

В. Г. Шморгун, О. В. Слаутин, В. П. Кулевич, В. О. Харламов, А. И. Богданов

**ОБ ИДЕНТИФИКАЦИИ ПРОСЛОЙКИ TiC
В СОСТАВЕ ДИФфуЗИОННОЙ ЗОНЫ СМИК СИСТЕМЫ Ti-Fe**

Волгоградский государственный технический университет

e-mail: mv@vstu.ru

В работе приведены данные электронно-оптических исследований по идентификации прослойки TiC в составе диффузионной зоны, образующейся на межслойной границе в СМИК системы Ti – Fe после диффузионного отжига.

Ключевые слова: слоистые металло-интерметаллидные композиты, система Ti–Fe, фазовый состав, диффузия, карбид титана.

V. G. Shmorgun, O. V. Slautin, V. P. Kulevich, V. O. Kharlamov, A. I. Bogdanov

**ON THE IDENTIFICATION OF THE TiC INTERLAY
IN THE DIFFUSION ZONE OF THE SMIC OF THE Ti-Fe SYSTEM**

Volgograd State Technical University

The paper presents the data of electron-optical studies on the identification of the TiC interlayer in the composition of the diffusion zone, which is formed at the interlayer boundary in the SMIC of the Ti – Fe system after diffusion annealing.

Keywords: layered metal-intermetallic composites, Ti–Fe system, phase composition, diffusion, titanium carbide.

Слоистые металло-интерметаллидные композиты (СМИК) системы титан-железо, комплексная технология получения которых включает сварку взрывом (СВ), горячую прокатку на необходимую толщину и высокотемпературную термообработку (ТО), впервые были разработаны на кафедре «Материаловедение и КМ» ВолгГТУ еще в конце XX века научной школой д.т.н., профессора Ю. П. Трыкова [1–5]. Выполненные этой школой исследования можно разделить на три направления [1–5]:

1) изучение структуры, химического и фазового состава СМИК;

2) определение их служебных свойств (жаропрочности, теплостойкости, износостойкости и т. д.);

3) оптимизация конструкции СМИК.

В рамках первого направления достаточно углубленно изучалась кинетика диффузионных процессов в многослойных композициях системы Ti–Fe, их фазовый и химический состав [6–11]. Тем не менее, о наличии прослойки TiC

в составе диффузионной зоны (ДЗ) был сделан вывод только результатом анализа дифрактограмм, полученных с поверхности ДЗ [7, 10], где наблюдались слабые пики интенсивностей, характерные для соответствующих углов отражений 2θ , и при анализе продуктов износа СММК системы Ti-Fe [12; 13].

Выявление тонких слоев TiC с помощью металлографических исследований достаточно трудоемкий процесс даже при использовании увеличений свыше $\times 1000$, поскольку в процессе приготовления микрошлифов из-за высокой твердости ДЗ неминуемо появляются «микроступеньки» и происходит «выкрашивание» слоев TiC.

Учитывая изложенное, изыскание адаптации существующих современных методик для достоверной идентификации TiC в составе ДЗ СММК системы Ti-Fe, является актуальной задачей, что и явилось целью данной работы.

Материалы и методы исследования

Для исследований использовались пятнадцатислойные образцы состава ВТ1-0+сталь 08кп (титановые слои – снаружи), которые были получены по комплексной технологии, режимы которой представлены в работах [6; 12; 13]. ТО титано-стального композита проводили

в вакуумной печи СВШЛ 0,6–2/16 при температуре 950 °С в течение 3 ч, что обеспечило полную трансформацию титановых слоев в диффузионные. Анализ микроструктуры осуществляли на микроскопе Olympus BX61, микрорентгеноспектральный анализ – на сканирующем электронном микроскопе Versa 3D Dual Beam.

Фазовый состав ДЗ оценивали при сопоставлении данных, полученных с помощью энергодисперсионного анализа (ЭДА) на раствором двухлучевом электронном микроскопе системы Versa 3D DualBeam и рентгеновского дифрактометра Bruker D8 Advance. Подготовку образцов для электронной микроскопии проводили методом прецизионной локализации – вырезке фокусированным ионным пучком специального микро-колодца из интересующего места диффузионной зоны.

