

На правах рукописи



ГИБЕЛЬГАУЗ СЕРГЕЙ ИВАНОВИЧ

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ
ДИНАМИКИ ФАЗООБРАЗОВАНИЯ АЛЮМИНИДОВ ТИТАНА
В РЕАКЦИИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА МЕТОДОМ
ДИФРАКЦИИ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ**

01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Барнаул – 2008

Работа выполнена на кафедре «Экспериментальная физика» в Государственном образовательном учреждении высшего профессионального образования Алтайском государственном техническом университете им. И.И. Ползунова

Научный руководитель кандидат технических наук
Яковлев Владимир Иванович

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
профессор Попов Валерий Андреевич.

доктор физико-математических наук,
профессор Шаркеев Юрий Петрович.

Ведущая организация Томский политехнический университет

Защита состоится 23 октября 2008 г. в 15 часов в ауд. 127 г.к. на заседании диссертационного совета Д 212.004.06, действующего при ГОУ ВПО Алтайском государственном техническом университете им. И.И. Ползунова по адресу: 656038, г. Барнаул, пр. Ленина, 46.
e-mail: krivobok@ab.ru, gsi-gaus@mail.ru

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова

Автореферат разослан « 19 » сентября 2008 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета к.т.н.



Кривобоков Д.Е.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность исследования. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) – эффективный метод получения новых материалов. Метод включает высокоэкзотермичное взаимодействие порошковых смесей, протекающих в режиме горения. Развитие работ по СВС основано на научном открытии советских ученых А.Г. Мержанова, В.М. Шкиро, И.П. Боровинской (явление волновой локализации автотормозящихся твердофазных реакций), сделанном в 1967 г.

Для получения конечного продукта с нужными свойствами необходимы знания о механизмах фазообразования и умение прогнозировать фазовые переходы в процессах, протекающих во время реакции СВС в режиме объемного теплового взрыва, позволяющего управлять тепловой активностью шихты, посредством изменения внешних теплофизических условий. Во время СВС структура исходных материалов быстро изменяется с возникновением продуктов реакции, сопровождаемых большим тепловыделением, высокими температурами, коротким временем фазообразования. Скоротечность процесса обуславливает разработку соответствующих экспериментальных методов исследования динамики трансформации исходных компонентов и требует надежные методы экспериментальных исследований динамики фазообразования, позволяющие выяснить механизм получения конечного продукта и оптимизировать технологию его синтеза.

В последние десятилетия с развитием электроники, техники, рентгеновской оптики совершенствуются синхротронные накопители, детектирующие устройства, позволяющие активно использовать метод динамической рентгенографии с высоким временным разрешением – «дифракционное кино». Применительно к реакции СВС такой подход позволяет регистрировать непосредственно в процессе синтеза последовательность рентгенограмм, отражающих процесс фазообразования. Идею использования рентгеновского кино предложил академик А.Г. Мержанов еще в семидесятые годы XX века. Но реализовать идею оказалось весьма сложно. Впервые в России такие уникальные эксперименты с использованием синхротронного излучения (СИ) были реализованы авторским коллективом (В.В. Александровым, В.В. Болдыревым, Н.З. Ляховым, Б.П. Толочко, М.А. Корчагиным и другими) в Институте ядерной физики и в Институте химии твердого тела (г. Новосибирск).

Достоинствами применения метода «дифракционного кино» по сравнению с другими методами рентгеноструктурного анализа являются: большая скорость регистрации дифракционных картин, позволяющая производить регистрацию быстротекущих процессов; большая интенсивность СИ, дающая возможность работать с отраженным пучком; высокое пространственное и временное разрешение детектора. Все это в совокупности обеспечивает высокую точность измерений.

Работа выполнялась в рамках ГК № 02.513.11.3365 «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007–2012 годы».

Цель работы заключается в создании экспериментального комплекса для исследования в режиме реального времени динамики фазообразования при тепловом взрыве в СВС–реакции с использованием метода дифракции синхротронного излучения.

В соответствии с целью в работе ставились следующие задачи.

1. Создание экспериментального комплекса для изучения динамики фазообразования в процессах СВС в режиме теплового взрыва в системе Ti–Al.
2. Создание автоматизированного многоканального цифрового прибора для регистрации температуры компонентов шихты и управления работой детектора СИ ОД–3 во время проведения СВС.
3. Разработка методики для исследования изменения положения дифракционных максимумов в зависимости от температуры элементов Ti и Al и их соединений стехиометрии TiAl и TiAl₃, полученных методом СВС.
4. Экспериментальное исследование изменения положения дифракционных максимумов в зависимости от температуры алюминидов титана. Сравнение экспериментальных данных с расчетными.

Положения, выносимые на защиту.

1. Экспериментальный комплекс для регистрации динамики фазообразования в процессе СВС в режиме теплового взрыва с использованием СИ.
2. Многоканальный цифровой прибор для измерения температуры в процессе СВС в режиме теплового взрыва, позволяющий автоматизировать управление работой детектора СИ ОД-3 при проведении эксперимента.
3. Методика и результаты расчета изменения положения дифракционных максимумов от температуры в процессе реакции СВС.
4. Результаты регистрации динамики фазообразования моноалюминидов титана в процессе реакции СВС в режиме теплового взрыва с использованием СИ.

Научная новизна работы.

1. Разработан и создан экспериментальный комплекс, позволяющий автоматически производить регистрацию дифракционных максимумов при достижении заданной температуры исследуемого материала в реакции СВС в режиме теплового взрыва с использованием метода динамической дифрактометрии СИ, а так же температуры шихты в реальном масштабе времени.
2. Получены дифрактограммы в виде «дифракционного кино», соответствующие этапам первичного и вторичного структурообразования в процессе СВС в режиме объемного теплового взрыва, для системы Ti–Al.
3. Разработана методика и определены коэффициенты изменения положения дифракционных максимумов в зависимости от температуры при протекании реакции СВС для элементов Ti и Al и их соединений стехиометрии TiAl

и $TiAl_3$, позволяющие существенно повысить достоверность расшифровки дифрактограмм.

Практическую значимость имеет.

1. Экспериментальный комплекс для изучения динамики процессов фазообразования в режиме теплового взрыва с использованием метода динамической дифрактометрии в пучках СИ, который может быть применен и для других СВС систем.

