



Государственный научный центр Российской Федерации - федеральное
государственное унитарное предприятие «Исследовательский центр имени
М.В. Келдыша»



Effect of isothermal and electric pulse treatment on the structure of Ti50Ni25Cu25 rapid-quenched ribbons with a surface crystal layer

Влияние изотермической и электроимпульсной обработки на
структуру быстрозатухающих лент Ti50Ni25Cu25 с
поверхностным кристаллическим слоем

Н.Н. Ситников^{1, 2}, С.В. Грешнякова¹, Г. В. Сивцова¹, И.А. Залетова¹, А.В. Шеляков²

¹ ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша», Россия, г. Москва,

² Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Россия, г. Москва

E-mail: sitnikov_nikolay@mail.ru

Исследование выполнено при поддержке гранта РНФ (проект № 19-72-00145)

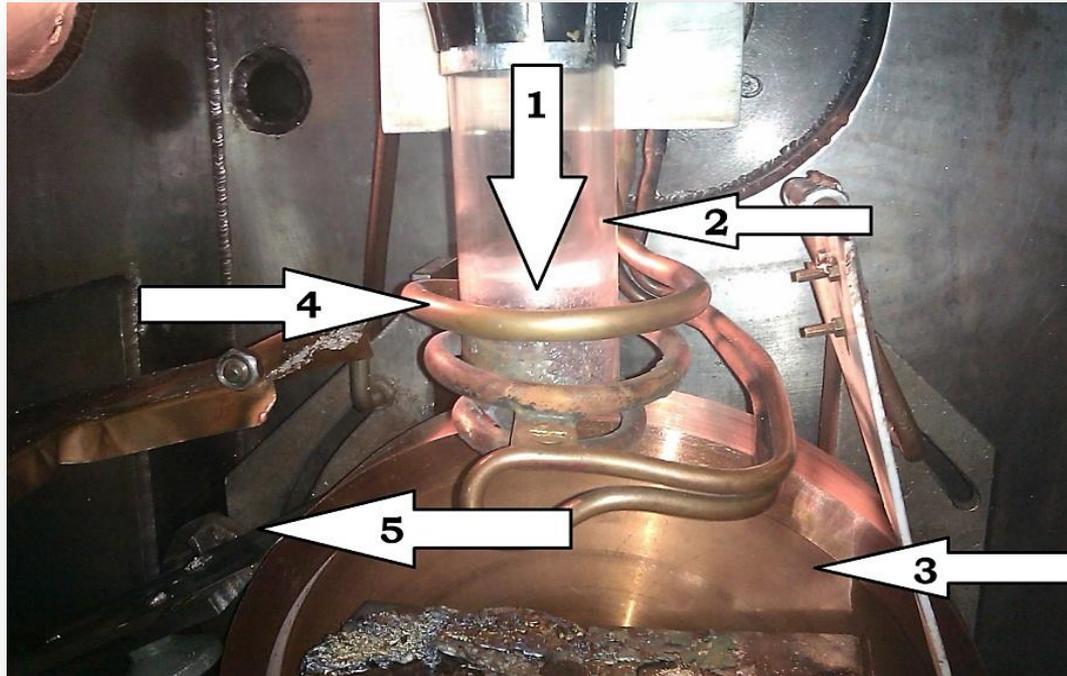
Аннотация

В работе методом сверхбыстрой закалки расплава на вращающемся диске (метод планарного литья) при скоростях охлаждения расплава порядка 10^5 К/с были получены слоистые аморфно-кристаллических ленты сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ с различными толщинами кристаллического слоя. Полученные ленты были подвергнуты термообработке в калориметре, изотермической обработке в муфельной печи (в течении 300 с) и электроимпульсной обработке со временем обработки от 5 с до 1 мс. Исследование процессов образования и роста кристаллической фазы из аморфной части ленты проводилось методами дифференциальной сканирующей калориметрии, растровой электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа.

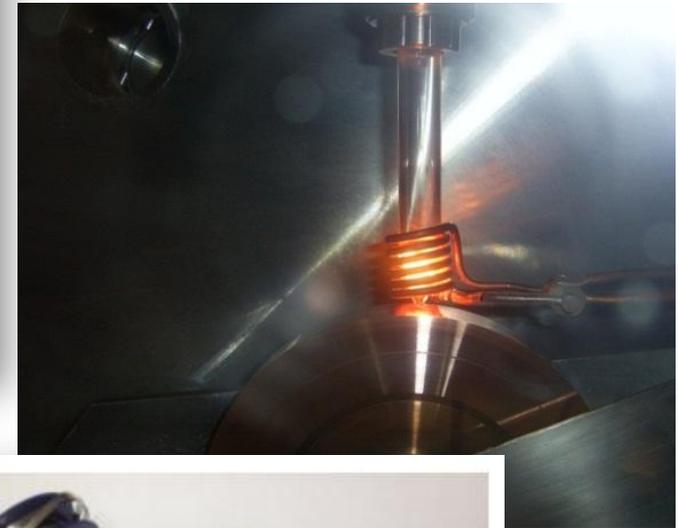
Электроимпульсная обработка со временем воздействия менее 1 секунды приводит к значительному изменению формируемой кристаллической структуры по сравнению со структурой, полученной при изотермической обработке. Микроструктура лент после термообработки в поперечном сечении характеризуется неравномерным распределением кристаллов по толщине ленты: во внутренней части ленты присутствуют крупные кристаллы, а с контактных сторон наблюдаются столбчатые структуры. Столбчатые кристаллы, наблюдаемые с контактной стороны, сохраняют исходную текстурированность. При уменьшении времени электроимпульсной обработки увеличивается доля столбчатых кристаллов, которые прорастают от поверхностей ленты во внутреннюю часть до их соприкосновения, при этом между ними формируется однородная граница.

Исследование выполнено при поддержке гранта РФФИ (проект № 19-72-00145)

Получение тонких лент из сплава методом быстрой закалки из расплава (метод спиннингования расплава)



- 1 - слиток
- 2 - тигель
- 3 - закалочное диск
- 4 - индукционная катушка
- 5 - вывод ленты



Состав сплава - $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{25}\text{Cu}_{25}$ (ат. %)

$D_{\text{сопла}} = 1 \text{ мм}$

$D_{\text{диска}} = 400 \text{ мм}$

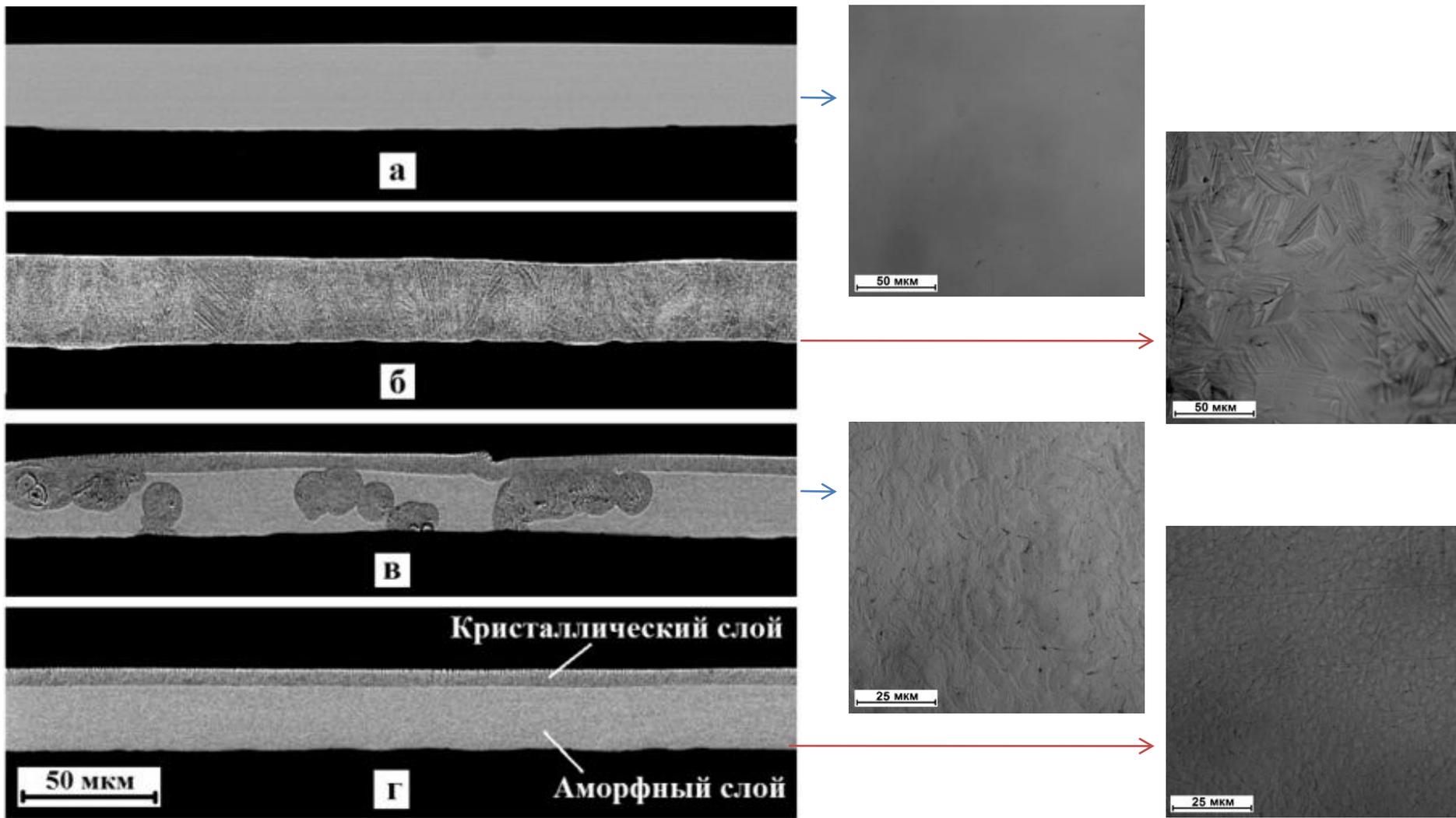
$T_{\text{расплава}} = 1150 \text{ }^\circ\text{C}$

