

Научная статья
Original article

УДК 669.018.25.017

DOI: 10.35211/1990-5297-2025-11-306-62-68

Д. Р. Черников, А. В. Крохалев, В. О. Харламов, А. Д. Рулькова, С. В. Кузьмин, В. И. Лысак

**ВЛИЯНИЕ ТВЕРДОФАЗНОГО СПЕКАНИЯ НА СТРУКТУРУ И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ
ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ВЗРЫВНЫМ ПРЕССОВАНИЕМ ПОРОШКОВЫХ
СМЕСЕЙ ТИТАНА И ЖЕЛЕЗА**

Волгоградский государственный технический университет

Автор, ответственный за переписку: Дмитрий Романович Черников (chernikovdr@yandex.ru)

Аннотация: Описаны фазовый состав и структуры, формирующиеся при твердофазном спекании материала, спрессованного методом взрывного нагружения порошковых смесей титана и железа. Показано влияние твердофазного спекания при температурах 500, 700 и 900 °С на образование интерметаллических соединений системы Ti-Fe.

Ключевые слова: Прессование порошков взрывом, интерметаллид, термическая обработка

Для цитирования: Черников Д. Р., Крохалев А. В., Харламов В. О., Рулькова А. Д., Кузьмин С. В., Лысак В. И. Влияние твердофазного спекания на структуру и фазовый состав порошковых материалов, полученных взрывным прессованием порошковых смесей титана и железа. Известия ВолгГТУ; 2025; 306(11):62–68.

<https://doi.org/10.35211/1990-5297-2025-11-306-62-68>

D. R. Chernikov, A. V. Krokhalev, V. O. Kharlamov, A. D. Rulkova, S. V. Kuzmin, V. I. Lysak

**EFFECT OF SOLID-PHASE SINTERING ON THE STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION OF POWDER
MATERIALS OBTAINED BY EXPLOSIVE PRESSING OF TITANIUM AND IRON POWDER MIXTURES**

Volgograd State Technical University

The author responsible for the correspondence: Dmitry Romanovich Chernikov (chernikovdr@yandex.ru)

Annotation: The phase composition and structures formed during solid-phase sintering of a material compressed by explosive loading of powder mixtures of titanium and iron are described. The effect of solid-phase sintering at temperatures of 500, 700 and 900 °C on the formation of intermetallic compounds of the Ti-Fe system is shown.

Keywords: Powder pressing by explosion, intermetallic, heat treatment

To cite: Chernikov D. R., Krokhalev A. V., Kharlamov V. O., Rulkova A. D., Kuzmin S. V., Lysak V. I. Effect of solid-phase sintering on the structure and phase composition of powder materials obtained by explosive pressing of titanium and iron powder mixtures. Izvestia VSTU; 2025; 306(11):62–68.

<https://doi.org/10.35211/1990-5297-2025-11-306-62-68>

Введение

Гидриды металлов являются отличными кандидатами для твердотельного хранения водорода из-за их высокой объемной плотности водорода и работы в условиях умеренного давления и температуры [1]. Особое место в изучении возможности использования интерметаллических соединений занимает система Ti - Fe, в которой стехиометрический TiFe обладает высокой водородной емкостью (~1,9 мас.% H) [2] и отличается дешевизной используемого при его изготовлении сырья. Проблемы, связанные с

необходимостью активации поверхности данного интерметаллида [3, 4] могут быть решены путем легирования и/или изменения стехиометрии состава в сторону увеличения содержания титана, что устраняет необходимость активации, а также улучшает водород-сорбционные свойства [5, 6]. Подобные изменения состава приводят к образованию интерметаллических соединений Ti₂Fe и Ti₄Fe, что обеспечивает получение на поверхности материала оксидных слоев, имеющих высокую реакционную способность по отношению к водороду [7].

