

УДК 621.762

## ВПЛИВ ГАРЯЧОГО ШТАМПУВАННЯ НА ПРУЖНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА ХАРАКТЕР АНІЗОТРОПІЇ ПОРОШКОВИХ ТИТАНОМАТРИЧНИХ КОМПОЗИТІВ

Г. А. БАГЛЮК, Ю. Г. БЕЗИМ'ЯННИЙ, О. О. СТАСЮК

*Інститут проблем матеріалознавства НАН України, Київ*

Досліджено особливості структури та пружних характеристик порошкових титано-матричних композитів, армованих карбідом та боридом титану. Встановлено відмінність характеру залежності модуля пружності від вмісту високомодульного складника для спечених та гарячештапованих композитів. Виявлено, що модуль спечених матеріалів визначають як вміст армувальних додатків, так і поруватість сплаву, а для гарячештапованих він монотонно збільшується з підвищенням вмісту високомодульних складників. Встановлено, що для спечених композитів всіх складів та гарячештапованих, армованих карбідом титану, практично відсутня анізотропія, в той час як для гарячештапованих, армованих боридом титану, незначна (до 10%) анізотропія структури та пружних характеристик обумовлена переорієнтуванням голкоподібних часток монобориду титану в напрямку, перпендикулярному до напрямку прикладання активного зусилля під час гарячого штампування.

**Ключові слова:** *титаноматричний композит, гаряче штампування, карбід, борид, модуль пружності, структура, анізотропія.*

The peculiarities of the structure and elastic characteristics of powder titanium-matrix composites reinforced with titanium carbide and boride is studied. The difference in the nature of the dependence of the modulus of elasticity on the content of the high-modulus component for sintered and hot-forged composites is established. It is found that the modulus of sintered materials determines both the content of reinforcing additives and the porosity of the alloy, and for hot-forged composites it increases monotonically with increasing content of high-modulus components. It is found that for sintered composites of all compositions and hot-forged ones reinforced with titanium carbide that there is almost no anisotropy, while for hot-forged titanium boride reinforced materials insignificant (up to 10%) anisotropy of structure and elastic characteristics is due to reorientation of the needle-shaped particles of titanium monoboride in the direction perpendicular to the direction of application of active force during hot forging.

**Keywords:** *titanium matrix composite, hot forging, carbide, boride, modulus of elasticity, structure, anisotropy.*

**Вступ.** В останні роки все частіше в різних високотехнологічних галузях застосовують титаноматричні композити, армовані високомодульними сполуками – карбідами, боридами та силіцидами титану, карбідами кремнію тощо, які унікально поєднують високу міцність і низьку питому вагу, високий модуль пружності, поліпшені триботехнічні характеристики [1–6]. Технологічні схеми їх виготовлення базуються, головню, на використанні методів порошкової металургії [7–10], які охоплюють операції змішування компонентів вихідної шихти, їх пресування та спікання у вакуумі [8, 10–14]. Однак, як свідчить практика, після введення в склад шихти високомодульних присадок під час спікання формується за-

лишкова поруватість, через що знижуються характеристики міцності та пластичності матеріалу і суттєво нівелюється армувальний ефект відповідних присадок.

Одним з найефективніших методів усунення залишкової поруватості є гаряче оброблення тиском спечених пресовок, зокрема – гаряче штампування [15, 16]. Водночас результати дослідження структури та властивостей порошкових гарячештампованих металоматричних композитів [17, 18] вказують на помітну їх анізотропію. Для опосередкованої оцінки характеру анізотропії їх структурних параметрів можна успішно застосувати методи визначення характеристик їх пружності в ортогональних площинах, використовуючи акустичні, зокрема імпульсні, ультразвукові методи [18, 19].

Мета цього дослідження – вивчити вплив гарячого штампування порошкових заготовок на пружні характеристики та ступінь анізотропії матеріалу поковок у двох ортогональних площинах для титаноматричних композитів різного компонентного складу.

