

PACS: 81.20.Ev

С.В. Петрущак<sup>1</sup>, С.И. Марчук<sup>1</sup>, Е.Г. Пашинская<sup>2</sup>, С.А. Иванов<sup>1</sup>,  
И.И. Тищенко<sup>2</sup>

### ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВОЛОКНИСТОГО КОМПОЗИТА Ti–Al, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ ПАКЕТНОГО ГИДРОПРЕССОВАНИЯ

<sup>1</sup>Донецкий национальный технический университет  
ул. Артема, 58, г. Донецк, 83000, Украина

<sup>2</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

Статья поступила в редакцию 12 января 2004 года

*Методом интенсивной пластической деформации получен композит Ti–Al, состоящий из алюминиевой матрицы и титановых волокон. Показано, что под действием приложенных давлений в процессе деформации происходит взаимная диффузия компонентов. Проведение термической обработки позволило получить упорочняющие фазы  $Ti_3Al$  и  $TiAl_3$  на границе волокно–матрица.*

В промышленности используется много видов волокон из различных материалов – стали, вольфрама, титана, алюминия, никеля и др. Волокна являются частью волокнистых композиционных материалов. В последнее время проводится ряд исследований по получению таких материалов способом пакетного волочения, гидроэкструзии, прокатки, синтеза методом сферического ударно-волнового воздействия [1–4]. При реализации способов совместного деформирования пучка проволоки большое значение имеют предварительная подготовка материала, сборка пакета проволочных элементов, его размещение в оболочке и дальнейшее деформирование.

В данной работе для получения композиционного материала был использован метод пакетного гидропрессования, который включает в себя операции сборки проволоки в пучок, помещение его в оболочку, последовательную деформацию методом гидроэкструзии [4]. Этот метод интенсивной пластической деформации позволяет получить волокнистый композиционный материал (псевдосплав), состоящий из тонких алюминиевых и титановых волокон. При этом в процессе деформирования решаются следующие задачи [1–4]:

– прочное соединение между собой оболочек, а также волокон и матрицы при развитии химического взаимодействия компонентов;

– формирование контура изделий, сохранение прочности волокон, распределение их в матрице с заданной ориентацией и шагом.

Деформирование металла в условиях всестороннего сжатия и малых сил трения имеет ряд преимуществ перед традиционными методами обработки (прессованием и волочением):

– снижает возможность появления областей с растягивающими напряжениями;

– сокращает затраты энергии на прессование и повышает равномерность деформации, которая во много раз выше, чем при обычном прессовании, а давление, при прочих равных условиях, на 20–40% ниже;

– обеспечивает равномерное распределение свойств по сечению и длине пресс-изделия, а также улучшает его физико-механические характеристики.

Дополнительным преимуществом пакетной схемы является отсутствие жестких требований к атмосфере печи при фазовой перекристаллизации, поскольку поверхность материала защищена тонкостенной оболочкой, удаляемой после ее выгрузки из печи. Это особенно важно для композиционных материалов на основе алюминия, весьма перспективных для применения в различных отраслях техники благодаря сравнительно низкой стоимости. Однако их существенным недостатком является невысокая механическая прочность и склонность к окислению при повышенных температурах.

Цель данной работы – исследование структуры и свойств композиционного материала Ti–Al, изготовленного методом совместного гидропрессования, а также изучение возможности получения путем холодной пластической деформации и отжига Ti–Al-композита с выделениями интерметаллидных фаз титана и алюминия. Анализ литературы [6] показал, что еще одним резервом для улучшения эксплуатационных свойств таких материалов может служить их термообработка. Поэтому авторы исследовали влияние режима отжига на изменение структуры и свойств материала – после деформирования композиционный материал нагревали до температур 200–650°C. Это позволит увеличить твердость и прочность при сохранении высокого уровня пластичности для дальнейшей деформации композита [5].

