

Научная статья

1.3.8. Физика конденсированного состояния (физико-математические науки)

УДК 539.12.043

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2022.03.003

**ВЛИЯНИЕ ГАММА-ОБЛУЧЕНИЯ МЕХАНОКОМПОЗИТОВ Ti+Al НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ЭКСТРЕМАЛЬНОМ ТЕРМИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ В ПРОТОЧНОМ РЕАКТОРЕ**

**Марина Владимировна Логинова<sup>1†</sup>, Алексей Викторович Собачкин<sup>2</sup>,  
Александр Андреевич Ситников<sup>3</sup>, Владимир Иванович Яковлев<sup>4</sup>,  
Валерий Юрьевич Филимонов<sup>5</sup>, Андрей Юрьевич Мясников<sup>6</sup>,  
Александр Васильевич Градобоев<sup>7</sup>**

<sup>1, 2, 3, 4, 5, 6</sup> Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова, пр. Ленина, 46, 656038, Барнаул, Россия

<sup>6</sup> Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, ул. Кутателадзе, 18, 630128, Новосибирск, Россия

<sup>7</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет, пр. Ленина, 30, 634050, Томск, Россия

<sup>1</sup> logi\_m@mail.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0001-6518-3598>

<sup>2</sup> sobalvi@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9159-1122>

<sup>3</sup> sitalan@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4023-0869>

<sup>4</sup> yak1961@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5635-5981>

<sup>5</sup> vyfilimonov@rambler.ru, <https://orcid.org/0000-0003-0229-7058>

<sup>6</sup> myasnikov-andre@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3289-9087>

<sup>7</sup> gradoboev1@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2803-5972>

**Аннотация.** Проведен анализ экспериментальных данных, полученных при экстремальном термическом воздействии в проточном реакторе импульсного действия механокомпози́тов состава Al + Ti без  $\gamma$ -облучения и  $\gamma$ -облученных механоактивированных прекурсоров разного гранулометрического состава. Для получения прекурсоров проводили механическую активацию порошковой смеси в планетарной шаровой мельнице «Активатор-2SL» с энергонапряженностью 50 г и временем активации 7 минут. Облучение механокомпози́тов  $\gamma$ -квантами осуществляли на стационарной установке «Исследователь» (изотоп  $^{60}\text{Co}$ ) с накопленной дозой  $D\gamma = 5,5 \cdot 10^4$  Гр. Далее были проведены экспериментальные исследования по ударно-волновому синтезу подготовленных прекурсоров. Экспериментальные исследования по экстремальному термическому воздействию на полученные прекурсоры проводили на разработанном в лаборатории ПНИЛ СВС им. В.В. Евстигнеева АлтГТУ (Россия, г. Барнаул) экспериментально-диагностическом комплексе, включающем в себя проточный реактор импульсного действия и устройство для улавливания продуктов реакции. Выявлено, что предварительное воздействие  $\gamma$ -облучения с дозой  $5,5 \cdot 10^4$  Гр на механоактивированные прекурсоры практически не влияет на качественный фазовый состав продуктов реакции, полученных при ударно-волновом воздействии в проточном реакторе импульсного действия. Продукты реакции содержат аморфизированный Al, недореагировавший Ti, интерметаллические соединения TiAl, TiAl<sub>3</sub> и Ti<sub>3</sub>Al, а также зародыши метастабильных фаз или твердых растворов на основе Ti, находящихся в неравновесном слабоупорядоченном состоянии. Влияние на количественное содержание фаз в конечных продуктах оказывает дополнительное воздействие  $\gamma$ -облучения на прекурсоры Ti + Al и варьирование их гранулометрическим составом.

**Ключевые слова:** порошковая смесь, механоактивация, гамма-облучение, прекурсоры, механокомпози́ты, проточный реактор, ударно-волновой синтез, экстремальное термическое воздействие, рентгеновская дифрактометрия, фазовый состав, аморфное состояние.

**Благодарности:** Работа поддержана Министерством науки и высшего образования Российской Федерации (FZMM-2020-0002).

**Для цитирования:** Логинова М.В., Собачкин А.В., Ситников А.А., Яковлев В.И., Филимонов В.Ю., Мясников А.Ю., Градобоев А.В. Влияние гамма-облучения механокомпози́тов Ti+Al на фазовый состав материалов при экстремальном термическом воздействии в проточном реакторе // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. 2022. Т. 19, № 3. С. 304–314. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2022.03.003.

Original article

## EFFECT OF GAMMA-IRRADIATION OF Ti+Al MECHANOCOMPOSITES ON THE PHASE COMPOSITION OF MATERIALS UNDER EXTREME THERMAL EXPOSURE IN A FLOW REACTOR

Marina V. Loginova<sup>1†</sup>, Alexey V. Sobachkin<sup>2</sup>, Alexander A. Sitnikov<sup>3</sup>, Vladimir I. Yakovlev<sup>4</sup>, Valeriy Yu. Filimonov<sup>5</sup>, Andrey Yu. Myasnikov<sup>6</sup>, Alexander V. Gradoboev<sup>7</sup>

<sup>1, 2, 3, 4, 5, 6</sup> I.I. Polzunov Altai State Technical University, Lenin Pr., 46, Barnaul, 656038, Russia

<sup>6</sup> Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry SB RAS, Kutateladze Str., 18, Novosibirsk, 630128, Russia

<sup>7</sup> National Research Tomsk Polytechnic University, pr. Lenina, 30, Tomsk, 634050, Russia

<sup>1</sup> logi\_m@mail.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0001-6518-3598>

<sup>2</sup> sobalvi@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9159-1122>

<sup>3</sup> sitalan@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4023-0869>

<sup>4</sup> yak1961@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5635-5981>

<sup>5</sup> vyfilimonov@rambler.ru, <https://orcid.org/0000-0003-0229-7058>

<sup>6</sup> myasnikov-andre@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3289-9087>

<sup>7</sup> gradoboev1@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2803-5972>

