

**ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА ТИТАНОМАТРИЧНОГО КОМПОЗИТА С ОКСИДНЫМИ И КАРБИДНЫМИ ВКЛЮЧЕНИЯМИ**

*В.В. Коржова<sup>2</sup>, к.т.н., н.с., Е.Н. Коростелева<sup>1,2</sup>, к.т.н., доц., О.Е. Петренко<sup>1а</sup>, магистрант,*

*<sup>1</sup>Томский политехнический университет*

*634050, г. Томск, пр. Ленина, 30*

*<sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН*

*634055, г. Томск, пр. Академический, 2/4, (3822) 492-771*

*E-mail: <sup>а</sup>elenak@tpu.ru*

**Аннотация:** В работе представлены результаты вакуумного спекания многокомпонентных порошковых составов на основе титана с добавлением реагирующих компонентов Al, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и C. Проанализированы возможные физико-химические стадии, сопутствующие спеканию в условиях регулируемого нагрева порошковых смесей Ti+Al+Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+C, приготовленных в разных режимах. Описаны основные факторы, имеющие место на уровне межчастичных контактов и влияющие на последовательность стадий фазообразования. Установлено, что важную роль играет способ смешивания, который определяет стадийность процессов взаимодействия компонентов, что в свою очередь отражается в формировании финального структурно-фазового состояния композиций.

**Ключевые слова:** металлматричные композиты, реакционное спекание, стадии фазообразования, оксиды, сложные интерметаллиды, реакции восстановления

**Abstract:** The results of vacuum sintering of multicomponent powder compositions based on titanium with the addition of reactive components Al, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and C were presented in this study. Possible physicochemical stages accompanying sintering under controlled heating conditions of Ti+Al+Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+C powder mixtures prepared in different modes were analyzed. The main factors that take place at the level of interparticle contacts and affect the sequence of stages of phase formation were described. It has been established that the method of mixing plays an important role, which determines the staging of the processes of interaction between the components that in turn is reflected in the formation of the final structural-phase state of the composites.

**Keywords:** metal matrix composites, reaction sintering, phase formation stages, oxides, complex intermetallides, reduction reactions

**Введение.** В рамках расширения требований к композиционным материалам возрастает запрос к использованию более разнообразных по качеству и количеству компонентов составов, где во главе угла стоял вопрос не только повышения механических свойств, но и соответствия другим физико-химическим критериям (химическая устойчивость, электрофизические свойства, термостойкость и т. д.). Поэтому все большую популярность приобретают композиты, сочетающие в себе свойства как металлов, так и керамических материалов [1–4]. Композиты с титановой матрицей востребованы в широком спектре отраслей, включая машиностроение, транспорт, аэрокосмическую технику, энергетику, химические и биотехнологии, в том числе медицинское материаловедение [5–7].

Уникальность титановых композитов заключается в том, что благодаря своей относительно низкой плотности, высокой прочности и коррозионной устойчивости, они успешно используются при проектировании различных изделий, деталей, узлов и конструкций. Другим привлекательным свойством является возможность использования большого количества комбинаций дополнительных компонентов в виде как простых элементов, так и соединений, которые хорошо связываются с титаном, что существенно повышает его функциональные и физико-механические характеристики. Это позволяет в зависимости от области применения, создавать новые группы композитов на основе титана с различными тугоплавкими и твердыми фазами-включениями. Среди таких фаз особый интерес представляют оксидные соединения, однородно распределенные в матрице и характеризующиеся высокой степенью адгезии к титановой матрице. Использование реакций восстановления металлов из оксидов с образованием других оксидов в области СВС довольно распространено [4–9]. Также широко исследуются составы, содержащие углерод как карбидообразующую фазу. Проблема заключается в том, что к настоящему времени пока затруднительно добиться приемлемой адгезии между оксидной фазой и титановой матрицей при использовании традиционных порошковых технологий получения композитов.

Наиболее ярким примером порошковой композиции с интенсивно реагирующими компонентами является система на основе титана, где дополнительно используют алюминий. С другой стороны, система «алюминий-оксид железа» относится к одной из самых распространенных комбинаций в реакциях восстановления (металлотермии). Очевидно, что если рассматривать композицию «титан-алюминий-оксид железа-углерод» в условиях вакуумного нагрева, то возникнет проблема оценки возможных реакций не только в количественном плане, но и даже качественно.

В данном случае привязка к традиционным диаграммам состояния не работает, и фактически, экспериментально после реакционного спекания в композите Ti-Al-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-C может наблюдаться непредсказуемые группы фаз и их количественное сочетание.

Актуальность исследования связана с изучением роли неинертного оксидного компонента в порошковой смеси на основе интерметаллидообразующей титан-алюминиевой основы для синтеза металлокерамического композита. Несмотря на наличие работ в этой области, остается еще много вопросов относительно протекания реакционных процессов как с экспериментальной, так и теоретической точки зрения. В связи с этим экспериментальные исследования реакционного спекания порошковых материалов системы Ti-Al-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-C представляют определенный научный интерес.