### Материал и методика эксперимента

Пучок алюминиевых (АД1) и титановых (ВТ1-0) проволок  $\varnothing 1.0$  mm собирали в алюминиевой оболочке и деформировали способом гидропрессования с общим удлинением  $(4-5) \cdot 10^3$  при контактных напряжениях между элементами 1 GPa. Диаметр исходной заготовки составлял 36.5 mm, толщина алюминиевой оболочки 2.0 mm. Количество титановых и алюминиевых проволок подбирали в соотношении 50:50 wt.%. Материал деформировали в три этапа с накопленной деформацией  $\ln R = 8.4$  ( $R$  – степень вытяжки). В начале II и III этапов обработки деформированные элементы размещали в новых алюминиевых оболочках, благодаря чему количество алюминия в заготовке увеличивалось до 73 wt.%. Размер поперечного сечения волокон изменялся от

100 до 15  $\mu\text{m}$  в конце III этапа деформации. Чтобы не провоцировать преждевременное образование интерметаллида, смягчающие отжиги (420–450°C) проводили только после I этапа деформации. По окончании деформации для последующего преобразования псевдосплава (с возможным наследованием волокнистой структуры) производили отжиг при температурах в эвтектоидной области. Из заготовки получали образцы, которые подвергали нагреву в керамических тиглях при температурах 200; 300; 400; 500; 600; 650°C, выдерживали при этих температурах в течение двух часов и охлаждали на воздухе в тиглях, накрытых асбестовым листом с целью снижения окисления поверхности.

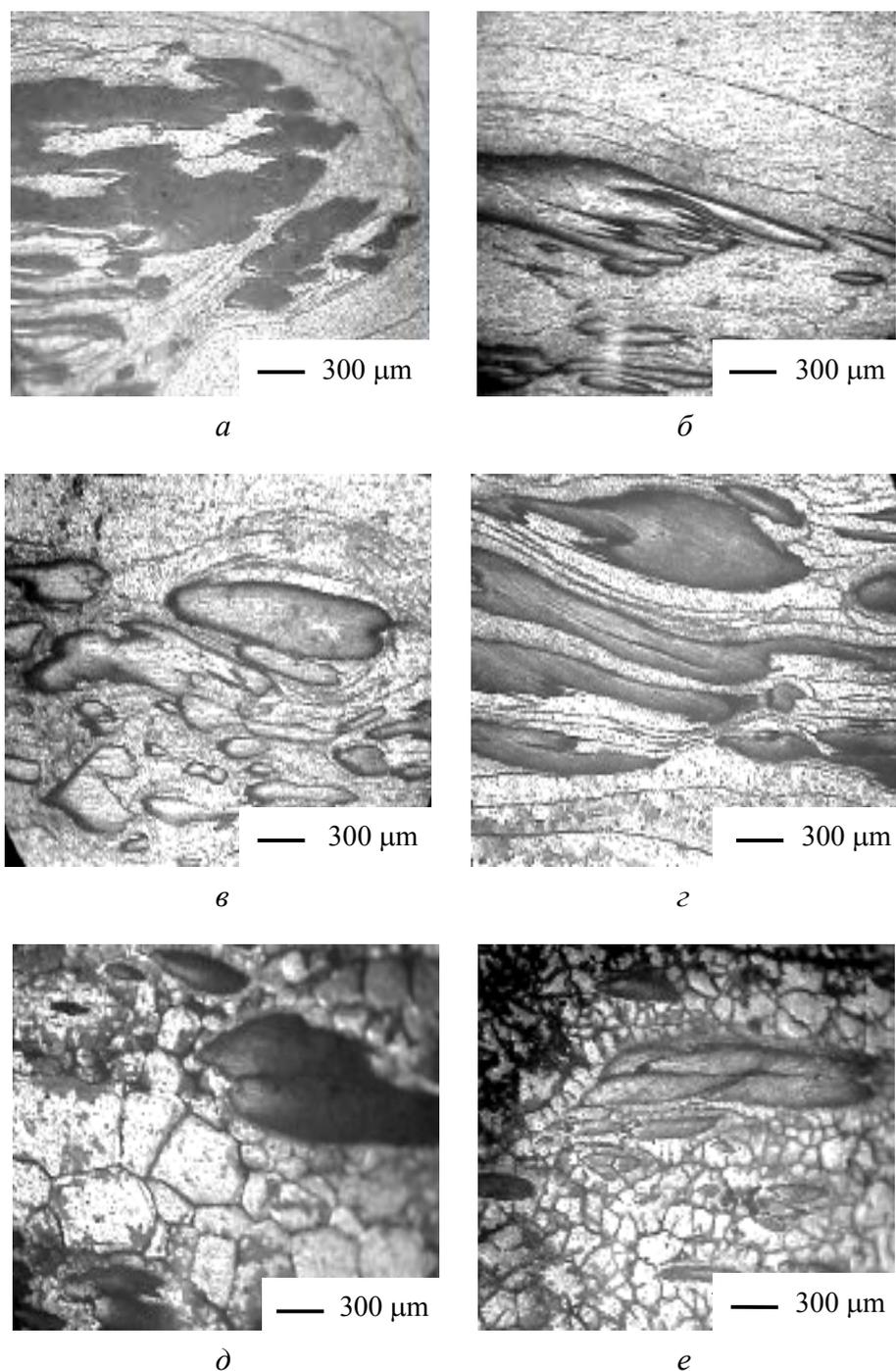
После каждого нагрева выполняли металлографический анализ образцов композиционного материала на микроскопе «Neophot-32», проводили оценку элементов структуры с помощью цифровой камеры «QY-link» и прикладного пакета «Image Tool». Измерения микротвердости выполняли на приборе ПМТ-3. Результаты измерений обрабатывали программой «Statistica 5.5». Рентгеноструктурный качественный фазовый анализ применяли с целью обнаружения и идентификации интерметаллидных фаз, которые могли образоваться за счет диффузионных процессов при нагреве Ti–Al-композиата. Съемку проводили на дифрактометре ДРОН-3 в нефильтованном железном излучении.