**Матеріали і методи випроб.** Для формування дослідних зразків використовували порошки TiH<sub>2</sub> фракції 100 μm, концентрація водню в якому і фазовий склад відповідали однофазному гідриду титану (TiH<sub>2</sub>), карбіду та дибориду титану. Для синтезу композитів, матрична фаза яких – легований сплав Ti–6Al–4V, застосовували лігатуру 60%Al–40%V, виготовлену методом дугової плавки в аргоні з елементарних порошків відповідних елементів.

Вихідні порошки гідриду титану та лігатури розмелювали в планетарному млині Retsch PH100 у титановому барабані з титановими кулями за швидкості його обертання 650 rot/min. Порошкові суміші з гідриду титану, лігатури (під час отримання спеченого матеріалу з леговою матричною фазою) та з 5 або 10 mass% порошків карбіду або дибориду титану змішували у барабанному змішувачі. З шихт двостороннім пресуванням під тиском 640 МПа формували заготовки, які спікали у вакуумній печі при 1250°C з витримкою за цієї температури 4 h. Швидкість нагрівання 10°C/min. Після ізотермічної витримки спечені зразки охолоджували у вакуумі разом з піччю. Частину зразків піддавали гарячому штампуванню у напівзакритому штампі на дугостаторному пресі. Нагрівали їх під штампування у лабораторній шахтній печі до 1100°C упродовж 10...15 min. Для захисту від окиснення на поверхню зразків наносили покриття зі суміші дисперсних порошків скла, бури та силікатного клею.

Із отриманих поковок вирізали відповідні темплети, щоб вивчити особливості структури та оцінити пружні характеристики композитів. Мікроструктуру досліджували, використовуючи електронний сканівний мікроскоп TESCAN VEGA 3. Поруватість виробів визначали гідростатичним методом.

Пружні характеристики і ступінь анізотропії матеріалу зразків оцінювали акустичними методами неруйнівного контролю, заснованими на вимірі швидкості поширення пружної хвилі, зокрема – метод радіоімпульсу з дискретною затримкою [19] з визначенням швидкостей поширення хвилі на частоті 5 MHz. Для цього із відповідних зразків вирізали прямокутні паралелепіпеди висотою ~ 8 mm та поперечних розмірів ~ 20 mm, для яких розраховували швидкість розповсюдження акустичних хвиль у напрямку прикладання зусилля під час пресування та гарячого штампування ( $C_{xx}$ ) та в перпендикулярному ( $C_{yy}$ ).

Швидкості поширення пружної хвилі

$$C_{ii} = h_i / (t_i - t_o), \quad (1)$$

де  $t_i$  і  $t_o$  – вимірний час проходження хвилі крізь зразок і час систематичної похибки, відповідно;  $h_i$  – розмір зразка у відповідному напрямку.

Характеристики пружності композитів за результатами вимірювання швидкості розповсюдження пружних хвиль розраховували, застосовуючи модель квазіоднорідного ізотропного лінійно пружного твердого тіла [19]:

$$C_{ii} = \left( \sqrt{\frac{E_{ii}(1-\mu)}{\rho(1+\mu)(1-2\mu)}} \right), \quad (2)$$

де  $E_{ii}$  – модуль пружності у відповідному напрямку;  $\rho$  – густина матеріалу;  $\mu$  – коефіцієнт Пуассона, значення якого вважали рівним 0,3. За отриманими результатами оцінили міру анізотропії зразків як відношення значень модуля пружності, виміряних у двох ортогональних напрямках.

**Результати та їх обговорення.** Порівняльний аналіз мікроструктур спечених композитів, одержаних з використанням армувальних присадок різного складу, засвідчив, що характер їх структури суттєво видозмінюється залежно від типу останніх. Зокрема, у структурі композиційного матеріалу, виготовленого спіканням із порошкової суміші  $\text{TiH}_2 + \text{TiC}$ , присутні рівномірно розподілені в матричній фазі здебільшого рівнобічні зерна та незначна кількість полігональних зі середнім розміром  $\sim 20 \dots 40 \mu\text{m}$  (рис. 1а). Це обумовлено тим, що вихідні частинки  $\text{TiC}$  термодинамічно стабільні в цих умовах і практично не взаємодіють з титановою матрицею під час спікання, зберігаючи початковий просторовий розподіл і розміри.

