ФІЗИКА І ХІМІЯ ТВЕРДОГО ТІЛА
Т. 5, № 2 (2004) С. 298-301

PHYSICS AND CHEMISTRY OF SOLID STATE
V. 5, № 2 (2004) P. 298-301

УДК 665.018.2/8–154

ISSN 1729-4428

Б.К. Остафійчук, П.І. Мельник, В.Д. Федорів, І.П. Яремій, В.О. Коцюбинський, В.І. Мандзюк, Л.С. Кайкан

# Вплив термоциклування на структуру і фазовий склад системи Fe-Ti

*Прикарпатський університет ім. Василя Стефаника,*
*вул. Шевченка, 57, 76000 Івано-Франківськ, Україна, e-mail: sofia@pu.if.ua, тел: +(03422) 59-60-75*

В роботі приведені результати дослідження формування структури композитного матеріалу залізо-титан, отриманого спіканням в режимі термоциклування в області температур фазових перетворень заліза і титану (850-950°С). Показано, що інтенсивність дифузійних процесів в системі Fe-Ti зменшується із ростом кількості термоциклів, що пов'язано з відсутністю поліморфного перетворення в областях зерен заліза, де вміст дифундуючого титану перевищує 2 %, так і з утворення на границі зерен заліза з титаном інтерметалідних фаз, які виступають лімітуючим фактором дифузії.

**Ключові слова**: термоциклування, фазові перетворення, залізо, титан, дифузія.

*Стаття поступила до редакції 19.01.2004; прийнята до друку 12.05.2004.*

## I. Вступ

Сплави системи Fe-Ti широко використовуються в області конструкційних матеріалів, в першу чергу завдяки можливості отримання матеріалів з підвищеними механічними характеристиками, оскільки титан, утворюючи тверді розчини із залізом, є більш активним зміцнюючим елементом, ніж широко використовувані нікель, молібден, хром [1]. Успішно розвиваються і знаходять застосування способи одержання залізо-титанових сплавів методами порошкової металургії [2]. Наявність у системі Fe-Ti двох інтерметалідних сполук FeTi і $Fe_2Ti$, які вступають в евтектичні реакції з титаном і залізом, дає можливість вести спікання при наявності рідкої фази, що дозволяє інтенсифікувати процес спікання і добитися підвищеної щільності кінцевого виробу. Можливість сформувати в пластичній матриці на основі заліза інтерметалідних сполук робить перспективним створення нових антифрикційних і зносостійких матеріалів, для яких гетерогенна структура в багатьох випадках є оптимальною.

Термоциклування в області поліморфного перетворення прискорює процеси дифузії, що активізує процес спікання [3]. Однак дослідження системи залізо-титан в основному обмежувалась зразками, отриманими при ізотермічному відпалі [4,5]. Виходячи з цього, метою роботи було дослідження фазового складу системи Fe-Ti, отриманої термоциклуванням в області поліморфного перетворення титану і заліза (850-950°С) та кристалічної і магнітної мікроструктури її компонент.

## II. Експеримент

Вихідним матеріалом в дослідах служили порошок заліза марки ПЖ1М3 та титану ТГ-110. Тиск пресування був рівним 150 кГс/см$^2$. Зразки складу 46 %Ti 54 %Fe (50 %Ti 50 %Fe ат.), виготовлені із порошків заліза марки ПЖ1М3 та титану ТГ-110, спікалися в режимі термоциклування (рис. 1) в діапазоні температур 850-950$^o$ при 3, 6, 9, 12, 15, 18 термоциклах в деревному вугіллі.