В соответствии с диаграммой состояния [7] в системе Ti–Al могут образовываться три промежуточные фазы:  $\text{TiAl}_3$ ,  $\text{TiAl}$  и  $\text{Ti}_3\text{Al}$ . Следует отметить, что дифракционные данные по фазе  $\text{TiAl}$  в большинстве справочников отсутствуют. Поэтому сведения о межплоскостных расстояниях для идентификации этой фазы брали в соответствии с информацией ASTM.

### Полученные результаты и их обсуждение

Показано, что в результате термической обработки при температурах 200–500°C микроструктура заготовки практически не изменяется (рис. 1), размер зерен и коэффициент вытянутости волокон и матрицы остаются неизменными, длина волокна колеблется в пределах от 140 до 1782  $\mu\text{m}$  со средним коэффициентом вытянутости  $K = 4.8$ . Зерна алюминиевой матрицы и титанового волокна в поперечном сечении для разных температур отжига представлены на рис. 2. При температурах нагрева 200–500°C в алюминиевой матрице еще присутствуют деформированные зерна.

Металлографический анализ композиционного материала показал, что с увеличением температуры нагрева до 600°C размер зерна в матрице возрастает. Данные статистической обработки результатов измерения размера зерен представлены в табл. 1. Обращает на себя внимание рост стандартного отклонения и коэффициента вариации для зерен Al при достижении температуры 600–650°C. Данный факт говорит о неустановившемся процессе, в данном случае это рекристаллизация Al, которая начинает бурно развиваться именно при указанных температурах. При температуре выдержки 650°C (после III этапа деформации) структура характеризуется уменьшением коэффициента вытянутости от 16 до 1 и средним размером зерна Al около 253  $\mu\text{m}$ .



