

РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК  
СЕКЦИЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ОСНОВ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ НАУЧНОГО  
СОВЕТА ПО МЕТАЛЛУРГИИ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЮ РАН  
ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РАН  
ЮЖНО-УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РАН

**ТРУДЫ  
XIII РОССИЙСКОЙ КОНФЕРЕНЦИИ  
«СТРОЕНИЕ И СВОЙСТВА  
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ И ШЛАКОВЫХ  
РАСПЛАВОВ»**



Том 4  
ВЗАИМОСВЯЗЬ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ  
КРИСТАЛЛИЧЕСКОГО,  
НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО И  
НЕУПОРЯДОЧЕННОГО СОСТОЯНИЙ

Екатеринбург  
2011

УДК 669.01

**Труды XIII Российской конференции «Строение и свойства металлических и шлаковых расплавов». Т.4. Взаимосвязь структуры и свойств кристаллического, нанокристаллического и неупорядоченного состояний.** Екатеринбург: УрО РАН, 2011. - 203 с.

ISBN 978-5-7691-2241-5

Труды XIII Российской конференции дают представление о работах в области физикохимии металлических, полупроводниковых и шлаковых расплавов, металлических систем, квазикристаллов, а также о новых способах обработки расплавов и материалов, выполненных в России и странах СНГ со времени последней Российской конференции по данной тематике (2008 г.).

Доклады сборника печатаются в соответствии с авторскими оригиналами.

*Конференция проводится при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, проект № 11-03-06060-г.*

ISBN 978-5-7691-2241-5

©ИМЕТ УрО РАН, 2011

# ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ СПЛАВА $Fe_{80}B_{14}Si_6$ НА ЕГО ПЛАВЛЕНИЕ, СОСТОЯНИЕ РАСПЛАВА И ПОСЛЕДУЮЩЕЕ ЗАТВЕРДЕВАНИЕ

А.Л. Бельтюков, А.А. Суслов, В.И. Ладьянов, В.В. Мухгалин, М.А. Ерёмина  
ФТИ УрО РАН, г. Ижевск, E-mail: las@pti.udm.ru

Известно, что металлические расплавы, особенно многокомпонентные, после плавления длительное время могут находиться в неравновесном микронеоднородном состоянии. Реализация в расплаве такого неравновесного состояния и последующая его релаксация приводит к особенностям на временных и температурных зависимостях свойств [1] и проявляется затем в твердой фазе. Природа неравновесного состояния и длительность релаксации может зависеть от структурного состояния используемых при выплавке материалов [2]. Одним из наиболее простых и эффективных методов получения неравновесных сплавов является механическая активация (МА). Варьируя длительность МА, возможно получать сплавы с различной степенью отклонения от состояния равновесия. В настоящей работе исследовано влияние исходного твердого состояния механосинтезированного сплава  $Fe_{80}B_{14}Si_6$ , полученного с различной степенью неравновесности достигаемой изменением длительности МА, на его кинетические свойства в жидком состоянии и процессы затвердевания расплава.

Механическое сплавление порошков железа, кремния и бора проводили в шаровой планетарной мельнице АГО-2 в течение 10 минут, 3 и 10 часов с последующим прессованием в форме таблетки. Исследования проводили с помощью вискозиметрии методом крутильных колебаний [3], дифференциально-термического анализа (ДТА), рентгенографии и металлографии.

Рентгенограммы полученных порошков представлены на рис. 1. После 10 минут МА в смеси присутствуют фазы  $\alpha$ -Fe и Si. С увеличением времени активации до 3 и 10 часов рефлексы Si исчезают. При этом интенсивность пиков  $\alpha$ -Fe уменьшается, происходит их уширение, обусловленное уменьшением размеров кристаллитов и увеличением микронапряжений кристаллической решетки. Параметр решетки  $\alpha$ -Fe при длительности МА 10 минут выше, чем у исходного железа (рис. 1). При увеличении длительности МА до 3 и 10 часов значение параметра решетки  $\alpha$ -Fe уменьшается. Увеличение параметра решетки при длительности МА в течение 10 минут, возможно, связано со значительным содержанием кислорода до 1,16 вес. % и его внедрением в кристаллическую решетку железа [4]. Кроме того, происходит искажение кристаллической решетки, вызванное структурными дефектами, которое также может приводить к увеличению параметра решетки. Его уменьшение при дальнейшем измельчении может происходить в результате растворения атомов Si и B с образованием твердого раствора замещения  $\alpha$ -Fe(B, Si) [5].

Для изучения влияния исходной структуры образцов полученных с различной длительностью МА на структурное состояние расплава, исследовали температурные зависимости декремента затухания ( $\delta$ ) и вязкости ( $\nu$ ) в режиме нагрева.