Проведенные ранее исследования водород-аккумулирующих сплавов системы Ti – Fe в основном были сосредоточены на изучении влияния легирующих элементов на кинетику поглощения водорода, при этом вопросы фазообразования оказались практически не затронутыми. В этой связи в данной работе было проведено исследование влияния твердофазного спекания на образование интерметаллических соединений в материалах на основе титана и железа.

Для получения сплавов использовалась технология взрывного нагружения порошковых смесей с последующей термической обработкой прессовок, которая проводилась в заваренной стальной ампуле с засыпкой порошка титана с целью минимизации хи-

мического взаимодействия образцов с атмосферой внутри ампулы за счет использования более высокой активности и развитой поверхности порошкового титана (рис. 1).

Изучение процесса формирования фазового и структурного состава проводилась на образцах с 36 мас.% Fe и 64 мас.% Ti, полученных взрывным прессованием на режимах, обеспечивающих давления сжатия $P = 11,5$ ГПа, без химического взаимодействия компонентов и $P = 12,5$ ГПа приводящей к образованию интерметаллической прослойки Ti_2Fe на границе титана и железа.

Нагрев до температур 500, 700 и 900 °C осуществлялся в течении двух часов и сопровождался выдержкой при данной температуре в течение 1 часа и последующим

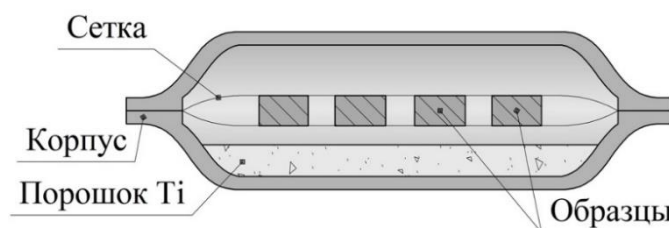


Рис. 1. Схема ампулы для термической обработки материалов

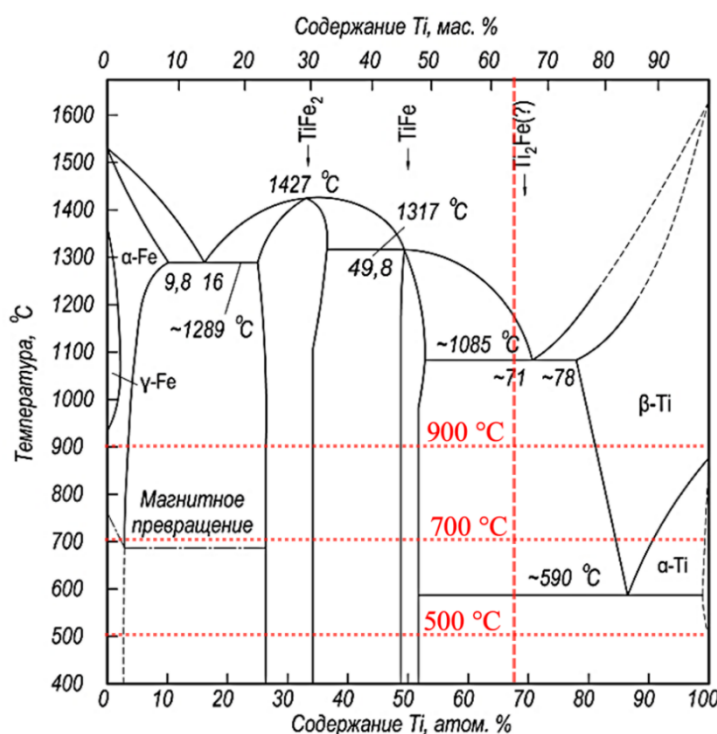


Рис. 2. Диаграмма состояния железо-титан [8]

охлаждением ампулы на воздухе.

В соответствии с фазовой диаграммой системы Ti – Fe (рис. 2) выбранные температуры нагрева для материала с 36 мас.% Fe и 64 мас.% Ti соответствуют термодинамическому равновесию интерметаллидов TiFe и/или Ti₂Fe с α-Ti (500°C) или β-Ti (700°C и 900°C). При этом появление жидкой фазы теоретически невозможно.