**Рис. 1.** Микроструктура Ti–Al-композиата в продольном сечении после отжига при температуре, °С: *a* – 200, *б* – 300, *в* – 400, *г* – 500, *д* – 600, *е* – 650

В соответствии с диаграммой состояния Ti–Al [2] в зоне раздела возможно появление интерметаллидных фаз TiAl и TiAl<sub>3</sub>. В предыдущих работах [9,10] было установлено, что в композиционном материале непосредственно после деформации образуется переходный слой шириной 4 μm, в котором наблюдаются: в алюминиевой матрице – атомы титана, в титановом волокне –

атомы алюминия. Анализ микроструктуры после нагрева до 650°C показал, что на границе раздела волокон и матрицы сформировались выделения интерметаллидных фаз, предположительно TiAl и TiAl<sub>3</sub> [8], которые упрочняют композит. Следует отметить, что процентное соотношение TiAl<sub>3</sub> и TiAl в образующемся интерметаллиде изменяется. По мере продвижения интерметаллида в матрицу фиксируются относительно большие количества TiAl<sub>3</sub>.

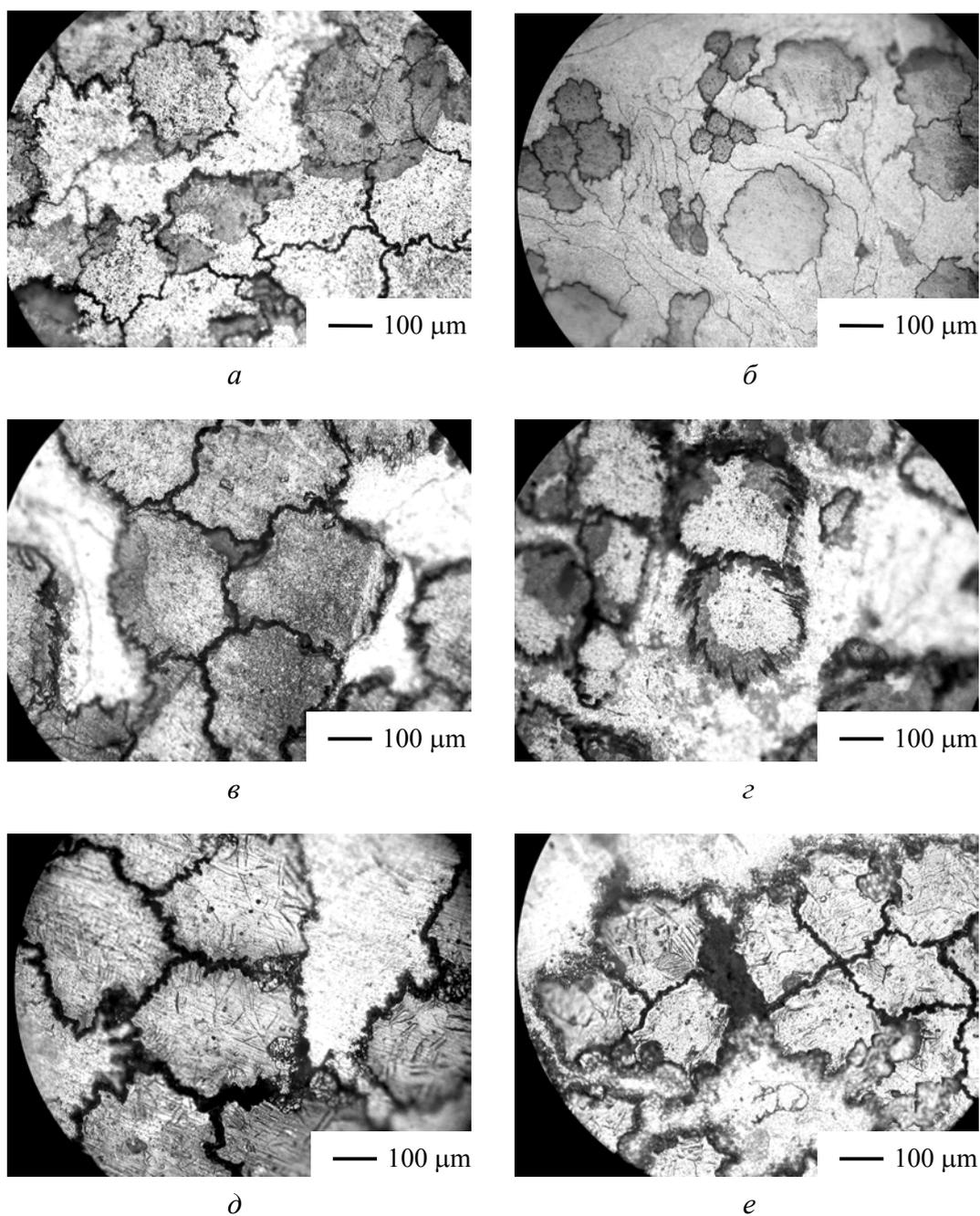


Рис. 2. Микроструктура Ti–Al-композита в поперечном сечении при разных температурах отжига, °С: *a* – 200, *б* – 450, *в* – 500, *г* – 300, *д* – 600, *е* – 650

Таблица 1

Данные статистической обработки результатов измерения диаметра зерна  
алюминиевой матрицы и титановых волокон

| Температура<br>нагрева, °С | Диаметр зерна матрицы (Al) |                  |                   |                                  |          | Диаметр зерна волокна (Ti) |                  |                   |                                  |          |
|----------------------------|----------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|----------|----------------------------|------------------|-------------------|----------------------------------|----------|
|                            | средний                    | мини-<br>мальный | макси-<br>мальный | стандарт-<br>ное откло-<br>нение | вариация | средний                    | мини-<br>мальный | макси-<br>мальный | стандарт-<br>ное откло-<br>нение | вариация |
| 200                        | 22.4                       | 16               | 33                | 3.9                              | 15.8     | 32.7                       | 20               | 65                | 6.9                              | 47.7     |
| 300                        | 7.5                        | 5                | 12                | 2.1                              | 4.3      | 66.3                       | 29               | 88                | 18.2                             | 329.6    |
| 400                        | 32.5                       | 18               | 42                | 6.6                              | 43.7     | 34.5                       | 10               | 64                | 12.7                             | 162.3    |
