

# HOT FORGING OF ALUMINA-MATRIX COMPOSITE MATERIALS

## ГОРЯЧАЯ ШТАМПОВКА АЛЮМОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Prof. Dr. Eng. Bagliuk G. A., Eng. Shishkina Yu. A, Eng. Kurikhin V. S., Eng. Golovkova M. E.  
Institute for Problems of Materials Science, National Academy of Science of Ukraine, Kiev, Ukraine

*Приведены данные структурного и фазового анализа лигатур, полученных термическим синтезом из порошковых смесей системы Al-Ti-C при температурах 950-1200 °C. Показано, что для всех исследуемых температур происходит процесс "in-situ" выделения частиц карбида титана TiC в составе смеси. Методом горячей штамповки получены алюмоматричные композиционные материалы, упрочненные карбидосодержащей лигатурой. Показано, что с увеличением содержания карбидной составляющей прочность и твердость композитов растет, а пластичность падает. При этом, прочностные свойства и твердость композитов, полученных из шихты после смешивания в смесителе типа «пьяная бочка», существенно ниже, чем у образцов, после размолта в планетарной мельнице, тогда как пластичность последних несколько ниже.*

**Ключевые слова:** алюмоматричные композиты, лигатура, горячая штамповка, смешивание, размол, прочность, пластичность, структура, карбид.

### 1. Введение

Металломатричные композиты на основе алюминиевых сплавов находят все большее применение в качестве конструкционных материалов благодаря их уникальным механическим свойствам. В качестве упрочняющей керамической добавки к алюминиевым сплавам наиболее часто используются SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiC или TiB<sub>2</sub> [1-5]. При этом, авторы [1] считают, что среди отмеченных добавок наиболее привлекательным является карбид титана вследствие его высоких твердости и модуля упругости, низкого удельного веса и хорошей смачиваемости сплавами алюминия. Параметры решетки частиц карбидов переходных металлов, особенно TiC, в наибольшей степени близки к параметру решетки твердого раствора алюминия [2]. Кроме того, частицы карбида титана являются эффективными центрами зародышеобразования Al [1] при кристаллизации литых алюминиевых сплавов.

Упрочняющие частицы в алюмоматричные композиты вводят обычно либо их механическим смешиванием с порошком алюминия (при использовании методов порошковой металлургии), либо прямым введением в расплав алюминия (в случае применения литейного передела) [1].

Однако, такие методы не позволят в полной мере реализовать возможности дисперсного упрочнения вследствие неудовлетворительной смачиваемости частиц карбида титана алюминием из-за наличия на их поверхности оксидных пленок [3, 4].

Более предпочтительным является метод введения упрочняющих фаз в расплав алюминия с использованием лигатур системы Al-Ti-C [3], синтезируемых в результате *in-situ* реакции между Al, Ti и углеродом, в результате которой образуются дисперсные частицы карбида титана в алюминии.

Однако известно [1], что для обеспечения эффекта дисперсного упрочнения или зародышеобразования частицы TiC должны обладать стабильностью в расплаве, тогда как по данным ряда работ [3], карбид титана может достаточно легко вступать в реакцию, в частности – с алюминием, с образованием хрупкой фазы Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>, что приводит к резкому деградированию свойств композита. При этом, принимая во внимание, что наиболее распространенные технологические схемы получения таких сплавов включают операцию литейного передела,

эффективность дисперсного упрочнения последних в таком случае может в значительной мере снижаться.

В связи с этим, представляет интерес альтернативный технологический подход, предусматривающий синтез лигатуры из элементарных порошков Al, Ti и C с ее последующим использованием для получения спеченного (или прошедшего дополнительную горячую обработку давлением) алюмоматричного композита. Предполагается, что в результате *in-situ* реакции при синтезе лигатуры межзеренные границы между частицами упрочняющей фазы и алюминием будут свободны от оксидов, что существенно повышает межфазную прочность, а сами частицы карбида титана имеют субмикронный размер и достаточно гомогенное распределение по объему, что приводит к повышению механических свойств композита [5].