**Abstract.** The analysis of experimental data obtained under extreme thermal exposure in a pulsed flow reactor of mechanocomposites of the composition Al + Ti without gamma irradiation and gamma-irradiated mechanoactivated precursors of different granulometric composition is carried out. To obtain precursors, the powder mixture was mechanically activated in a planetary ball mill «Activator-2SL» with an energy milling of 50 g and an activation time of 7 minutes. Irradiation of mechanocomposites with  $\gamma$ -quanta was carried out on a stationary installation «Researcher» (isotope  $^{60}\text{Co}$ ) with an accumulated dose of  $Dy = 5.5 \cdot 10^4$  Gy. Further, experimental studies were carried out on the shock-wave synthesis of prepared precursors. Experimental studies on extreme thermal effects on the obtained precursors were carried out on an experimental diagnostic complex developed in the laboratory of the Evstigneev PNIL SHS AltSTU (Barnaul, Russia), which includes a pulsed flow reactor and a device for capturing reaction products. It was revealed that the preliminary effect of gamma-irradiation with a dose of  $5.5 \cdot 10^4$  Gy on mechanically activated precursors practically does not affect the qualitative phase composition of the reaction products obtained by shock-wave action in a pulsed flow reactor. The reaction products contain amorphized Al, under-reacted Ti, the intermetallic compounds TiAl, TiAl<sub>3</sub> and Ti<sub>3</sub>Al, as well as the nuclei of metastable phases or Ti-based solid solutions in a nonequilibrium weakly ordered state. The effect on the quantitative content of phases in the final products has an additional effect of gamma-irradiation on the precursors of Ti + Al and the variation of their granulometric composition.

**Keywords:** powder mixture, mechanical activation, gamma-irradiation, precursors, mechanocomposites, flow reactor, shock wave synthesis, extreme thermal exposure, X-ray diffractometry, phase composition, amorphous state.

**Acknowledgments:** The study was supported by Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (FZMM-2020-0002).

**For citation:** Loginova, M. V., Sobachkin, A. V., Sitnikov, A. A., Yakovlev, V. I., Filimonov, V. Yu., Myasnikov, A. Yu. & Gradoboev, A. V. Effect of gamma-irradiation of Ti+Al mechanocomposites on the phase composition of materials under extreme thermal exposure in a flow reactor. (2022). *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 3(19), 304–314. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2022.03.003.

### Введение

Получение новых перспективных композиционных материалов, обладающих особыми составом и свойствами, является важной задачей современного материаловедения. Особый интерес вызывают получение и исследование сплавов и порошковых материалов, имеющих аморфную или нанокристаллическую состав-

ляющие и обладающих необычной структурой и уникальными свойствами [1-3].

Для получения аморфной структуры обычно используют сверхскоростное охлаждение жидких металлов и сплавов, при котором процессы кристаллизации соединений и твердых растворов, реализующиеся при сравнительно медленном охлаждении, подавляются [4]. Наиболее распространенными способы получения

аморфных материалов являются методы закалки из жидкого состояния [5] и из газовой фазы (ионно-плазменное распыление, термическое испарение) [6], электролитическое и химическое осаждение [7]. В зависимости от методов закалки скорости охлаждения варьируются от  $10^2$  до  $10^4$  К/с. Следует отметить, что в указанных технологиях химическая реакция между компонентами не осуществляется, система находится в гомогенном состоянии. Если использовать гетерогенные системы при нагреве до высоких температур и сверхвысокие скорости закалки (более  $10^4$  К/с), то в конечных продуктах могут формироваться сложные неравновесные структуры, содержащие аморфную и кристаллическую составляющие, с различной степенью кристалличности. Для реализации этого процесса за основу был взят метод детонационно-газового напыления (ДГН), где осуществляются экстремальные условия переноса и нагрева порошковых материалов [8-12]. Скорости частиц при ДГН достигают 300-400 м/с, а температуры газовой струи – более 2000 °С [13, 14]. При этом скорости нагрева частиц в детонационной ударной трубе могут составлять  $10^4$ - $10^6$  К/с [15]. На основе этого была разработана и изготовлена установка для ударно-волнового детонационного нагрева порошка, включающая ударно-волновой генератор гетерофазного потока и регулируемую по длине порошковую ловушку с приемным устройством для порошка.

Как известно, в качестве прекурсоров для проведения высокотемпературного синтеза применяются порошковые смеси, предварительно подвергнутые механоактивационной обработке [16-20]. Полученные механокомпози́ты можно рассматривать в качестве элементарных реакторов, в объеме которых могут происходить экзотермические гетерогенные реакции [21, 22]. Однако, экстремальные условия проведения ударно-волнового синтеза требуют формирования прочных механокомпози́тов, в объеме которых будут созданы все предпосылки для реализации гетерогенной реакции. В работе [23] показано, что предварительное  $\gamma$ -облучение активированной порошковой смеси Ti + Al способствует формированию широких переходных зон между поверхностью частиц титана и алюминиевой матрицей, что, с одной стороны, способствует механическому сцеплению частиц с матрицей, с другой стороны, создает благоприятные условия для протекания реакции (активационный барьер реакции снижается за счет формирования зон пересы-

щенных твердых растворов). В работе [24] установлено, что предварительное воздействие  $\gamma$ -облучения на прекурсоры системы Ti+Al меняет динамику фазообразования и фазовый состав конечного продукта при проведении высокотемпературного синтеза.

Исходя из вышеизложенного, целью настоящей работы является исследование фазового состава продуктов реакции из механоактивированных и  $\gamma$ -облученных прекурсоров модельной системы Ti-Al при реализации экстремального термического воздействия в проточном реакторе импульсного ударно-волнового действия.

### Экспериментальная методика

Объектом исследования была порошковая смесь состава Ti + 36 % Al (мас. %). На первом этапе, для получения прекурсоров, проводилась механическая активация (МА) в планетарной шаровой мельнице «Активатор-2SL». Энергонапряженность составляла 50 г, время механоактивации – 7 минут [25].

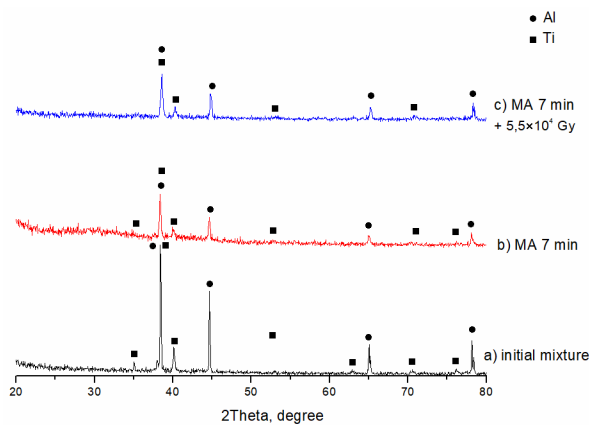
На втором этапе, для дополнительного воздействия на полученные прекурсоры, было произведено их облучение  $\gamma$ -квантами [26] на сертифицированной стационарной установке «Исследователь» (изотоп  $^{60}\text{Co}$ ) (НИИПП, г. Томск). Накопленная доза составляла  $5,5 \cdot 10^4$  Гр.