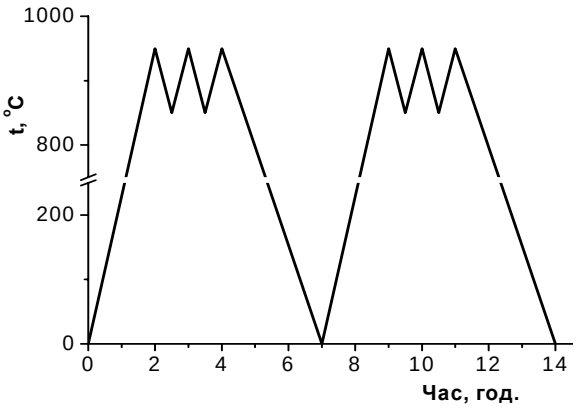



**Рис. 1.** Режим термоциклування.

**Таблиця**

Параметри γ-резонансних спектрів зразків, отриманих в режимі термоциклування

| Зразок | α-Fe | | Ti в α-Fe | | $Fe_2Ti$ | | Парамагнітна фаза | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | $H_{еф}$, кЕ | I, % | $H_{еф}$, кЕ | I, % | $H_{еф}$, кЕ | I, % | δ, мм/с | Q, мм/с | I, % |
| Fe-50% Ti-50%, 3 термоцикли | 333 | 69 | 330 | 6 | 223<br>206 | 18 | 0,16 | 0,44 | 7 |
| Fe-50% Ti-50%, 15 термоциклів | 333 | 27 | 323 | 42 | 223<br>206 | 21 | 0,40 | 0,90 | 10 |

Вибраний діапазон температур спікання охоплює температури поліморфного перетворення заліза (910°C, γ-Fe↔α-Fe) і титану (882°C, β-Ti↔α-Ti+β-Ti) [6].

Рентгенофазовий аналіз зразків проводився на дифрактометрі ДРОН-3.0 в $\lambda_{K\alpha-Fe}$ та $\lambda_{K\alpha-Mo}$ випромінюванні. Металографічний аналіз проводився на металографічному мікроскопі ММР-4. Мікротвердість зразків визначалася з допомогою мікротвердоміра ПМТ-3. Дослідження магнітної мікроструктури проводилося методом месбауерівської γ-резонансної спектроскопії в геометрії поглинання з використанням мессбауерівського комплексу ЯГРС-4М та УНО-4096. Джерелом γ-квантів служив ізотоп $^{57}Co$ в хромовій матриці. Математична обробка мессбауерівських спектрів проводилась за допомогою програми UNIVEM на ЕОМ.