2. Многоканальный цифровой прибор измерения температуры, позволяющий автоматизировать управление работой детектора СИ ОД-3 при проведении эксперимента, а так же регистрировать, наблюдать, сохранять на ЭВМ полученную информацию в реальном масштабе времени. Прибор может использоваться в задачах по регистрации температурных полей в различных средах, где возможно применение термодпар.

3. Методика расчета изменения дифракционных максимумов от температуры и расчет поправочных коэффициентов для температурного дрейфа дифракционных пиков, которая может применяться для различных СВС систем.

Методы исследования. В диссертационной работе использован метод динамической дифрактометрии, термодпарный метод измерения температуры, методы математической статистики и обработки экспериментальных данных.

Достоверность и обоснованность результатов определяется адекватным применением теории измерений, теории погрешностей, теории цифровой обработки сигналов, применением стандартных приборов, воспроизводимостью полученных результатов.

Апробирование результатов работы осуществлялась на международных научно-практических конференциях (г. Волгоград, 2007, г. Барнаул, 2007), докладывались и обсуждались на Южно-Сибирском объединенном физическом семинаре Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

Личный вклад автора. Автор принимал непосредственное участие в планировании экспериментов, создании экспериментального комплекса и приборов, проведении экспериментов, анализе и интерпретации полученных результатов.

Структура и основное содержание диссертации. Диссертация состоит из введения, 4-х глав, заключения и библиографического списка, включающего 110 наименований. Общий объем диссертации 138 страница. Работа содержит 58 рисунков, 3 таблицы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** проведен анализ целей и задач настоящего исследования, обоснованы научная новизна и практическая значимость работы, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе раскрыто представление о СВС как объекте исследования; рассмотрены основные закономерности и механизмы распространения

волны горения СВС; проведен обзор основных направлений и методов исследования процесса СВС; изложены подходы к измерению межплоскостных расстояний кристаллических тел; обоснована необходимость исследования динамики фазообразования в процессе СВС методом дифракции СИ.

Во второй главе приводится описание и обоснование использования и применения метода дифракции синхротронного излучения в изучении зависимости изменения фазового состава и межплоскостного расстояния кристаллических тел от температуры. Рассмотрены основы получения СИ на синхротронах и накопителях. Приведено описание экспериментальной станции «Дифракционное кино» канал 5b накопителя ВЭПП-3 расположенной в институте ядерной физики им. Г.И. Будкера, внешний вид которой представлен на рис.1.

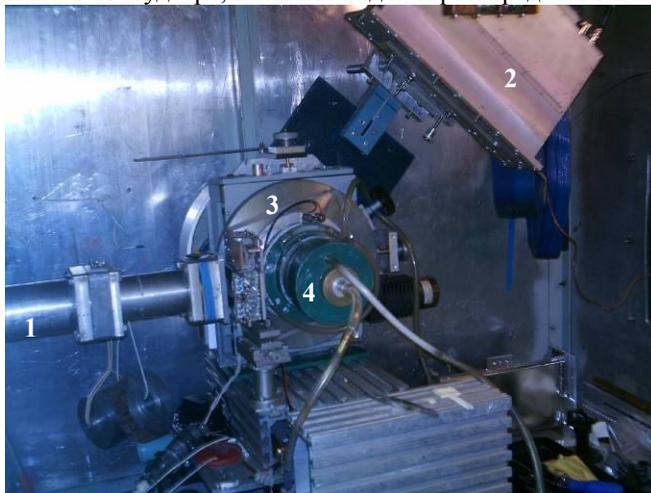


Рис.1. Рабочая станция 5b «Дифракционное кино» накопителя ВЭПП-3 со смонтированной на ней вакуумируемой камерой комплекса (1 – канал СИ, 2 – детектор ОД-3, 3 – гониометр, 4 – вакуумируемая камера комплекса)

Источником синхротронного излучения является накопитель ВЭПП-3, расположенный в институте ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН.

В эксперименте применяется однокоординатный детектор ОД-3 с фокусным расстоянием 350 мм. Он имеет 3328 каналов, угол регистрации ~ 30 градусов, минимальное время накопления кадра – 1 мкс, максимальное количество кадров – 64. Длина волны СИ в проводимом эксперименте составляла 1,5225 Å. Ее значение соизмеримо с расстоянием между атомами, находящимся в узлах кристаллической решетки, поэтому такое излучение дифрагирует на кристаллической решетке исследуемого материала, и из формулы Брэгга-Вульфа можно рассчитать межплоскостное расстояние.

С повышением температуры T происходит расширение твердых тел. Различаются линейное и объемное тепловые расширения, характеризующиеся коэффициентами линейного α_l и объемного α_v , расширения в данном интервале температур. Значение α_l зависит от материала и для большинства тел имеет порядок $10^{-5} - 10^{-6} \text{ град}^{-1}$. Связь коэффициентов α_v и α_l в первом приближении имеет вид $\alpha_v = 3 \alpha_l$.

В главе проведен расчет погрешности, возникающей от смещения уровня поверхности реагирующих компонентов шихты под воздействием температуры (рис. 2).

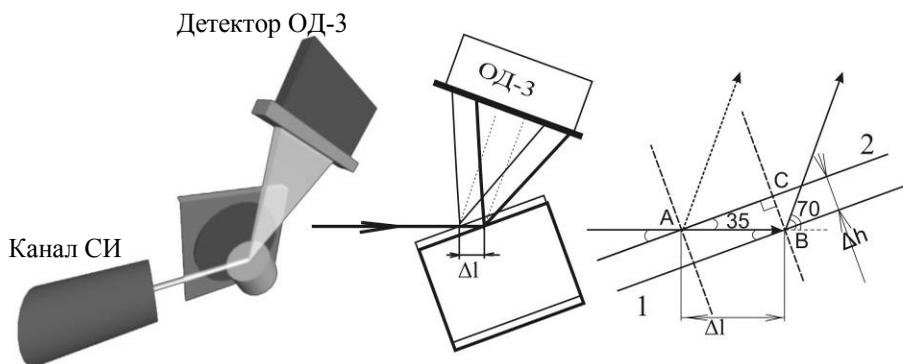


Рис. 2. Смещение уровня поверхности компонентов шихты

Для расчета погрешности изменения уровня поверхности шихты используется формула $\gamma_m = \Delta l \cdot 100\% / L_0$, где L_0 – эффективная длина области измерения детектора ОД-3, Δl – горизонтальное смещение поверхности шихты. Из треугольника ABC (рис. 2) $AB = CB / \sin 35^\circ = 1 \text{ мм} / 0,573 = 1,74 \text{ мм}$, тогда $\gamma_m = 1,74 \text{ мм} \cdot 100\% / 350 \text{ мм} = 0,49\%$.