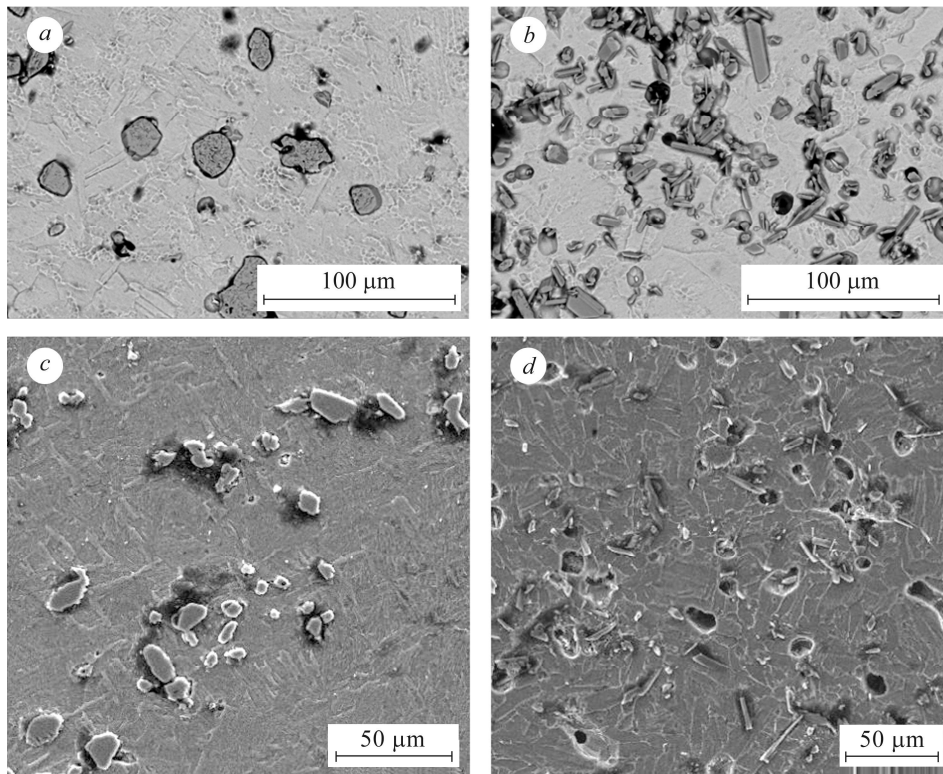


Рис. 1. РЕМ-зображення мікроструктур спечених сплавів, отриманих із порошкових сумішей: *a* –  $\text{TiH}_2 + 5\% \text{TiC}$ ; *b* –  $\text{TiH}_2 + 5\% \text{TiB}_2$ ; *c* –  $\text{Ti-6Al-4V} + 5\% \text{TiC}$ ; *d* –  $\text{Ti-6Al-4V} + 5\% \text{TiB}_2$ .

Fig. 1. SEM images microstructures of sintered alloys by blended elemental powder metallurgy: *a* –  $\text{TiH}_2 + 5\% \text{TiC}$ ; *b* –  $\text{TiH}_2 + 5\% \text{TiB}_2$ ; *c* –  $\text{Ti-6Al-4V} + 5\% \text{TiC}$ ; *d* –  $\text{Ti-6Al-4V} + 5\% \text{TiB}_2$ .

На відміну від карбіду титану, частинки  $\text{TiB}_2$  за підвищених температур спікання активно взаємодіють з титановою матричною фазою за реакцією  $\text{TiB}_2 + \text{Ti} \rightarrow 2\text{TiB}$  з виділенням часток монобориду титану, морфологія яких суттєво відрізняється від карбіду титану: якщо частинки  $\text{TiC}$  здебільшого відносно рівновісні, то включення монобориду титану, в основному, мають голкоподібну форму із розміром у перерізі  $1 \dots 5 \mu\text{m}$  та довжиною  $10 \dots 25 \mu\text{m}$  (рис. 1b).