Исследования структуры образцов показало, что нагрев до 500 °C не приводит к изменению структуры и химического состава фаз, полученных взрывным нагружением.

(рис. 3.) как для случая использования режима нагружения, обеспечивающего $t = 777^\circ\text{C}$ и $P = 11,5$ ГПа (рис. 3, а), так и для более жесткого режима с $t = 830^\circ\text{C}$ и $P = 12,5$ ГПа. В последнем случае роста или уменьшения прослойки Ti₂Fe (рис. 3, б) не наблюдается.

Повышение температуры термической обработки спрессованного материала до 700 °C приводит к изменениям его фазового состава. Для прессовки, полученной на режиме с давлением прессования 11,5 ГПа начинается процесс диффузии – вокруг зерен железа за счет его растворения в титане образуется

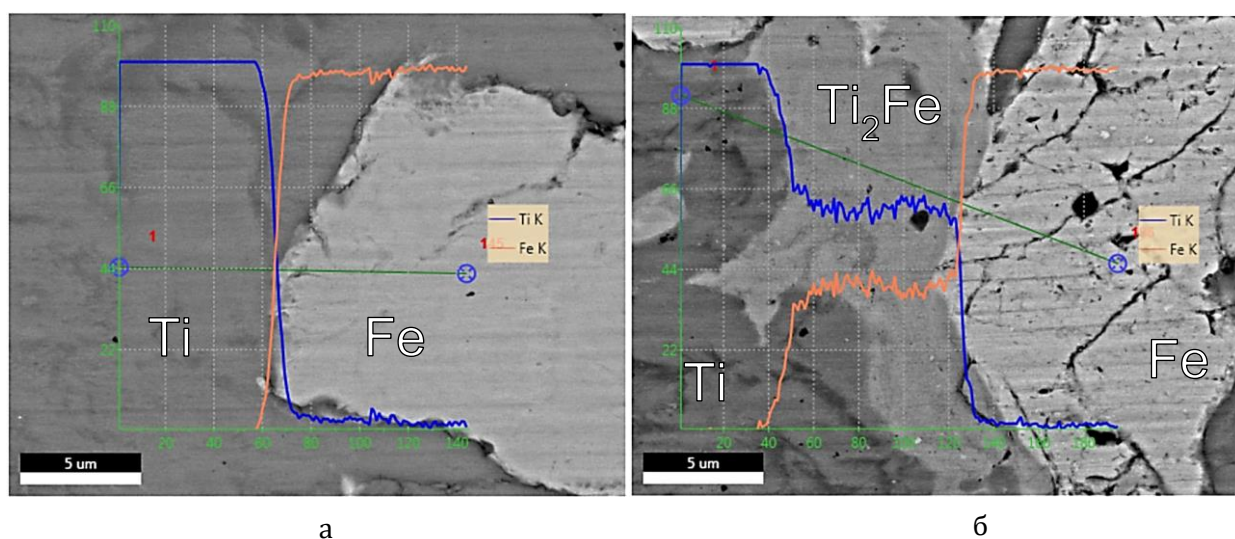


Рис. 3. Структура и химический состав фаз после отжига при 500 °C материала прессовок, полученных на различных режимах нагружения:
а – $t = 777^\circ\text{C}$, $P = 11,5$ ГПа; б – $t = 830^\circ\text{C}$, $P = 12,5$ ГПа