В конце главы также представлен термопарный метод измерения температуры в процессе СВС как оптимальный в подобных экспериментах для определения температуры компонентов шихты внутри реактора.

В третьей главе изложены основные требования и критерии, в соответствии с которыми осуществлялась разработка и конструирование экспериментального комплекса, адаптированного к источнику синхротронного излучения и станции «Дифракционное кино» канала 5b накопителя ВЭПП-3.

Представлена конструкция специализированного реактора (рис. 3) для проведения объемного теплового взрыва. Особенность применения специализированного реактора в исследованиях динамики фазообразования СВС системы Ti–Al при использовании метода динамической дифрактометрии состоит в том, что для этого метода необходима открытая поверхность исследуемого

материала, на которую будет падать пучок СИ шириной 2 мм. Для облегчения фокусировки пучка СИ на поверхность исследуемого материала, была выбрана ширина щели в крышке реактора 3 мм и длиной 30 мм, что было достаточно для отражения пучка СИ от поверхности под углом до 35 градусов.



Рис. 3 Схема специализированного экспериментального реактора для проведения исследования с использованием метода дифракции СИ.

Реактор позволяет производить нагрев компонентов шихты в условиях пониженного давления 0,1 атм до температур порядка 800–900°C. Этих температур достаточно для возникновения СВС в системе Ti–Al.

Созданный реактор обладает следующими достоинствами:

- 1) простота изготовления;
- 2) низкая стоимость;
- 3) малые габариты и масса;
- 4) высокая надежность во время проведения эксперимента;
- 5) фиксация уровня верхней поверхности шихты;
- 6) контроль температуры внутри реактора;
- 7) частично открытая верхняя поверхность компонентов шихты (адаптация к источнику СИ).

Вакуумируемая камера состоит из двух частей: основания и крышки с бериллиевыми окнами, прозрачными для пучка СИ, герметично закрывающей камеру.

Для регистрации температуры шихты в реакторе был разработан малогабаритный переносной прибор регистрации температуры. Его основой является аналого-цифровой преобразователь (АЦП) LA-2USB производства ЗАО «Руднев–Шилиев». Отличительной особенностью данного прибора является его возможность соединения с компьютером, имеющим порт USB и отвечающим минимальным системным требованиям программного обеспечения прибора.

Прибор для многоканального измерения температуры предназначен для получения сигналов с термопар, их преобразования в значения измеряемой температуры, отображения на мониторе компьютера и сохранения полученных данных на жесткий диск компьютера.

Основная работа с программой регистрации температуры ведется в главном окне, вид которой представлен на рис. 4. Алгоритм работы программы измерения температуры представлен на рис. 5.

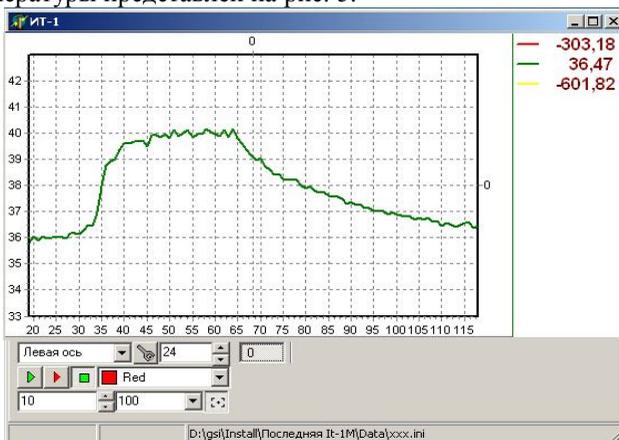


Рис.4 Главное окно программы регистрации температуры компонентов шихты.

Для управления параметрами АЦП и работой программы имеется окно настроек программы, в котором можно производить настройку параметров работы АЦП, выбирать калибровочные файлы для разных типов термопар, изменять параметры сохранения файлов с данными и др.

Отличительной особенностью работы прибора является его возможность регистрации температуры термопарным методом без компенсационного спая. Компенсация температуры производится программным способом при вводе значения окружающей температуры в соответствующее окно настройки программы.

Схема экспериментального комплекса представлена на рис. 6.

Источник питания реактора представляет собой мощный, регулируемый автотрансформатор, позволяющий производить плавное изменение выходного напряжения.

Использование частично открытой поверхности исследуемых порошков обуславливает необходимость применения постепенного плавного вакуумирования. Для этого используется ресивер. Он является промежуточным звеном, буфером, между вакуумным насосом и вакуумируемой камерой.

Использование созданного экспериментального комплекса возможно не только для проведения исследований по регистрации динамики фазообразования порошковых СВС систем Ti-Al в режиме объемного теплового взрыва, но и для проведения объемного теплового взрыва в любой СВС системе, а также нанодисперсных порошковых материалов склонных к СВС. Еще одной обла-

стью применения данного экспериментального комплекса является отжиг порошков при заданной температуре и низком давлении.