Далее были проведены экспериментальные исследования по ударно-волновому синтезу подготовленных прекурсоров. Эксперименты проводили на разработанном в лаборатории ПНИЛ СВС им. В.В. Евстигнеева АлтГТУ (Россия, г. Барнаул) экспериментально-диагностическом комплексе, включающем в себя проточный реактор импульсного действия и устройство для улавливания продуктов реакции. Детонационно-ударная труба проточного реактора состоит из нескольких секций: детонационная секция, секция низкого давления, отделенная от детонационной с помощью диафрагмы и устройство порошковой ловушки. В детонационную секцию одновременно подается горючая смесь (пропан-бутан) и порошковый материал. Затем производится поджигание электроискровым разрядом детонирующей смеси с находящимися в ней во взвешенном состоянии частичками порошкового материала. Далее частицы порошка попадают в секцию с низким давлением, где потокам аргона производится встречный обдув частиц. Через диффузор частицы попадают в ловушку, откуда затем происходит их отбор.

Фазовый анализ продуктов реакции проводился на дифрактометре ДРОН-6, с CuK $\alpha$ -излучением ( $\lambda=1,5418 \text{ \AA}$ ). Шаг сканирования составлял  $0,05^\circ$ , время экспозиции – 3 с. Обработка экспериментальных данных осуществлялась пакетом программ PDWin. Для идентификации дифракционных максимумов применялась картотека PDF-2 Международного центра дифракционных данных (ICDD).

### Результаты и обсуждения

Для уточнения фазового состава предварительно обработанных прекурсоров на рис.1 приведены характерные дифрактограммы порошковой смеси Ti + Al со временем МА 7 мин. и идентичных образцов после  $\gamma$ -облучения.



**Рис.1.** Дифрактограммы образцов, полученных из порошковой смеси Ti + Al:

а) исходная порошковая смесь; б) после МА 7 мин.; в) после МА 7 мин. +  $\gamma$ -облучения

**Fig.1.** Diffractograms of samples obtained from the Ti + Al powder mixture: a) the initial powder mixture; b) after MA 7 min.; c) after MA 7 min. + gamma-irradiation

По данным рентгеновской дифрактометрии фазовый состав порошковой смеси после механоактивации не отличается от исходного. На-

блюдается повышение диффузного фона и уменьшение значений интенсивностей дифракционных отражений обоих компонентов смеси. Уширение пиков качественно свидетельствует о наличии неравновесных дефектов в продуктах размола и уменьшении размеров кристаллитов.

После воздействия на образцы  $\gamma$ -облучения на дифрактограммах наблюдается незначительное увеличение интенсивностей дифракционных отражений основных пиков и уменьшение диффузного фона, что может свидетельствовать о повышении кристалличности структуры компонентов под действием  $\gamma$ -облучения [27].

В табл.1, 2 приведены структурные параметры элементарных ячеек компонентов, рассчитанные по дифракционным данным на различных этапах эксперимента.

Эталон Ti для расчета брался по (44-1294) ICDD Grant-in-Aid, Sailer, R., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA., 1993 (База данных порошковой дифрактометрии PDWin 3.0). Эталон Al для расчета брался по (4-787) Natl.Bur.Stand.(U.S.),Circ.539, Swanson, Tatge., I, 11, 1953 (База данных порошковой дифрактометрии PDWin 3.0).

Объем ячейки титана после механоактивации возрастает, последующее  $\gamma$ -облучение способствует понижению значений объема на  $0,03 \text{ \AA}$ . Для Al в механоактивированных образцах объем ячейки увеличивается на  $0,04 \text{ \AA}$ , после воздействия на них  $\gamma$ -облучения объем увеличивается на  $0,01 \text{ \AA}$ .

Из проведенных экспериментов следует, что на всех этапах высокоэнергетических воздействий на образцы изменение параметров структур компонентов носит несистематичный характер. Изменения фазового состава не наблюдается, дополнительных соединений не выявлено.

**Таблица 1.** Структурные параметры Ti в порошковой смеси на различных этапах эксперимента

**Table 1.** Structural parameters of Ti in a powder mixture at various stages of the experiment

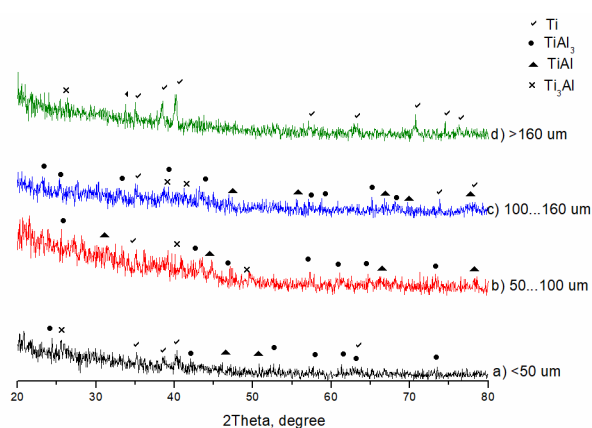
| Параметры ячейки  | Структурные параметры Ti |          |                            |                          |
|-------------------|--------------------------|----------|----------------------------|--------------------------|
|                   | исходный порошок         | после МА | после МА и гамма-облучения | Эталон Ti Sys: Hexagonal |
| a, $\text{\AA}$   | 2.95                     | 2.95     | 2.94                       | 2.95                     |
| c, $\text{\AA}$   | 4.68                     | 4.68     | 4.67                       | 4.68                     |
| V, $\text{\AA}^3$ | 35.33                    | 35.35    | 35.30                      | 35.30                    |

**Таблица 2.** Структурные параметры Al в порошковой смеси на различных этапах эксперимента**Table 2.** Structural parameters of Al in a powder mixture at various stages of the experiment

| Параметры ячейки  | Структурные параметры Al |          |                            |                      |
|-------------------|--------------------------|----------|----------------------------|----------------------|
|                   | исходный порошок         | после МА | после МА и гамма-облучения | Эталон Al Sys: Cubic |
| a, Å              | 4.05                     | 4.04     | 4.04                       | 4.05                 |
| V, Å <sup>3</sup> | 66.60                    | 66.64    | 66.65                      | 66.60                |

На следующем этапе были проведены экспериментальные исследования в высокотемпературной газовой струе проточного реактора по экстремальному термическому воздействию на подготовленные прекурсоры состава Ti-Al. Партии необлученных и  $\gamma$ -облученных механокомпозигов были разделены на фракции: <50 мкм, 50-100 мкм, 100-160 мкм и >160 мкм. Затем был проведен ударно-волновой синтез в проточном реакторе. Синтез был проведен в идентичных условиях для каждой партии.