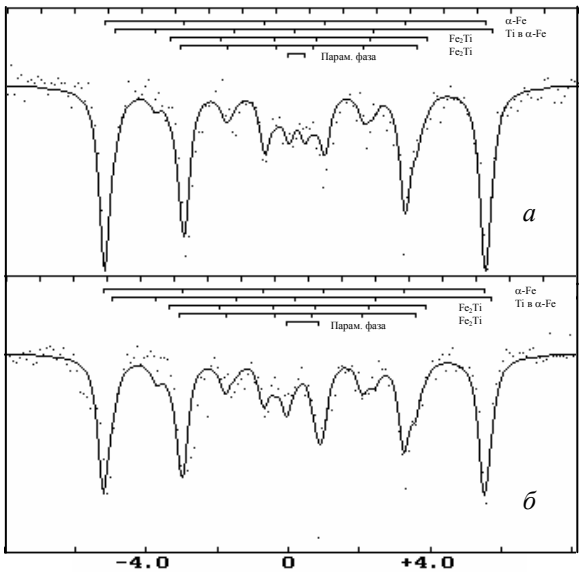


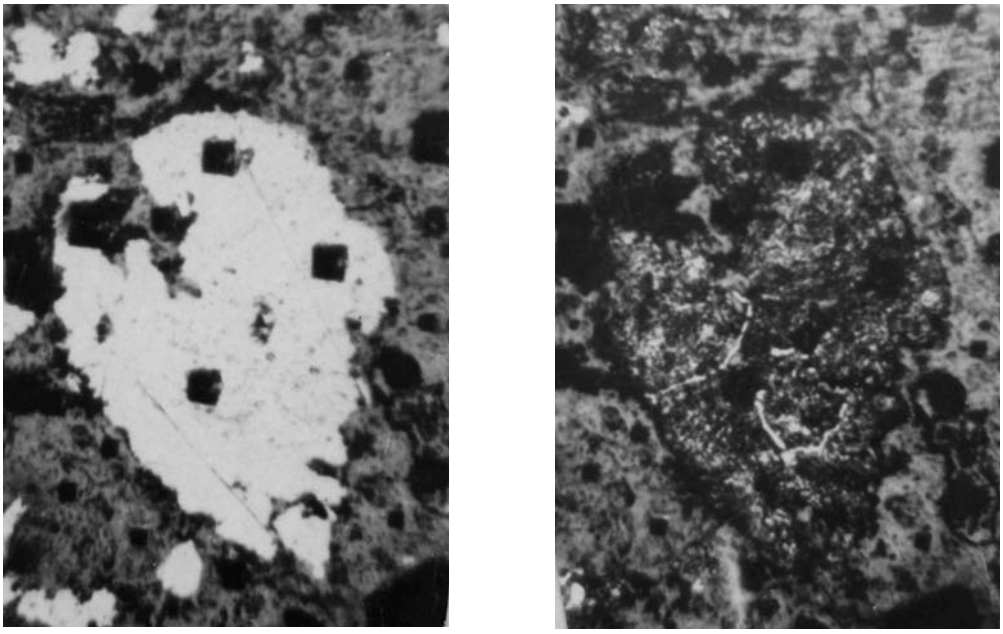

**Рис. 2.** Мессбауерівські спектри зразків складу Fe-50% Ti-50%, отриманих при 3 (а) та 15 (б) термоциклах.

## III. Результати та обговорення

Результати рентгенофазового аналізу показали, що при малій кількості термоциклів в досліджуваних зразках наявні тільки фази α-Fe і α-Ti. З ростом часу спікання (кількості термоциклів) вміст фази α-Ti зменшується, і вже при 15 термоциклах даної фази не було зафіксовано. При цьому (починаючи з 9 термоциклів) спостерігається утворення інтерметалідів $Fe_2Ti$ і FeTi, карбіду титану TiC та оксиду титану $TiO_2$-рутилу, відносний вміст яких пропорційний часу спікання.

Аналіз мессбауерівських спектрів (рис. 2) дав можливість встановити існування таких магнітовпорядкованих фаз: α-Fe, твердого розчину титану в α-Fe та інтерметаліду $Fe_2Ti$. Крім компонент месбауерівського спектру, що відповідають магнітовпорядкованим фазам виділено дублет, інтегральна інтенсивність якого росте із ростом кількості термоциклів. Парамагнітна компонента спектру формується атомами Fe в твердих розчинах титану в залізі та заліза в титані з числом магнітних сусідів ≤ 2, а також сполукою FeTi, наявність якої показав рентгенофазовий аналіз і яка, відповідно до [7], є парамагнетиком. Параметри γ-резонансних спектрів зразків, отриманих в режимі термоциклування представлені в табл.

Металографічний аналіз шліфів спечених зразків показав на наявність чотирьох основних фазових областей. Світлі зерна – фаза α-Fe (рис. 3а). Різкі границі цих зерен можна пояснити, аналізуючи діаграму стану Fe-Ti з якої випливає, що поліморфне перетворення в твердому розчині титану в залізі може здійснюватися лише при концентрації титану до 2 %. Якщо внаслідок дифузії вміст атомів титану в α-Fe перевищує 2 %, то утворюється шар, в якому поліморфні перетворення не відбуваються. Даний шар протидіє подальшому дифузійному проникненню атомів титану в зерна заліза. Середнє значення мікротвердості фаз α-Fe по центру зерен $H_{50}$=198-209 кГс/мм$^2$; по краях зерен – зростає до



а) б)

**Рис. 3.** Інтерметаліди на границі зерен заліза з титаном.
а) Непротравлене зерно заліза. б) Те ж саме протравлене зерно.