Скорость охлаждения $V = 10^5 - 10^6 \text{ К/с}$

Лента: толщина 28-30 мкм,
ширина 1,2-1,6 мм



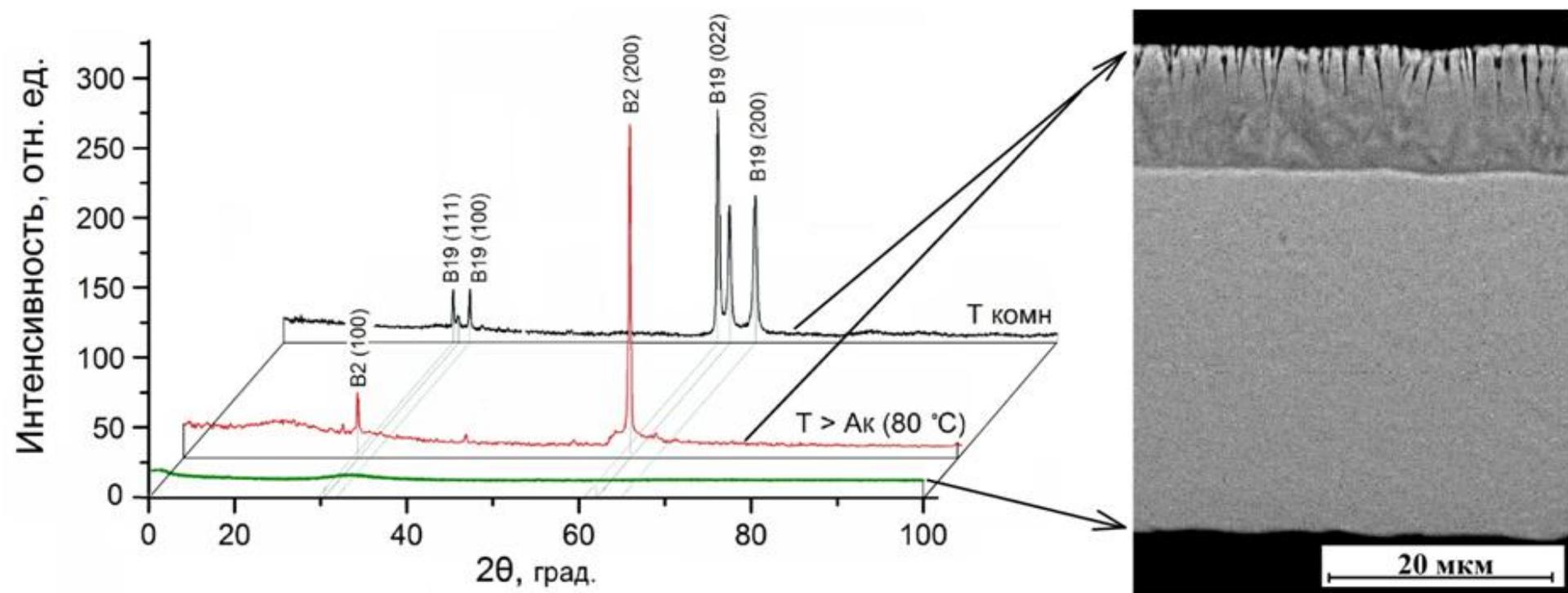
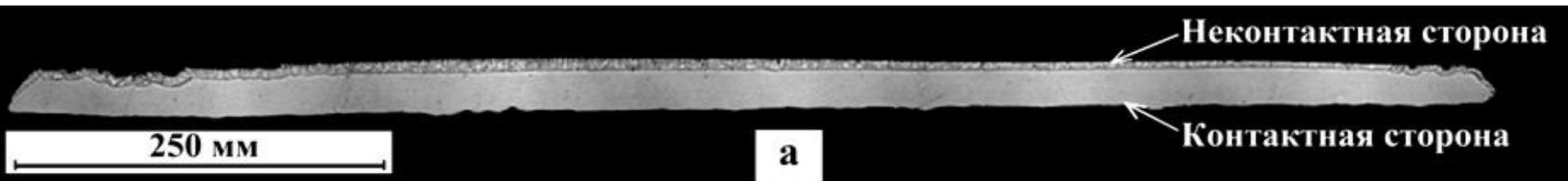
Получение быстрозакалённых лент из сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ при различных скоростях охлаждения расплава



V более 10^6 К/с - аморфное состояние (а); ниже 10^5 К/с – кристаллическое состояние (б); $10^5 \div 10^6$ К/с – аморфно-кристаллическое состояние (в, г)

Исследование структуры слоистой аморфно-кристаллической ленты с ЭОПФ из сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$

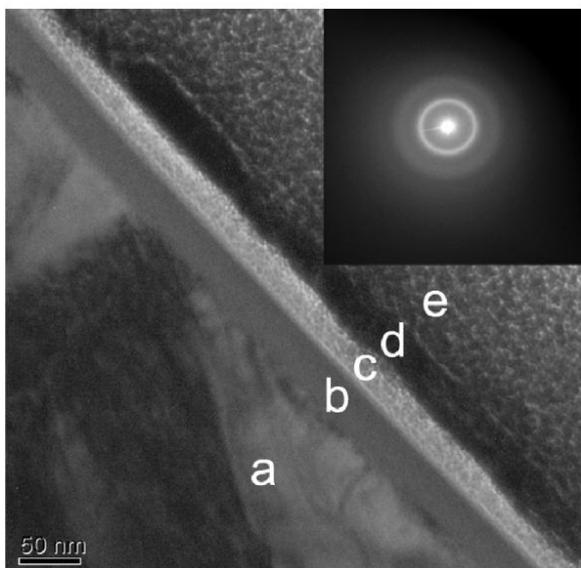
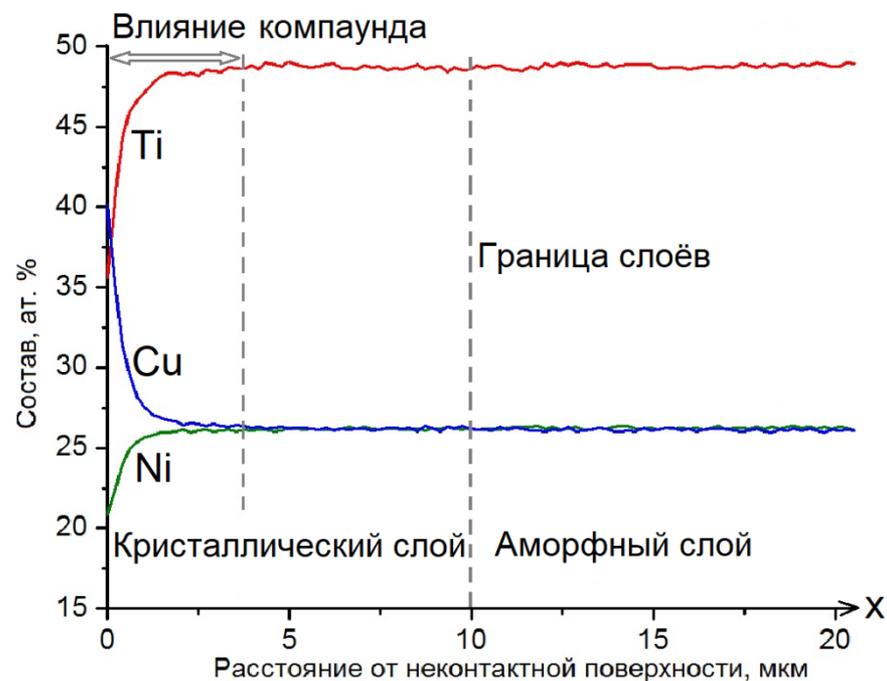
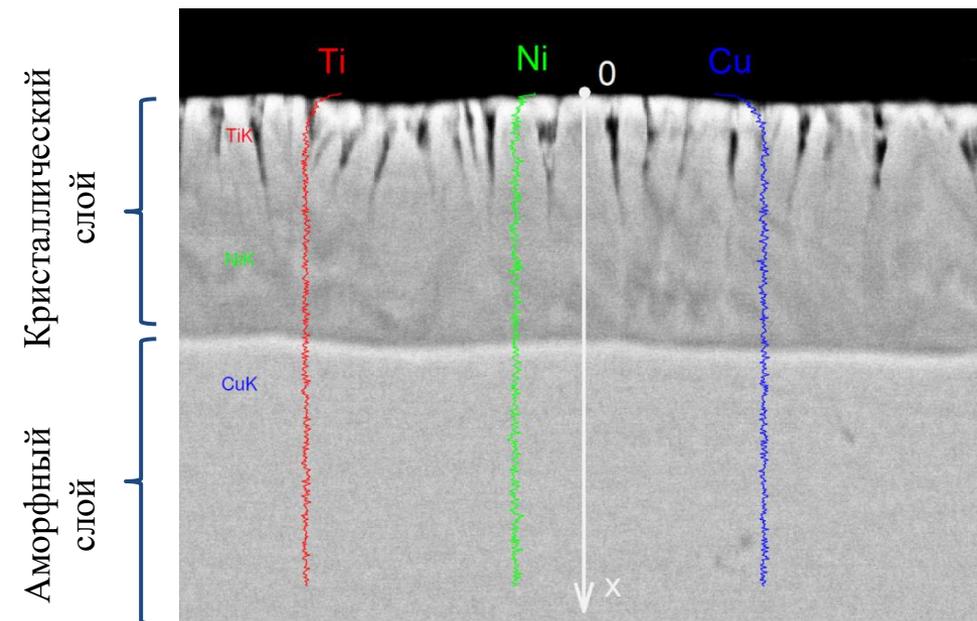
Для дальнейших исследований аморфно-кристаллического композита была выбрана лента общей толщиной около 39 мкм и средней толщиной кристаллического слоя 9,5 мкм.