Мікроструктура композитів, одержаних із порошкової шихти з використанням лігатурного складника, вирізняється характерною для двофазного  $\alpha$ - $\beta$ -титанового сплаву Ti-6Al-4V матричною фазою, в якій чітко виділяються  $\alpha$ -пластини та хаотично розподілені в ній відносно рівновісні за формою включення TiC (рис. 1c) або голкоподібні частинки TiB (рис. 1d).

За результатами прозвучування зразків композитів з допомогою імпульсних ультразвукових хвиль вдалося оцінити швидкість розповсюдження пружних хвиль у двох ортогональних площинах (паралельній та перпендикулярній до напрямку штампування) та розрахувати за залежностями (2) відповідні характеристики пружності (рис. 2).

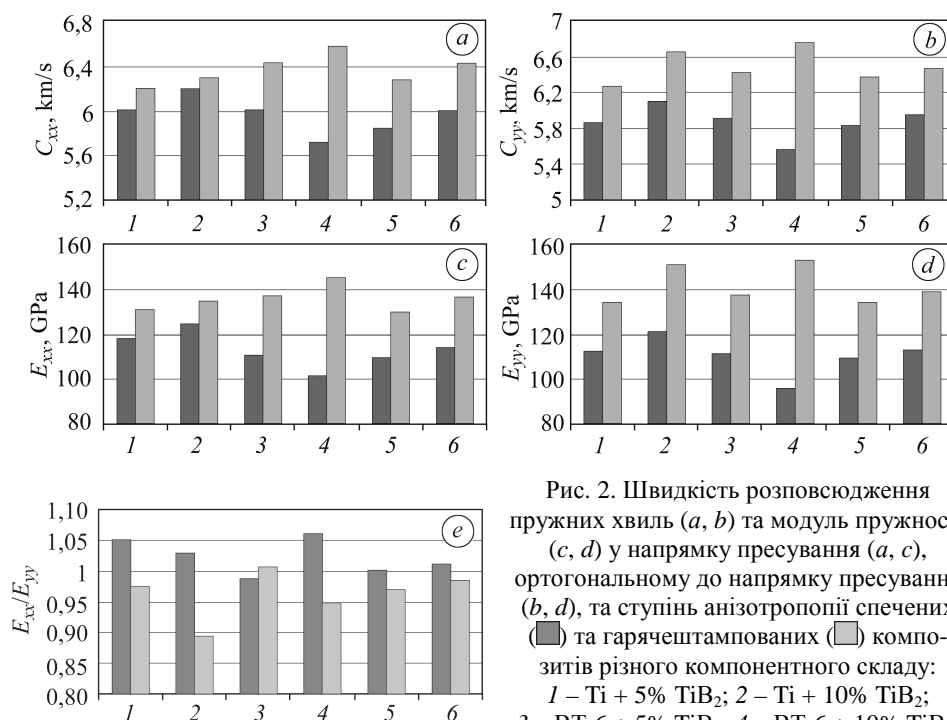


Рис. 2. Швидкість розповсюдження пружних хвиль (*a, b*) та модуль пружності (*c, d*) у напрямку пресування (*a, c*), ортогональному до напрямку пресування (*b, d*), та ступінь анізотропії спечених (■) та горячештапованих (□) композитів різного компонентного складу: 1 – Ti + 5% TiB<sub>2</sub>; 2 – Ti + 10% TiB<sub>2</sub>; 3 – VT-6 + 5% TiB<sub>2</sub>; 4 – VT-6 + 10% TiB<sub>2</sub>; 5 – VT-6 + 5% TiC; 6 – VT-6 + 10% TiC.