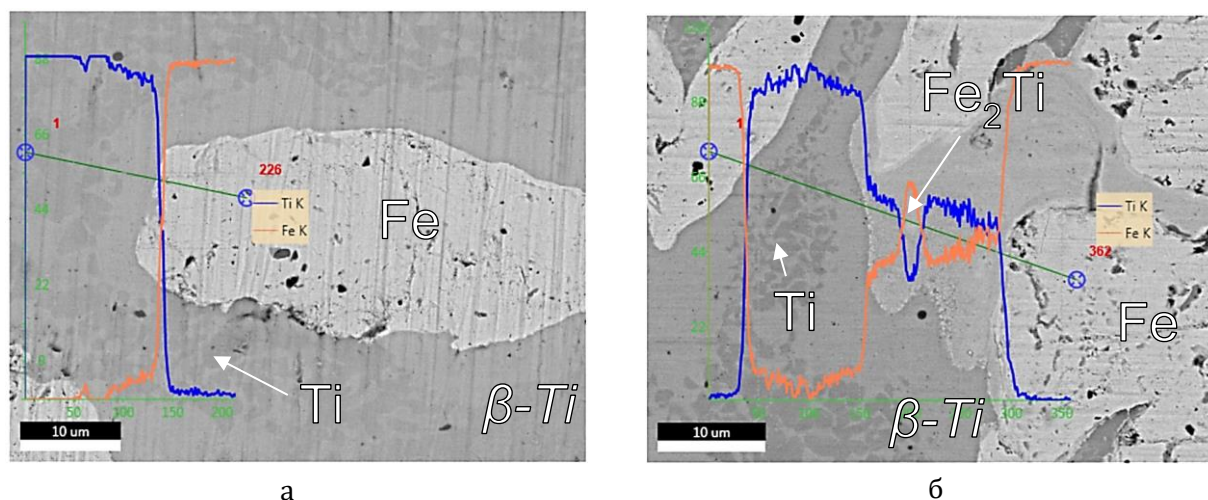


Рис. 4. Структура и химический состав фаз после отжига при 700 °C материала прессовок, полученных на различных режимах нагружения:
а – $t = 777^\circ\text{C}$, $P = 11,5$ ГПа; б – $t = 830^\circ\text{C}$, $P = 12,5$ ГПа

слой β -твердого раствора (ИМС Ti_4Fe) толщиной до 10 мкм (рис. 4, а). Интересно отметить, что при охлаждении на воздухе образовавшийся β -Ti не испытывает предсказываемого диаграммой состояния (рис. 2) эвтектоидного распада на TiFe и α -Ti и, следовательно, при комнатной температуре является термодинамически нестабильной фазой.

В случае термической обработки при температуре 700 °С в структуре прессовки, полученной на давлениях прессования в 12,5 ГПа, кроме образования β -Ti наблюдается частичное растворение сформировавшейся в процессе взрывного прессования интерметаллидной фазы Ti_2Fe . При этом внутри нее возможно образование незначи-

тельного количества участков TiFe_2 (рис. 4, б). Однако, большая часть материала, подвергнутого термической обработке, представляет собой остатки непрореагировавшего титана и железа.

При температуре 900 °С за счет ускорения диффузии растворение сформировавшейся в процессе взрывного прессования интерметаллидной фазы Ti_2Fe протекает полностью (рис. 5, б) и структура материалов, полученных на двух использованных режимах нагружения, становятся практически одинаковой: в ней хорошо различимы остатки нерастворившихся частиц железа, зона β -твердого раствора железа в титане (ИМС Ti_4Fe), а также участки Ti, практически не содержащие Fe (рис. 5, а, б).