Результаты и их обсуждение

Анализ полученного распределения химических элементов (рис. 1) в локальной области сканирования (I) ДЗ показал, что из-за изначально малого содержания углерода в составе стали 08кп его наличие в приграничной области (феррит-ДЗ) проявляется в виде минимального фона (шума).

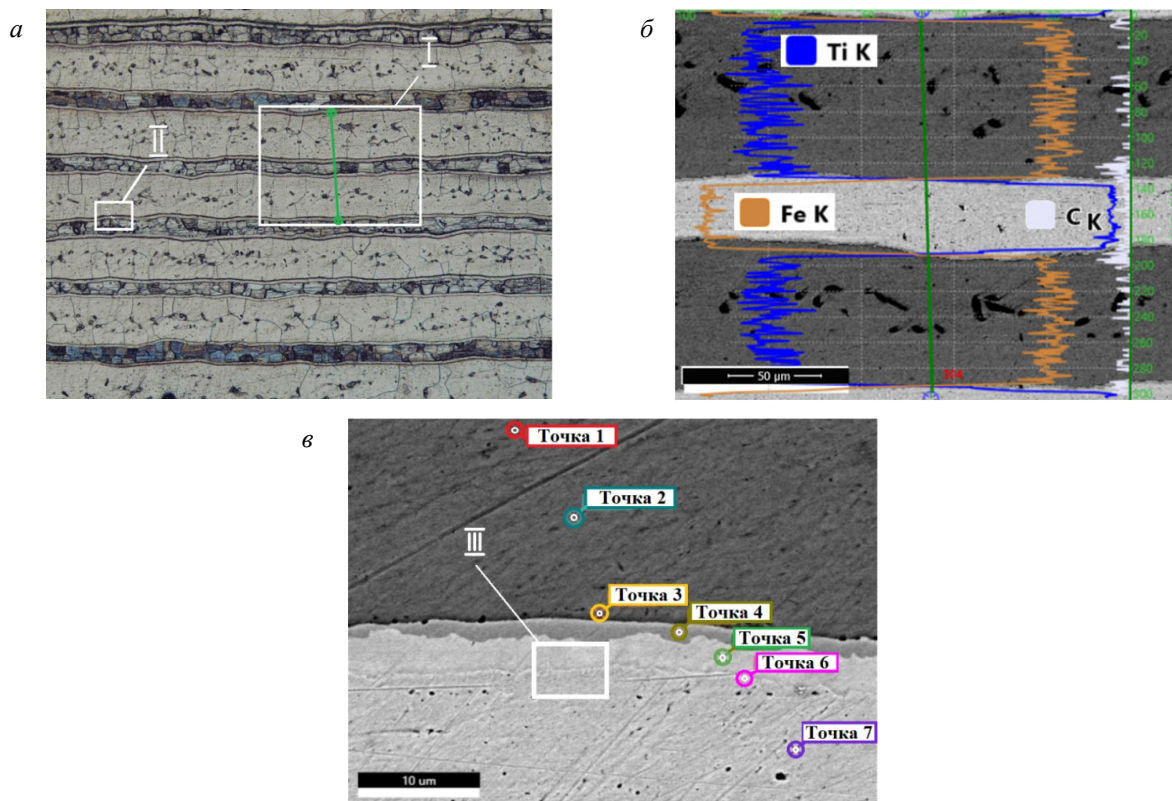


Рис. 1. Микроструктура (а) $\times 100$, распределение химических элементов (б) в выбранной локальной области (I) сканирования при СЭМ-анализе и расположение точек (в) в локальной области (II) при установлении точечного элементного состава (табл. 1)

Таблица 1

Установленный химический состав в точках (рис. 1, в)

№ точки	Элемент	Содержание масс., %	Содержание ат, %	Возможная ошибка, %	Фаза
1	Fe	22,9	20,3	2,7	Ti ₂ Fe
	Ti	77,1	79,7	6,6	
2	Fe	23,5	20,8	2,6	Ti ₂ Fe
	Ti	76,5	79,2	2,7	
3	Fe	24,2	20,6	3,19	Ti ₂ Fe, (?TiC; ?Fe ₃ C)
	Ti	75,5	78,9	2,1	
	C	0,3	0,7	34,5	
4	Fe	53,7	50,1	4,4	TiFe, (?TiC)
	Ti	46,0	49,3	3,3	
	C	0,3	0,6	47,7	
5	Fe	63,3	60	3,3	TiFe, TiC
	Ti	28,9	31	3,8	
	C	7,8	9	18,9	
6	Fe	89,9	88,5	3,4	Fe, (?TiC)
	Ti	5,1	5,9	9,0	
	C	5,0	5,6	38,6	
7	Fe	98,8	97,2	3,4	Fe
	Ti	1,2	2,8	9,0	