Температурные зависимости декремента затухания подвешенной системы благодаря высокой

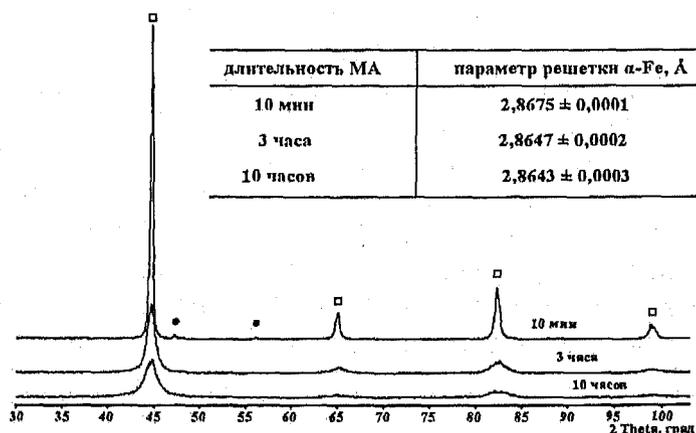


Рисунок 1 – Рентгенограммы порошков полученных после 10 мин, 3 и 10 часов МА, где  $\square$  –  $\alpha$ -Fe,  $\bullet$  – Si.

его чувствительности к объемной доле жидкой фазы в образце можно использовать при изучении процессов плавления. Типичные политермы декремента затухания приведены на рис. 2. Плавление сплавов, полученных с различным временем механоактивации, происходит неодинаково. Начинается плавление примерно при одинаковой температуре, однако завершается при различных температурах (указаны стрелками на рис. 2). При дальнейшем нагреве значения  $\delta$  для жидких сплавов, полученными МА в течение 10 минут и 3 часов, монотонно снижаются. Для сплава, полученного МА в течение 10 часов, наблюдается резкий рост значений декремента вблизи температуры 1500 °С.

Температурные зависимости вязкости жидких сплавов, полученных МА в течение 10 минут и 3 часов, имеют монотонный характер (рис. 3), совпадают при нагреве и охлаждении и хорошо воспроизводятся при повторных нагревах. На температурной зависимости вязкости жидкого сплава, МА в течение 10 часов, в режиме нагрева наблюдается аномалия вблизи 1500 °С в виде резкого возрастания значений и ее положительный гистерезис при последующем охлаждении.

Для выяснения процессов происходящих при плавлении МА порошков и последующей кристаллизации проводили ДТА порошков при нагреве до 1000, 1300, 1500 °С и дальнейшем охлаждении от этих температур. Дополнительно проводили рентгено-дифракционные и металлографические исследования полученных после термического анализа образцов.

Типичные термограммы представлены на рис. 4. На всех термограммах полученных в режиме нагрева в области температур 450 – 750 °С наблюдается экзотермический пик, который по данным рентгенофазового анализа связан с образованием  $\alpha$ -Fe(Si) и Fe<sub>2</sub>B. Эндотермический пик при нагреве и экзотермический при охлаждении вблизи 700 °С обусловлен полиморфным превращением в железе. При дальнейшем нагреве в области 1150 – 1250 °С наблюдается эндотермический пик, связанный с плавлением образца. При охлаждении от максимальной температуры 1500 °С для всех образцов в области 1200 – 1000 °С этому пику соответствуют два пика тепловыделения, которые согласно диаграмме состояния, связаны с кристаллизацией первичных кристаллов твердого раствора  $\gamma$ -Fe(Si) и эвтектики  $\gamma$ -Fe(Si) + Fe<sub>2</sub>B соответственно. При охлаждении от 1300 °С для всех образцов в области 1200 – 1100 °С наблюдается широкий экзотермический пик имеющий наплыв на высокотемпературной стороне. А для образцов после 3 и 10 часов МА около 1000 °С наблюдаются острые меньшие пики тепловыделения. Таким образом,

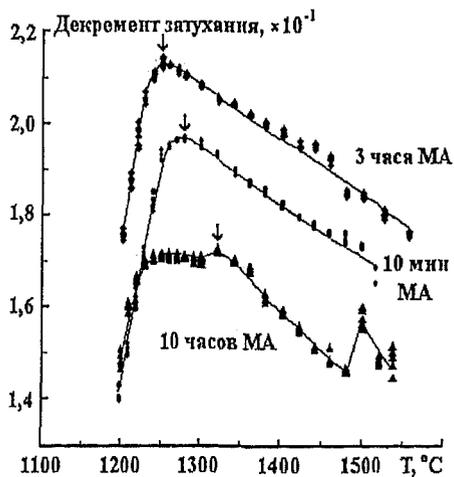


Рисунок 2 – Температурные зависимости декремента затухания в режиме нагрева.

