

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНО-ДИАГНОСТИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПРОЦЕССА САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩЕГОСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА В РЕЖИМЕ ТЕПЛООВОГО ВЗРЫВА

**В.В. Евстигнеев, В.И. Яковлев, В.Ю. Филимонов, А.С. Семенчина,
М.В. Логинова**

Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова

Современный уровень технологического и промышленного развития машиностроения предполагает более широкое применение композиционных материалов и изделий, в которых обеспечение оптимальных свойств достигается наличием в структуре интерметаллидных фаз. Процессом, обладающим значительным технологическим потенциалом в получении композиционных материалов с особыми свойствами, является самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС), открытый академиком А.Г. Мерзановым и его научной школой. СВ-синтез характеризуется такой уникальной особенностью, как существование в течение протекания взаимодействия высокотемпературной твердо-жидкой среды, допускающей различные типы дополнительных внешних воздействий, посредством которых возможно регулирование структуры и свойств целевых продуктов (материалов).

Цель работы заключалась в создании экспериментально-диагностического комплекса для проведения СВС в режиме теп-

лового взрыва с возможностью внешнего воздействия на процесс вторичного структурообразования, получение химически чистого однофазного продукта требуемого состава и свойств.

Известно, что при синтезе в режиме теплового взрыва формируется так называемая зона вторичного структурообразования [1, 2], в которой происходит догорание вещества со сравнительно медленной скоростью. Если в зоне первичного структурообразования (химической реакции) процесс происходит с высокой скоростью и управлять им практически невозможно, то в зоне вторичного структурообразования имеется возможность влиять на процесс выравнивания составов образующихся фаз путем изменения внешних теплофизических условий [3]. Объектом исследования является бинарная система Ti – Al. Сплавы на основе алюминидов титана широко применяются в самолетостроении для производства газотурбинных двигателей и деталей по причине их малого удельного веса, высокой прочности к разрыву, давлению,

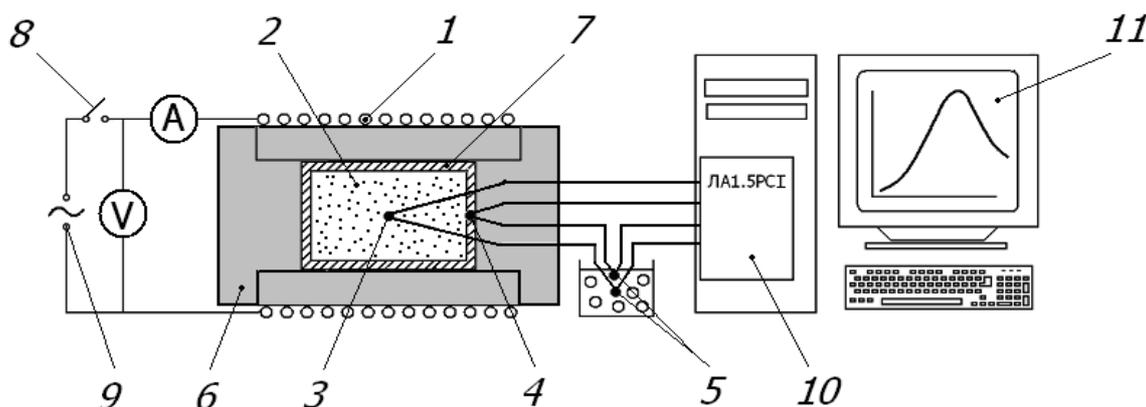


Рисунок 1 – Блок-схема установки температурной диагностики СВ-синтеза в режиме теплового взрыва: 1 – нагревательный элемент, 2 – реагирующая смесь, 3 – термопара для контроля динамики разогрева смеси, 4 – термопара для контроля температуры стенки, 5 – компенсирующие термопары, 6 – стальной реактор, 7 – теплоизоляционный асбестовый слой, 8 – выключатель, 9 – источник напряжения, 10 – плата сбора и обработки данных ЛА 1.5 РСІ, 11 – монитор

действию агрессивных сред при высоких температурах, таким образом система Ti – Al является технологически значимой.

В настоящей работе предложена экспериментальная методика, позволяющая управлять динамикой процесса синтеза в режиме теплового взрыва на этапе вторичного структурообразования. На рисунке 1 представлена блок-схема установки для реализации и диагностики СВ-синтеза в режиме теплового взрыва.