Точечный элементный состав выбранного локального участка (II), позволил идентифицировать химический состав визуально различимых микро-слоев и прилегающих к ним областей (рис. 1, в; табл. 1). В точках 1 и 2 ДЗ химический состав соответствует интерметаллиду Ti₂Fe, а в точке 7 (рис. 1, в) – практически чистому железу.

Наличие углерода, с достаточно высокой погрешностью, фиксируется в точках 3 и 4 (рис. 1, в, табл. 1). Достоверно установлено его присутствие в точках 5 и 6.

Для более тщательного анализа химического состава области с повышенным содержанием углерода III (рис. 1, в), где предположительно располагается прослойка TiC (рис. 2), вдоль заранее нанесенного платино-полимерного покрытия в виде линии, электронный пучком вырезалось отверстие прямоугольной формы (рис. 3), на внутренней поверхности которого (на торце, т. е. на сечении интересующей границы) и производилось исследование линейного и точечного

распределения химических элементов (рис. 4).

Анализ полученных экспериментальных данных показал, что распределение химических элементов достаточно точно позволяет идентифицировать примыкающую к ДЗ (рис. 4) прослойку TiC толщиной $\approx 0,95\text{--}1,0$ мкм с постоянным стехиометрическим составом (Ti/C=1/1).

К стальному слою примыкает прослойка толщиной $\approx 0,4\text{--}0,5$ мкм (Ti $\approx 0,35\text{--}0,45$ %, Fe до ≈ 15 %). Анализ ее химического состава позволяет сделать предположение о наличии в ее составе микрокристаллов цементита (Fe₃C), образовавшихся при диффузии углерода из стального (0,8 кп) слоя в титановый. Данное предположение косвенно подтверждается при анализе элементного состава в точке 5 (рис. 5; табл. 2). Он практически соответствует Fe, а незначительная доля углерода (что подтверждает и соответствующий спектр) может быть в связанном состоянии в виде цементита (Fe₃C), локализованного на границе слоев железа и Ti/C (рис. 5; табл. 2, б).