На рис.2 представлены дифрактограммы синтезированных продуктов полученных из необлученных прекурсоров.



**Рис.2.** Дифрактограммы продуктов реакции, полученных в проточном реакторе импульсного действия из механоактивированной порошковой смеси Ti + Al фракции: а) <50 мкм, б) 50-100 мкм, в) 100-160 мкм, г) >160 мкм

**Fig.2.** Diffractograms of reaction products obtained in a flow reactor of pulse action from a mechanoactivated powder mixture of Ti + Al fraction: а) <50 microns, б) 50-100 microns, в) 100-160 microns, г) >160 microns

При использовании самой мелкой фракции (менее 50 мкм) необлученных механокомпозигов на дифрактограммах на малых углах наблюдается диффузное гало с  $I_{\max}=20$  усл. ед. Отсутствие пиков Al свидетельствует о его расплавленном состоянии. В обоих случаях фиксируются уширенные с малой интенсивно-

стью пики интерметаллических соединений TiAl, TiAl<sub>3</sub> и Ti<sub>3</sub>Al, находящихся в разупорядоченном состоянии, и недореагировавший Ti.

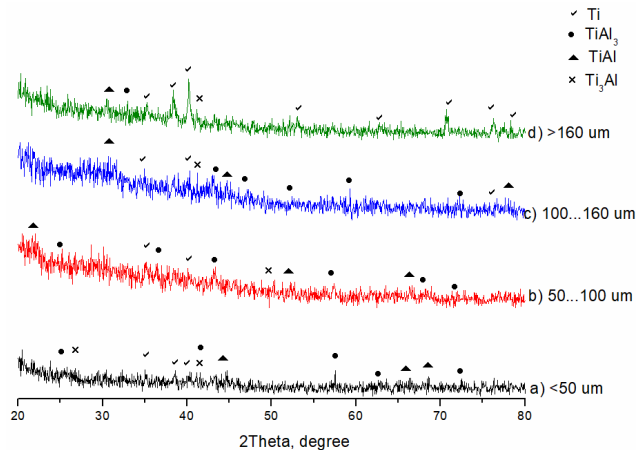
При ударно-волновом синтезе механокомпозигов фракций 50-100 мкм и 100-160 мкм на обеих дифрактограммах (рис.2б,в) наблюдается диффузное гало: для фракции 50-100 мкм его интенсивность  $I_{\max}=47$  усл.ед., а при увеличении фракции до 100-160 мкм –  $I_{\max}=27$  усл.ед. Фиксируемые отражения в обоих случаях соответствуют интерметаллическим соединениям TiAl, TiAl<sub>3</sub> и Ti<sub>3</sub>Al. Также присутствует недореагировавший Ti. Указанные соединения находятся в неравновесном состоянии, о чем качественно свидетельствуют уширенные пики с низкой интенсивностью.

При ударно-волновом нагреве механокомпозигов 7 мин. МА самой крупной фракции (>160 мкм) на фоне диффузного гало наблюдаются уширенные ассиметричные пики непрореагировавшего Ti. Идентифицируются одиночные уширенные пики Ti<sub>3</sub>Al и метастабильной фазы Ti<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>, интенсивность которых находится практически на уровне фона. Вероятно, при ударно-волновом нагреве более крупных механокомпозигов, частицы Ti не успевают полностью расплавиться за счет малого временного интервала нахождения частиц в реакторе. Сверхбыстрое охлаждение способствует подавлению химических реакций и реализации синтеза, в результате, конечный продукт имеет аморфную составляющую, остаточный Ti и зародыши интерметаллических соединений.

На рис.3 представлены дифрактограммы синтезированных продуктов полученных из  $\gamma$ -облученных прекурсоров.

При использовании самой мелкой фракции (<50 мкм)  $\gamma$ -облученных механокомпозигов на дифрактограммах на малых углах наблюдается диффузное гало с  $I_{\max}=20$  усл. ед. Также фиксируются уширенные с малой интенсивностью пики интерметаллических соединений TiAl, TiAl<sub>3</sub> и Ti<sub>3</sub>Al, находящиеся в разупорядоченном состоянии и недореагировавший Ti. Основной фазой является TiAl<sub>3</sub>.

При ударно-волновом синтезе  $\gamma$ -облученных прекурсоров фракции 50-100 мкм на дифрактограммах наблюдается диффузное гало с  $I_{\max}=40$  усл. ед. Фиксируемые отражения соответствуют интерметаллическим соединениям TiAl, TiAl<sub>3</sub> и Ti<sub>3</sub>Al. Преобладает TiAl<sub>3</sub>. Также присутствует недореагировавший Ti. Указанные соединения, как и в остальных случаях, находятся в неравновесном состоянии, о чем качественно свидетельствуют уширенные пики с низкой интенсивностью.



**Рис.3.** Дифрактограммы продуктов реакции, полученных в проточном реакторе импульсного действия из механоактивированной облученной смеси Ti + Al фракции: а) <math><50\ \mu\text{m}</math>, б) 50-100

**Fig.3.** Diffractograms of reaction products obtained in a flow reactor of pulse action from a mechanically activated irradiated mixture of Ti + Al fraction: а) <math><50\ \mu\text{m}</math>, б) 50-100

При применении  $\gamma$ -облученных механокомпозитов фракции 100-160 мкм дифракционная картина схожа с предыдущей фракцией. Наблюдается рентгеноаморфное гало с  $I_{\max}=40$  усл. ед. Фиксируются основные интерметаллические соединения TiAl, TiAl<sub>3</sub> и Ti<sub>3</sub>Al, с преобладанием TiAl<sub>3</sub>. Также присутствует недогоревший Ti.