Ранее в работах [1, 6, 7] было показано, что изменение содержания алюминия и углерода в шихте существенно влияют на структуру и фазовый состав получаемых лигатур. В то же время, имеются основания предполагать, что изменение температуры синтеза будет существенно влиять на структуру и стехиометрию упрочняющей фазы, так как карбид титана является фазой переменного состава с широкой областью гомогенности по углероду [8].

Существенное влияние на структуру и свойства получаемых композитов оказывает также метод их консолидации. Принимая во внимание, что одним из наиболее эффективных процессов консолидации порошковых материалов, обеспечивающих получение плотных (практически беспористых) изделий, является горячая штамповка пористых заготовок (ГШПЗ), целью настоящей работы являлось исследование возможностей применения технологии горячей штамповки и влияния режимов синтеза исходных карбидосодержащих лигатур и дополнительной обработки на структуру и свойства получаемых алюмоматричных композиционных материалов.

### 2. Материалы и методы исследований

Для синтеза лигатуры системы Al-Ti-C порошки алюминия (45 %, масс.), титана (44 %) и углерода (11 %) смешивали в барабанном смесителе, из полученной смеси под давлением 500 МПа прессовали пористые брикеты, а собственно термический синтез осуществляли в герметической камере, заполненной технически чистым

аргоном, на установке косвенного индукционного нагрева при температурах 950, 1050, 1100, 1150 и 1200 °С на протяжении 1 часа.

Брикеты синтезированной лигатуры размалывали в планетарной мельнице до порошка с максимальным размером частиц 80-100 мкм, который использовали для получения алюмоматричных композитов по двум технологическим схемам.

По первой технологической схеме порошки алюминия и 5±20 % (масс.) лигатуры смешивали в течение одного часа в смесителе типа «пьяная бочка» в растворе машинного масла.

При использовании второй технологической схемы порошки алюминия и лигатуры смешивали в этиловом спирте в планетарной мельнице на протяжении 5 мин. Соотношение массы порошка и размолвленных шаров составляло 1:5.

В дальнейшем для обеих схем полученную порошковую шихту прессовали под давлением 550 МПа, заготовки нагревали в вертикальной лабораторной печи шахтного типа в аргоне до температуры 600 °С в течение 10÷15 мин. и подвергали горячей штамповке на дугостаторном прессе в штампе, схема которого приведена на рис. 1.

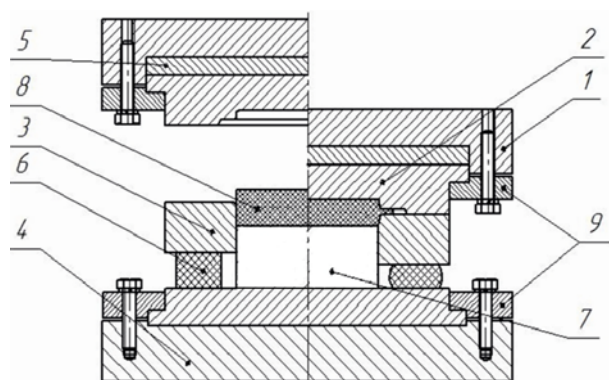


Рис. 1. Экспериментальный штамп для горячей штамповки: 1 – верхняя плита; 2 – верхняя полуматрица; 3 – нижняя полуматрица; 4 – нижняя опорная плита; 5 – опорная пластина; 6 – упругий элемент; 7 – нижний пуансон; 8 – штампуемая заготовка; 9 – верхний и нижний крепежные фланцы

Особенностью конструкции штампа является то, что уплотнение нагретой до температуры штамповки заготовки 8 осуществляется в полости, образованной верхней 2 и нижней 3 полуматрицами и нижним пуансоном 7. На протяжении всего цикла деформации полуматрицы 2 и 3 находятся в сжатом состоянии за счет упругих элементов 6. Деформирование заготовки сопровождается ее уплотнением и заполнением объема полости матрицы. На конечной стадии деформирования избыток материала заготовки выдавливается в облойную канавку толщиной около 1мм между верхней и нижней полуматрицами.