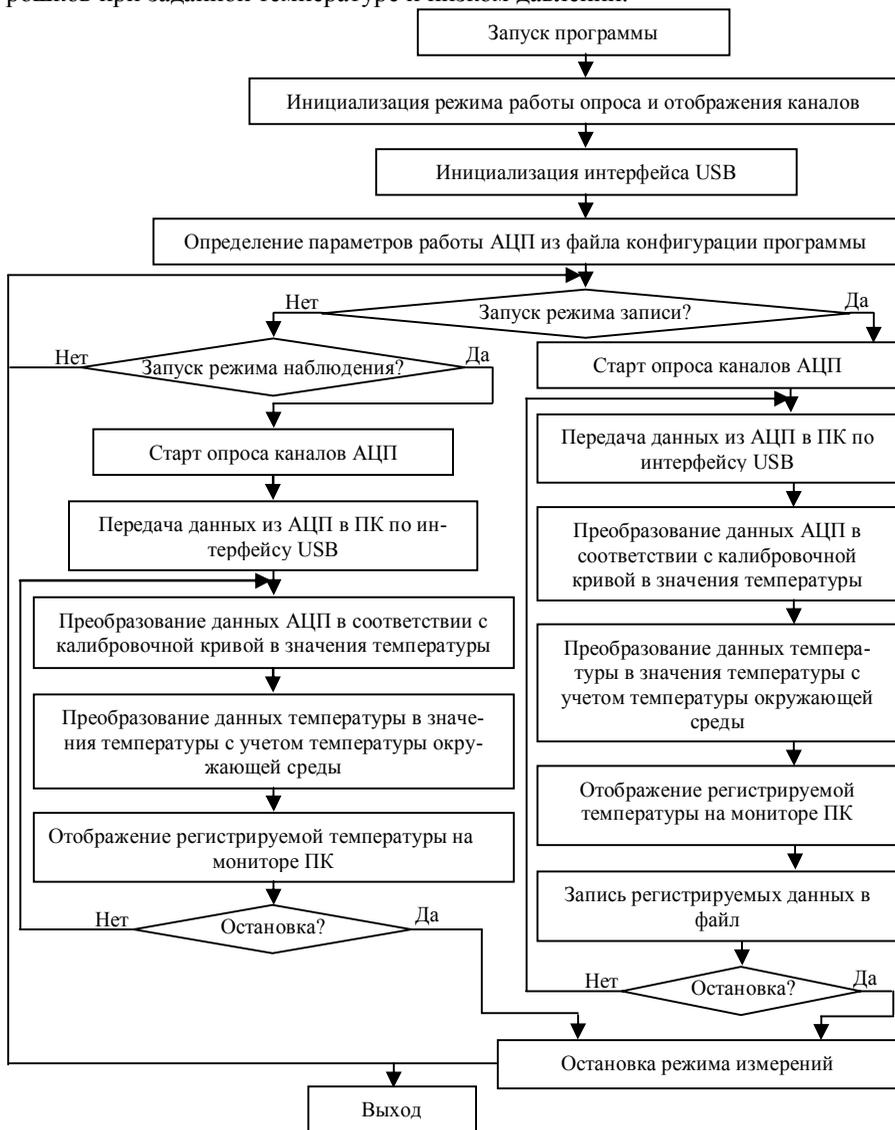


Рис. 5. Алгоритм работы программы измерения температуры.

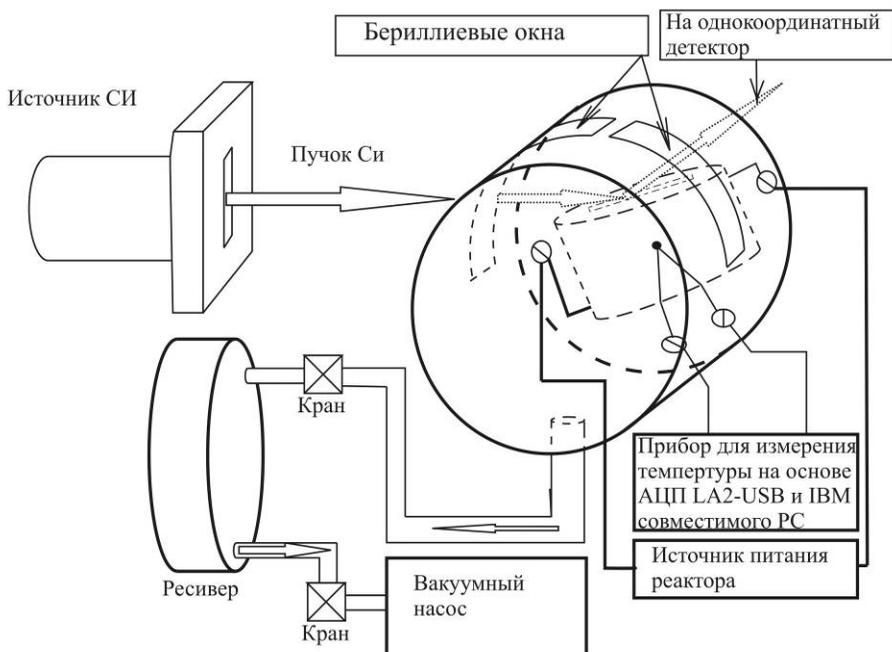


Рис. 6 Схема экспериментального комплекса для проведения эксперимента по регистрации динамики фазообразования моноалюминидов титана в процессе СВС.

В четвертой главе приводятся описание исследований и результатов с использованием созданного экспериментального комплекса и метода динамической дифрактометрии СИ.

Всего было произведено шесть серий экспериментов. Данные об исходных компонентах шихты и режимах синтеза представлены в табл. 1.

Табл.1. Исходные компоненты шихты и режим синтеза.

	Стехиометрия	
	TiAl	TiAl ₃
Дисперсный состав с выдержкой	Ti 63-100мкм, Al 10мкм	Ti 63-100мкм, Al 10мкм
		Ti 160-200мкм, Al 10мкм
Дисперсный состав без выдержки	Ti 63-100мкм, Al 10мкм	Ti 63-100мкм, Al 10мкм
	Ti 160-200мкм, Al 10мкм	

Для улучшения вида дифрактограмм, их фильтрации была разработана программа, производящая их обработку фильтрацией по методу скользящего среднего.

Программа позволяет открывать файлы дифрактограмм, полученных в результате эксперимента, выбирать число отсчетов в фильтрации по методу скользящего среднего, сохранять обработанные файлы на жесткий диск. Результат работы программы представлен на рис. 7. Программа дает возможность оператору для одной дифрактограммы с ярко выраженными пиками и малой зашумленностью производить автоматическое определение положения дифракционного максимума и сохранять данные о нем в отдельном файле рис. 8. Это удобно использовать для существенной экономии времени при их обработке и анализе.

После предварительной обработки методом скользящего среднего производилось сопоставление каждой дифрактограммы с соответствующей ей температурой.

Для корректного определения температуры обрабатываемой дифрактограммы необходимо точно определить момент времени начала и окончания ее съемки однокоординатным детектором ОД-3. В связи с этим разработана программа, позволяющая избавиться от однотипных расчетов моментов времени, уменьшить вероятность ошибки.