При ударно-волновом нагреве  $\gamma$ -облученных прекурсоров фракции >160 мкм на фоне диффузного гало ( $I_{\max}=36$  усл. ед.) наблюдаются уширенные ассиметричные пики непрореагировавшего Ti. Идентифицируются одиночные пики TiAl, TiAl<sub>3</sub> и Ti<sub>3</sub>Al. Интенсивность уширенных пиков всех соединений находится практически на уровне фона. Как и в предыдущем случае (без  $\gamma$ -облучения), в крупных механокомпозиатах за счет созданных условий в реакторе (сверхбыстрый нагрев и сверх-

быстрое охлаждение) частицы Ti не успевают полностью расплавиться. Поэтому в конечном продукте, наряду с аморфной составляющей и одиночных отражений интерметаллических соединений, присутствует большое количество пиков непрореагировавшего Ti.

Следует отметить, что после  $\gamma$ -облучения синтезированный продукт мелкой фракции содержит большее количество интерметаллидов по сравнению с необлученным. Вероятно, это связано с тем, что предварительное  $\gamma$ -облучение формирует более прочные механокомпозиаты с наличием широких переходных областей между компонентами смеси (алюминиевой матрицей и поверхностью частиц титана). Переходные зоны, содержащие пересыщенные твердые растворы, создают благоприятные условия для более активного протекания реакции и ускоряют начало образования соединений [23, 24].

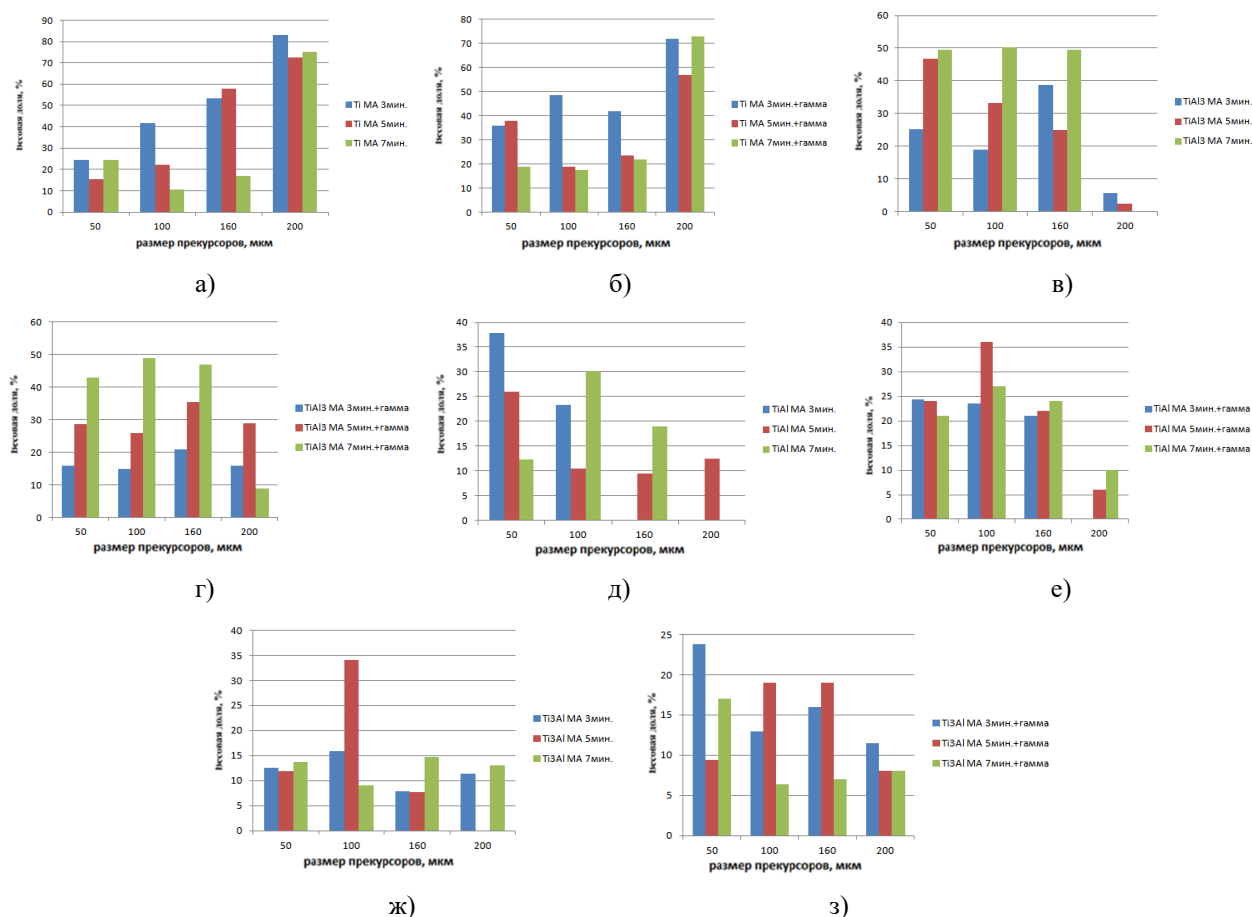
На рис.4 представлены диаграммы относительного содержания сформировавшихся при ударно-волновом воздействии в проточном реакторе основных интерметаллических соединений, а также остаточного Ti в продуктах реакции для необлученных и  $\gamma$ -облученных прекурсоров Ti+Al с разными гранулометрическими составами.

В обоих случаях при ударно-волновом синтезе наименьшее содержание остаточного Ti в продуктах реакции фиксируется на фракции 50-100 мкм. Для необлученных механокомпозитов остаточный Ti при этих условиях составляет около 10 %, а для  $\gamma$ -облученных – порядка 17 %. Самое большое содержание непрореагировавшего Ti (от 60 % до 80 %) наблюдается в обоих случаях для самых крупных фракций >160 мкм.

Наибольшее содержание сформировавшегося TiAl<sub>3</sub> (до 50 %) у необлученных и  $\gamma$ -облученных прекурсоров фиксируется на всех фракциях, кроме самой крупной (>160 мкм).

Для необлученных образцов максимальное содержание TiAl (около 30 %) выявлено на фракции 100 мкм. На самой крупной фракции формирование TiAl не обнаружено. В случае использования облученных прекурсоров содержание TiAl (более 20 %) наблюдается на всех фракциях, кроме самой крупной. Там оно составляет не более 10 %.

Для необлученных прекурсоров на всех фракциях содержание Ti<sub>3</sub>Al не превышает 15 %. Для облученных механокомпозитов максимальное содержание Ti<sub>3</sub>Al (более 15 %) зафиксировано на самой мелкой фракции (<50 мкм), в остальных случаях – не выше 7-8 %.