Источником 9, подавалось напряжение на нихромовую спираль 1, при этом нагрев стенки реактора контролировался термопарой 9. Стенка прогревалась до определенной температуры, превосходящей температуру плавления алюминия (660 °С), далее происходил разогрев шихты в полости реактора 2. Внутренняя поверхность полости изолировалась слоем асбеста, варьируемой толщины 7. Контроль температуры внутренней поверхности полости осуществлялся при помощи термопары 4. Компенсационные спай термопар погружались в резервуар с тающим льдом 5. Сигналы с термопар регистрировались на встроенную в компьютер многоканальную плату LA1.5-PCI и записывались в память компьютера для дальнейшей обработки. Для измерения температуры была разработана специальная программа «Регистратор аналоговых сигналов» для измерения напряжения поступающего на аналоговый вход (не более 16 дифференциальных входов) платы сбора и обработки данных LA1,5-PCI, технические

характеристики которого представлены в таблице 1.

Программа позволяет с высокой точностью отображать на экране изменение поступающего на вход напряжения (одновременно не более двух каналов), сохранять данные в файл в двоичном виде (отдельный файл для отдельного канала с расширением ch0 для первого канала ch1 для второго и т.д.), транспортировать полученные данные в программу Microsoft Office Excel для обработки измерений, построения графиков, а также гибко настраивать каждый измеряемый канал. Все это позволяет использовать данный программный продукт для проведения измерений температуры с помощью термопар.

Анализ фазового состава конечного продукта определялся при помощи установки для проведения рентгенофазного анализа ДРОН – 6, для проведения количественного металлографического анализа, изучения гранулометрического состава и пористости образцов использовался автоматический анализатор изображения «Видео - Тест».

Анализатор позволяет изучать микроструктуру шлифов, полученных из спеков продукта, получать фотографии элементов структур высокого качества (рисунок 4), определять микротвердость, производить количественный анализ гранулометрии изучаемых образцов. На рисунке 2 представлены термограммы синтеза, проведенного в различных тепловых режимах.

Таблица 1

Шина интерфейса с ПЭВМ	PCI
Потребляемая мощность	+5В, 950мАГ
Габариты	195 × 110 мм
АНАЛОГОВЫЙ ВХОД	
Количество аналоговых входов	32 однополюсных или 16 дифференциальных
Входное сопротивление (импеданс)	Не менее 100 МОм
Тип АЦП	Последовательного приближения
Количество бит в выходном регистре АЦП	12
Максимальная частота выборок	500 кГц
Время преобразования	2 мкс
Диапазоны входного сигнала	± 10В - ± 0,05В
Память на плате FIFO	2048 слов
Защита по напряжению	± 15В
ЦИФРОВОЙ ПОРТ	
Количество линий	8 выв и 8 вв (с защелкой)
Уровни и пороговые значения	ТТЛ совм

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНО-ДИАГНОСТИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПРОЦЕССА САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩЕГОСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА В РЕЖИМЕ ТЕПЛОГО ВЗРЫВА

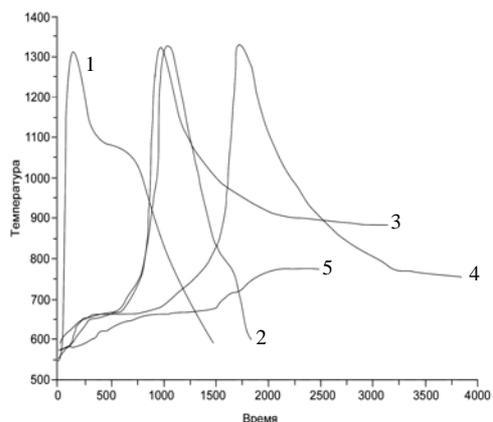


Рисунок 2 – Термограммы синтеза при различных температурах T_0 стенки реактора: 1 – $T_0 = 1050\text{ }^\circ\text{C}$, 2, 3 – $T_0 = 950\text{ }^\circ\text{C}$, 4 – $T_0 = 750\text{ }^\circ\text{C}$, 5 – $780\text{ }^\circ\text{C}$

Режимы 2, 3 проведены при одинаковых температурах стенки, однако в режиме 3 было произведено отключение источника в точке максимума температуры смеси. По данным рентгенофазового анализа (рисунок 3, b), продукт синтеза в режиме 2 (рисунок 4, b) является двухфазным и представляет собой интерметаллид стехиометрии TiAl_3 с малым содержанием фазы Ti_3Al с остаточным титаном на частицах более 100 мкм и без остатка титана на частицах меньшего размера. В режиме 3 (рисунок 3, c) наблюдается только фаза TiAl_3 (рисунок 4, d).

При каждой температуре стенки эксперимент проводился пять раз, при этом различие во временах индукционного разогрева не превышало 15 %, дифрактограммы и микроструктуры шлифов продукта были полностью идентичными для каждого режима. Указанные характеристики продукта в режимах 3 и 4 (рисунок 4, c) практически не отличаются, следовательно механизмы вторичного структурообразования не зависят от температуры стенки при длительной выдержке. Исследованы критические условия перехода от жидкофазного спекания (термограмма 5, рисунок

2) к режиму теплового взрыва (термограммы 1, 2, 3, 4 рисунок 2).