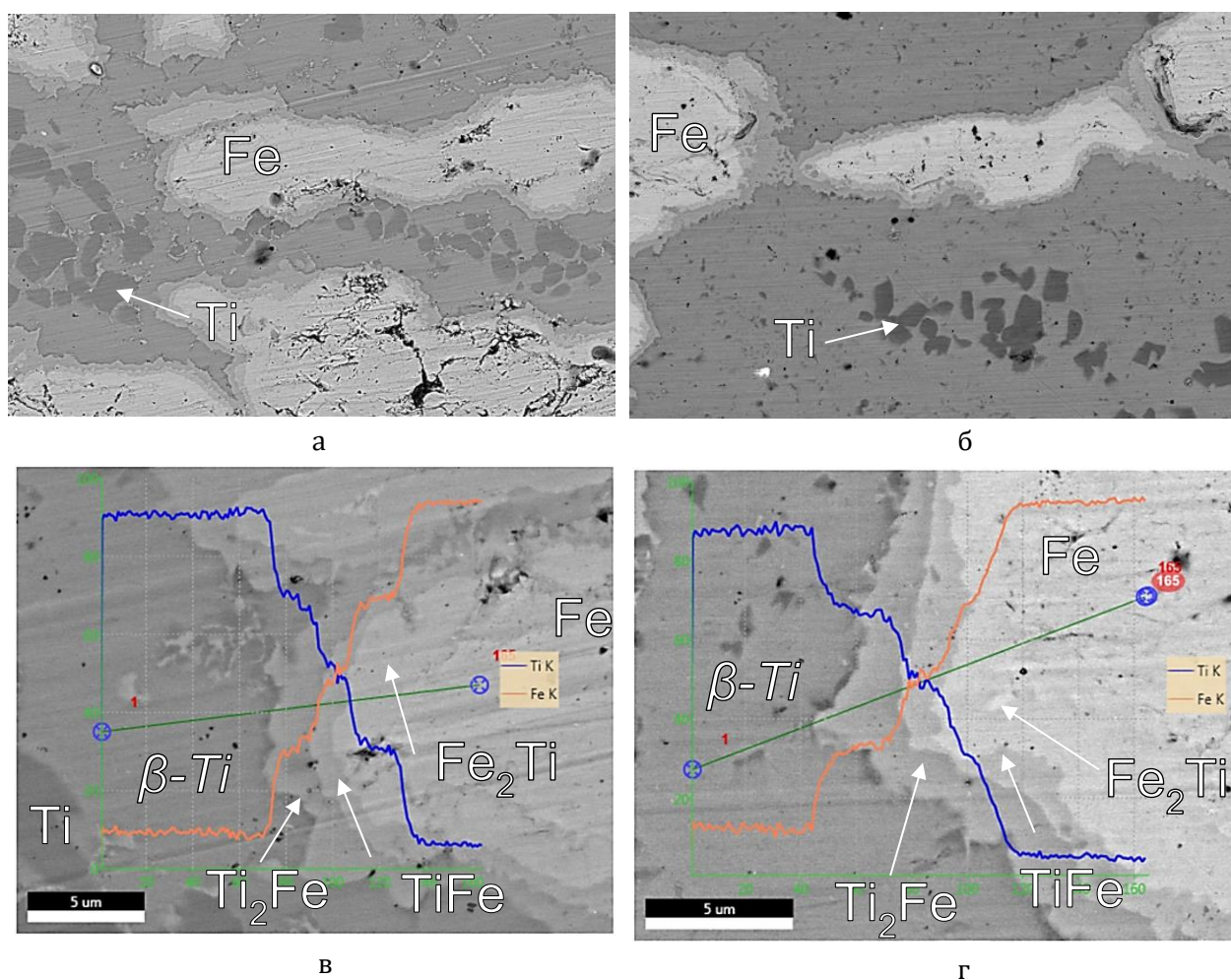


Рис. 5. Структура (а, б) и химический (в, г) состав фаз после отжига при 900 °С материала прессовок, полученных на различных режимах нагружения:
а – $t = 777$ °С, $P = 11,5$ ГПа; б – $t = 830$ °С, $P = 12,5$ ГПа

При этом вдоль поверхности частиц железа (рис. 5, в, г) формируются многослойные диффузионные слои, содержащие (начиная от железа к титану) Fe_2Ti , TiFe и Ti_2Fe , что вполне соответствует существующим классическим представлениям о реакционной диффузии.