**Рис.4.** Относительное содержание в продуктах реакции разных гранулометрических составов Ti+Al: а) остаточного Ti для необлученных прекурсоров, б) остаточного Ti для  $\gamma$ -облученных прекурсоров, в) TiAl<sub>3</sub> для необлученных прекурсоров, г) TiAl<sub>3</sub> для  $\gamma$ -облученных прекурсоров, д) TiAl для необлученных прекурсоров, е) TiAl для  $\gamma$ -облученных прекурсоров, ж) Ti<sub>3</sub>Al для необлученных прекурсоров, з) Ti<sub>3</sub>Al для  $\gamma$ -облученных прекурсоров

**Fig.4.** The relative content in the reaction products of different granulometric compositions of Ti+Al: a) residual Ti for non-irradiated precursors, b) residual Ti for gamma-irradiated precursors, c) TiAl<sub>3</sub> for non-irradiated precursors, d) TiAl<sub>3</sub> for gamma-irradiated precursors, e) TiAl for non-irradiated precursors, f) TiAl for gamma-irradiated precursors, g) Ti<sub>3</sub>Al for non-irradiated precursors, h) Ti<sub>3</sub>Al for gamma-irradiated precursors

### Заключение

По результатам экспериментальных исследований можно сделать следующие выводы:

– дополнительное воздействие  $\gamma$ -облучения на механокомпозиты состава Ti+Al не влияет на качественный фазовый состав конечных продуктов при проведении экстремального термического воздействия в проточном реакторе импульсного действия. Продукты реакции содержат аморфизированный Al, недореагировавший Ti, интерметаллические соединения TiAl, TiAl<sub>3</sub> и Ti<sub>3</sub>Al, а также зародыши метастабильных фаз или твердых растворов на основе Ti, находящихся в неравновесном слабоупорядоченном состоянии;

– применение  $\gamma$ -облучения на прекурсоры Ti+Al и варьирование их гранулометрическим составом позволяет изменять количественного содержания фаз конечных продуктов при сохранении их фазового состава.

### Список литературы

1. Kim Y.H., Choi G.S., Kim I.G., Inoue A. High-Temperature Mechanical Properties and Structural Change in Amorphous Al–Ni–Fe–Nd Alloys // Materials Transactions, JIM. 1996. V. 37. P. 1471–1478.
2. He J., Zhou L., Zhao D.L., Wang X.L. Hysteresis loop shift behavior of CoFeSiB amorphous ribbons // Journal of Materials Research. 2009. V. 24. P. 1607–1610.

3. Yoshizawa Y., Yamauchi K., Yamane T., Sugihara H. Common mode choke cores using the new Fe-based alloys composed of ultrafine grain structure // *Journal of Applied Physics*. 1988. V. 64. P. 6047–6049.
4. Duwez P., Willens R.H., Klement W. Continuous Series of Metastable Solid Solutions in Silver-Copper Alloys // *Journal of Applied Physics*. 1960. V. 31. P. 1136–1137.
5. Pineda E., Bruna P., Ruta B., Gonzalez-Silveira M., Crespo D. Relaxation of rapidly quenched metallic glasses: Effect of the relaxation state on the slow low temperature dynamics // *Acta Materialia*. 2013. V. 61. P. 3002–3011.
6. Kobayashi A., Yano S., Kimura H., Inoue A. Fe-based metallic glass coatings produced by smart plasma spraying process // *Materials Science and Engineering B*. 2008. V. 148. P. 110–113.
7. Kumar M.S., Nageswar S. Electrodeposition of copper on Cu–Zr metallic glass substrates // *Journal of Applied Electrochemistry*. 1988. V. 18. P. 200–204.
8. Собачкин А.В., Яковлев В.И., Ситников А.А., Логинова М.В., Иванов С.Г., Свиридов А. П. Газодетонационные покрытия юбки поршня двигателя внутреннего сгорания на основе алюмоматричного углеродсодержащего композиционного материала // *Упрочняющие технологии и покрытия*. 2016. № 7. С. 34–38.
9. Яковлев В.И., Филимонов В.Ю., Семенчина А.С., Логинова М.В. Детонационно-газовое напыление композиционных материалов на примере бинарной системы Ti–Al // *Ползуновский вестник*. 2005. № 4-1. С. 71–74.
10. Dudina D.V., Korchagin M.A., Zlobin S.B., Ulianitsky V.Yu., Lomovsky O.I., Bulina N.V., Bataev I.A., Bataev V.A. Compositional variations in the coatings formed by detonation spraying of Ti<sub>3</sub>Al at different O<sub>2</sub>/C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> ratios // *Intermetallics*. 2012. V. 29. P. 140–146.
11. Бартенев С.С., Федько Ю.П., Григоров А.И. Детонационные покрытия в машиностроении. Л.: Машиностроение, 1982. 215 с.
12. Wu Y.N., Ke P.L., Wang Q.M., Sun C., Wang F.H. High temperature properties of thermal barrier coatings obtained by detonation spraying // *Corrosion Science*. 2004. V. 46. P. 2925–2935.
13. Kadyrov E. Gas-particle interaction in detonation spraying systems // *Journal of Thermal Spray Technology*. 1996. V. 5. P. 185–195.
14. Ульшин В.А., Харламов М.Ю., Борисов Ю.С., Астахов Е.А. Динамика движения и нагрева порошка при детонационном напылении покрытий // *Автоматическая сварка*. 2006. № 9. С. 37–42.
15. Долматов А.И., Жеманюк П.Д. Численное моделирование динамики двухфазного потока в стволе детонационной установки // *Технологические системы*. 2001. № 4. С. 12–16.
16. Shuck C.E., Mukasyan A.S. Reactive Ni/Al Nanocomposites: Structural characteristics and activation energy // *The Journal of Physical Chemistry A*. 2017. V. 121. P. 1175–1181.
17. Morsi K. The diversity of combustion synthesis processing: a review // *Journal of Materials Science*. 2012. V. 47. P. 68–92.
18. Filimonov V.Yu., Loginova M.V., Ivanov S.G., Sitnikov A.A., Yakovlev V.I., Sobachkin A.V., Negodyaev A.Z., Myasnikov A.Yu. Peculiarities of phase formation processes in activated Ti + Al powder mixture during transition from combustion synthesis to high-temperature annealing // *Combustion Science and Technology*. 2020. V. 192. P. 457–470.
19. Mukasyan A.S., Khina B.B., Reeves R.V., Son S.F. Mechanical activation and gasless explosion: Nanostructural aspects // *Chemical Engineering Journal*. 2011. V. 174. P. 677–686.
20. Filimonov V.Yu., Loginova M.V., Ivanov S.G., Sitnikov A.A., Yakovlev V.I., Sobachkin A.V., Negodyaev A.Z., Myasnikov A.Yu., Tolochko B.P., Sharafutdinov M. R. Dynamics of structure formation processes in mechanically activated powder mixture Ti+Al under conditions of continuous heating. High temperature stage // *Materials Chemistry and Physics*. 2020. V. 243. 122611.
21. Rogachev A.S., Shkodich N.F., Vадchenko S.G., Baras F., Kovalev D.Yu., Rouvimov S., Nepapushev A.A., Mukasyan A.S. Influence of the high energy ball milling on structure and reactivity of the Ni + Al powder mixture // *Journal of Alloys and Compounds*. 2013. V. 577. P. 600–605.
22. Nepapushev A.A., Kirakosyan K.G., Moskovskikh D.O., Kharatyan S.L., Rogachev A.S., Mukasyan A.S. Influence of high-energy ball milling on reaction kinetics in the Ni–Al system: An electrothermographic study // *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*. 2015. V. 24. P. 21–28.
23. Filimonov V.Yu., Loginova M.V., Ivanov S.G., Sitnikov A.A., Yakovlev V.I., Sobachkin A.V., Negodyaev A.Z., Myasnikov A.Yu., Gradoboev A.V., Tolochko B.P., Sharafutdinov M.R. The processes of structure formation in the me-