Облойная канавка, являясь компенсатором избытка металла в заготовке, выполняет также функцию создания дополнительного очага сдвиговых деформаций в объеме поковки, что обеспечивает диспергирование структурных составляющих композита и увеличивает силы межзеренного срачивания, повышая тем самым прочность металлической связи между зернами [9].

Микроструктуру полученных лигатур и композитов исследовали с помощью металлографического оптического

микроскопа XJL-17AT. Травление образцов проводили в 40%-ном растворе NaOH. Рентгенофазовый анализ получаемых образцов проводили на установке ДРОН-3М. Твердость горячештампованных композитов определяли с использованием твердомера Бринелля, а характеристики их прочности и пластичности – испытанием образцов на разрыв.

### 3. Результаты экспериментов и их обсуждение

Результаты рентгенофазового анализа исходных порошковых смесей и термически синтезированных лигатур позволил оценить эволюцию их фазового состава после синтеза при разных температурах (рис. 2). Анализ представленных данных показывает, что если исходная порошковая смесь представлена смесью элементарных порошков алюминия, титана и углерода (рис. 2, а), то после отжига уже при 950 °С в структуре синтезированной лигатуры появляются отчетливые пики карбида титана а также следы интерметаллидов  $\text{Al}_2\text{Ti}$  и  $\text{AlTi}_3$  (рис. 2, б). Повышение температуры синтеза до 1050÷1200 °С не приводит к качественным изменениям картины дифрактограммы, однако при температурах 1150 и 1200 °С наблюдаются отдельные пики алюминида  $\text{AlTi}$  незначительной интенсивности (рис. 2, в-г).

Микроструктурные исследования полученной синтезированной при различных температурах лигатуры, проведенные с использованием оптической и сканирующей электронной микроскопии (рис. 3), показали, что частицы карбида титана, имеющие близкую к сферической форму, равномерно распределены в серой металлической матрице. При увеличении температуры синтеза структура лигатуры практически не изменяется, однако наблюдается увеличение размера частиц упрочняющей фазы от 0,8 мкм при температуре 950 °С до 2 мкм при 1200 °С.

Таким образом, представленные результаты исследования процесса термического синтеза лигатуры позволили установить, что для всех исследуемых смесей при их нагреве уже от 950 °С происходит *in-situ* выделение в алюминиевой матрице частиц карбида титана  $\text{TiC}$ . Т.к. значительного изменения фазового состава лигатуры и стехиометрии, образующегося карбида титана с изменением температуры синтеза не наблюдается, в дальнейшем для получения горячештампованных дисперсно-упрочненных композитов на основе алюминия использовали лигатуру, синтезированную при температуре 950 °С.

Исследования образцов из смеси порошков алюминия и термически синтезированной лигатуры, полученных с применением метода горячей штамповки, показали, что их микроструктура характеризуется наличием отчетливо выраженных двух фаз: основой является матрица из алюминия (серый фон), в которой относительно равномерно распределена упрочняющая фаза, представляющая собой агломераты размером от 10 до 150 мкм (светлые включения). Агломераты упрочняющей фазы состоят, главным образом, из частиц карбида титана с размером около 1-1,5 мкм, которые имеют форму близкую к сферической (рис 4). При этом в структуре горячештампованных заготовок отмечается наличие ярко выраженной текстуры материала: агломераты упрочняющей фазы сильно деформированы и вытянуты в

направлении, перпендикулярном направлению приложения осевого давления при штамповке.