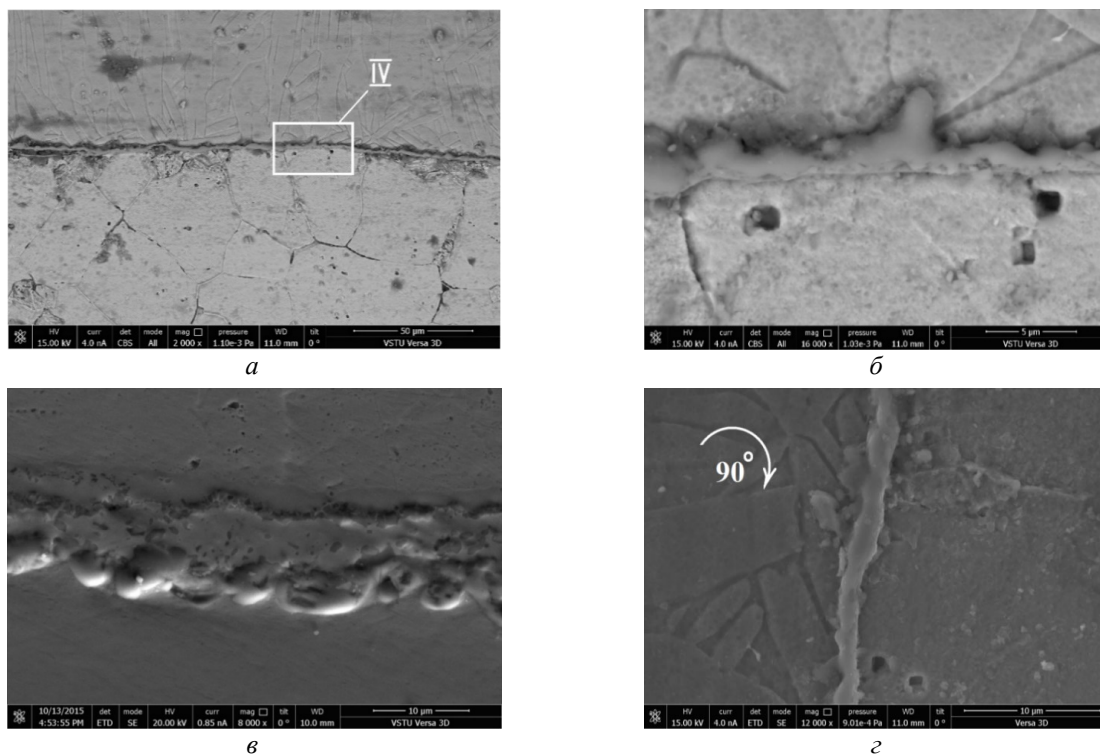


Рис. 2. СЭМ-изображение области ДЗ с зафиксированной прослойкой TiC (III) в соответствующих режимах съемки: а, б – отраженных электронах (CBS); в, г – во вторичных электронах (ETD). Увеличение: $\times 2000$ (а); $\times 8000$ (в); $\times 16000$ (б, г)

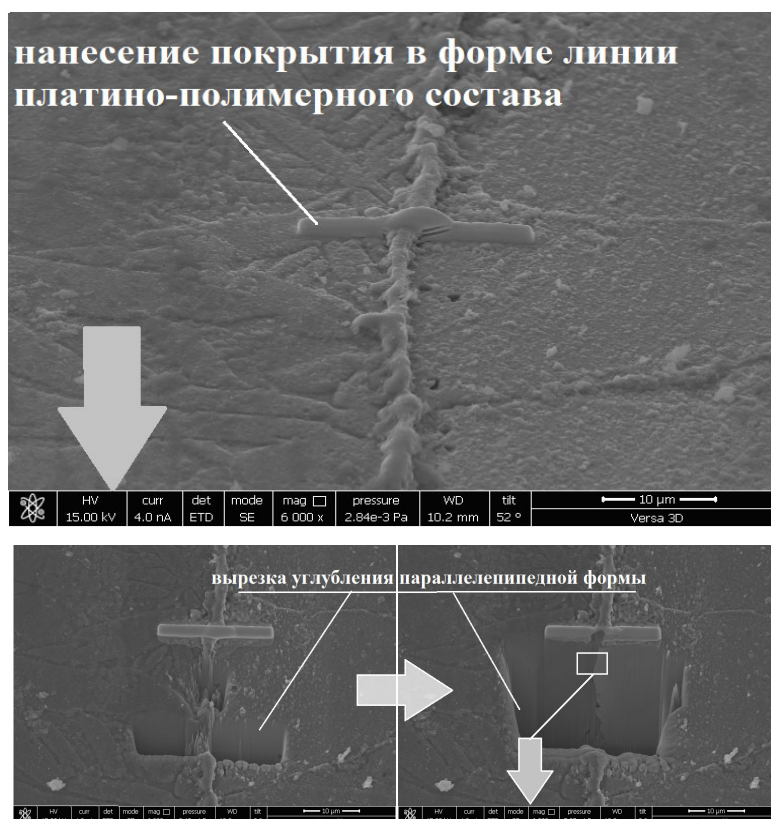


Рис. 3. Вырезка ионным пучком отверстия параллелепipedальной формы возле заранее нанесенного в форме линии покрытия платино-полимерного состава в зоне предполагаемого формирования прослойки TiC после ТО титано-стального СММК. СЭМ-изображение ($\times 6000$) (см. также с. 15)