При нагреве и охлаждении наблюдаются фазовые превращения $B2 \leftrightarrow B19$ о чём свидетельствуют дифракционные рефлексы относящиеся к решеткам типа B2 при температуре $T > A_c (80^\circ C)$ и типа B19 при температуре $T < M_c (-20^\circ C)$.

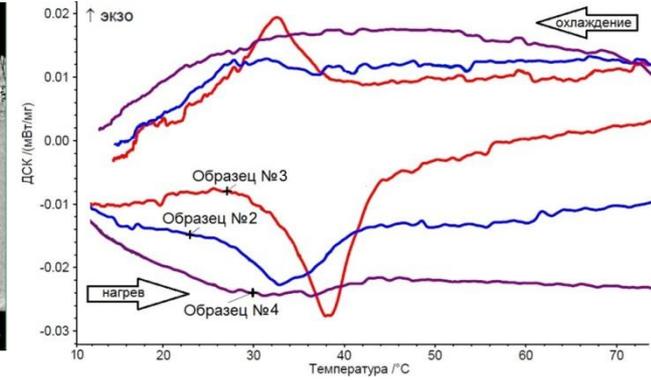
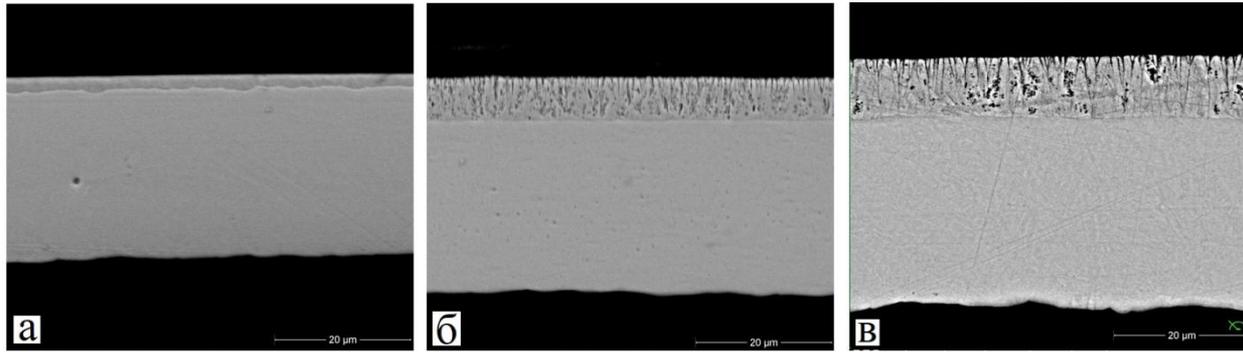
Исследование элементного состава аморфно-кристаллического композита $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ в поперечном сечении

Энергодисперсионный рентгеновский микроанализатор *EDAX* в СЭМ (100 точек вдоль белой линии, время анализа в точке 30 сек.)



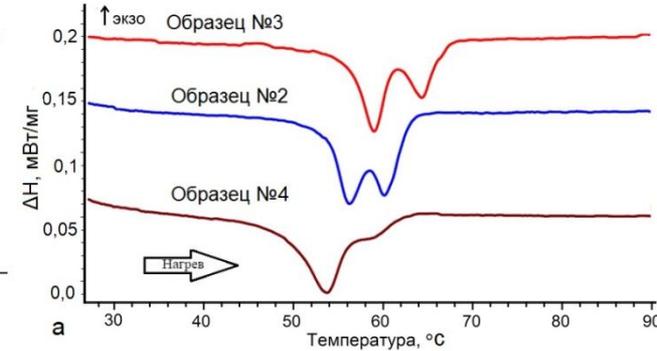
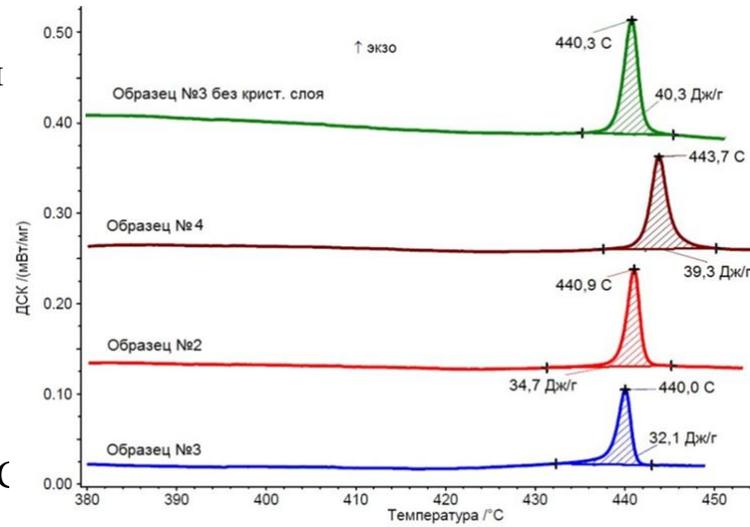
Содержание каждого из компонентов сплава (Ti, Ni и Cu) вдоль белой линии, проходящей через границу аморфной и кристаллической фаз (вблизи 10 мкм), не изменяется.

Термообработка слоистой аморфно-кристаллической ленты

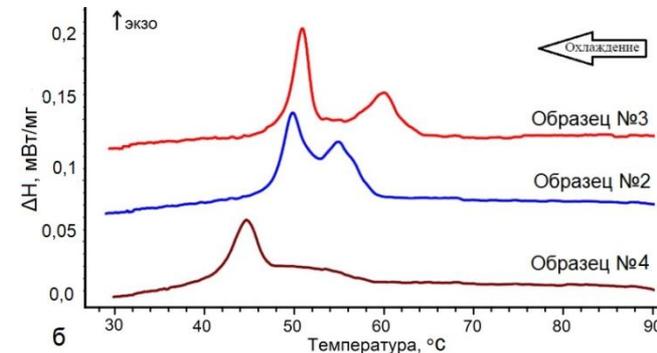
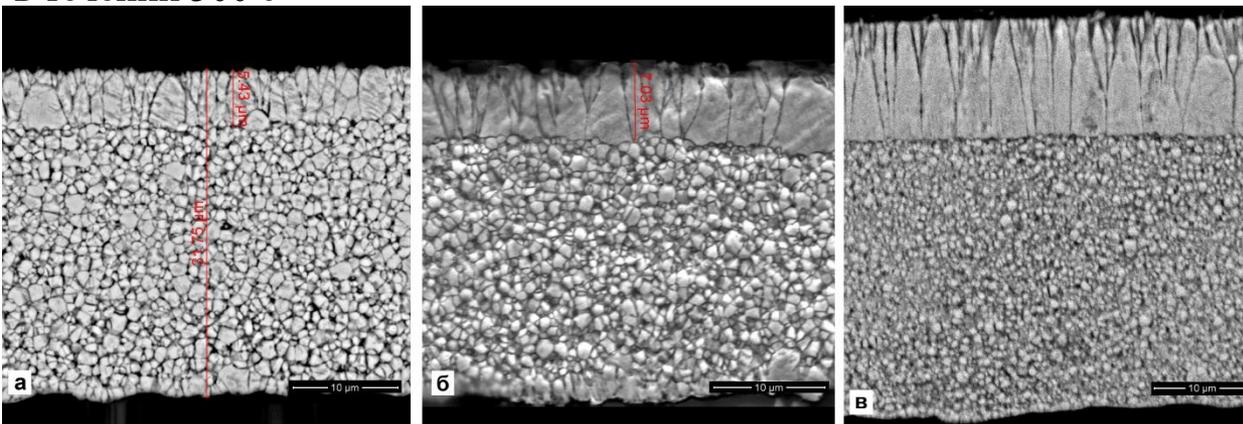


Слоистые аморфно-кристаллические композиты из сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$, полученные при скоростях охлаждения расплава:

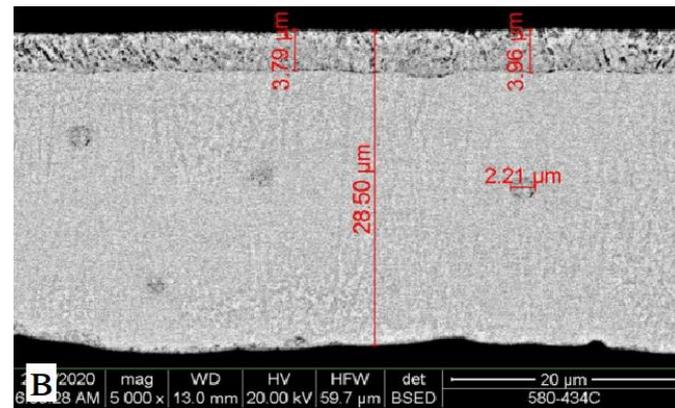
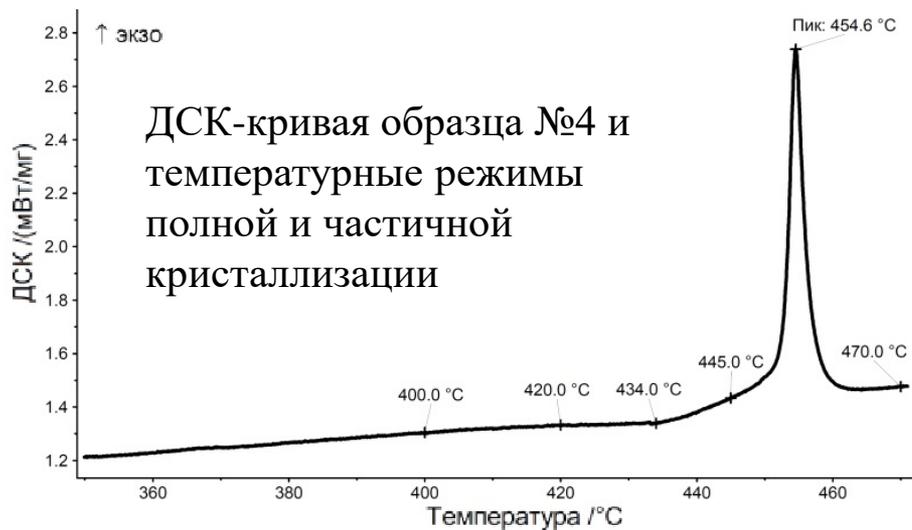
- $8,4 \cdot 10^5$ К/с – обр. №4 (а).
- $6,6 \cdot 10^5$ К/с – обр. №2 (б);
- $4,0 \cdot 10^5$ К/с – обр. №3 (в);