Во всех режимах, за исключением 1, взаимодействие происходит по механизму реакционной диффузии с проникновением расплава алюминия в решетку титана. В случае 1 (рисунок 4, a) продукт реакции многофазный, синтез происходит по механизму растворения титана в расплаве через слой интерметаллида.

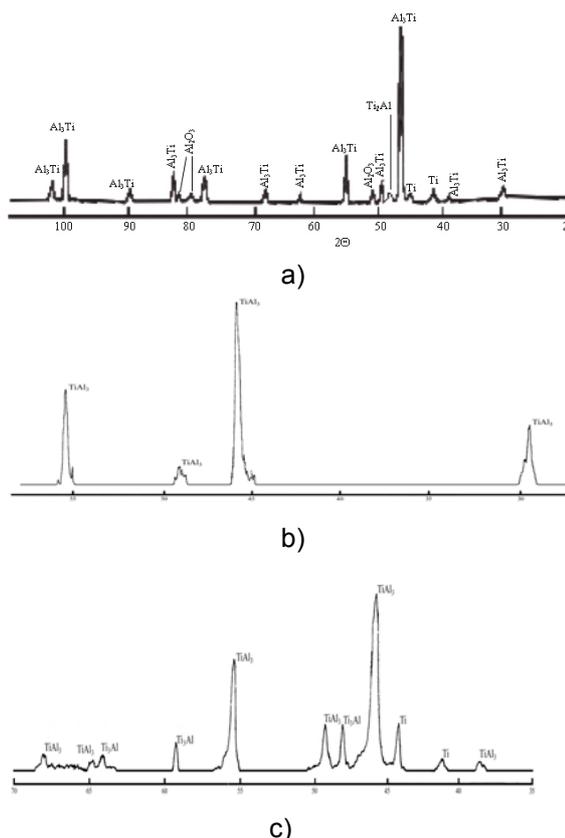


Рисунок 3 – Дифрактограммы продуктов синтеза при различных температурах синтеза: а) $T_w = 1050\text{ }^\circ\text{C}$, б) $T_w = 950\text{ }^\circ\text{C}$, с) $T_w = 750\text{ }^\circ\text{C}$

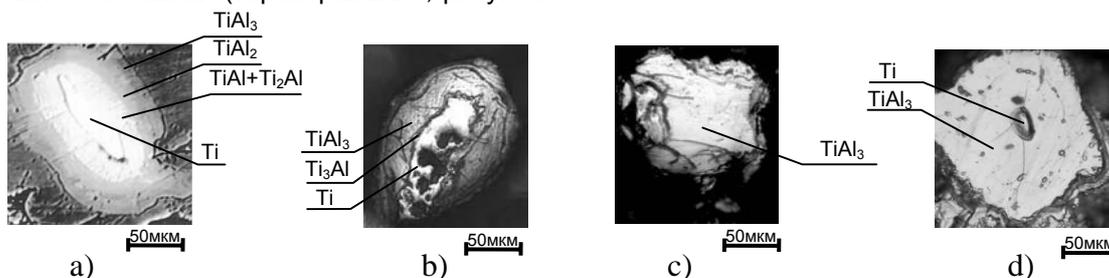


Рисунок 4 – Снимки характерных элементов структуры продуктов синтеза в режимах: 1 (a), 2 (b), 3 (c), 4(d)

Целью эксперимента являлось выяснение зависимости фазового состава конечного продукта от заданной температуры стенки и от динамики остывания шихты в период вторичного структурообразования.

Описанный экспериментальный комплекс позволяет проводить синтез в режиме теплового взрыва при изменении температуры стенки реактора в интервале 20 – 1100 °С с возможностью отключения прогрева в любой момент времени. Изменением накала спирали можно управлять процессом синтеза на этапе вторичного структурообразования. Использование двух каналов измерения позволяет контролировать как температуру стенки реактора, при изменении температуры нагревательного элемента, так и непосредственно температуру реагирующей шихты.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Merzanov A.G. Twenty years of search and findings. In: Combustion and plasma synthesis of high – temperature materials/ Eds. Z.A. Munir, J.B. Holt. N.Y.: VCH Publ. Inc., 1990, p.1-53.
2. Мержанов А.Г. Процессы горения конденсированных систем. Новое направление исследований. Вестник АН СССР. – 1979. – №8. – С.10-18.
3. Evstigneev V.V., Filimonov V.Y., Yakovlev V.I. The Peculiarities of a Structure Formation Process in a Ti – Al Heterogeneous System at Different Thermal Modes of Synthesis. International Journal of SHS, 2004, V.13. – №3. – p. 209- 219.