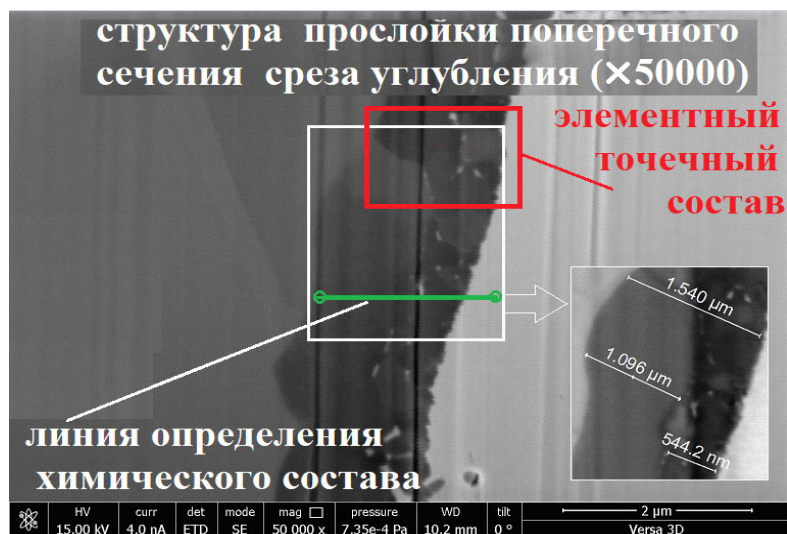


Рис. 3. Окончание

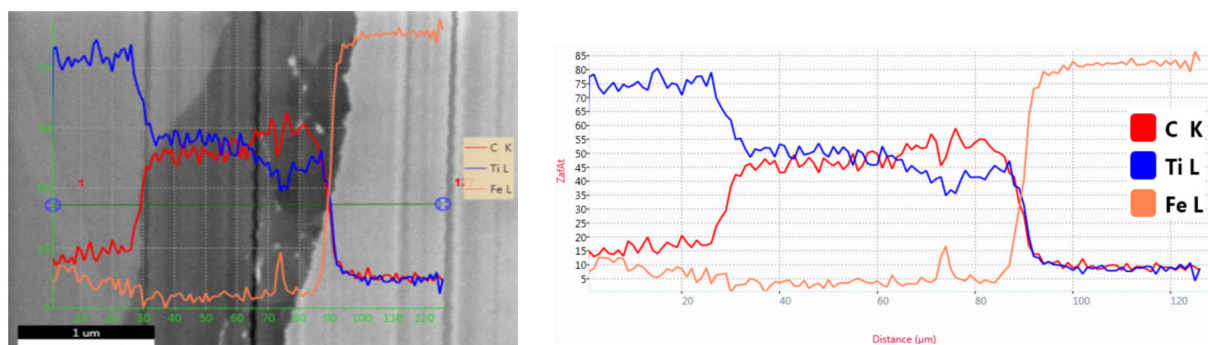


Рис. 4. Распределение химических элементов в исследуемой области торца углубленного отверстия прямоугольной формы (рис. 3)

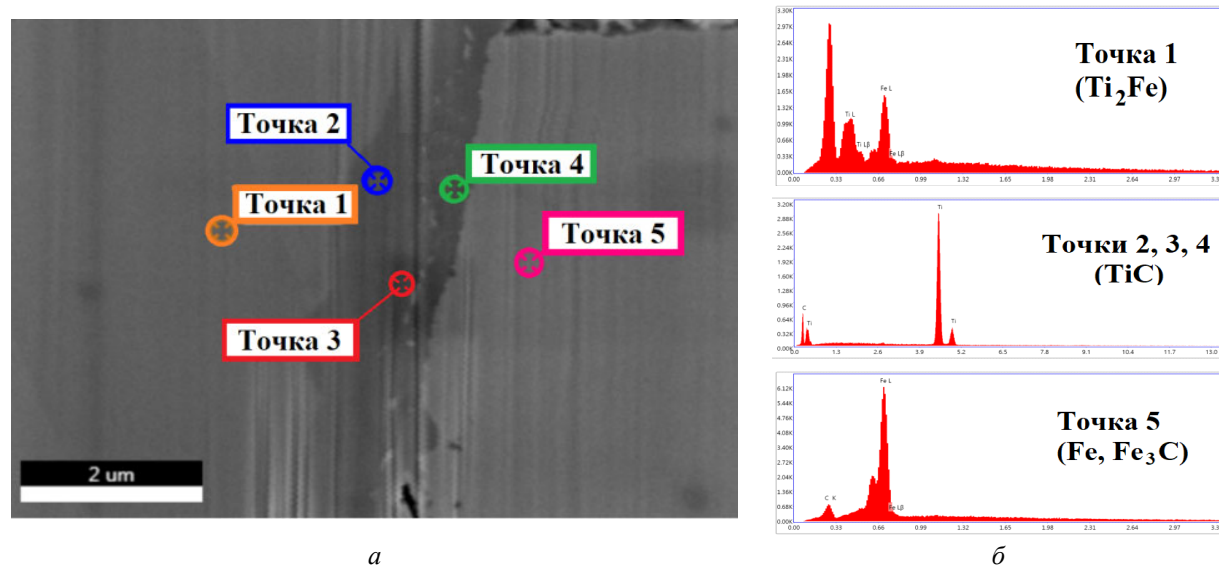


Рис. 5. Результаты энергодисперсионного анализа в соответствии с областью, выделенной на рис. 3:
а – точки определения химического состава; б – соответствующие точкам спектры, элементный состав которых указан в табл. 2