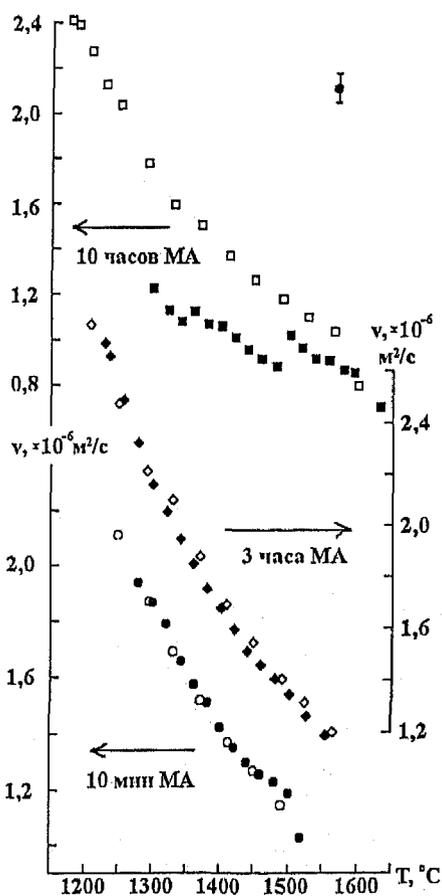


Рисунок 3 – Температурные зависимости вязкости расплава. Нагрев ●, охлаждение ○.

процесс кристаллизации при охлаждении от 1300 °С отличается от охлаждения от 1500 °С, хотя при плавлении отличий не зафиксировано.

Микроструктура образцов, полученных при ДТА, показана на рис. 5. При нагреве до 1000 °С и последующем охлаждении образцы спекаются: после 10 минут МА – по всему объему, после 3 и 10 часов – в середине таблетки. При этом на внешней границе степень спекания значительно ниже, а микроструктура становится более однородной. При охлаждении от 1300 °С образцы находятся в форме не расплавленного кусочка, и нескольких переплавленных слитков, которые приводят к образованию дополнительных малых пиков и наплывов к основному пику на ДТА термограмме. Наличие не расплавленной части свидетельствует о том, что процесс плавления не завершился полностью. В переплавленных слитках наблюдаются первичные кристаллы  $\alpha$ -Fe(Si) и эвтектика  $\alpha$ -Fe(Si) + Fe<sub>2</sub>B. При охлаждении от 1500 °С все образцы находятся в виде однородного слитка. Его микроструктура также представлена первичными кристаллами  $\alpha$ -Fe(Si) и эвтектикой. Причем морфология эвтектики однородна по всему объему. В тоже время в образцах полученных охлаждением от 1300 °С морфология эвтектики дисперсная с разным размером эвтектических кристаллов.

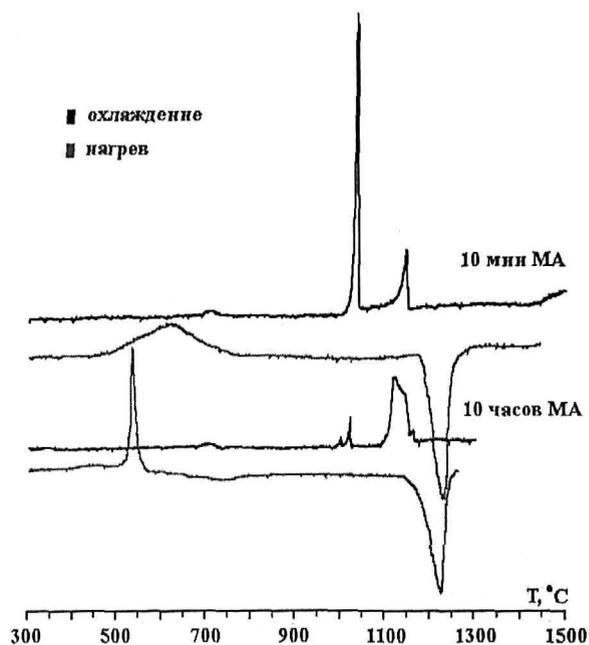


Рисунок 4 – Типичные термограммы ДТА. Скорость нагрева и охлаждения 50 °С/мин.

