. Лаврентьева
 Сибирского отделения Российской академии наук

В диссертационных работах Т.С. Огневой и И.А. Батаева подробно рассматриваются особенности формирования структуры материала на границе свариваемых взрывом разнородных сплавов. Полученные ими результаты представляют практический интерес для предприятий, занимающихся сваркой взрывом разнородных сплавов, в частности, для конструкторско-технологического филиала Института гидродинамики им. М.А. Лаврентьева. На примере сварки взрывом никеля и алюминия Т.С. Огневой и И.А. Батаевым показано, что низкая пластичность получаемых соединений может быть объяснена появлением на межслойных границах хрупких квазикристаллических структур. Их формирование обусловлено высокими скоростями охлаждения материала вблизи границы соединения. Для обеспечения высокого комплекса механических свойств авторы диссертационных работ рекомендуют выбирать режимы сварки взрывом и контролировать угол соударения и скорость движения точки контакта, таким образом, чтобы избежать формирования непрерывной зоны перемешивания на границе между свариваемыми материалами. В тех случаях, когда регулирование параметров сварки взрывом не позволяет избавиться от непрерывной зоны перемешивания с квазикристаллическими включениями, для получения качественных соединений возможно использование промежуточных вставок из сплавов, препятствующих образованию квазикристаллов.

Результаты диссертационных работ используются конструкторско-технологическим филиалом Института гидродинамики им. М.А. Лаврентьева при разработке технологии соединения разнородных материалов, склонных к формированию квазикристаллических соединений.

 Т.С. Огнева
 И.А. Батаев

УТВЕРЖДАЮ:

Первый проректор
Новосибирского государственного
технического университета
д.т.н., профессор
Е.И. Расторгуев
« 8 » 2016 г.



АКТ

использования результатов диссертационной работы
аспиранта Т.С. Огневой в учебном процессе

В процессе подготовки диссертационной работы аспирантом Огневой Татьяной Сергеевной выполнен комплекс теоретических и экспериментальных исследований по проблемам формирования слоистых металл-интерметаллидных композиционных материалов на основе никеля и алюминия. Результаты исследований опубликованы в отечественных и зарубежных журналах, рекомендованных ВАК.

Результаты, полученные Т.С. Огневой, используются в учебном процессе на механико-технологическом факультете Новосибирского государственного технического университета при подготовке бакалавров и магистров, обучающихся по направлениям «Материаловедение и технологии материалов» и «Наноинженерия» (в лекционных курсах, а также при выполнении лабораторных работ по дисциплинам «Порошковая металлургия и композиционные материалы», «Прогрессивные материалы и технологии» и «Диффузия в металлах и сплавах»).

Декан механико-технологического
факультета к.т.н., доцент

В.В. Янпольский