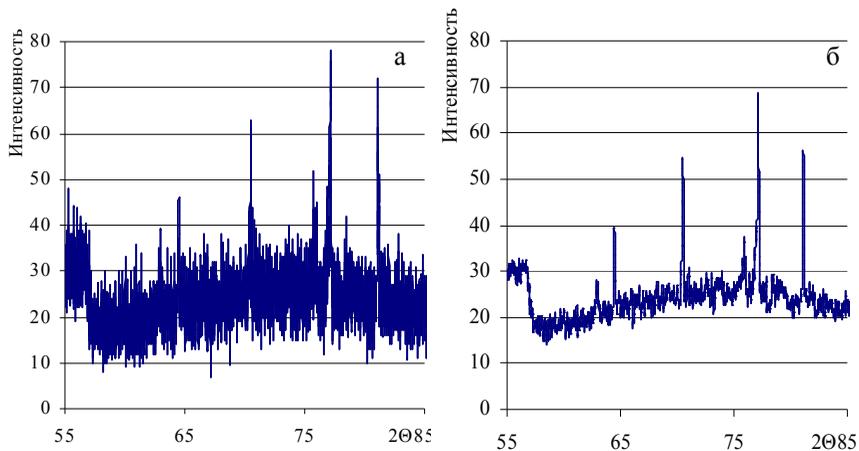


Рис. 7 Дифрактограмма образца TiAl, полученная с помощью синхротронного излучения, показывающая работу программы применения метода скользящего среднего (а - исходная дифрактограмма, б - обработанная дифрактограмма)

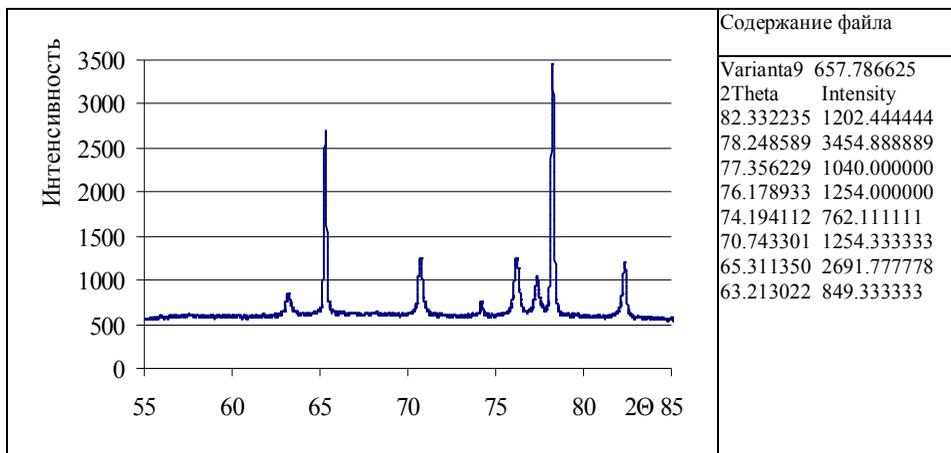


Рис. 8 Дифрактограмма и содержание файла автоматического определения углов пиков

Пример термограммы, характеризующей реакцию СВС представлен на рис. 9. На представленной термограмме отображены все характерные участки процессов, протекающих во время проведения эксперимента.

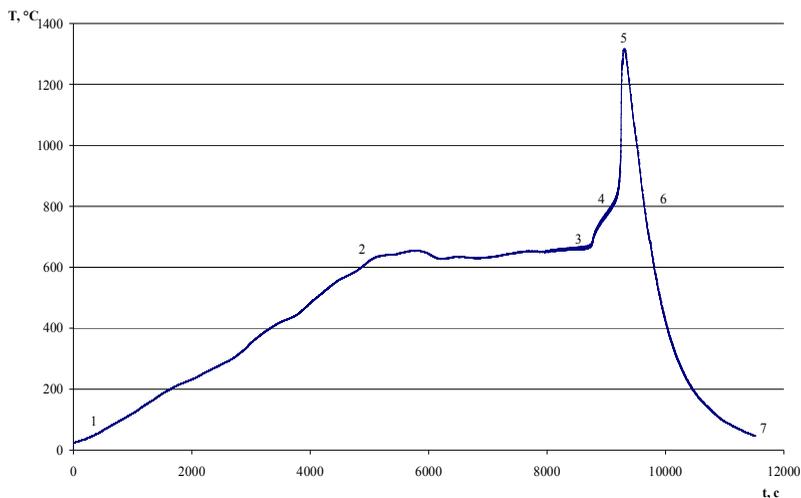


Рис. 9. Термограмма синтеза соединения $TiAl_3$ ($Ti - 63-100$ мкм) с отключением источника разогрева (в точке 5) (1–2 разогрев шихты до температуры плавления $Al - 660^\circ C$; 2–3 отражает время переключения накопителя ВЭПП–3; 3–4 – нагрев компонентов шихты до начала реакции СВС; 4–5–6 непосредственно соответствует реакции СВС; 6–7 – остывание компонентов шихты)

С использованием экспериментального комплекса и источника СИ стало возможно: определение температуры, при которой начинается и активно протекать процесс СВС; температуры, при которой возникают необратимые процессы интенсивных химических превращений, фазовые переходы. С использованием метода «дифракционное кино» была определена критическая температура, при которой начинается процесс СВС (рис. 10, рис. 11). До недавнего времени производился лишь качественный анализ развития теплового взрыва в системе Ti–Al по виду термограммы и по резкому увеличению температуры. В данном исследовании получен результат, подтверждающий то, что изменение в структуре исходных компонентов происходят быстро и за короткий промежуток времени. На дифрактограммах видна четкая и строгая граница фазовых превращений – фронт (рис. 11), начало изменения фазового состава, происходящее в течении нескольких секунд.

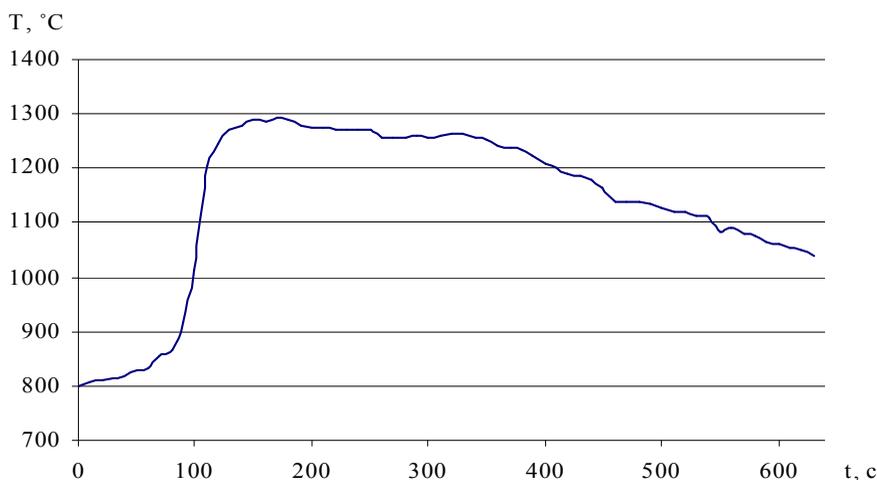


Рис. 10. Фрагмент термограммы синтеза (СВС реакция) соединения $TiAl_3$ с выдержкой на этапе вторичного структурообразования

По виду дифрактограмм было установлено, что в процессе синтеза появляются виртуальные, короткоживущие фазы веществ, существование которых наблюдается только во время протекания реакции СВС.