$H_{50}$ = 223-341 кГс/мм$^2$, що підтверджує утворення навколо вказаних зерен тонкого шару твердого розчину титану в залізі. На границі зерен заліза і титану методом травлення сумішшю 3 % розчину плавикової і 5 % розчину азотної кислоти виявлено зерна інтерметалідів $Fe_2Ti$ (рис. 3б) з мікротвердістю 1100-1500 кГс/мм$^2$. Збільшення кількості термоциклів приводить до зменшення проміжків між зернами інтерметалідів, що також гальмує дифузійні потоки Fe↔Ti. Поряд з тим, як показали γ-резонансні дослідження, вміст твердого розчину титану в α-Fe зростає від 6 % при 3 термоциклах до 42 % при 15 термоциклах. Цей факт, на перший погляд, частково суперечить попередньому, однак його можна пояснити наступним чином. Якщо концентрація атомів титану в приповерхневому шарі α-Fe не перевищує 9 % [5], то вона є недостатньою для утворення інтерметаліда $Fe_2Ti$, і атоми титану продовжують дифундувати в глибину зерен, а подальший процес спікання приводить лише до більш рівномірного розподілу атомів титану по об'єму фази α-Fe. Це і приводить до росту вмісту твердого розчину титану в залізі.

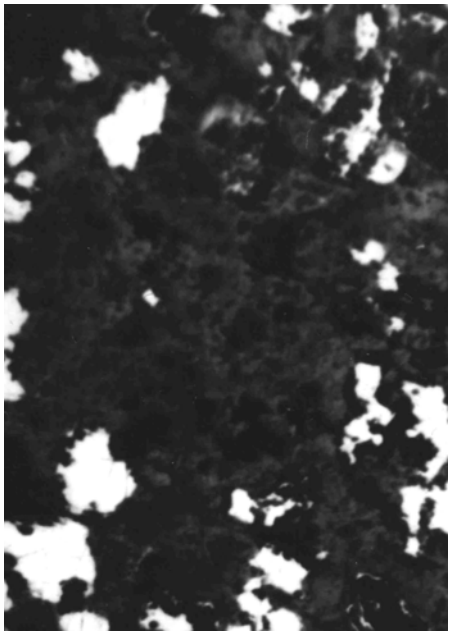


**Рис. 4.** Твердий розчин заліза в титані (фаза сірого кольору).

Темно-сірі зерна, які спостерігаються в зразках при невеликій кількості термоциклів, – фаза α-Ti. Це підтверджується результатами рентгенофазового аналізу. Підвищення кількості термоциклів приводить до утворення твердого розчину заліза в титані (рис. 4), що обумовлює уширення дифракційних ліній фази α-Ti з одночасним зміщенням їх центра ваги в сторону збільшення міжплощинних відстаней. При 18 термоциклах фази α-Ti методом рентгенофазового аналізу не виявлено.

В зразках виявлено невеликі світлі області з вкрапленнями. Походження даних областей пояснюється наступним чином: ступінь легування і структура зерен заліза суттєво залежить від їх розміру [5,8]. В центрі зерен, що мають порівняно великі розміри, існує область не легована титаном, тоді як в зернах, що мають малі розміри, легування спостерігається по всьому об'єму. В тих областях зерен, де концентрація атомів титану досягла критичних значень, в твердому розчині титану в залізі утворюються зерна інтерметалідів $Fe_2Ti$ та FeTi, що підтверджується результатами

рентгенофазового аналізу та вимірюваннями мікротвердості [9].

## IV. Висновки

Таким чином, дослідження зразків системи Fe–Ti, спечених методами порошкової металургії шляхом термоциклування, показали, що починаючи з ~10 термоциклів відбувається зменшення дифузійних потоків Fe↔Ti. Це пов'язано із зниженням активності дифузійних процесів через відсутність поліморфного перетворення в зонах, де кількість титану перевищує 2 %, та утворенням на границі зерен заліза з титаном інтерметалідних фаз, які виступають лімітуючим фактором дифузії. Зростання кількості термоциклів приводить до рівномірного розподілу дифундованих атомів титану по об'ємі зерен заліза і незначного росту долі інтерметалідів.