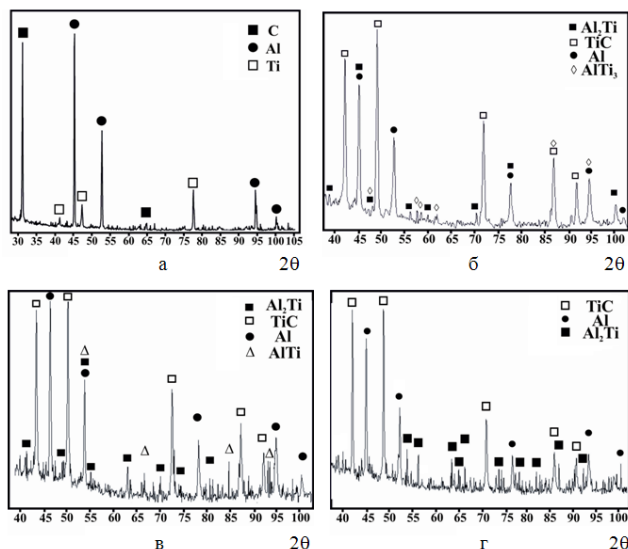


Рис. 2. Рентгенограммы исходной порошковой смеси (а) и лигатур, синтезированных при 950 (б), 1150 (в) и 1200 °C (г)

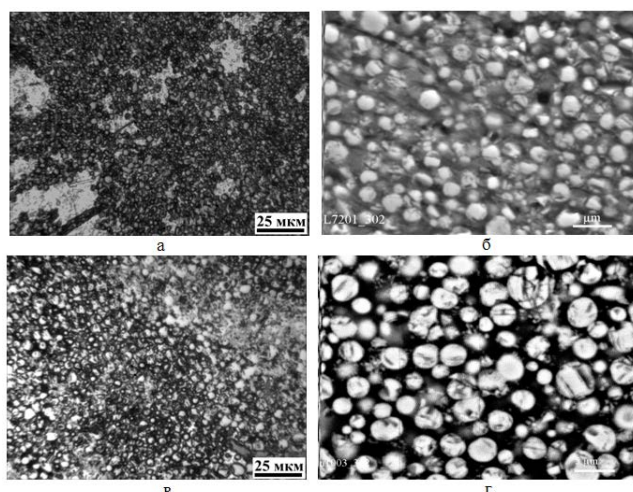


Рис. 3. Микроструктура термически синтезированной лигатуры состава 45Al-44Ti-11C: а, в – оптическое изображение; б, г – СЭМ изображение. Температура синтеза – 950 °C (а, б); 1200 °C (в, г)

Сравнительный анализ микроструктур образцов, полученных при смешивании в смесителе и в планетарной мельнице показал, что в структуре заготовок первой группы наблюдается значительное агломерирование частиц упрочняющей фазы (рис. 4, а), тогда как в случае размола смеси в планетарной мельнице частицы карбидной фазы распределены по объему существенно более равномерно (рис. 4, б).

Наряду с отмеченным выше эффектом размола в планетарной мельнице приводит к заметному измельчению размеров единичных карбидных зерен по сравнению с композитом, полученным с применением первой технологической схемы (рис. 5).

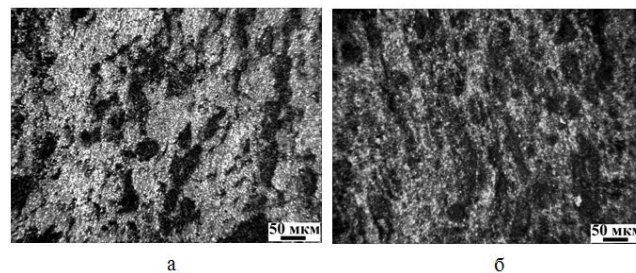


Рис. 4. Микроструктура горячештампованных композитов полученных из смесей после смешивания в «пьяной бочке» (а) и размола в планетарной мельнице (б) (оптическое изображение)