chanically activated powder mixture Ti+Al subjected to  $\gamma$ -irradiation // XV International Symposium on Self-Propagating High-Temperature Synthesis : Book of abstracts. Chernogolovka: IPCP RAS, 2019. P. 116.

24. Logina M., Sobachkin A., Sitnikov A., Yakovlev V., Filimonov V., Myasnikov A., Sharafutdinov M., Tolochko B., Gradoboev A. Synchrotron in situ studies of mechanical activation treatment and  $\gamma$ -radiation impact on structural-phase transitions and high-temperature synthesis parameters during the formation of  $\gamma$ -(TiAl) compound // Journal of Synchrotron Radiation. 2019. V. 26. P. 1671–1678.

25. Логинова М.В., Собачкин А.В., Иванов С.Г., Яковлев В.И., Ситников А.А., Филимонов В.Ю., Мясников А.Ю., Негодяев А.З. Структурное состояние порошковой смеси Ti–Al при различных режимах механоактивационной обработки // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2019. № 2. С. 4–14.

26. Logina M.V., Yakovlev V.I., Sitnikov A.A., Filimonov V.Yu., Sobachkin A.V., Gradoboev A.V. X-Ray diffraction analysis of the influence of the absorbed  $\gamma$ -irradiation dose on Ti<sub>3</sub>Al structural characteristics // Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2018. V. 12. P. 480–484.

27. Логинова М.В., Яковлев В.И., Филимонов В.Ю., Ситников А.А., Собачкин А.В., Иванов С.Г., Градобоев А.В. Формирование структурных состояний в механоактивированных порошковых смесях Ti + Al, подвергнутых гамма-облучению // Письма о материалах. 2018. Т. 8, № 2. С. 128–134.

#### Информация об авторах

М. В. Логинова – кандидат технических наук, старший научный сотрудник Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

А. В. Собачкин – кандидат технических наук, старший научный сотрудник Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

А. А. Ситников – доктор технических наук, профессор, директор Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

В. И. Яковлев – кандидат технических наук, доцент Алтайского государственного

технического университета им. И.И. Ползунова.

В. Ю. Филимонов – доктор физико-математических наук, профессор, профессор Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

А. Ю. Мясников – заведующий лабораторией Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова, младший научный сотрудник Института химии твердого тела и механохимии СО РАН.

А. В. Градобоев – доктор технических наук, профессор Национального исследовательского Томского политехнического университета.

#### References

1. Kim, Y. H., Choi, G. S., Kim, I. G. & Inoue, A. (1996). High-Temperature Mechanical Properties and Structural Change in Amorphous Al–Ni–Fe–Nd Alloys. *Materials Transactions, JIM.*, 37, 1471–1478.

2. He, J., Zhou, L., Zhao, D. L. & Wang, X. L. (2009). Hysteresis loop shift behavior of CoFeSiB amorphous ribbons. *Journal of Materials Research*, 24, 1607–1610.

3. Yoshizawa, Y., Yamauchi, K., Yamane, T. & Sugihara, H. (1988). Common mode choke cores using the new Fe-based alloys composed of ultrafine grain structure. *Journal of Applied Physics*, 64, 6047–6049.

4. Duwez, P., Willens, R.H. & Klement, W. (1960). Continuous Series of Metastable Solid Solutions in Silver-Copper Alloys. *Journal of Applied Physics*, 31, 1136–1137.

5. Pineda, E., Bruna, P., Ruta, B., Gonzalez-Silveira, M. & Crespo, D. (2013). Relaxation of rapidly quenched metallic glasses: Effect of the relaxation state on the slow low temperature dynamics. *Acta Materialia*, 61, 3002–3011.

6. Kobayashi, A., Yano, S., Kimura, H. & Inoue, A. (2008). Fe-based metallic glass coatings produced by smart plasma spraying process. *Materials Science and Engineering B*, 148, 110–113.

7. Kumar, M. S. & Nageswar, S. (1988). Electrodeposition of copper on Cu–Zr metallic glass substrates. *Journal of Applied Electrochemistry*, 18, 200–204.

8. Sobachkin, A. V., Yakovlev, V. I., Sitnikov, A. A., Logina, M. V., Ivanov, S. G. & Sviridov, A. P. (2016). Gas-detonation coatings of the skirt's