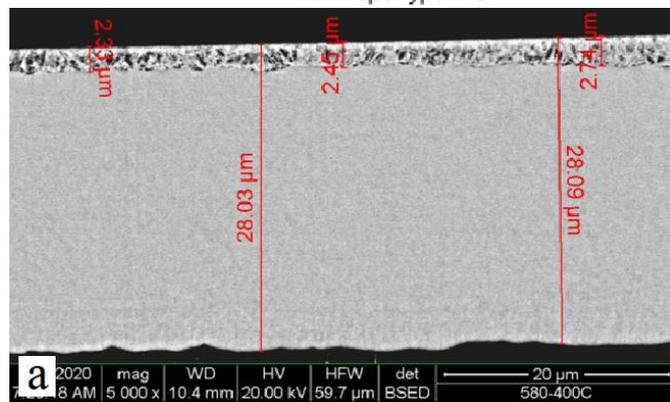
После ИТО в печи при $470\text{ }^\circ\text{C}$ в течении 300 с



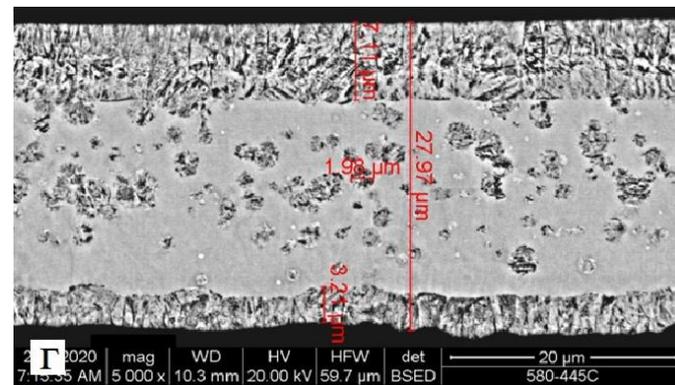
Термообработка слоистой аморфно-кристаллической ленты



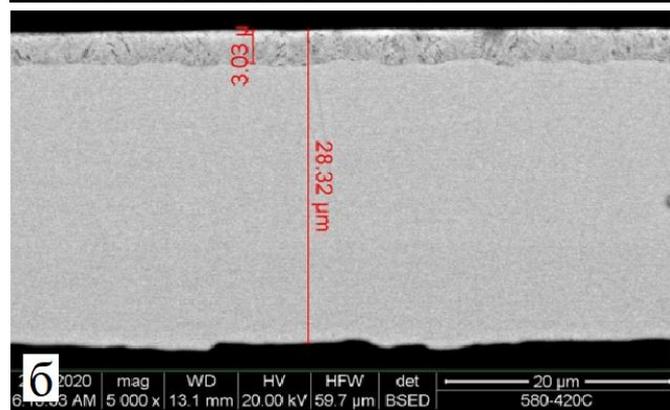
434 °C



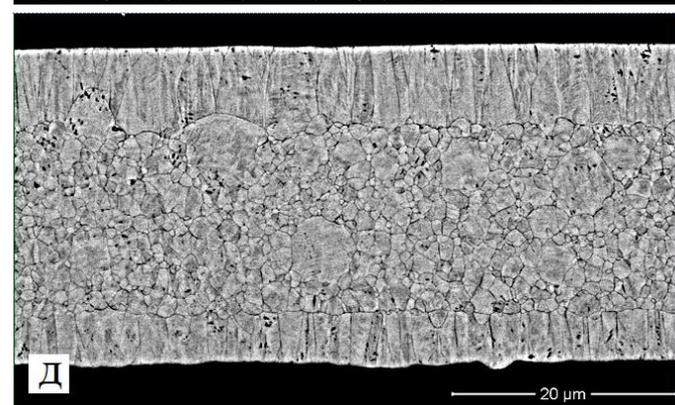
400 °C



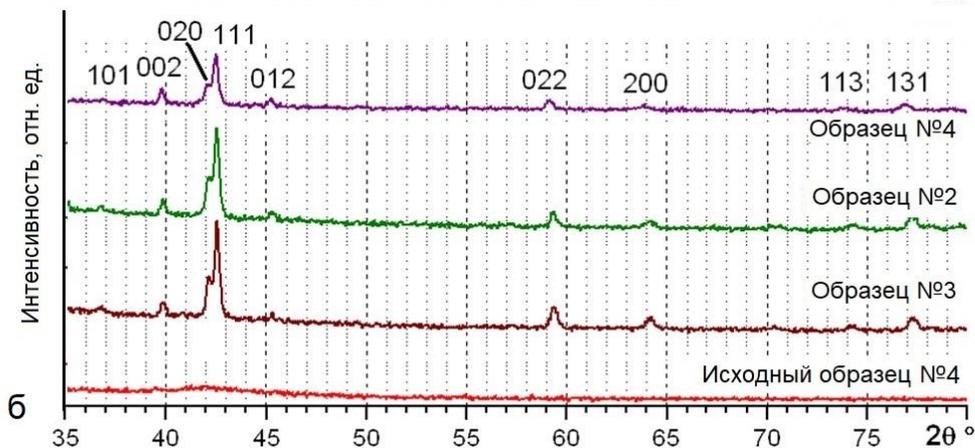
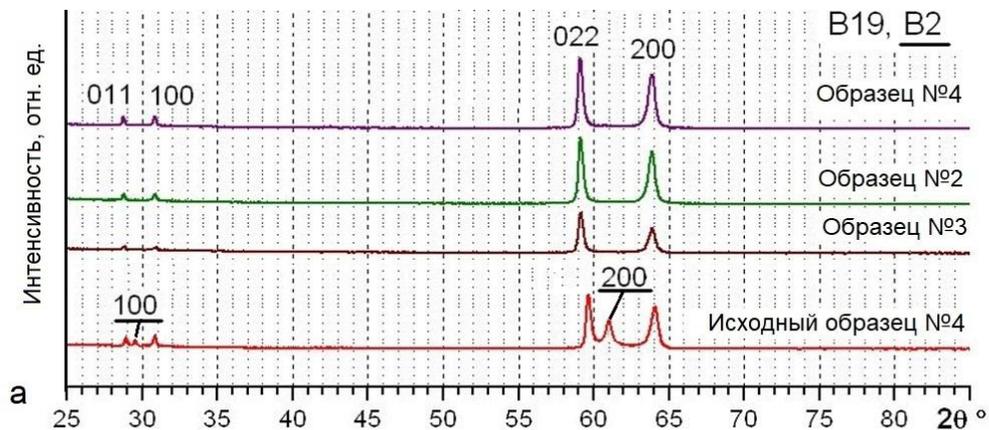
445 °C



420 °C



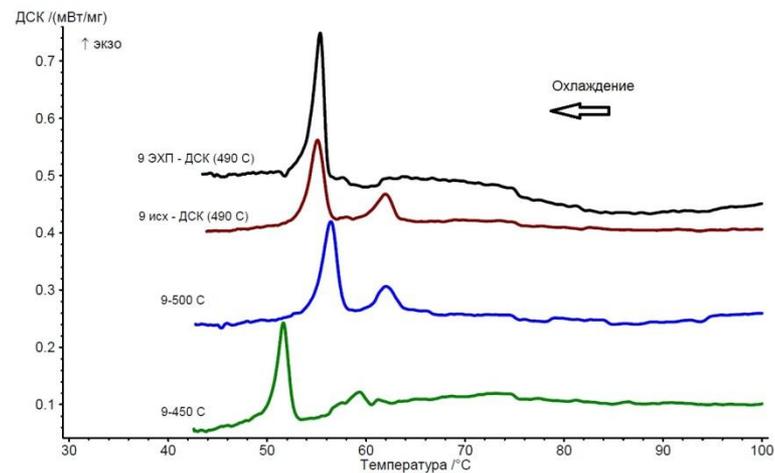
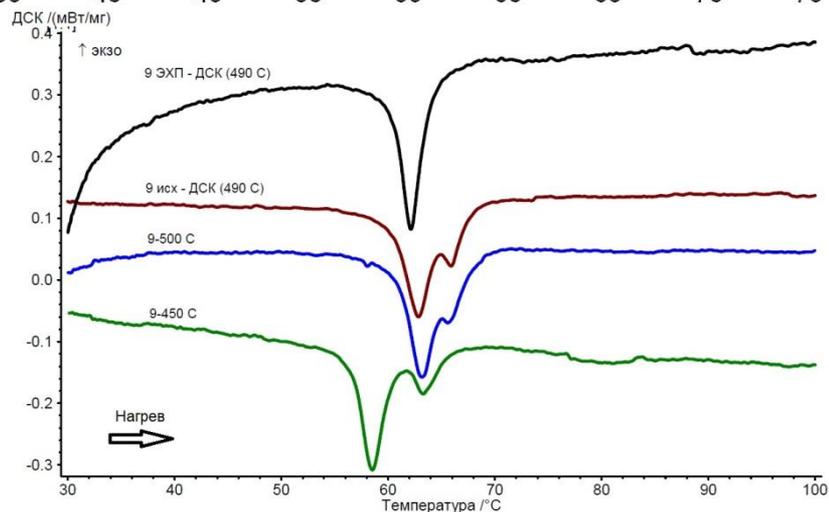
470 °C