Заключение

Проведенные исследования позволяют заключить, что при кратковременном твердофазном спекании прессонок, полученных взрывным прессованием, как в случае использования режимов, не ведущих к протеканию процессов химического взаимодействия компонентов порошковой смеси, так и при использовании режимов с локализацией пластической деформации частиц в их поверхностных слоях и формированием слоев интерметаллида Ti_2Fe , образования достаточного количества фаз Ti_2Fe или TiFe не происходит, что делает эти режимы не перспективными для получения водород аккумулирующих сплавов.

Использование спекания при температурах, обеспечивающих появление жидкой фазы в результате контактного плавления, в условиях практически нулевой пористости, развитой сетки межфазных поверхностей и прочной связи между зернами структурных компонентов, создающих благоприятные условия для развития диффузионных процессов, выглядит весьма перспективным возможным путем решения этой проблемы.

Информация об авторах

Дмитрий Романович Черников – учебный мастер кафедры «Оборудование и технология сварочного производства» ФГБОУ ВО «Волгоградский государственный технический университет»

<https://orcid.org/0000-0003-2388-020X>

e-mail: chernikovdr@yandex.ru

Александр Васильевич Крохалев – доктор технических наук, декан факультета технологии конструкционных материалов, ФГБОУ ВО «Волгоградский государственный технический университет»

<https://orcid.org/0000-0001-7677-0288>

e-mail: kroch58@yandex.ru

Библиографический список

1. Sakintuna, B. Metal hydride materials for solid hydrogen storage: a review / B. Sakintuna, F. Lamari-Darkrim, M. Hirscher // *International journal of hydrogen energy*. – 2007. – Vol. 32. – Iss. 9. – Pp. 1121-1140. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2006.11.022>
2. Фокин, В. Н. Исследование взаимодействия титана и его сплавов с железом с водородом и аммиаком / В. Н. Фокин, Э. Э. Фокина, Б. П. Тарасов // *Журнал прикладной химии*. – 2019. – Т. 92, № 1. – С. 39-48.
3. Тарасов, Б. П. Металлогидридный способ хранения водорода: проблемы и перспективы / Б. П. Тарасов, М. В. Лотоцкий // 11-я Всероссийская конференция «Топливные элементы и энергоустановки на их основе». – Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики твердого тела имени ЮА Осипяна Российской академии наук (ИФТТ РАН), 2024. – №. 11. – С. 32-34.
4. Influence of near-surface oxide layers on TiFe hydrogenation: Mechanistic insights and implications for hydrogen storage applications / A. Santhosh, S. Kang, N. Keilbart, B. C. Wood, T. Klassen, P. Jerabek, M. Dornheim // *Journal of Materials Chemistry A*. – 2023. – Vol. 11. – Iss. 35. – Pp. 18776-18789.
5. Microstructure and first hydrogenation properties of TiFe alloy with Zr and Mn as additives / A. K. Patel, A. Duguay, B. Tougas, C. Schade, P. Sharma, J. Huot // *International Journal of Hydrogen Energy*. – 2020. – Vol. 45. – Iss. 1. – Pp. 787-797. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.10.239>
6. First hydrogenation of mechanically processed TiFe-based alloy synthesized by gas atomization / E. Ulate-Kolitsky, B. Tougas, B. Neumann, C. Schade, J. Huot // *International Journal of Hydrogen Energy*. – 2021. – Vol. 46, Iss. 10. – Pp. 7381-7389. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.11.237>
7. Ulate-Kolitsky, E. First Hydrogenation of TiFe with Addition of 20 wt.% Ti / E. Ulate-Kolitsky, B. Tougas, J. Huot // *Hydrogen*. – 2022. – Vol. 3. – Iss. 4. – P. 379-388. <https://doi.org/10.3390/hydrogen3040023>
8. Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник : в 3 т. / под общ. ред. Н. П. Лякишева. Т. 1. – Москва : Машиностроение, 1996. – 991 с.