Fig. 2. The propagation velocity of elastic waves (*a, b*) and elastic modulus (*c, d*) in direction of pressing (*a, c*), perpendicular to direction of pressing (*b, d*) and degree anisotropy of sintered (■) and hot-forged (□) composites of different component composition: 1 – Ti + 5% TiB<sub>2</sub>; 2 – Ti + 10% TiB<sub>2</sub>; 3 – VT-6 + 5% TiB<sub>2</sub>; 4 – VT-6 + 10% TiB<sub>2</sub>; 5 – VT-6 + 5% TiC; 6 – VT-6 + 10% TiC.

Отже, для спечених зразків (рис. 2a, b), отриманих із порошкових сумішей TiH<sub>2</sub> + TiB<sub>2</sub> та Ti-6Al-4V + TiC, швидкість розповсюдження пружних хвиль як у повздовжньому, так і в поперечному до пресування напрямках зростає зі збільшенням вмісту армувальних присадок у шихті з 5 до 10%. Ця залежність цілком закономірна, оскільки модуль пружності матеріалу присадок суттєво вищий, ніж модуль Юнга матричного матеріалу (титану), що призводить до підвищення твердості та модуля пружності композиту загалом.

Для композитів, отриманих спіканням зі сумішей системи Ti-6Al-4V + TiB<sub>2</sub>, маємо протилежну закономірність: зі збільшенням вмісту TiB<sub>2</sub> у шихті з 5 до 10% швидкість розповсюдження пружних хвиль зменшується з 5,89 до 5,72 km/s (рис. 2a). Такий ефект проявляється і під час прозвучування в напрямку, нормальному до напрямку пресування (рис. 2b). Причину такої аномалії пояснюють результати аналізу густини (рис. 3a) та поруватості (рис. 3b) спечених зразків різних

компонентних складів. Виявили, що зі збільшенням вмісту дибориду титану до 10% у вихідній шихті з лігатурним складником помітно зростає поруватість спечених зразків (до 7%), тоді як інших компонентних складів не перевищує 3...5%.

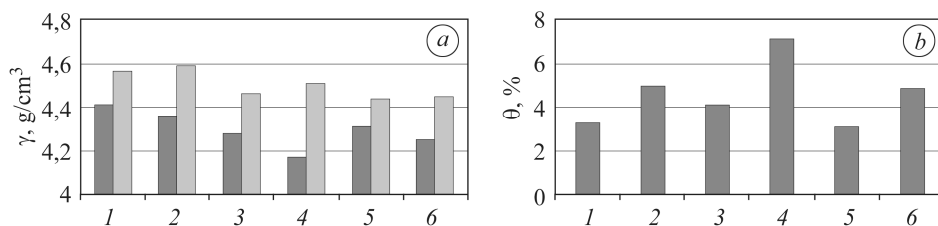


Рис. 3. Густина (а) та поруватість (b) спечених (■) та гарячештампованих (□) композитів різного компонентного складу (пояснення див. рис. 2).

Fig. 3. Density (a) and porosity (b) sintered (■) and hot-forged (□) composites of different components (explanation in Fig. 2).

Підтверджують цю тезу також результати оцінки швидкості розповсюдження пружних хвиль для гарячештампованих зразків (рис. 2a, b) з мінімальною поруватістю, що не перевищує 1%. Гаряче штампування помітно збільшує швидкість розповсюдження пружних хвиль для зразків всіх складів. Водночас за умови усунення впливу поруватості на пружні характеристики матеріалу, властивого спеченим зразкам, залежність швидкості розповсюдження хвиль від складу вихідної шихти, а отже, фазового складу композиту видається цілком закономірною, зокрема, для всіх складів матеріалів зі збільшенням вмісту високомодульного складника та за легування матричної фази значення  $C_{xx}$  та  $C_{yy}$  зростають.