Таблица 2

Установленный химический состав в точках (рис. 5, а)

№ точки	Элемент	Содержание масс., %	Содержание ат., %	Возможная ошибка, %	Фаза
1	Fe	26,16	25,16	8,43	Ti ₂ Fe
	Ti	71,84	74,84	5,59	
2	Ti	60,0	57,0	4,4	TiC
	C	40,0	43,0	3,3	
3	Ti	44,2	42,3	4,91	TiC
	C	55,8	57,7	3,88	
4	Ti	47,5	44,1	5,62	TiC
	C	52,5	55,9	3,21	
5	Fe	99,19	98,93	3,6	Fe, (?Fe ₃ C)
	C	0,81	1,07	34,48	

Однако проведенный нами фазовый рентгеноструктурный анализ поверхности слоев на границе (феррит-ДЗ) после механического разделения СМИК позволил идентифицировать наличие только следующих фаз (рис. 6): α - Fe;

TiFe₂; TiFe; TiC и TiO₂. При этом пиков интенсивностей, соответствующих Fe₃C, выявлено не было (рис. 6). Для окончательного ответа на вопрос о его наличии необходимо проведение более «тонких» исследований.

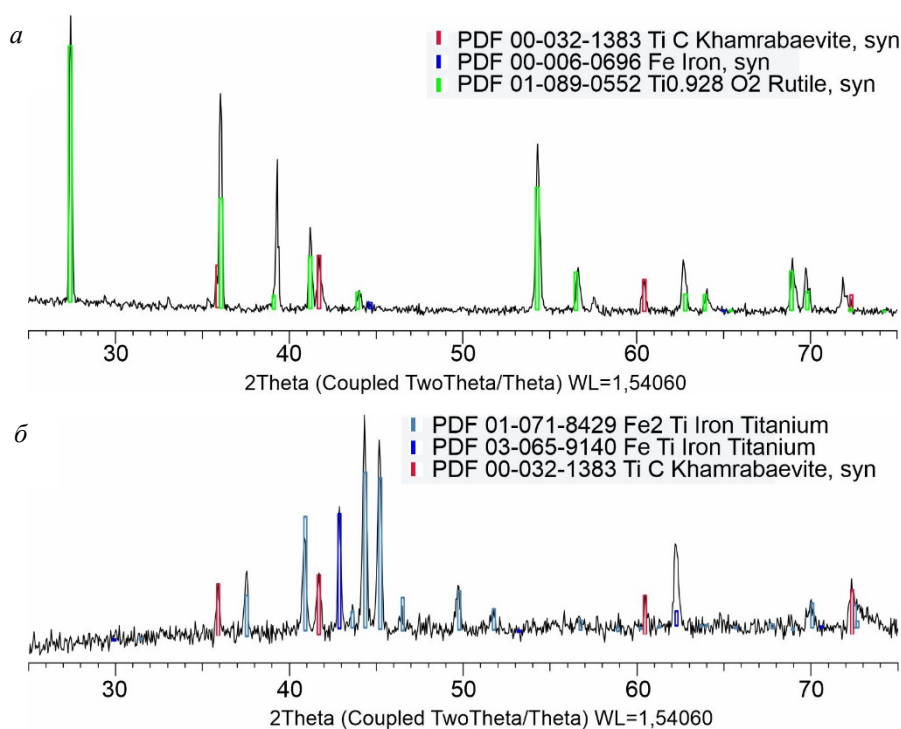


Рис. 6. Результаты фазового рентгеноструктурного анализа плоскости разделенного СМИК по границе раздела слоев диффузионная зона – сталь при соответствующей съемке поверхности: а – стального слоя; б – слоя ДЗ

Выводы

1. Использование современных методов исследования структуры позволили достоверно идентифицировать тонкую ($\approx 1,5$ мкм) прослойку TiC, формирующуюся при ТО многослойных

титано – стальных СМИК в диффузионной зоне.