Рентгеноструктурный анализ образцов лент №2-4 после ИТО с неконтактной (а) и контактной (б) сторон

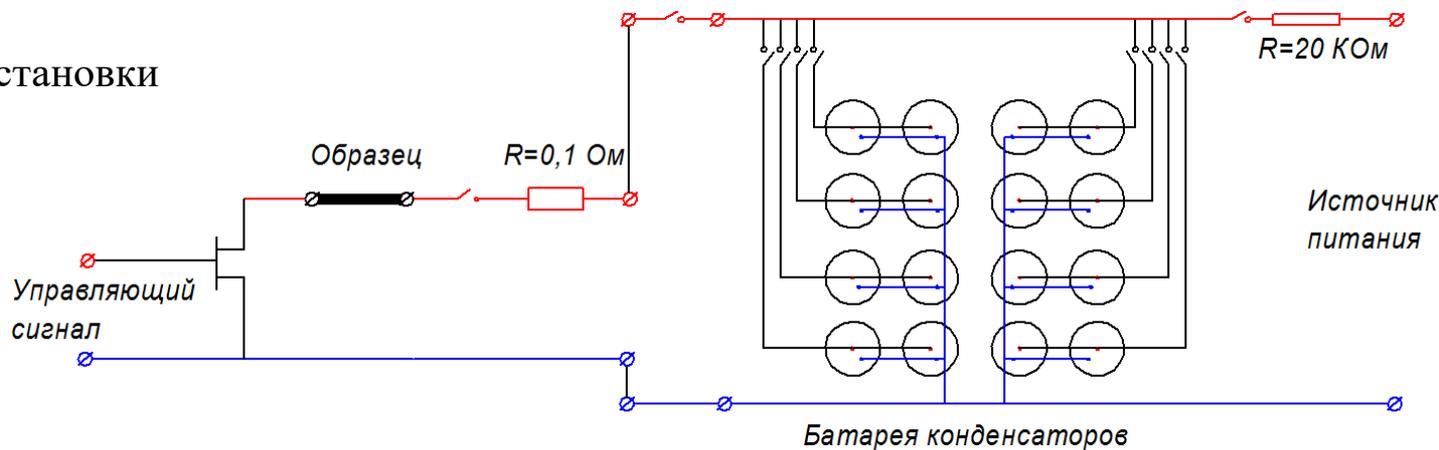
ДСК-кривые исследования протекания МП при нагреве (б) и остывании (в) образцов после:

- обработки в калориметре в исходном состоянии (исх-ДСК (490С)), с удалённым кристаллическим слоем (ЭХП ДСК (490С));
- изотермической обработки в печи при температурах 500 и 450 С.



Электроимпульсная термообработка

Схема установки



Генератор импульсов Г5-60



Установка динамической кристаллизации



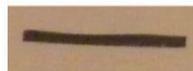
Источник питания ТЕС 50-60



Система сбора данных (L-Card)



Кристаллизуемый образец

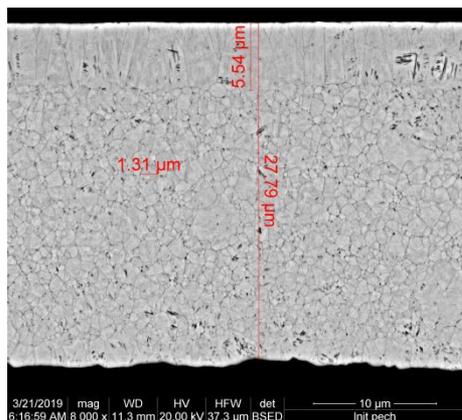


$$I(\Delta t) = \frac{S}{\sqrt{\Delta t}} \cdot \sqrt{\frac{\rho_{pl}}{\rho} \cdot (C \cdot \Delta T)}$$

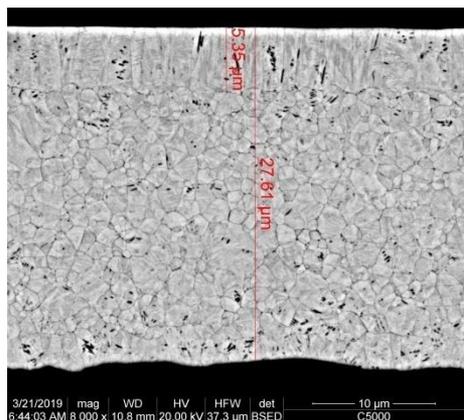
Уд. сопротив. ленты: $\rho = 0,0023 \text{ Ом} \cdot \text{мм}$
 Плотность ленты: $\rho_{pl} = 6,5 \cdot 10^{-6} \text{ кг/мм}^3$
 Теплоемкость: $C = 500 \text{ Дж/(кг} \cdot \text{К)}$
 Размер образцов: $1,5 \times 20,0 \text{ мм}^2$

Время воздействия	Сила тока, А
1 мс	40
10 мс	13
100 мс	4
1 с	1,3
5 с	0,5

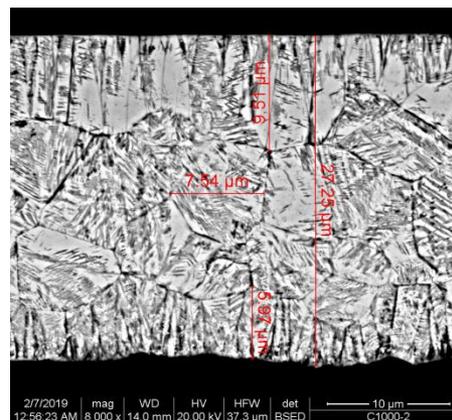
РЭМ изображения микроструктуры поперечного сечения образцов сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$



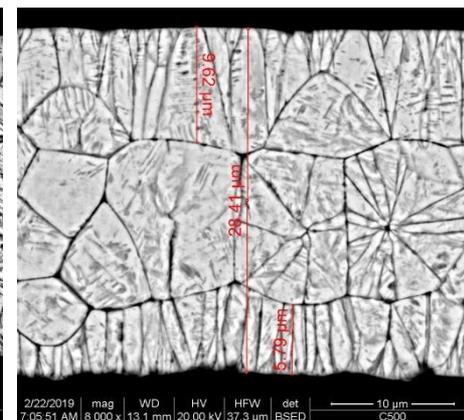
Изотермическая кристаллизация при 500 °C в течении 300 с



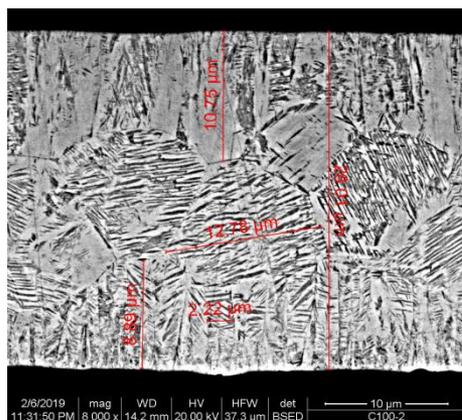
Динамическая кристаллизация длительностью воздействия 5 с



