



ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК

Сборник научных трудов
XVII Международной конференции студентов, аспирантов
и молодых ученых

РОССИЯ, ТОМСК, 21 – 24 апреля 2020 г.

Том 1. Физика

PROSPECTS OF FUNDAMENTAL SCIENCES DEVELOPMENT

Abstracts
XVII International Conference of Students
and Young Scientists

RUSSIA, TOMSK, April 21 – 24, 2020

Volume 1. Physics

**СОЗДАНИЕ МЕТОДОМ ДИФФУЗИОННОГО СПЕКАНИЯ ДВУМЕРНЫХ ПОРИСТЫХ
МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ НЕРАЗРУШАЮЩИХ
МЕТОДИК ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ**

Н.В. Артюхова, С.Г. Аникеев, М.И. Кафтаранова

Научный руководитель: к.ф.-м.н. С.Г. Аникеев

Национальный исследовательский Томский государственный университет

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050

E-mail: Artyukhova_nad@mail.ru

**CREATION OF DIFFUSION SINTERING OF 2D-POROUS TINI-BASED ALLOYS FOR
APPLICATION OF NON-DESTRUCTIVE METHODS OF STUDYING STRUCTURAL FEATURES**

N.V. Artyukhova, S.G. Anikeev, M.I. Kaftaranova

Scientific Supervisor: PhD S.G. Anikeev

Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050

E-mail: Artyukhova_nad@mail.ru

Abstract. *The surface structure of the obtained materials by diffusion sintering of calcium hydride-calcium powder TiNi can be described as a combination of TiNi phases and particles of a secondary phase enriched in titanium Ti₂Ni or Ti₄Ni₂ (O, N, C). High-temperature sintering leads to the homogenization of the powder alloy based on titanium nickelide. In order to determine the chemical composition of the material, the alloy surface was studied by energy dispersive microanalysis (EDS). The presence of oxygen and carbon atoms in the composition of the material in the TiNi and Ti₂Ni phases was confirmed. Many individual TiNi powder particles that adhered to the surface of the monolithic plate constitute the structure of the obtained sample. The maximum profile height Rz is 322 μm, which corresponds to the geometric dimensions of the particles, with a surface roughness index of Ra = 87 μm. An increase in the sintering temperature leads to the formation of a larger amount of the liquid phase during high-temperature aging, which causes a decrease in the coefficient Ra = 64 μm due to the smoothing of the surface of TiNi powder particles and the convergence of their centers. Varying the temperature-time regimes of diffusion sintering can make it possible to obtain a material with an increased roughness index Ra when using a TiNi powder alloy. The high value of the latter can positively affect the adhesive properties of the implantation material, which has a developed surface.*

Введение. Пористые материалы на основе сплава никелида титана (TiNi) имеют развитую трехмерную структуру порового пространства, что затрудняет и ограничивает возможность исследования состояния поверхности стенок пор его внутреннего объема. В связи с этим существует неразрешенная проблема применения неразрушающих методов исследования состояния поверхности пористого материала, одним из которых является оптическая профилометрия. Так как поверхность пористого материала с первых этапов взаимодействия с организмом определяет кинетику интеграции имплантата, знание о ее тонкой структуре имеет особое значение. Таким образом, выбранное направление исследования является актуальной темой, особенно в перспективе практического использования пористых сплавов на основе TiNi в имплантологии.

Как правило, чтобы получить доступ к развитой внутренней структуре пористого материала необходимо провести предварительное поперечное разрушение пористого образца. Поля напряжений и трещины могут исказить структуру поверхности стенок пор, а объемная развитая структура пористого материала не всегда позволяет провести исследование. Чтобы решить данную проблему, поставлена задача получения двумерных пористых образцов с аналогичной структурой пористому телу сплава TiNi. Для этого на монокристаллические пластины TiNi помещался гидридно-кальциевый порошок TiNi и проводилось спекание в аналогичных условиях получения пористых сплавов TiNi. Благодаря этому стало возможным создание идентичной структуры пористого тела, полученного диффузионным спеканием. Данный подход будет эффективен при изучении морфологии поверхности материала методами растровой, просвечивающей, атомно-силовой микроскопии, профилометрии без предварительных процедур пробоподготовки, которые потенциально могут исказить результаты исследования. Исходя из вышесказанного цель исследования состоит в разработке метода получения экспериментальных двумерных образцов порошкового сплава TiNi, полученных методом диффузионного спекания, и изучении состояния поверхности полученного материала.

Экспериментальная часть. Объектом исследования стали двумерные пористые образцы сплава никелида титана, полученные методом диффузионного спекания порошка TiNi марки ПВ–Н55Т45 на монокристаллической пластине TiNi. Порошок помещали на пластину и равномерно распределяли по ее поверхности таким образом, чтобы не допустить появления несплошности слоя. Толщина порошкового слоя составляла около 300–350 мкм, что соответствует размерам 1–2 частиц порошка TiNi. Предварительно порошок TiNi просушивали в сушильном шкафу при температуре 150 °С в течение 2 ч. Средний размер частиц согласно паспорту качества составил 140 мкм при фракции 0–200 мкм. Монокристаллические пластины получены путем прокатки на двухвалковом прокатном стане из сплава никелида титана. Подготовлены заготовки размером 20×20 мм при толщине пластин 1,5–2 мм. Для очистки поверхность пластин обрабатывали шлифовальной бумагой с показателем зернистости P600.