| 500                        | 19.1                       | 10               | 27                | 4.7                              | 22.9     | 35.7                       | 17               | 75                | 12.3                             | 151.9    |
| 600                        | 42.3                       | 21               | 66                | 13.3                             | 176.9    | 37.1                       | 22               | 75                | 13.8                             | 191      |
| 650                        | 39.6                       | 21               | 61                | 12.1                             | 147.6    | 32.4                       | 20               | 61                | 10.5                             | 109      |

Диаметр зерна титанового волокна при повышении температуры практически не изменяется: для статистических характеристик зерен не зафиксировано значительных колебаний стандартного отклонения и коэффициента вариации, поскольку эти температуры низки для протекания процесса рекристаллизации Ti [2].

Выдержка заготовки при температуре 650°C привела к оплавлению ее поверхности, следовательно, рабочая температура данного композита не должна превышать 600°C, тогда как рекомендуемая температура применения алюминиевого композита марки САП1 (6–9% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) составляет порядка 300–500°C.

В зернах титанового волокна при температурах нагрева 600–650°C зафиксированы двойники отжига, что свидетельствует о начавшемся процессе рекристаллизации.

Для оценки изменений микроструктуры композита и идентификации фаз, сформировавшихся при отжиге композита при 600°C, был проведен рентгенофазовый анализ, в процессе которого отмечался относительно высокий уровень фона, что связано с возникновением вторичного характеристического излучения титана. Образование текстуры при холодной пластической деформации резко изменяет интенсивность дифракционных линий, причем некоторые из них могут вообще не появляться на дифрактограммах [5]. Именно поэтому на дифрактограмме композита, снятой после нагрева до 300°C, обнаружено всего две слабые линии титана. Алюминий представлен практически полным набором дифракционных линий с реальным соотношением относительных интенсивностей. Это подтверждает данные о начале рекристаллизации в алюминиевой матрице. Обнаружены также линии интерметаллида TiAl<sub>3</sub>. Увеличение температуры отжига до 650°C приводит к появлению линий фазы Ti<sub>3</sub>Al. Отсутствие полной дифракционной картины для титана показывает, что рекристаллизация титановой матрицы еще не проявляется в достаточной степени. Однако уверенно утверждать о наличии фазы TiAl полученная дифрактограмма не позволяет.