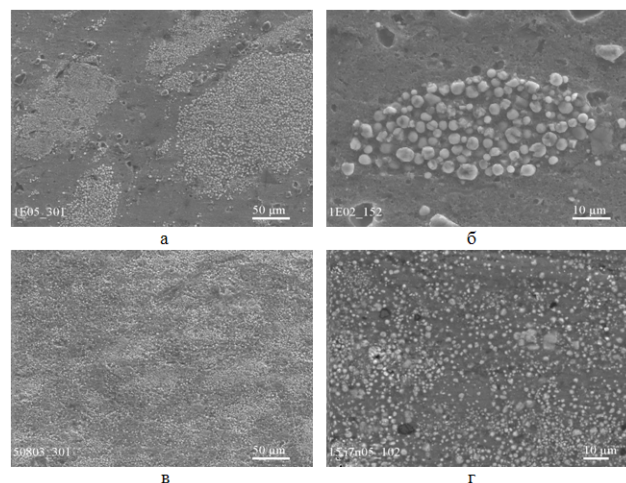


Рис. 5. Микроструктура горячештампованных композитов полученных из смесей после смешивания в «пьяной бочке» (а, б) и размола в планетарной мельнице (в, г) (СЭМ изображение); ×300 (а, в) и ×1000 (б, г)

Результаты исследования основных механических свойств горячештампованных алюмоматричных композитов показали, что с увеличением содержания упрочняющей карбидной фазы в композите плотность, твердость и характеристики прочности образцов непрерывно растут, а показатели пластичности закономерно падают. При этом, прочностные свойства и твердость композитов, полученных из шихты после смешивания в смесителе типа «пьяная бочка», существенно ниже, чем у образцов, после размола в планетарной мельнице, тогда как пластичность последних несколько ниже. Разница в прочностных характеристиках объясняется тем, что при обработке шихты в высокоэнергетической планетарной мельнице происходит дополнительное измельчение лигатурной составляющей, способствующее более равномерному ее распределению в матричном материале, а также существенному увеличению площади контактов между частицами смешиваемых материалов, что вероятно и приводит к повышению значений прочностных характеристик композита.