Основной трудностью при расшифровке дифрактограмм, полученных с помощью экспериментального комплекса, является то, что при достаточно большом изменении температуры происходит заметное изменение межплоскостных расстояний исследуемых материалов и, как следствие, происходит смещение дифракционных максимумов в область меньших углов при увеличении температуры и, наоборот, при уменьшении температуры – смещение пиков в область больших углов. Во время процесса СВС температура шихты в реакто-

ре достигает значений 1200–1500°C, что приводит к смещению характерных пиков элементов и соединений, что в свою очередь вызывает неоднозначное толкование положения дифракционных максимумов.

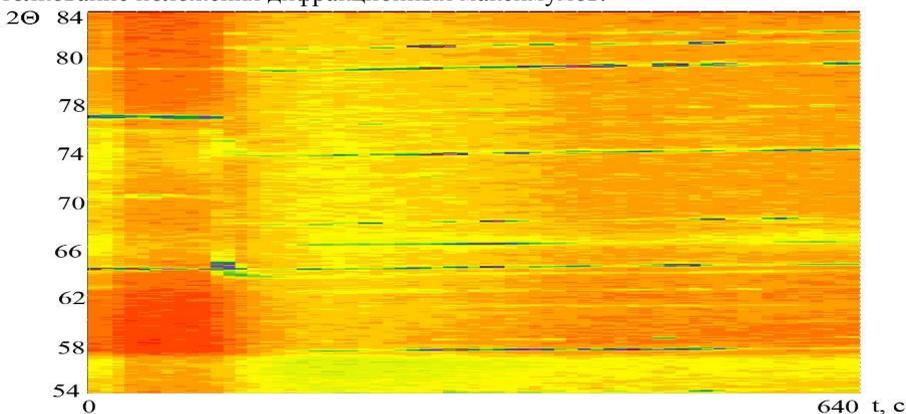


Рис. 11 Соответствующая по времени проекция поверхности «дифракционного кино» синтеза системы $TiAl_3$ на горизонтальную плоскость

Для более корректного рассмотрения вопроса о соответствии пиков химическому элементу были проведены эксперименты по изучению изменения положения дифракционных максимумов исходных компонентов шихты Ti и Al, а также конечного продукта, полученного в процессе СВС от температуры, в достаточно широком интервале температур.

На рис. 12 показана зависимость изменения положения углов дифракционных максимумов от температуры для алюминия (1, 2, 3) и титана (4, 5, 6, 7).

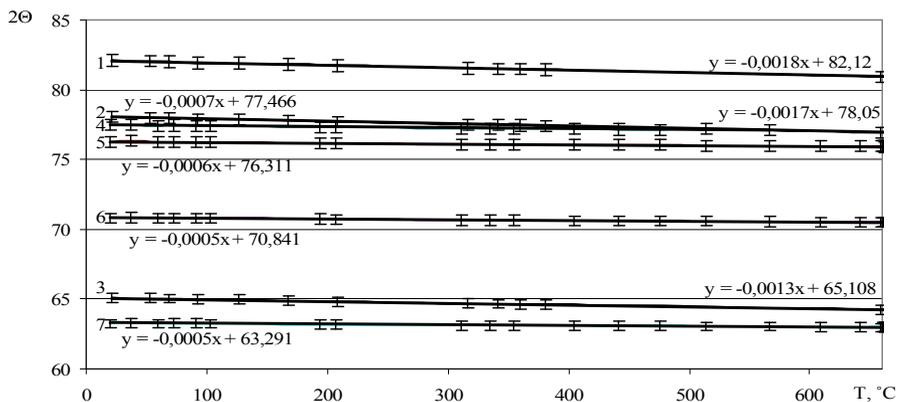


Рис. 12. Зависимость изменения положения углов дифракционных максимумов для Al (1, 2, 3) и Ti (4, 5, 6, 7) от температуры

По полученным зависимостям становится возможным определить средние коэффициенты изменения положения углов дифракционных максимумов в зависимости от температуры. При определении этих коэффициентов использовался метод линейной аппроксимации. Для коэффициента изменения положения дифракционных максимумов алюминия величина достоверности аппроксимации составила $R^2 = 0,99$, для титана этот коэффициент немного меньше и его значение изменяется от 0,93 до 0,95. Такие значения величины достоверности аппроксимации позволяют сделать вывод о том, что полученные экспериментальные результаты достаточно хорошо аппроксимируются линейной функцией вида $y = k \cdot x + b$ в интервале температур 20–660°C.

Измерение и определения изменения положения дифракционных максимумов от температуры синтезированного продукта производилось по той же методике что и для чистых элементов Ti и Al (рис. 13). Были получены экспериментальные значения коэффициентов изменения углов дифракционных максимумов в зависимости от температуры продукта синтеза соединений TiAl и TiAl₃.