Результаты дюрOMETрических измерений показали, что при изменении температуры нагрева твердость алюминия распределяется по параболической зависимости (рис. 3,а). После деформации микротвердость зерен Al равна 500 МПа, титанового волокна – 1750 МПа. Нагрев композита приводит к значительному (до 300 МПа) падению микротвердости алюминиевого зерна и небольшому (до 2500 МПа) – титанового. Это, возможно, связано с тем, что при температуре нагрева 200°С процессы рекристаллизации полностью не закончились и осталось некоторое количество деформированных зерен. Дальнейшее повышение температуры нагрева вызывает ускорение процессов рекристаллизации, количество деформированных зерен уменьшается, что приводит к снижению микротвердости алюминиевой матрицы. Начиная с температуры 500°С и до 650°С идет повышение микротвердости зерна алюминиевой матрицы, так как при этих температурах более активно проходят процессы диффузии атомов титана в алюминиевую матрицу. Это приводит к образованию мелкодисперсных интерметаллидов TiAl<sub>3</sub> и Ti<sub>3</sub>Al, которые способствуют повышению прочности и, следовательно, микротвердости

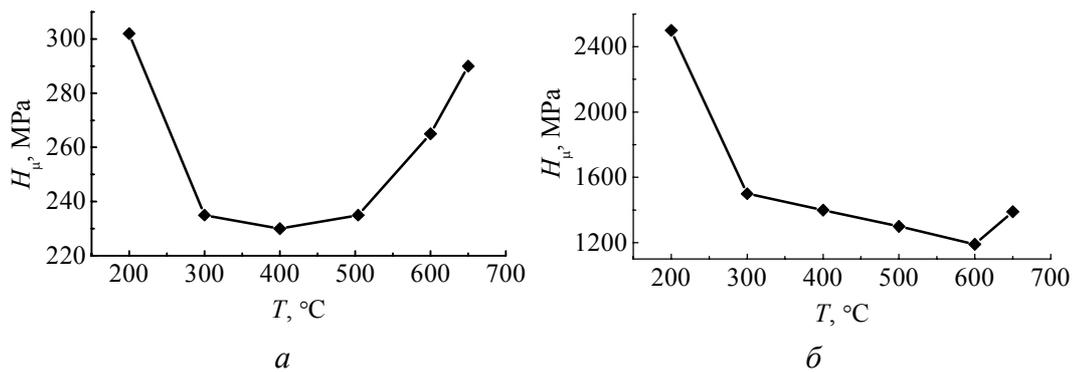


Рис. 3. График зависимости микротвердости от температуры нагрева: а – алюминиевой матрицы; б – титанового волокна

Таблица 2

Данные статистической обработки результатов измерения микротвердости алюминиевой матрицы и титановых волокон

| Температура нагрева, °С | Микротвердость матрицы (Al) |             |              |                        |          | Микротвердость волокна (Ti) |             |              |                        |          |
|-------------------------|-----------------------------|-------------|--------------|------------------------|----------|-----------------------------|-------------|--------------|------------------------|----------|
|                         | средняя                     | минимальная | максимальная | стандартное отклонение | вариация | средняя                     | минимальная | максимальная | стандартное отклонение | вариация |
| 200                     | 307.6                       | 256         | 361          | 33.4                   | 1040.3   | 2408.2                      | 1740        | 3530         | 548.2                  | 301231   |
| 300                     | 235.4                       | 210         | 267          | 15.3                   | 244.4    | 1569.1                      | 1300        | 1880         | 182.9                  | 33435    |
| 400                     | 230.1                       | 202         | 250          | 14.8                   | 198.5    | 1529.7                      | 1270        | 1740         | 119.4                  | 14292    |
| 500                     | 238.3                       | 137         | 281          | 34.5                   | 1177.3   | 1240.3                      | 970         | 1530         | 135.3                  | 18438    |
| 600                     | 265.2                       | 210         | 352          | 36.7                   | 1367.8   | 1210.6                      | 970         | 1380         | 119.1                  | 14200    |
| 650                     | 256.3                       | 256         | 317          | 19.1                   | 368.3    | 1344.2                      | 890         | 2860         | 501.3                  | 251797   |