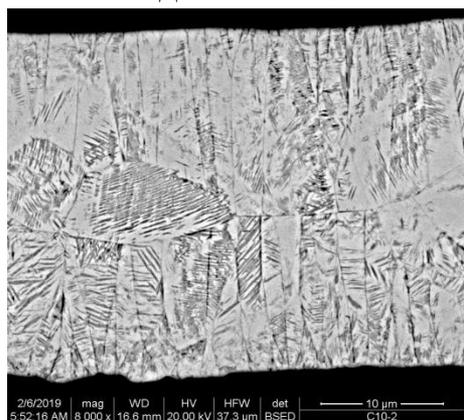
1 с



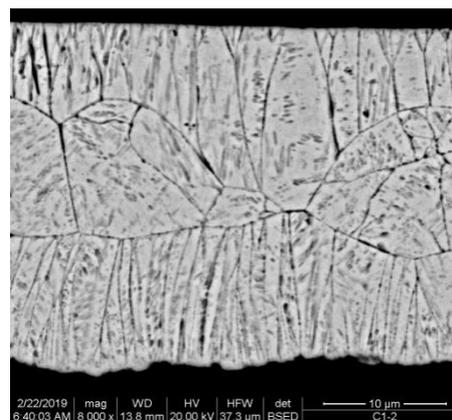
0,5 с



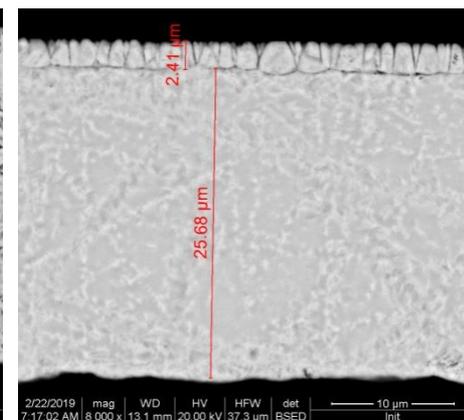
0,1 с



0,01 с

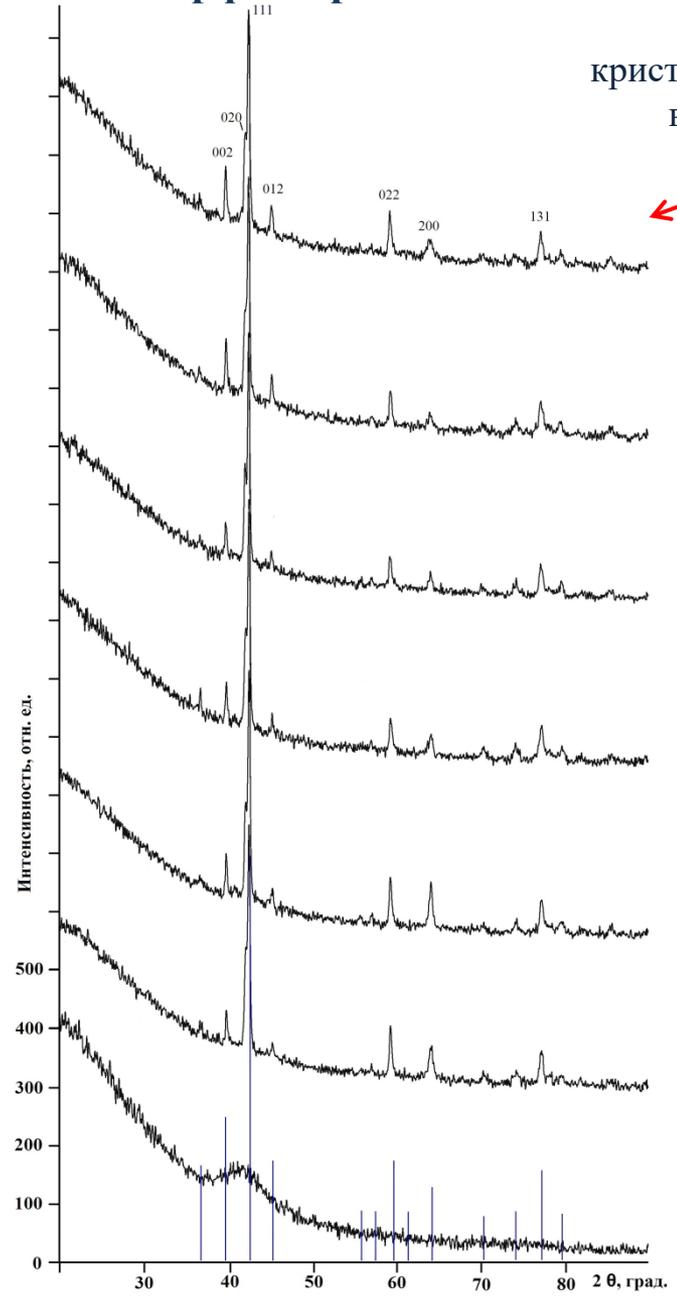


0,001 с



Исходная аморфно-кристаллическая лента

Рентгеноструктурный анализ образцов , полученных электроимпульсной кристаллизацией исходной аморфно-кристаллической ленты

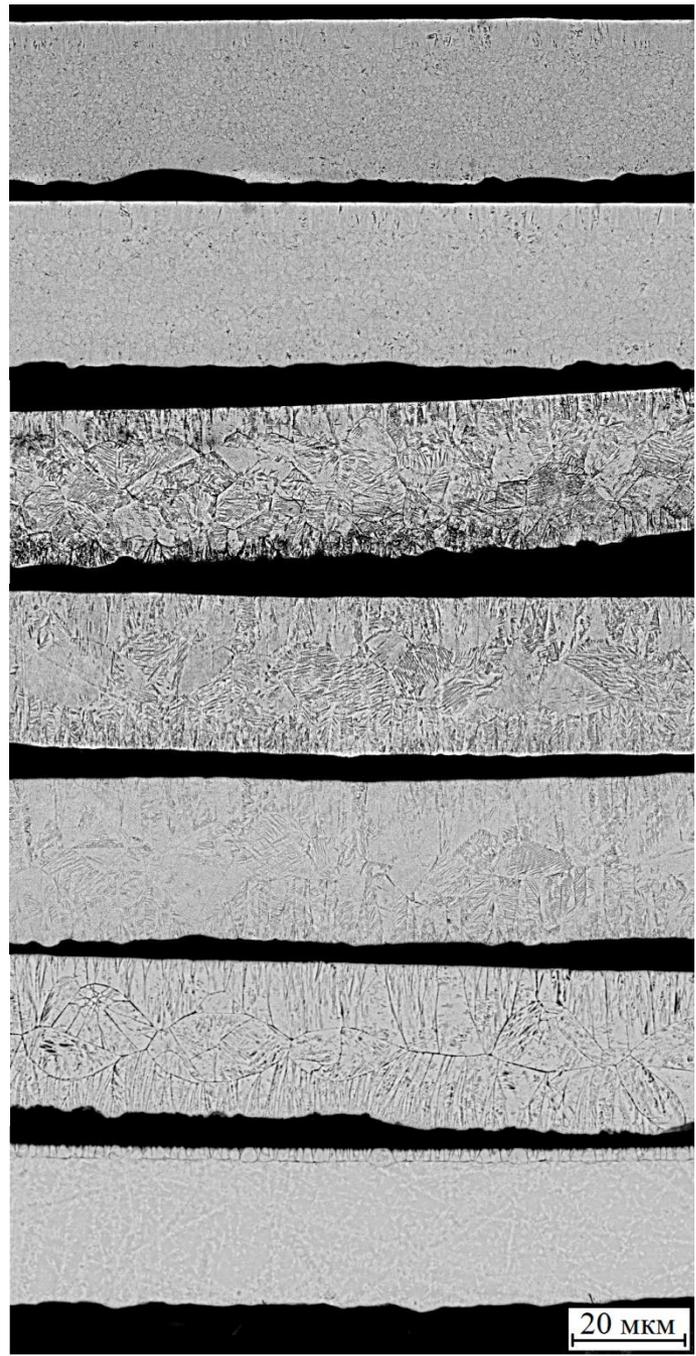


Изотермическая кристаллизация при 500 °С в течении 300 сек

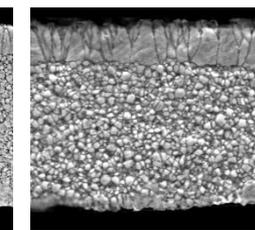
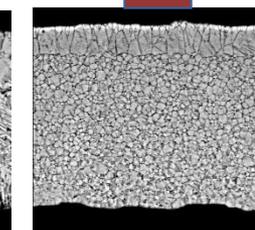
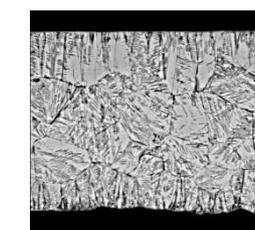
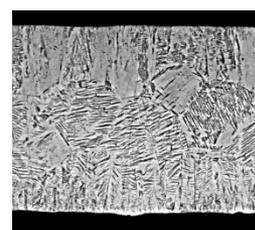
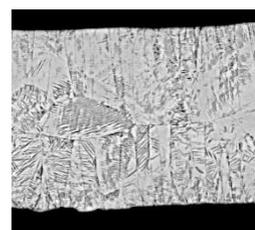
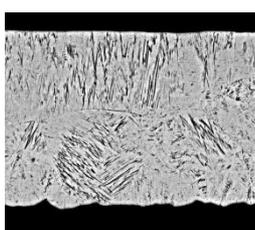
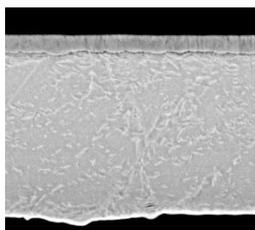
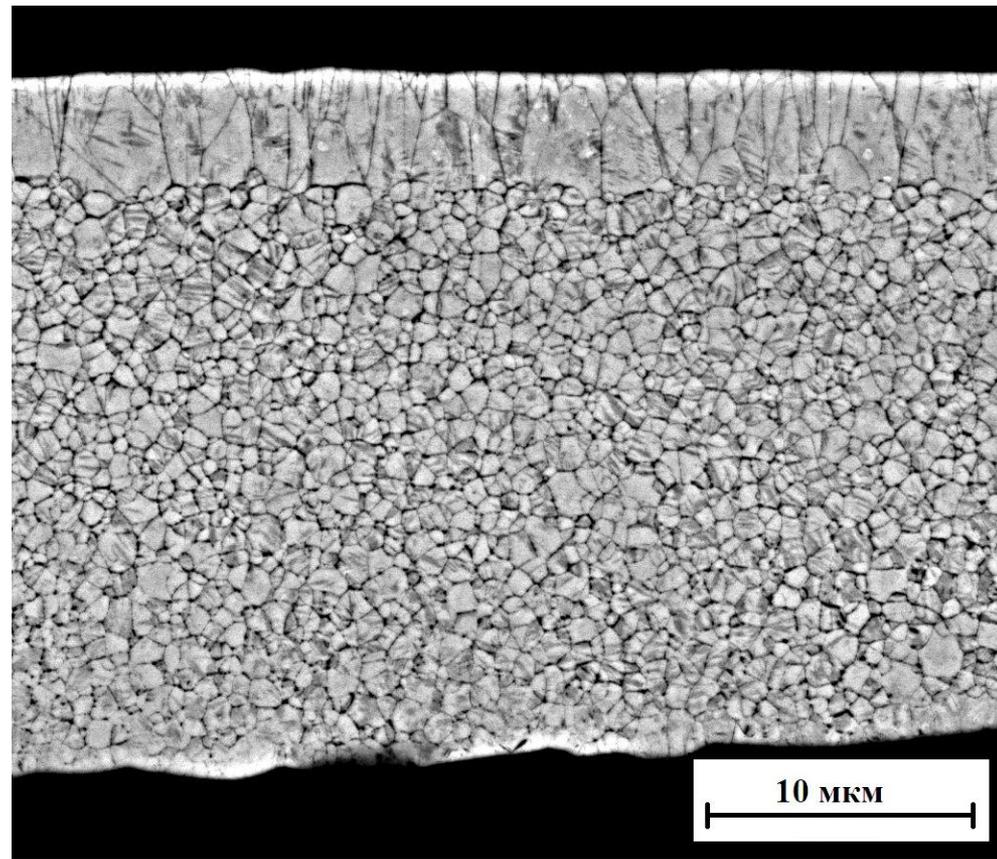
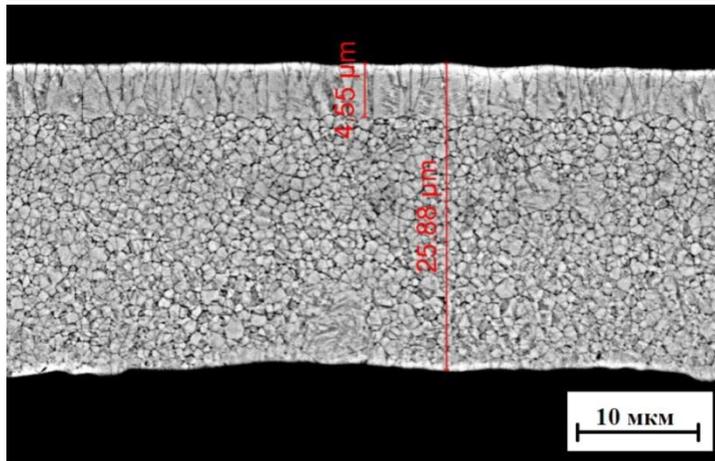
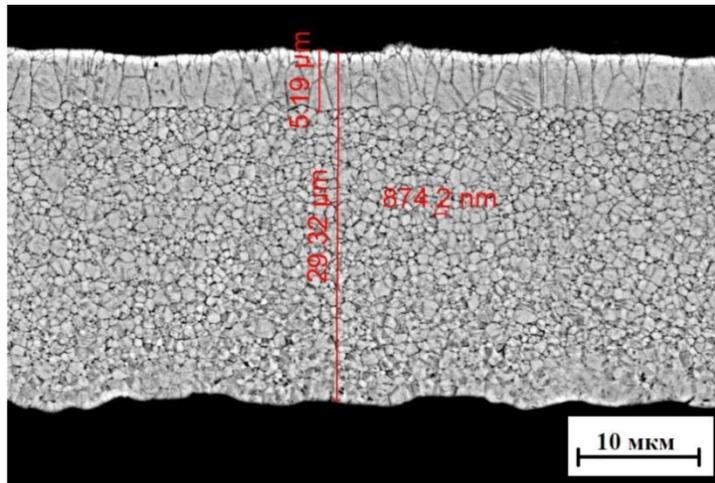
~ 5 с
1 с
100 мс
10 мс