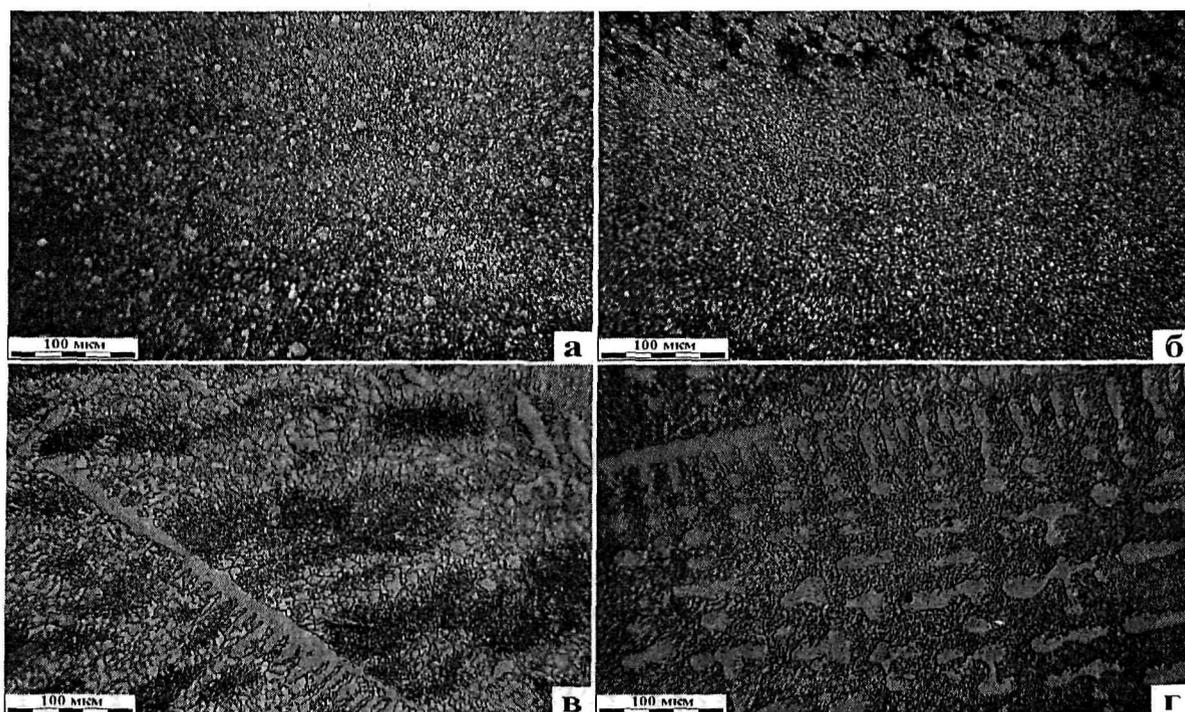


Рисунок 5 – Микроструктура образцов после ДТА: а – 10 минут МА, охлаждение от 1000 °С; б – 3 часа МА, охлаждение от 1000 °С; в – 3 часа МА, охлаждение от 1300 °С; г – 10 часов МА, охлаждение от 1500 °С.

Таким образом порошки, полученные при разной длительности МА, при нагреве до 1000 °С и последующем охлаждении имеют разную структуру. При нагреве выше температуры ликвидуса структурные отличия в расплаве сохраняются. При последующем охлаждении различия между образцами в большей степени связаны с температурой перегрева и в меньшей степени с длительностью МА. Полученные данные объясняются различной степенью микрогетерогенности расплава при разных температурах, унаследованной от исходного твердого состояния, полученного в результате МА. Для разрушения этого состояния необходима термовременная обработка расплава при температурах значительно превышающих температуру ликвидуса.

Работы выполнены при финансовой поддержке программы Президиума РАН (проект № 09 – П – 2 – 1024).

1. Баум Б.А., Игошин И.Н., Шульгин Д.Б. и др. О колебательном характере процесса релаксации неравновесных металлических систем. *Расплавы*. 1988. Т.2. №5. с.102-105.
2. Баум Б.А., Тягунов Г.В., Барышев Е.Е., Цепелев В.С. Состояние многокомпонентной металлической системы после фазового перехода кристалл-жидкость. *Расплавы*. 1999. №5. с. 32-43.
3. Бельтюков А.Л., Ладьянов В.И. Автоматизированная установка для определения кинематической вязкости металлических расплавов. *Приборы и техника эксперимента*. 2008, № 2, с. 155-161.
4. Чердынцев В.В., Калошкин С.Д., Томилин И.А. Взаимодействие порошка железа с кислородом воздуха при механоактивации // *Физика Металлов и Металловедение*, т. 86, 1998, вып. 6, с. 84-89.
5. Allega S., Ibrir M., Fenineche N.E. et al. Magnetic and structural characterization of the mechanically alloyed Fe<sub>75</sub>Si<sub>15</sub>B<sub>10</sub> powders. – *Journal of Alloys and Compounds* 494 (2010) 109–115.