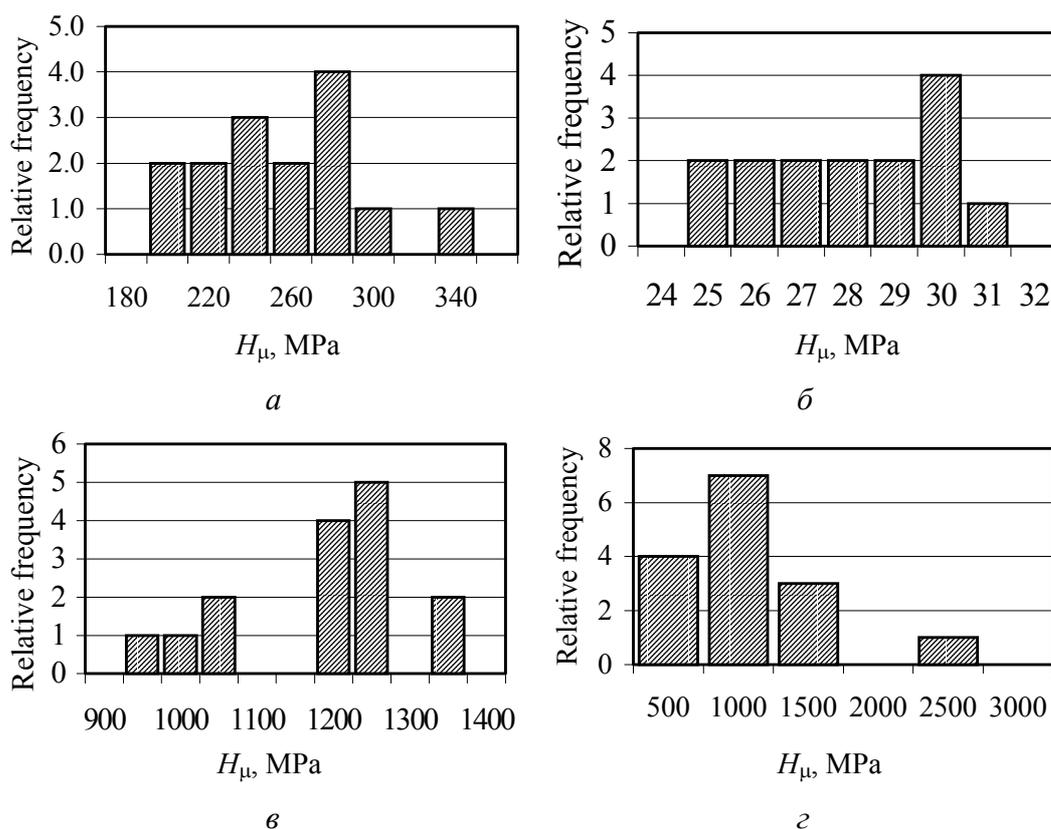


Рис. 4. Относительное распределение микротвердости Al (а, б) и Ti (в, г) при температурах, °С: а, в – 600; б, г – 650

алюминиевой матрицы. Необходимо также отметить, что, чем ближе уколы пирамиды микротвердомера располагались к волокнам титана, тем больше была твердость (400–500 МПа), в то время как для рекристаллизованного зерна алюминия значения микротвердости составляли 300 МПа (рис. 4). Статистический анализ значений микротвердости алюминиевой матрицы и титанового волокна приведен в табл. 2.