2. Высказанное предположение о наличии в составе диффузионной зоны микрокристаллов цементита (Fe₃C) не нашло экспериментального подтверждения.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Создание жаропрочного композиционного материала системы титан – железо / Ю. П. Трыков, В. Н. Гулякин, А. И. Еловенко, В. Д. Сапрыгин, К. К. Красиков // Вопросы атомной науки и техники : сб. науч. тр. / ЦНИИ-атоминформ. – М., 1991. – Вып. 4. – С. 12–14.
2. Структура и свойства слоистых интерметаллидных композиционных материалов системы титан-железо / Ю. П. Трыков, В. Г. Шморгун, О. В. Слаутин, Д. В. Проничев // Конструкции из композиционных материалов. – 2004. – № 1. – С. 48–53.
3. Гуревич, Л. М. Слоистые интерметаллидные композиты и покрытия : монография / Л. М. Гуревич, В. Г. Шморгун, О. В. Слаутин, А. И. Богданов. – М. : Metallurgizdat, 2016. – 346 с.
4. Шморгун, В. Г. Механические свойства трехслойного титано-стального интерметаллидного композита при повышенных температурах / В. Г. Шморгун, О. В. Слаутин, Ю. П. Трыков // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2004. – № 8. – С. 63–64.
5. Шморгун, В. Г. Комплексные технологические процессы получения слоистых интерметаллидных композитов / В. Г. Шморгун, Ю. П. Трыков, О. В. Слаутин // Конструкции из композиционных материалов. – 2005. – Вып. 3. – С. 3–9.
6. Структура и свойства многослойных титано-стальных композитов после высокотемпературного нагрева / В. Г. Шморгун, Ю. П. Трыков, Д. Ю. Донцов, О. В. Слаутин, Д. А. Евстропов // Изв. вузов. Черная металлургия. – 2012. – № 9. – С. 42–45.
7. О взаимодействии компонентов в титано-стальном композите / Ю. П. Трыков, В. Н. Арисова, О. В. Слаутин,

В. Г. Шморгун // Перспективные материалы. – 2004. – № 6. – С. 43–47.

8. Трыков, Ю. П. Влияние высокотемпературной термообработки на кинетику диффузии в титаностальном композите / Ю. П. Трыков, О. В. Слаутин, Д. Ю. Донцов // Известия вузов. Черная металлургия. – 2009. – № 1. – С. 69–70.

9. Исследование кинетики диффузии в композитах системы Ti-Fe / Ю. П. Трыков, В. Г. Шморгун, О. В. Слаутин, Д. Ю. Донцов // Известия вузов. Черная металлургия. – 2008. – № 11. – С. 20–22.

10. Формирование диффузионной прослойки в титаностальном композите / В. Г. Шморгун, Ю. П. Трыков, Д. Ю. Донцов, О. В. Слаутин, В. Н. Арисова // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2008. – № 6. – С. 39–42.

11. Шморгун, В. Г. Влияние термообработки на твердость и кинетику роста интерметаллидной прослойки в титано-стальном композите / В. Г. Шморгун, О. В. Слаутин, Ю. П. Трыков // Изв. вузов. Черная металлургия. – 2005. – № 1. – С. 80.

12. Морфологические особенности поверхности трения в процессе изнашивания СММК системы Ti-Fe / В. Г. Шморгун, О. В. Слаутин, Д. В. Проничев, В. П. Кулевич, С. А. Кузнецов, М. В. Крохалев // Известия ВолгГТУ : № 6 (265) / ВолгГТУ. – Волгоград, 2022. – (Серия «Проблемы материаловедения, сварки и прочности в машиностроении»). – С. 28–33.

13. Химический состав поверхности износа титаностальных СММК при повышенных температурах / В. Г. Шморгун, О. В. Слаутин, А. И. Богданов, В. П. Кулевич, С. А. Кузнецов, В. О. Харламов, М. В. Крохалев // Известия ВолгГТУ : научный журнал № 10 (269) / ВолгГТУ. – Волгоград, 2022. – (Серия «Проблемы материаловедения, сварки и прочности в машиностроении»). – С. 15–22.