Аналогічні закономірності виявили і для модуля пружності композитів (рис. 2c, d), розрахованих за залежністю (2). Слід зауважити, що на відміну від спечених зразків, найвищий модуль пружності мають композити, отримані гарячим штампуванням, де як високомодульний складник вживали борид титану. При цьому модуль пружності навіть композитів на основі нелегованого титану, які застосували як матричну фазу, але армували боридом титану, за однакового вмісту армувального складника практично такий же, як і композитів, матричною фазою яких є легований титановий сплав, армований карбідом титану. Цей факт обумовлений, вочевидь, вищими значеннями власного модуля пружності моноборидних фаз титану (550 GPa) проти карбиду титану (460 GPa). Слід відзначити, що модуль пружності всіх спечених армованих високомодульними сполуками композитів (100...110 GPa) вищий на 2...12%, ніж неармованих литих та деформованих титанових сплавів аналогічного складу (80...100 GPa), а після гарячого штампування (130...150 GPa) – на 15...35%.

Досліджуючи пружні характеристики порошкових алюмоматричних композитів на основі системи Al–TiC [17, 18], встановили помітну структурну анізотропію гарячештампованих зразків, яка проявлялася також і в відмінності значень пружних характеристик матеріалів в ортогональних площинах відносно напрямку прикладання деформувального зусилля під час гарячого штампування. Зіставляючи значення модуля пружності досліджуваних титаноматричних композитів, отриманих обома способами, встановили вплив гарячого штампування на характер структурної анізотропії матеріалів різного компонентного складу. Зокрема, для спечених зразків практично всіх складів співвідношення значень модуля пружності, визначених у напрямку пресування ( $E_{xx}$ ) та в напрямку, ортогональному до нього ( $E_{yy}$ ), знаходиться на рівні одиниці, що свідчить про відсутність їх анізотропії. Водночас після гарячого штампування композитів, армованих боридом титану, це співвідношення дещо зменшується – навіть до 0,9 (рис. 2e), тоді як під час армування карбідом титану такий ефект проявляється слабше.

Пояснюють це особливостями структури спечених та гарячештампованих матеріалів різних компонентних складів. Зокрема, мікроструктура спечених зразків, армованих як карбідом, так і моноборидом титану, складається із матричної фази, в якій хаотично розташовані вclusions рівновісних часток карбїду (рис. 1a) або голкоподібних – бориду титану (рис. 1b), внаслідок чого анізотропія тут практично відсутня.

Після гарячого штампування характер будови структури композитів, армованих карбїдом титану, практично не змінюється (рис. 4a), тоді як більшість голкоподібних часток боридів титану (рис. 4b) (за використання шихти з  $TiB_2$ ) помітно переорієнтовуються, формуючи своєрідні “звукові доріжки” з високомодульних фаз у напрямку, перпендикулярному до прикладання активного зусилля під час гарячого штампування. Тому значення модуля пружності армованих  $TiB$  композитів у напрямку, ортогональному до напрямку прикладання зусилля під час штампування, очікувано вищі, ніж в осьовому.

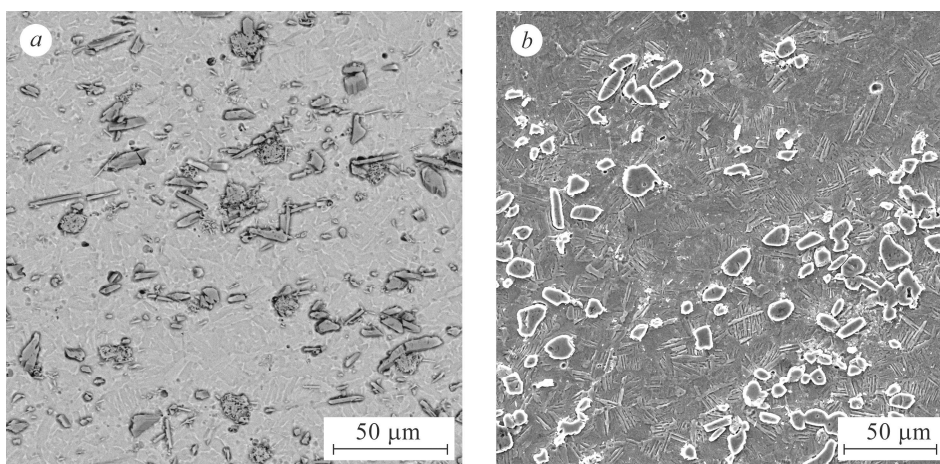


Рис. 4. Мікроструктура титанових композитів, армованих  $TiB_2$  (a) та  $TiC$  (b), після гарячого штампування.