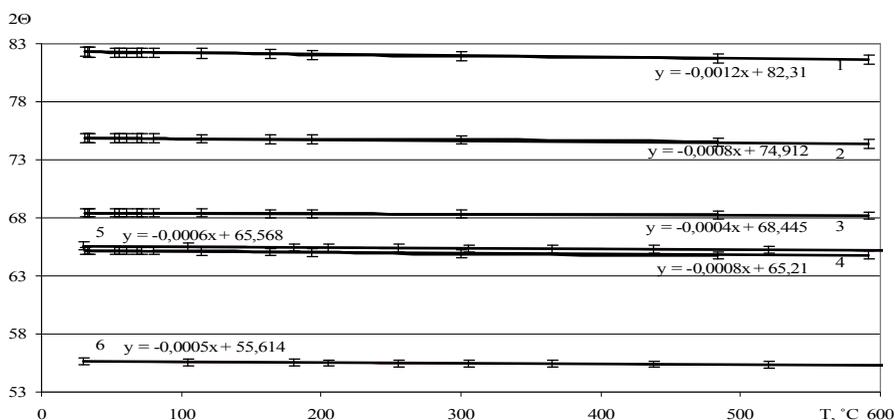


Рис. 13. Зависимость изменения положения углов дифракционных максимумов для TiAl₃ (1, 2, 3, 4) и TiAl (5, 6) от температуры

Полученные экспериментальные значения коэффициентов изменения углов дифракционных максимумов в зависимости от температуры позволяют рассчитать значение угла $2\Theta_{(T)}$ при любой температуре по формуле:

$$2\Theta_{(T)} = kT + 2\Theta_{(20)}, \quad (1)$$

где $2\Theta_{(T)}$ – расчетное значение угла при температуре T , k – экспериментально определенный коэффициент, T – температура при которой производится расчет, $2\Theta_{(20)}$ – табличное значение угла 2Θ для элемента (соединения) при комнатной температуре.

На рис. 14 представлены положения дифракционных максимумов для момента синтеза соединения $TiAl_3$, соответствующие «дифракционному кино», изображенному на рис. 11. По формуле (1) и термограмме (рис. 10) рассчитывались теоретические значения положений дифракционных максимумов для Ti и $TiAl_3$ (рис. 15) с учетом поправки на температуру. Сравнивая теоретические значения положений дифракционных максимумов (рис. 15) с экспериментальными (рис. 14), получаем, что в интервале времени от 100 до 180с наряду с другими соединениями, начинается образование $TiAl_3$ и происходит исчезновение чистого Ti . Синтезированное соединение $TiAl_3$ продолжает существовать до конца регистрации «дифракционного кино».

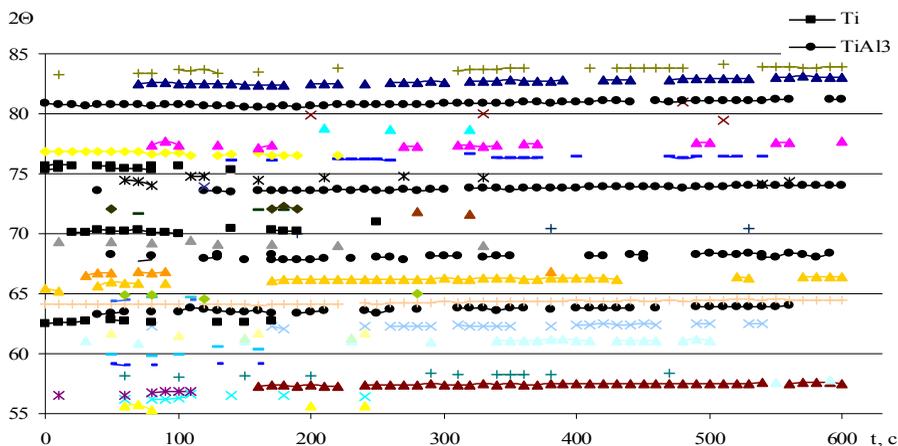


Рис. 14. Дифракционные максимумы синтеза соединения $TiAl_3$ соответствующие «Дифракционному кино» по времени с момента запуска съемки

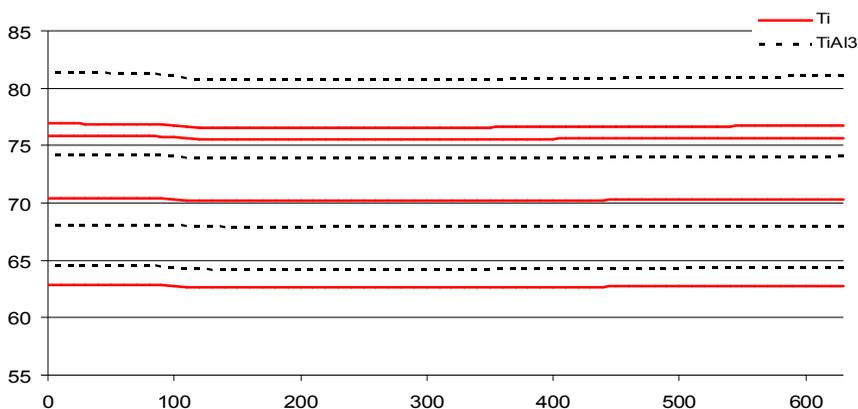


Рис. 15. Теоретическое положение дифракционных максимумов для Ti и $TiAl_3$

С целью верификации предложенной методики расчета дифракционных максимумов с учетом поправки на температуру продукта проводился анализ соответствия экспериментальных значений с расчетным положением дифракционных максимумов по критерию Пирсона. Результат совпадения соответствует значению 0,98, что говорит о хорошем согласовании экспериментальных и теоретических значений.

Основные выводы и результаты работы.

1. Создан экспериментальный комплекс, позволяющий производить регистрацию динамики фазообразования при тепловом взрыве в СВС системах с использованием метода дифракции СИ на базе накопителя ВЭПП-3 и станции 5-б «Дифракционное кино» ИЯФ СО РАН им. Г.И. Будкера г. Новосибирск, состоящий из:

- специализированного реактора с контролируемым, однородным распределением температур по всему реакционному объему до 900°C, имеющего щель в верхней торцевой крышке для беспрепятственного проникновения пучка СИ на поверхность исследуемого материала;

- автономной вакуумной системы, с возможностью плавной регулировки разрежения до 10^4 Па в камере, имеющей два бериллиевых окна прозрачных для пучка СИ;

- многоканального цифрового прибора, позволяющего производить регистрацию температуры в реакционном объеме с помощью термопар в реальном масштабе времени с точностью $\pm 1^\circ\text{C}$;

- источника питания реактора с плавной регулировкой выходного напряжения до 100В.

2. Разработан и создан многоканальный автоматизированный цифровой прибор для регистрации температуры компонентов шихты во время проведения СВС в режиме теплового взрыва, позволяющий программно производить запуск станции 5-б для регистрации дифракционных максимумов при достижении заданной температуры исследуемого материала. С использованием разработанного прибора в составе комплекса, метода динамической дифрактометрии, установлено, что этап первичного структурообразования начинается при температуре шихты $\sim 850^\circ\text{C}$, изменения в структуре исходных компонентов происходят за короткий промежуток времени, установлена четкая граница начала фазовых превращений продолжительностью 1–2с.