Динамическая кристаллизация длительностью воздействия 1мс

Исходный ам.-крист. образец



Микроструктура поперечного сечения ленты сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ после электроимпульсной термообработки в течение ~ 5 с



Исх. обр.

1 мс

10 мс

100 мс

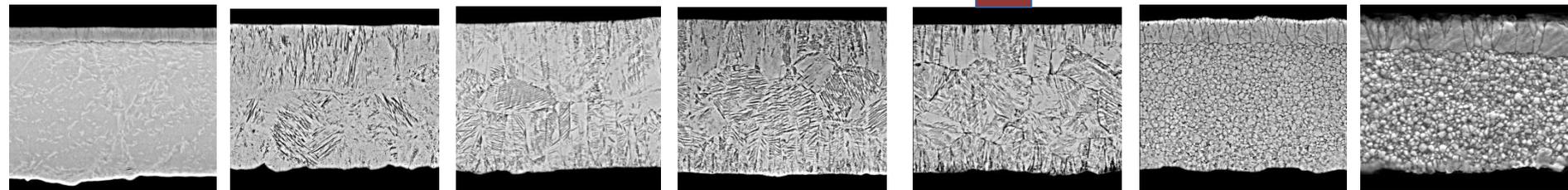
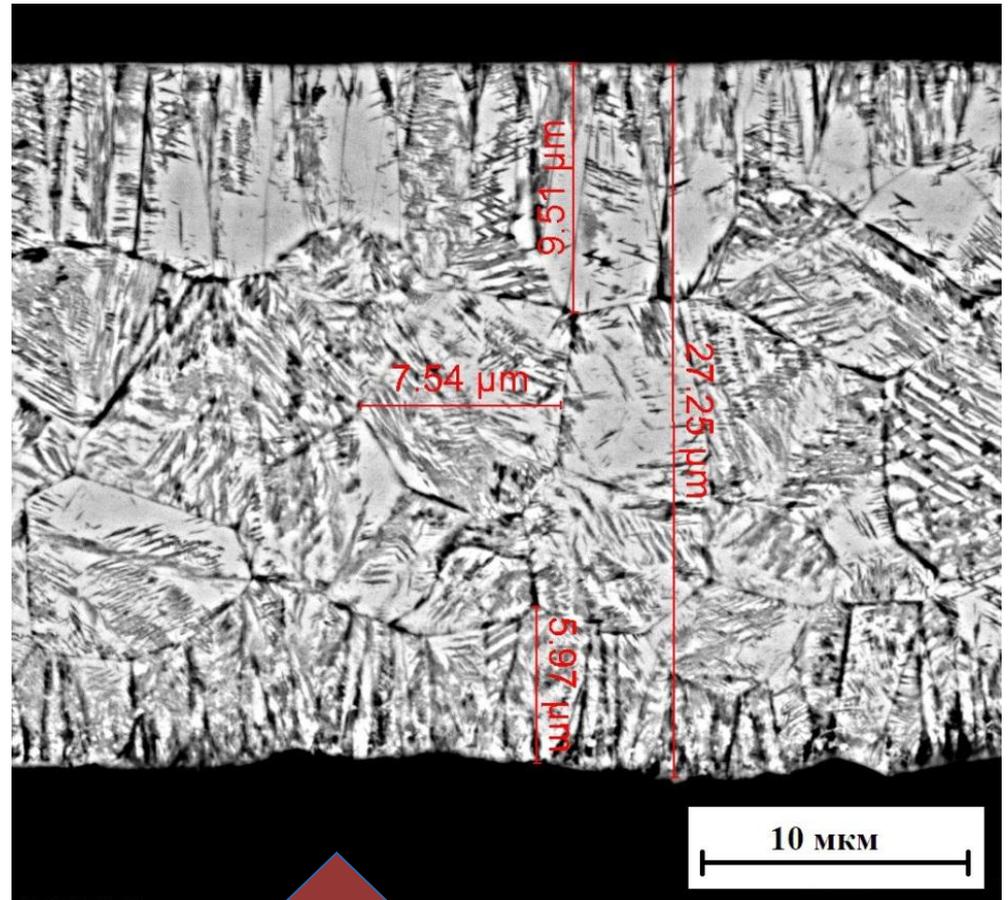
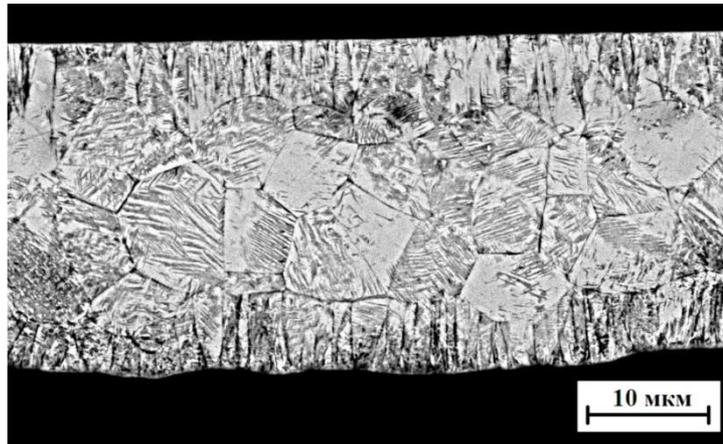
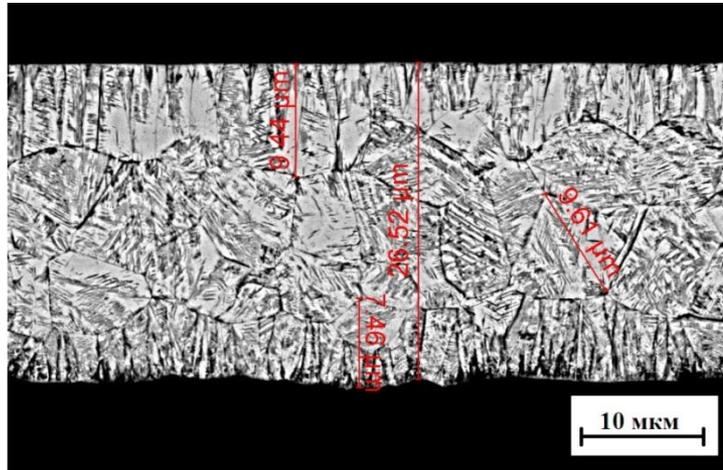
1 с

~ 5 с

300 с

13

Микроструктура поперечного сечения ленты сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ после электроимпульсной термообработки в течение 1 с



Исх. обр.