- pistons for combustion engines based on aluminum-matrix carbonaceous composite material. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya*, 7, 34–38. (In Russ.).
9. Yakovlev, V. I., Filimonov, V. Yu., Semenchina, A. S. & Loginova, M. V. (2005). Detonation-gas spraying of composite materials on the example of a binary Ti-Al system. *Polzunovskij vestnik, 4-1*, 71–74. (In Russ.).
10. Dudina, D. V., Korchagin, M. A., Zlobin, S. B., Ulianitsky, V. Yu., Lomovsky, O. I., Bulina, N. V., Bataev, I. A. & Bataev, V. A. (2012). Compositional variations in the coatings formed by detonation spraying of Ti<sub>3</sub>Al at different O<sub>2</sub>/C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> ratios. *Intermetallics*, 29, 140–146.
11. Bartenev, S. S., Fedko, Yu. P. & Grigorov, A. I. (1982). Detonation coatings in mechanical engineering. *L.: Mashinostroenie*. P. 215. (In Russ.).
12. Wu, Y. N., Ke, P. L., Wang, Q. M., Sun, C. & Wang, F.H. (2004). High temperature properties of thermal barrier coatings obtained by detonation spraying. *Corrosion Science*, 46, 2925–2935.
13. Kadyrov, E. (1996). Gas-particle interaction in detonation spraying systems. *Journal of Thermal Spray Technology*, 5, 185–195.
14. Ulshin, V. A., Kharlamov, M. Yu., Borisov, Yu. S. & Astakhov, E. A. (2006). Dynamics of movement and heating of powder during detonation spraying of coatings. *Avtomaticheskaya svarka*, 9, 37–42. (In Russ.).
15. Dolmatov, A. I. & Zhemanyuk, P. D. (2001). Numerical simulation of the dynamics of a two-phase flow in the barrel of a detonation unit. *Tekhnologicheskie sistemy*, 4, 12–16. (In Russ.).
16. Shuck, C. E. & Mukasyan, A. S. (2017). Reactive Ni/Al Nanocomposites: Structural characteristics and activation energy. *The Journal of Physical Chemistry A*, 121, 1175–1181.
17. Morsi, K. (2012). The diversity of combustion synthesis processing: a review. *Journal of Materials Science*, 47, 68–92.
18. Filimonov, V. Yu., Loginova, M. V., Ivanov, S. G., Sitnikov, A. A., Yakovlev, V. I., Sobachkin, A. V., Negodyaev, A. Z. & Myasnikov, A. Yu. (2020). Peculiarities of phase formation processes in activated Ti + Al powder mixture during transition from combustion synthesis to high-temperature annealing. *Combustion Science and Technology*, 192, 457–470.
19. Mukasyan, A. S., Khina, B. B., Reeves, R. V. & Son, S. F. (2011). Mechanical activation and gasless explosion: Nanostructural aspects. *Chemical Engineering Journal*, 174, 677–686.
20. Filimonov, V. Yu., Loginova, M. V., Ivanov, S. G., Sitnikov, A. A., Yakovlev, V. I., Sobachkin, A. V., Negodyaev, A. Z., Myasnikov, A. Yu., Tolochko, B. P. & Sharafutdinov, M. R. (2020). Dynamics of structure formation processes in mechanically activated powder mixture Ti+Al under conditions of continuous heating. High temperature stage. *Materials Chemistry and Physics*, 243, 122611.
21. Rogachev, A. S., Shkodich, N. F., Vadchenko, S. G., Baras, F., Kovalev, D. Yu., Rouvimov, S., Nepapushev, A. A. & Mukasyan, A. S. (2013). Influence of the high energy ball milling on structure and reactivity of the Ni + Al powder mixture. *Journal of Alloys and Compounds*, 577, 600–605.
22. Nepapushev, A. A., Kirakosyan, K. G., Moskovskikh, D. O., Kharatyan, S. L., Rogachev, A. S. & Mukasyan, A. S. (2015). Influence of high-energy ball milling on reaction kinetics in the Ni-Al system: An electrothermographic study. *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, 24, 21–28.
23. Filimonov, V. Yu., Loginova, M. V., Ivanov, S. G., Sitnikov, A. A., Yakovlev, V. I., Sobachkin, A. V., Negodyaev, A. Z., Myasnikov, A. Yu., Gradoboev, A. V., Tolochko, B. P. & Sharafutdinov, M. R. (2019). The processes of structure formation in the mechanically activated powder mixture Ti+Al subjected to  $\gamma$ -irradiation. *XV International Symposium on Self-Propagating High-Temperature Synthesis : Book of abstracts. Chernogolovka: IPCP RAS*. P. 116.
24. Loginova, M., Sobachkin, A., Sitnikov, A., Yakovlev, V., Filimonov, V., Myasnikov, A., Sharafutdinov, M., Tolochko, B. & Gradoboev, A. (2019). Synchrotron in situ studies of mechanical activation treatment and  $\gamma$ -radiation impact on structural-phase transitions and high-temperature synthesis parameters during the formation of  $\gamma$ -(TiAl) compound. *Journal of Synchrotron Radiation*, 26, 1671–1678.
25. Loginova, M. V., Sobachkin, A. V., Ivanov, S. G., Yakovlev, V. I., Sitnikov, A. A., Filimonov, V. Yu., Myasnikov, A. Yu. & Negodyaev, A. Z. (2019). Structural state of the Ti–Al powder mixture at various stages of mechanoactivation treatment. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*, 2, 4–14. (In Russ.).
26. Loginova, M. V., Yakovlev, V. I., Sitnikov, A. A., Filimonov, V. Yu., Sobachkin, A. V.

& Gradoboev, A. V. (2018). X-Ray diffraction analysis of the influence of the absorbed  $\gamma$ -irradiation dose on  $Ti_3Al$  structural characteristics. *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 12, 480–484.

27. Loginova, M. V., Yakovlev, V. I., Filimonov, V. Y., Sitnikov, A. A., Sobachkin, A. V., Ivanov, S. G. & Gradoboev, A. V. (2018). Formation of structural states in mechanically activated powder mixtures Ti + Al exposed to gamma irradiation. *Letters on Materials*, 8 (2), 129–134. (In Russ.).

#### **Information about the authors**

*M. V. Loginova – Candidate of Technical Sciences, Senior Researcher, I.I. Polzunov Altai State Technical University.*

*A. V. Sobachkin – Candidate of Technical Sci-*

*ences, Senior Researcher, I.I. Polzunov Altai State Technical University.*

*A. A. Sitnikov – Doctor of Technical Sciences, Professor, Director, I.I. Polzunov Altai State Technical University.*

*V. I. Yakovlev – Candidate of Technical Sciences, Assistant professor, I.I. Polzunov Altai State Technical University.*

*V. Yu. Filimonov – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor, Professor, I.I. Polzunov Altai State Technical University.*

*A. Yu. Myasnikov – Head of the Laboratory, I.I. Polzunov Altai State Technical University; Junior Researcher, Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry SB RAS.*

*A. V. Gradoboev – Doctor of Technical Sciences, Professor, National Research Tomsk Polytechnic University.*

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 07.07.2022; одобрена после рецензирования 18.07.2022; принята к публикации 26.07.2022.

The article was received by the editorial board on 07 July 22; approved after reviewing on 18 July 22; accepted for publication on 26 July 22.