***Остафійчук Б.К.*** – доктор фізико-математичних наук, професор, завідувач кафедри матеріалознавства і новітніх технологій;
***Мельник П.І.*** – доктор технічних наук, професор, завідувач кафедри радіоелектроніки;
***Федорів В.Д.*** – кандидат фізико-математичних наук, доцент кафедри матеріалознавства і новітніх технологій;
***Яремій І.П.*** – кандидат фізико-математичних наук, молодший науковий співробітник кафедри матеріалознавства і новітніх технологій;
***Коцюбинський В.О.*** – кандидат фізико-математичних наук, молодший науковий співробітник кафедри матеріалознавства і новітніх технологій;
***Мандзюк В.І.*** – молодший науковий співробітник кафедри матеріалознавства і новітніх технологій
***Кайкан Л.С.*** – лаборант кафедри матеріалознавства і новітніх технологій.

[1] B.F. Kiebak, W. Shatt, G. Jangg. Titanium-alloyed sintered steels // *Powder Met. Int*., **16**(5), pp. 207-212 (1984).
[2] R.M. German, W.H. Baek, J.W. Dillar. Microstructure and property development in transient liquid phase sintered iron-titanium alloys // *Progress in Powder Metallurgy,* **41**, pp. 765-790 (1985).
[3] Л.Н. Лариков, В.М. Кальченко. *О механизме ускорения диффузии при многократном фазовом переходе. / Диффузионные процессы в металлах.* Наукова думка, К. (1968).
[4] Л.И. Кивало, В.В. Скороход, Н.Ф. Григоренко. Объемные изменения при спекании прессовок из смесей порошков титана и железа // *Порошковая металлургия,* **5** (1982).
[5] Р.З. Власюк, Л.И. Кивало, В.В. Скороход. Исследование взаимодействия компонентов в порошковых смесях Ti-Fe, Ti-Fe-Ni, Ti-Fe-Mn методом тепловой микроскопии // *Порошковая металлургия*, **9**, сс. 67-70 (1987).
[6] М. Хансен, К. Андерко. *Структуры двойных сплавов.* Т. 1,2. Металлургиздат. М. (1962).
[7] А.В. Бродовой, Т.И. Братанич, Г.В. Лашкарев и др. Магнитная восприимчивость порошкового интерметаллида TiFe и влияние на нее механических и термических взаимодействий // *ФТТ,* **37**(11), сс. 3446-3449 (1995).
[8] П.І. Мельник, Б.К. Остафійчук, С.І. Сидоренко. *Дифузійні процеси та твердофазні перетворення в металах і сплавах.* Плай. Івано-Франківськ, 220 с. (1999).
[9] *Свойства элементов. Справочник. Ч.1. Физические свойства.* / Под ред. Г.В. Самсонова. Металлургия. М. 600 с. (1976).

B.K. Ostafiychuk, P.I. Melnyk, V.D. Fedoriv, I.P. Yaremiy, V.O. Kotsyubynsky, V.I. Mandzyuk, L.S. Kaikan

# Structure and Phase Changes in Fe-Ti System under the Influence of Thermocycling

*Precarpathion University named after V. Stefanyk, 57, Shevchenko Str., Ivano-Frankivsk, 76000, Ukraine*
*e-mail: sofia@pu.if.ua , phone: +(03422) 59-60-75*

Fe-Ti composite material structure forming in the thermocycling conditions at sintering temperature 850-950$^{o}$C with phase transitions are studied. Diffusion process intensity has decreased with the increasing of thermocycle number because polimorphous transformation are missing in the Fe grains with the Ti substance ≤ 2%. This process intermetalic phases formations at the Fe and Ti grains verges are stimulated.