1 мс

10 мс

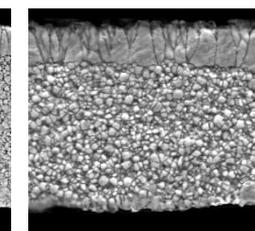
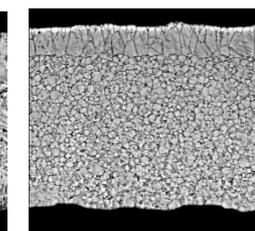
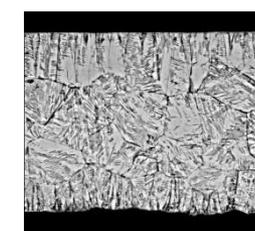
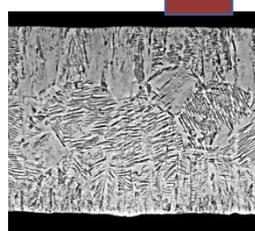
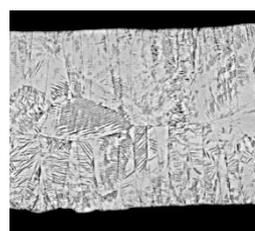
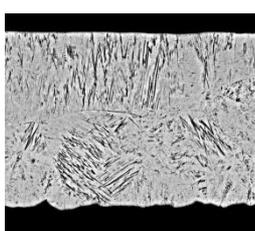
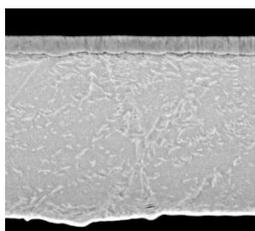
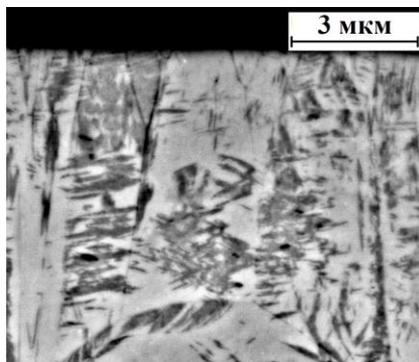
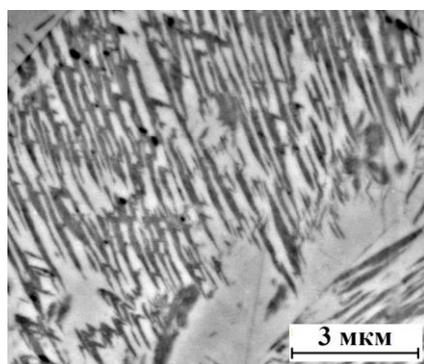
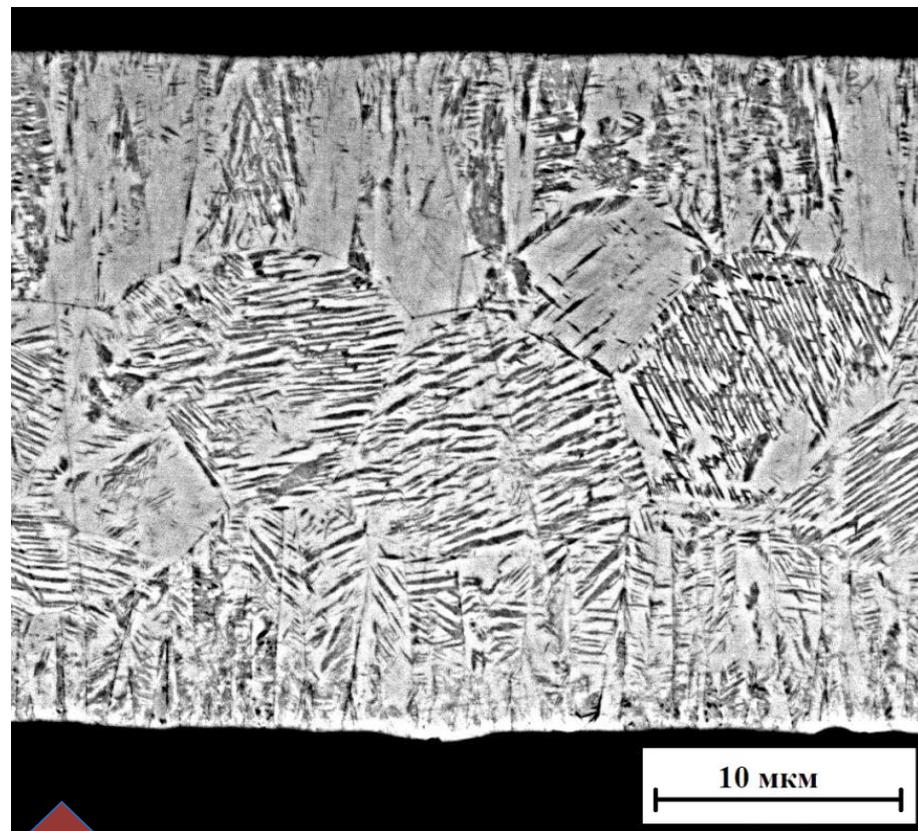
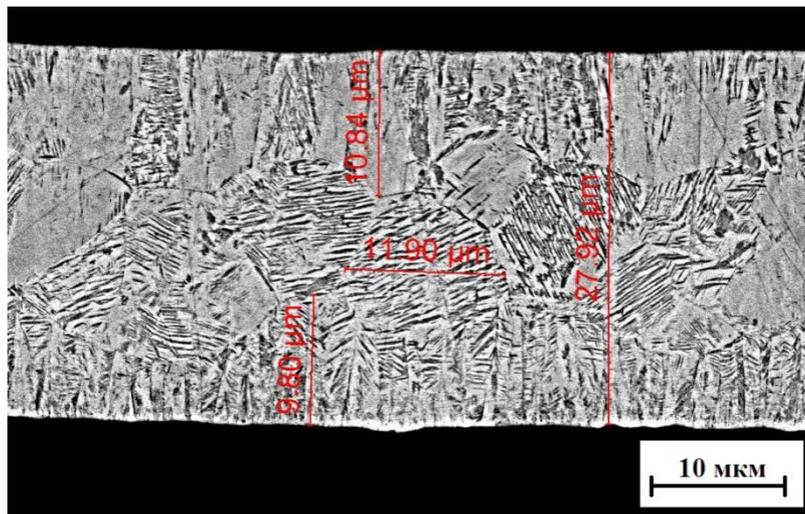
100 мс

1 с

~ 5 с

300 с

Микроструктура поперечного сечения ленты сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ после электроимпульсной термообработки в течение **100 мс**



Исх. обр.

1 мс

10 мс

100 мс

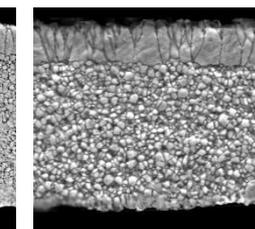
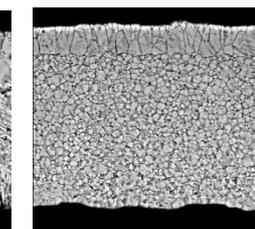
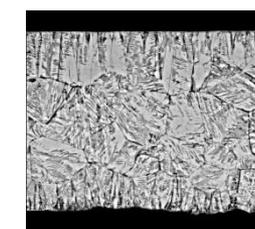
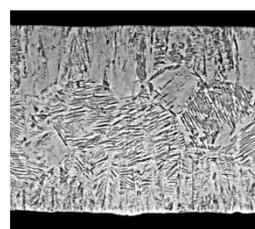
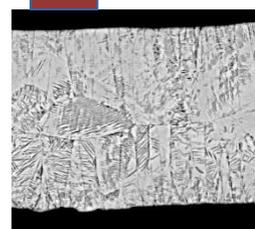
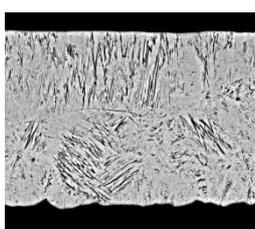
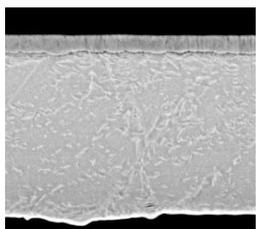
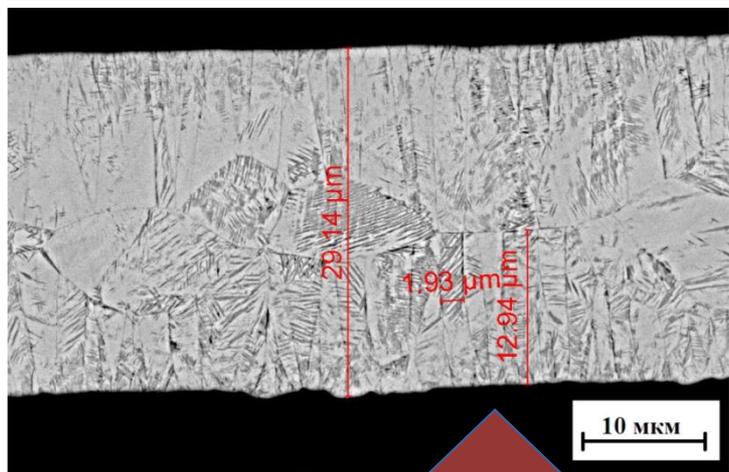
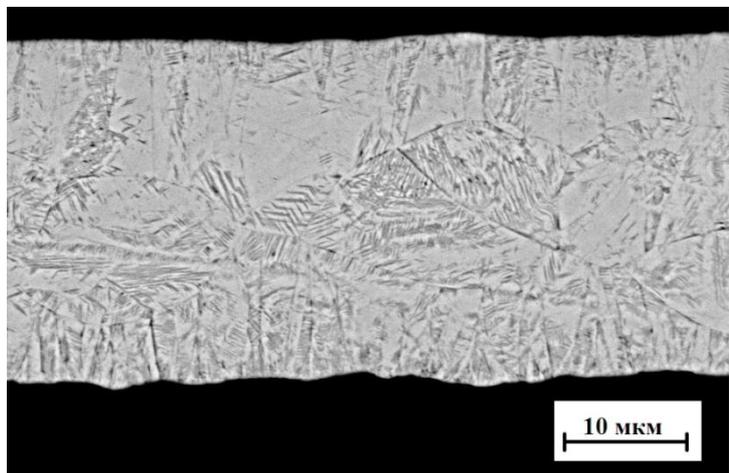
1 с

~ 5 с

300 с

15

Микроструктура поперечного сечения ленты сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ после электроимпульсной термообработки в течение **10 мс**



Исх. обр.

1 мс

10 мс

100 мс

1 с

~ 5 с

300 с 16

Спасибо за внимание!