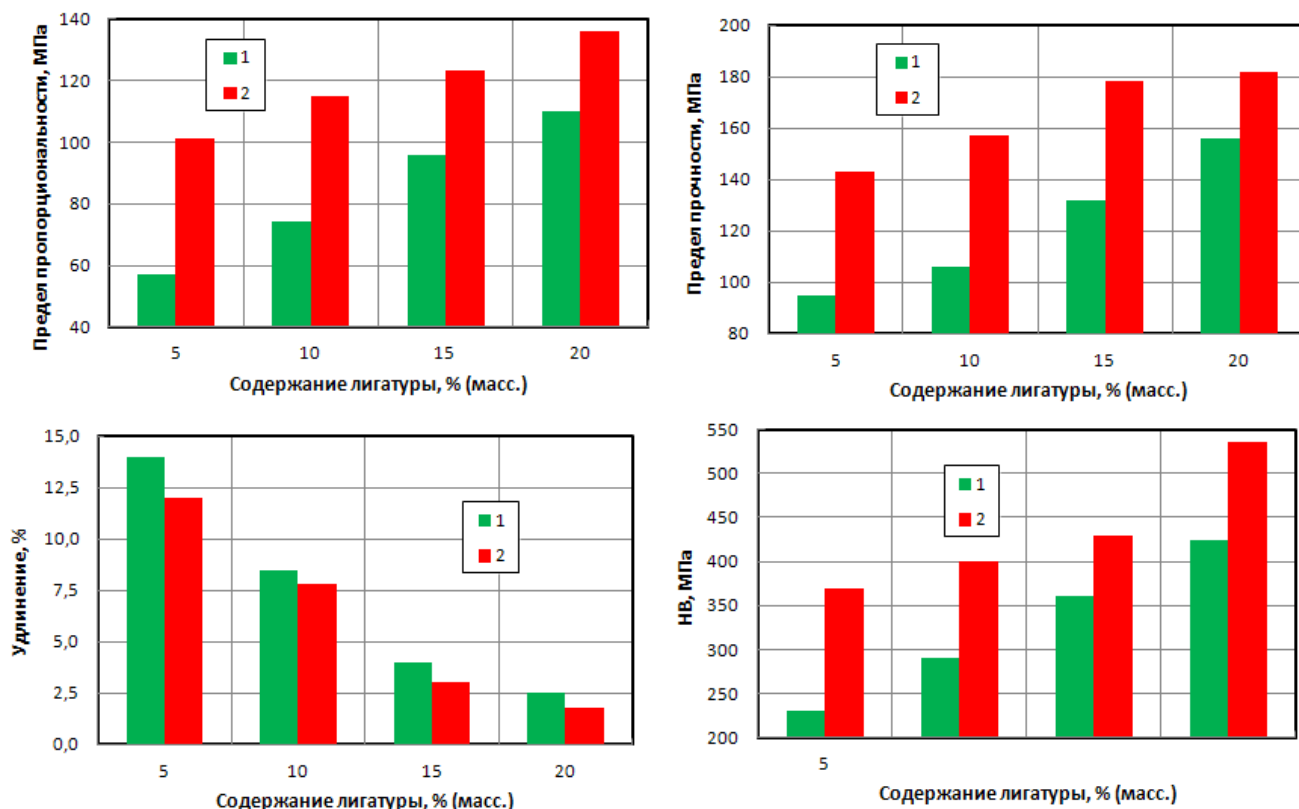


Рис. 6. Зависимость основных механических свойств композитов от содержания лигатуры в исходной смеси и способа смешивания: 1 – смешивание в смесителе типа «пьяная бочка»; 2 – размол в планетарной мельнице

## Выводы

Представленные материалы подтвердили эффективность получения порошковых алюмоматричных композитов с использованием термически синтезированной карбидосодержащей лигатуры и применения технологии горячей штамповки пористых заготовок.

Показано, что с увеличением содержания карбидной составляющей прочность и твердость композитов растет, а пластичность падает. При этом, прочностные свойства и твердость композитов, полученных из шихты после смешивания в смесителе типа «пьяная бочка», существенно ниже, чем у образцов, после размол в планетарной мельнице, тогда как пластичность последних несколько ниже.

## Литература

1. Tong X. C., Gosh A. K. Fabrication of in situ TiC reinforced aluminum matrix composites // Journal of materials science. – 2001. – Vol. 36. – P. 4059-4069.
2. Луц. А. Р. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез модифицирующих лигатур и композиционных сплавов в расплаве алюминия с применением флюсов: Автореф. дис. канд. техн. наук: – Самара, 2006. – 25 с.
3. Selcuk C., Kennedy A.R. Al-TiC composite made by the addition of master alloys pellets synthesised from reacted elemental powders // Materials Letters. – 2006. – Vol. 60. – P. 3364-3366.
4. Zhang X., Liao L., Naiheng M. New In-situ Synthesis Method of Magnesium Matrix Composites Reinforced with

TiC Particulates // Materials Research. – 2006. – Vol. 9. - № 4. – P. 357-360.

5. Ding H-M., Liu X.-F. Influence of Si on stability of TiC in Al melts // Trans. Nonferrous Met. Soc. China. – 2011. – Vol. 2. – № 4. – P. 1465-1472.

6. Шишкина Ю. А., Баглюк Г. А., Мамонова А. А., Тихонова И. Б. Влияние углерода и алюминия на процесс фазообразования в системе Al-Ti-C после реакционного синтеза // Порошковая металлургия. – 2013. – №3/4. – С. 48-56.

7. Shishkina Yu., Bagliuk G., Mamonova A., Tihonova I. Specific features of structure formation in Al-Ti-C powder master alloys after thermal synthesis // IX International congress «Machines, Technologies, materials 2012», - Varna, Bulgaria, 2012. – vol. 3 – P. 105-110.

8. Косолапова Т. Я. Карбиды. – Москва: Металлургия, 1968. – 300 с.

9. Баглюк Г. А. Влияние деформационных параметров на структуру и свойства горячештампованных порошковых материалов // Обработка материалов давлением. Сб. научн. трудов. - № 1 (26). – 2011. – Краматорск, 2011. – С. 139÷145.