Fig. 4. Microstructure of titanium composites, reinforced  $TiB_2$  (a) and  $TiC$  (b) after hot-forging .

### ВИСНОВКИ

Модуль пружності спечених зразків, отриманих із порошкових сумішей  $TiH_2 + TiB_2$  та  $Ti-6Al-4V + TiC$ , зростає зі збільшенням вмісту армувальних присадок у шихті з 5 до 10%, тоді як композитів, виготовлених спіканням зі суміші системи  $Ti-6Al-4V + TiB_2$ , зі збільшенням вмісту  $TiB_2$  у шихті з 5 до 10% зменшується внаслідок підвищеної поруватості. Гаряче штампування помітно підвищує швидкість розповсюдження пружних хвиль для зразків всіх складів, причому за умови усунення впливу поруватості на пружні характеристики матеріалу з ростом вмісту високомодульного складника та за легування матричної фази модуль пружності збільшується. Для всіх складів сплавів модуль пружності спечених композитів, армованих високомодульними сполуками, вищий на 2...12%, ніж неармованих литих та деформованих титанових сплавів аналогічного складу, а після гарячого штампування збільшується на 13...35%. Встановлено, що гаряче штампування композитів, армованих боридом титану, спричиняє анізотропію структури, яка відповідає співвідношенню модулів пружності  $E_{xx}/E_{yy} \approx 0,9...0,95$ , що обумовлено переорієнтуванням голкоподібних часток монобориду титану в напрямку, перпендикулярному до напрямку прикладання активного зусилля під час гарячого штампування. Водночас як для спечених, так і гарячештампованих композитів, армованих карбїдом титану, цей параметр знаходиться на рівні одиниці, що свідчить про відсутність анізотропії.