3. Впервые с использованием метода динамической дифрактометрии в пучках СИ произведена регистрация динамики фазообразования на этапе первичного и вторичного структурообразования при синтезе соединений TiAl и TiAl_3 в режиме объемного теплового взрыва без выдержки и с выдержкой температуры шихты на этапе вторичного структурообразования.

4. Эксперименты по регистрации динамики фазообразования алюминидов титана позволили установить границы фазовых превращений для иссле-

дуемых соединений в реакции высокотемпературного синтеза, что дает возможность для идентификации фаз во время СВС – процесса.

5. Установлено, что в процессе изменения температуры системы происходит смещение дифракционных максимумов для Ti, Al, TiAl и TiAl₃. Разработана методика расчета поправочных коэффициентов для их положений, что позволяет повысить достоверность расшифровки дифрактограмм. Произведено сравнение экспериментальных данных с расчетными в интервале температур 20–1500 °С, по критерию Пирсона (0,98).

6. Определены коэффициенты изменения положения дифракционных максимумов от температуры для Ti, Al, TiAl, TiAl₃ в интервале 20–660 °С в исследуемом угловом диапазоне 2Θ=55–85 градусов (здесь k_{2Θ} – коэффициент дуга 2Θ при температуре 20 °С):

- для Ti коэффициент k_{77,3} = -0,0007 °С⁻¹, коэффициент k_{76,2} = -0,0006 °С⁻¹, коэффициент k_{70,6} = -0,0005 °С⁻¹, коэффициент k_{62,9} = -0,0005 °С⁻¹;

- для Al коэффициент k_{82,4} = -0,0018 °С⁻¹, коэффициент k_{78,2} = -0,0017 °С⁻¹, коэффициент k_{65,1} = -0,0013 °С⁻¹;

- для TiAl коэффициент k_{65,4} = -0,0006 °С⁻¹, коэффициент k_{55,5} = -0,0005 °С⁻¹;

- для TiAl₃ коэффициент k_{82,2} = -0,0012 °С⁻¹, коэффициент k_{74,9} = -0,0008 °С⁻¹, коэффициент k_{68,8} = -0,0004 °С⁻¹, коэффициент k_{64,9} = -0,0008 °С⁻¹.

Список основных публикаций

1. Влияние дисперсности титана и тепловых режимов синтеза на фазовый состав и микроструктуру конечного продукта синтеза в системе Ti–Al [Текст]/ В.Ю. Филимонов, А.С. Семенчина, С.И. Гибельгауз // Физика и образование: материалы науч.-метод. конф. БГПУ. – Барнаул, 2005. – С. 119–122.

2. Особенности высокотемпературного синтеза механоактивированной смеси порошков 3Ti+Al в режиме динамического теплового взрыва [Текст] / А.В. Афанасьев, Е.В. Смирнов, М.В. Логинова, С.И. Гибельгауз // Энергетические, экологические и технологические проблемы экономики (ЭЭТПЭ–2007): материалы всерос. науч.-практ. конф. – Барнаул: ОАО «Алтайский дом печати», 2007. – С. 14.

3. Влияние температуры на межплоскостное расстояние элементов Ti, Al и соединений на их основе, полученных методом СВС [Текст] / С.И. Гибельгауз // Энергетические, экологические и технологические проблемы экономики (ЭЭТПЭ–2007): материалы всерос. науч.-практ. конф. – Барнаул: ОАО «Алтайский дом печати», 2007. – С. 12–13.

4. Экспериментальный реактор для регистрации динамики фазообразования СВС-систем в режиме теплового взрыва [Текст] / С.И. Гибельгауз, И.В. Барышников, В.И. Яковлев, С.В. Терехин // Энергетические, экологические и технологические проблемы экономики (ЭЭТПЭ–2007): материалы всерос. науч.-практ. конф. – Барнаул: ОАО «Алтайский дом печати», 2007. – С. 21–23.

5. Экспериментальная установка для исследования изменения межплоскостного расстояния от температуры соединений системы Ti–Al [Текст] / В.В. Евстигнеев, В.И. Яковлев, С.И. Гибельгауз // Энергетические, экологические и технологические проблемы экономики (ЭЭТПЭ–2007): материалы все-рос. науч.-практ. конф. – Барнаул: ОАО «Алтайский дом печати», 2007. – С. 23–24.

6. Экспериментальная установка для исследования динамики фазообразования алюминидов титана при проведении СВ-синтеза в режиме теплового взрыва [Текст] / С.И. Гибельгауз, В.И. Яковлев, С.В. Терехин // Новые перспективные материалы и технологии их получения НПМ–2007: сб. науч. тр. межд. конф. ВолГАГТУ. – Волгоград, 2007. – С. 274–275.

7. Получение и исследование наноструктурных детонационных покрытий на деталях машиностроения с использованием механокомпозигов типа TiV₂–Cu [Текст] / В.В. Евстигнеев, В.И. Яковлев, С.И. Гибельгауз, О.И. Ломовский, Д.В. Дудина, М.А. Корчагин // Ползуновский вестник. – 2007. – № 4. – С. 71–77.

8. Изучение особенностей развития статического теплового взрыва с применением метода регулярного режима на примере синтеза интерметаллического соединения TiAl₃ [Текст] / В.Ю. Филимонов, Е.В. Смирнов, А.В. Афанасьев, В.В. Евстигнеев, С.И. Гибельгауз // Перспективные материалы. – 2008. – №3. – С. 86–91.

9. Использование метода динамической дифрактометрии синхротронного излучения в исследовании высокотемпературного синтеза системы Ti–Al в режиме теплового взрыва [Текст] / В.В. Евстигнеев, В.И. Яковлев, С.И. Гибельгауз, Б.П. Толочко, М.Р. Шарафутдинов // Ползуновский вестник. – 2008. – № 1–2. – С. 99–105.

Подписано в печать 16.09.2008. Формат 60×84 1/16.

Печать – ризография. Усл.п.л. 0,83.

Тираж 100 экз. Заказ 2008 – 82

Отпечатано в типографии АлтГТУ им. И.И. Ползунова,
656038, г. Барнаул, пр-т Ленина, 46.