Методом однократного диффузионного спекания получены образцы при температуре в интервале 1240–1260 °С и времени спекания 15 мин. Состояние поверхности получаемых образцов должно соответствовать пористым спеченным образцам, поэтому выбран данный температурно-временной режим. Чтобы получить поверхность материала с минимальным содержанием частиц вторичных фаз, спекание проводили в молибденовой форме, которые имели форму параллелепипеда с размерами 25*25*5 мм и состояли из верхней и нижней частей. В нижнюю часть помещалась пластина с порошком, сверху устанавливалась вторая часть молибденовой формы. Спекание молибденовой формы с образцом внутри проводилось в кварцевой капсуле при давлении в камере $6,65 \cdot 10^{-4}$ Па со средней скоростью нагрева 10 °С/мин. Предложенная схема спекания позволила избавиться от поверхностных слоев, обогащенных углеродом с минимальным содержанием частиц вторичной фазы Ti₂Ni.

Результаты. Структура поверхности полученных материалов методом диффузионного спекания гидридно-кальциевого порошка TiNi может быть описана как совокупность фаз TiNi и частиц вторичной фазы, обогащенной титаном Ti₂Ni или Ti₄Ni₂(O,N,C). Высокотемпературный режим спекания приводит к гомогенизации порошкового сплава на основе никелида титана. Рентгеноструктурный анализ подтвердил наличие аустенитной фазы TiNi (B2) ($a=b=c=3.0057 \text{ \AA}$) в количестве 72,5 %, Ti₃Ni₄ ($a=b=11.1400 \text{ \AA}$, $c=5.0686 \text{ \AA}$) – 16,3 %, Ti₂Ni ($a=b=c=11.2850 \text{ \AA}$) – 11,2 %, к последнему классу частиц вторичных фазы

можно отнести и $Ti_4Ni_2(O,N,C)$. Полученный результат объясняется структурой исходных порошковых материалов, которые имеют в своем составе интерметаллидное соединение $TiNi$ в двухфазном состоянии – $B2$ (аустенит) и $B19'$ (мартенсит), и фазы, обогащенные по титану Ti_2Ni , а также следы обогащенных никелем фаз – $TiNi_3$ и метастабильные фазы Ti_3Ni_4 . Частицы фаз Ti_2Ni или $Ti_4Ni_2(O,N,C)$ входят в структуру материала из исходных порошков и дополнительно формируются в процессе спекания.

С целью определения химического состава материала поверхность сплава была исследована методом энергодисперсионного микроанализа (EDS). Подтверждено наличие атомов кислорода и углерода в составе материала в фазах $TiNi$ и Ti_2Ni . Состав исследован в трех типичных местах: I – соединение $TiNi$ ($B2$), II – частица вторичной фазы на основе Ti_2Ni , III – частица вторичной фазы на основе Ti_2Ni с повышенным содержанием углерода. В структуре соединения $TiNi$ (I) обнаружено содержание углерода и кислорода, что может быть объяснено формированием поверхностного слоя с участием легких элементов. Особый интерес представляют светлые частицы на поверхности фаз, обогащенных титаном (III), в структуре которых отмечается максимальное содержание углерода. Возможно, их формирование происходит под действием углерода, который может содержаться в исходных компонентах порошка.

Множество отдельных частиц порошка $TiNi$, которые припеклись к поверхности монолитной пластины, составляют структуру полученного образца. В некоторых местах на трехмерной профилограмме поверхности, отмеченные черным цветом, соответствуют плоскости монолитной пластины, на которой происходило спекание порошка $TiNi$. Высота напекаемого слоя соответствует одиночным или парным частицам порошка $TiNi$. Частицы порошка имеют губчатую и компактную морфологию с неправильной формой в виде деформированного эллипсоида с плоскими вершинами от 100 до 200 мкм и толщиной частицы около 40–100 мкм. Форма частиц является результатом деформирования в процессе измельчения после гидридно-кальциевого восстановления. Максимальная высота профиля R_z составляет величину 322 мкм, что соотносится с геометрическими размерами частиц, при показателе шероховатости поверхности $R_a=87$ мкм. Повышение температуры спекания приводит к образованию большего количества жидкой фазы в процессе высокотемпературной выдержки, что вызывает уменьшение значения коэффициента $R_a=64$ мкм за счет сглаживания поверхности частиц порошка $TiNi$ и сближения их центров. Варьирование температурно-временных режимов диффузионного спекания может позволить получить материал с повышенным показателем шероховатости R_a при использовании порошкового сплава $TiNi$. Высокое значение последнего может позитивно сказываться на адгезивных свойствах имплантационного материала, который имеет развитую поверхность.

Работа выполнена при поддержке гранта Российского научного фонда (проект 19-79-10045). Электронно-микроскопические исследования проведены на оборудовании Красноярского регионального центра коллективного пользования ФИЦ КНЦ СО РАН.