1. *High-temperature* tensile strengths of in situ synthesized TiC/Ti-alloy composites / H. W. Wang, J. Q. Qi, C. M. Zou, D. D. Zhu, and Z. J. Wei // *Mater. Sci. and Engng: A.* – 2012. – **545**. – P. 209–213.
2. *Effect of ( $\alpha+\beta$ )* heat treatment on microstructure and mechanical properties of (TiB + TiC)/Ti-B20 matrix composite / H. K. S. Rahoma, X. P. Wang, F. T. Kong, Y. Y. Chen, J. C. Han, and M. Derradji // *Mater. & Design.* – 2015. – **87**. – P. 488–494.
3. *Poletti C., Balog M., and Schuber T.* Production of titanium matrix composites reinforced with SiC particles // *Composites Sci. and Technol.* – 2008. – **68**. – P. 2171–2177.
4. *Saito T.* The automotive application of discontinuously reinforced TiB–Ti composites // *The J. of the Minerals, Metals & Mater. Soc.* – May, 2004. – **56**. – P. 33–36.
5. *Fabrication* and tensile properties of in situ TiBw and TiC hybrid-reinforced titanium matrix composites based on Ti–B4C–C / D. R. Ni, L. Geng, J. Zhang, and Z. Z. Zheng // *Mater. Sci. and Engng: A.* – 2008. – **478**. – P. 291–296.
6. *Microstructure* and compressive properties of in situ synthesized (TiB + TiC)/Ti composites / Weijie Lu, Di Zhang, Xiaong Zhang, Renjie Wu, Takao Sakata, and Hiritaro Mori // *Mater. Trans.* – 2000. – **42**, № 11. – P. 1555–1561.
7. *Self-propagating* high temperature combustion synthesis of TiC/TiB<sub>2</sub> ceramic–matrix composites / Zhang Xinghonga, Zhu Chunchenga, Qu Weia, He Xiaodonga, and V. L. Kvanin // *Composites Sci. and Technol.* – 2002. – **62**. – P. 2037–2041.
8. *Microstructure* and mechanical properties of P/M titanium matrix composites reinforced by in-situ synthesized TiC–TiB / S. Li, K. Kondoh, H. Imai, B. Chen, L. Jia, and J. Umeda // *Mater. Sci. and Engng: A.* – 2015. – **628**. – P. 75–83.
9. *Sumida M. and Kondoh K.* In-Situ synthesis of Ti matrix composite reinforced with dispersed Ti<sub>3</sub>Si<sub>3</sub> particles via spark plasma sintering // *Mater. Trans.* – 2005. – **46**, № 10. – P. 2135–2141.
10. *Densification* and compressive strength of in-situ processed Ti/TiB composites by powder metallurgy / H. W. Jeong, S. J. Kim, Y. T. Hyun, and Y. T. Lee // *Metals and Mater. Int.* – 2002. – **8**, № 1. – P. 25–35.
11. *Баглюк Г. А., Супрун О. В., Мамонова А. А.* Особливості структуроутворення при термічному синтезі багатоконпонентних сполук із порошкових сумішей на основі системи TiH<sub>2</sub>–Fe–Si–Mn–C–(B<sub>4</sub>C) // *Наук. нотатки.* – Луцьк, 2017. – № 58. – С. 27–35.
12. *Особливості* структуроутворення при спіканні порошкових сумішей системи TiH<sub>2</sub> + TiB<sub>2</sub> / О. М. Івасишин, Г. А. Баглюк, О. О. Стасюк, Д. Г. Саввакін // *Фізика і хімія твердого тіла.* – 2017. – **18**, № 1. – С. 15–20.
13. *Вплив* компонентного складу шихти на структуру та властивості спечених титаноматричних композитів з високомодульними сполуками / Г. А. Баглюк, О. М. Івасишин, О. О. Стасюк, Д. Г. Саввакін // *Порошковая металлургия.* – 2017. – № 1/2. – С. 59–68.
14. *Баглюк Г. А., Стасюк А. А., Саввакин Д. Г.* Структура и фазовый состав спеченных сплавов, полученных из порошковых смесей системы TiH<sub>2</sub> + TiB<sub>2</sub> // *Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка.* – Минск, 2017. – Ч. 1. – С. 347–358.
15. *Баглюк Г. А.* Влияние деформационных параметров на структуру и свойства горячештампованных порошковых материалов // *Обработка материалов давлением.* – 2011. – № 1 (26). – Краматорск, 2011. – С. 139–145.
16. *Hot forging* of P/M metal matrix composites / G. Bagliuk, V. Kurikhin, D. Goncharuk, and Yu. Shishkina // *Adv. forming technologies and nanostructured mater. Book of abstracts.* – Poznan-Wasowo (Poland), 2014. – Vol. 2. – P. 20–21.
17. *Вплив* технологічної схеми виготовлення на характер анізотропії і пружні властивості гарячештампованих порошкових алюмоматричних композитів / Г. А. Баглюк, Ю. Г. Безимьяний, А. Н. Колесніков, О. В. Талько, Ю. О. Шишкіна // *Наук. нотатки.* – Луцьк, 2016. – № 54. – С. 20–27.
18. *Character* of anisotropy and elastic properties of hot-forged aluminum-matrix composites / G. A. Bagliuk, Yu. G. Bezimyanniy, O. V. Talko, I. O. Teslenko, and Yu. A. Shishkina // *XIII Int. Congress “Machines. Technologies. Materials”.* – Varna, Bulgaria. – September 14–17, 2016. – Vol. 2. – P. 8–12.
19. *Безимьянный Ю. Г.* Акустичний контроль матеріалів з розвинутою мезоструктурою // *Фіз.-хім. механіка матеріалів.* – 2007. – **43**, № 4. – С. 53–65.  
(*Безумьянний Ю. Н.* Acoustic control of materials with developed mesostructure // *Materials Science.* – 2007. – **43**, № 4. – P. 508–521.)

Одержано 21.12.2018