Валентин Олегович Харламов – кандидат технических наук, доцент кафедры «Оборудование и технология сварочного производства», ведущий инженер Центра коллективного пользования «Физико-химические методы исследования» ФГБОУ ВО «Волгоградский государственный технический университет»

<https://orcid.org/0000-0002-5039-4592>

e-mail: harlamov_vo@mail.ru

Анастасия Дмитриевна Рулькова – магистрант ФГБОУ ВО «Волгоградский государственный технический университет»

<https://orcid.org/0009-0004-1584-326X>

e-mail: rulkova.anastasiya@mail.ru

Сергей Викторович Кузьмин – член-корреспондент РАН, доктор технических наук, профессор, первый проректор ФГБОУ ВО «Волгоградский государственный технический университет»

<https://orcid.org/0000-0003-2802-8497>

e-mail: weld@vstu.ru

Владимир Ильич Лысак – академик РАН, доктор технических наук, профессор, научный руководитель ФГБОУ ВО «Волгоградский государственный технический университет»

<https://orcid.org/0000-0003-3066-058X>

e-mail: lysak@vstu.ru

Information about the authors

Dmitry Romanovich Chernikov – Educational Master of the Department of Welding Production Equipment and Technology, Volgograd State Technical University

<https://orcid.org/0000-0003-2388-020X>

e-mail: chernikovdr@yandex.ru

Alexander V. Krokhaev – Doctor of Technical Sciences, Dean of the Faculty of Structural Materials Technology, Volgograd State Technical University

<https://orcid.org/0000-0001-7677-0288>

e-mail: kroch58@yandex.ru

Valentin O. Kharlamov – Candidate of Technical Sciences, Associate Professor of the Department of Welding Equipment and Technology, Senior Engineer at the Center for Collective Use of Physico-Chemical Research Methods, Volgograd State Technical University

<https://orcid.org/0000-0002-5039-4592>

e-mail: harlamov_vo@mail.ru

Anastasia Dmitrievna Rulkova is a Master's student at the Volgograd State Technical University

<https://orcid.org/0009-0004-1584-326X>

e-mail: rulkova.anastasiya@mail.ru

Sergey V. Kuzmin – Corresponding Member of the Russian Academy of Sciences, Doctor of Technical Sciences, Professor, First Vice-Rector of the Volgograd State Technical University

<https://orcid.org/0000-0003-2802-8497>

e-mail: weld@vstu.ru

Vladimir I. Lysak – Academician of the Russian Academy of Sciences, Doctor of Technical Sciences, Professor, Scientific Director of the Volgograd State Technical University

<https://orcid.org/0000-0003-3066-058X>

e-mail: lysak@vstu.ru

Вклад авторов

Д. Р. Черников – анализ экспериментальных данных, получение исследуемых материалов

А. В. Крохалев – анализ экспериментальных данных, написание текста статьи

В. О. Харламов – проведение исследований методами электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа

А. Д. Рулькова – подготовка образцов к микроструктурному исследованию

С. В. Кузьмин – расчеты параметров взрывного прессования, участие в обсуждении результатов

В. И. Лысак – определение цели работы, участие в обсуждении результатов

Contribution of the authors

D. R. Chernikov – conducting experiments on heat treatment of compacts

A. V. Krokhaliev – analysis of experimental data, writing the article

V. O. Kharlamov – conducting studies using electron microscopy and X-ray structural analysis

A. D. Rulkova – preparation of samples for microstructural examination

S. V. Kuzmin – calculations of explosive pressing parameters, participation in discussion of results

V. I. Lysak – defining the purpose of the work, participation in discussion of results

*Статья поступила в редакцию 15.10.2025, доработана 10.11.2025,
подписана в печать 21.11.2025*

*The article was submitted 15.10.2025, revised 10.11.2025,
accepted for publication 21.11.2025*