Значения микротвердости титанового волокна при повышении температуры уменьшаются, о чем свидетельствует график изменения микротвердости титанового волокна в зависимости от температуры нагрева (см. рис. 3,б). Начиная с температуры 200°С микротвердость титанового волокна понижается, и только при 650°С наблюдается ее повышение, что связано с выделением мелкодисперсных частиц интерметаллида  $TiAl_3$ .

### Выводы

Изучена структура Ti–Al-композиата после пакетного гидропрессования и последующей термической обработки. Исследования показали, что при выдержке композиата в области температур до 400°С существенных изменений в структуре не происходит. При увеличении температуры до 500–650°С активно протекают процессы рекристаллизации алюминиевой матрицы, а на границе

волокон и матрицы наблюдается выделение двух интерметаллидных фаз:  $Ti_3Al$  и  $TiAl_3$ . Дальнейшими исследованиями предполагается изучение механических и коррозионных свойств полученного композита после термической обработки.

1. А.с. 956086 СССР, МКИ В 21 с 1/00. Способ волочения проволок, А.В. Белов, Г.В. Баталов, № 2771145/22-02, Заявл. 11.02.81, Опубл. 7.09.82.
2. А.с. 833337 СССР, МКИ В 21 с 1/00. Способ получения тончайшей проволоки, В.В. Клубович, Л.К. Коньшов, № 2771145/22-02, Заявл. 28.05.79, Опубл. 30.05.81.
3. А.А. Галкин, А.П. Гетманский, Прессование металлов жидкостью, Донбасс, Донецк (1977).
4. Я.Е. Бейгельзимер, В.Н. Варюхин, С.Г. Сынков, А.Н. Сапронов, В.Г. Сынков, ФТВД **9**, № 3, 109 (1999).
5. Л.Е. Карькина, Ю.Н. Акиенцев, М.В. Пономарев, ФММ **84**, вып. 4, 182 (1997).
6. О.А. Банных, К.Б. Поварова, Г.С. Браславская, С.Б. Масленков, М.Н. Богатова, МиТОМ № 4, 11 (1996).
7. М. Хансен, К. Андерко, Структуры двойных сплавов, Metallurgizdat, Москва (1962).
8. Л.И. Миркин, Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов, Физматгиз, Москва (1961).
9. В.Н. Варюхин, Е.Г. Пашинская, В.Г. Сынков, С.Г. Сынков, А.С. Домарева, А.Г. Гонтарь, В.Н. Ткач, ФТВД **11**, № 3, 61 (2001).
10. В.Н. Варюхин, А.Г. Гонтарь, Е.Г. Пашинская и др., в сб.: XXXVI Международный семинар «Актуальные проблемы прочности», Киев, 3–5 июля 2001 г., Киев (2001), с. 223–224.

*S.V. Petrushchak, S.I. Marchuk, E.G. Pashinskaya, S.A. Ivanov, I.I. Tishchenko*

## EFFECT OF HEAT TREATMENT ON STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF FIBROUS Ti–Al COMPOSITE PRODUCED BY PACKET HYDROPPRESSING

Ti–Al composite consisting of aluminium matrix and titanium fibres has been produced by severe plastic deformation. It is shown that during the deformation under the applied pressure there occurs the interdiffusion of components. Heat treatment has resulted in initiation of hardening  $Ti_3Al$  and  $TiAl_3$  phases at the matrix–fibre interface.

**Fig. 1.** Microstructure of Ti–Al composite in longitudinal section after annealing at a temperature of, °C: *a* – 200, *b* – 300, *в* – 400, *г* – 500, *д* – 600, *е* – 650

**Fig. 2.** Microstructure of Ti–Al composite in cross-section at different annealing temperatures, °C: *a* – 200, *b* – 450, *в* – 500, *г* – 300, *д* – 600, *е* – 650

**Fig. 3.** Microhardness as a function of heating temperature for: *a* – aluminium matrix; *b* – titanium fibre

**Fig. 4.** Relative distribution of microhardness for Al (*a*, *b*) and Ti (*в*, *г*) at temperatures, °C: *a*, *в* – 600; *b*, *г* – 650