Материалы и методика эксперимента. В качестве объекта исследования была рассмотрена система Ti – Fe – Al – O – C, где кислород представлен в оксиде Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Были приготовлены смеси из порошков титана (ТПП8, <125-160 мкм), алюминия (ПА-4, <100 мкм), сажи (углерода П-803, <3 мкм) и оксида железа (ЧДА, <120 мкм). Соотношение компонентов было ориентировано на формирование определенных расчетных фаз согласно возможным протекающим реакциям в исследуемых системах элементов, включая сопутствующие реакции металлтермии. Поскольку в порошковых смесях присутствуют оксиды, то при расчетах составов учитывали молярные соотношения компонентов, обеспечивающие реакцию восстановления: Al+Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> → Fe+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Как известно, для полной реализации реакции восстановления необходимо следующее количественное соотношение реагентов (мол.): 2/3Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 4/3Al = 2/3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 4/3 Fe. Суммарное количество этих реагентов в общей массе порошковой смеси соответствовало возможности формирования оксидной фазы в количестве, не превышающем 10 об. %. Другим условием расчета компонентов было ориентация на соотношение титана и железа, близкое к их эвтектическому соотношению Ti:Fe=68:32 (в вес. %) согласно равновесной диаграмме состояния системы Ti – Fe. Соотношение компонентов (вес. %) в смесях приведено в таблице 1.

Таблица 1

Состав порошковых смесей

Целевые фазовые составы, предполагаемые после спекания	Порошковые компоненты, вес. %			
	Ti	Al	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C
(Ti-Fe) + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +TiC	78,2	5,3	15,7	0,8

Смешивание порошков осуществляли в двух вариантах, используя стационарный режим в аксиальном смесителе и динамический режим в активаторе. В первом случае проводили совместное смешивание компонентов в смесителе в течение 4 часов. Во втором варианте режим смешивания разбивали на два этапа: а) предварительная активация оксида железа с алюминием, б) затем добавление к этой смеси титана и сажи с последующим простым смешиванием в аксиальном смесителе. Образцы из полученных порошковых смесей прессовали с использованием цилиндрической прессформы с плавающим пуансоном высотой 10–15 мм и диаметром 10 мм. Начальная (исходная) пористость прессовок составляла 23–27 %. Спекание образцов проводили в вакуумной печи СНВЭ-1.3.1/16 в условиях регулируемого нагрева со скоростью приращения температуры 3–5 °/мин. Выдержка составляла 60 минут при температурах 1150 и 1250 °С. Для оценки формируемого структурно-фазового состояния были проведены структурные исследования и рассчитаны изменения пористости и объема в зависимости от состава порошковых композиций.

Результаты и их обсуждение. Используемые варианты смешивания четырехкомпонентных смесей Ti-Al-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-C по-разному оказали влияние на спекаемость и формируемую структуру прессовок из них. Эта разница очень хорошо видна при сравнении микроструктур спеченных образцов из смеси Ti+Al+Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+C, приготовленной разными способами (рис.1 и 2). В первом варианте одновременного смешивания всех компонентов несмотря на условия регулируемого нагрева, формируются протяженные локальные зоны интенсивного взаимодействия с протеканием возможных экзотермических реакций. В результате, в объеме прессовки образуются существенные объемы вторичных пор на месте реагентов, продукты взаимодействия которых перешли в твердорастворное состояние с соседней фазой.

Согласно результатам РСА, в спеченных образцах из смеси  $Ti+Al+Fe_2O_3+C$ , полученной простым одновременным смешиванием всех компонентов, основной фазой, как и следовало ожидать, является твердый раствор на основе  $\alpha$ -титана (60–63 об. %). Другие исходные компоненты могут быть представлены в виде фаз  $TiFeAl$  (15–18 об. %),  $TiFe$  (2–4 об. %) или  $FeO$  (18–9 об. %).

Не исключен нестехиометрический карбид титана (до 10 об.%), но его линии интенсивности на дифрактограмме близки к линиям оксида железа  $FeO$ , поэтому количество оксида железа может колебаться в зависимости от наличия карбида титана.

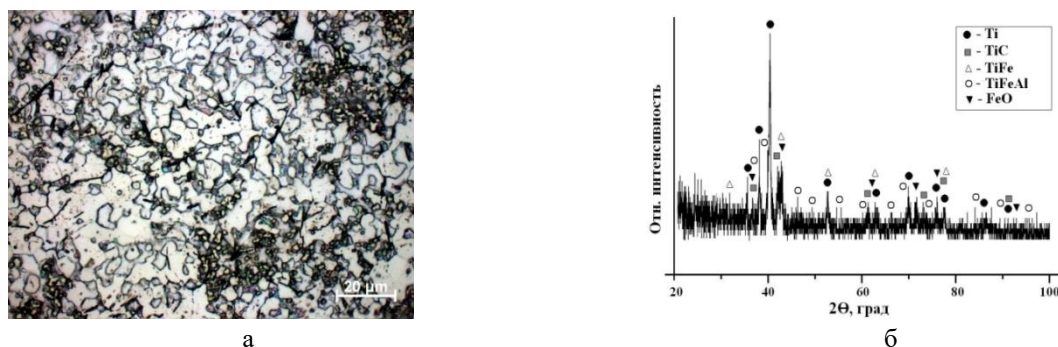


Рис. 1. Микроструктура (а) и рентгенограмма (б) спеченных при 1150 °С образцов из порошковой смеси  $Ti+Al+Fe_2O_3+C$  (стандартное совместное смешивание компонентов)

Использование двухэтапного раздельного смешивания компонентов с использованием механоактивации приводит к формированию другого фазового состава и зеренной структуры (рис.2.). В отличие от предыдущего варианта, вторичная пористость распределена более равномерно, что показывает более однородный характер распределения локальных зон контактного взаимодействия реагентов. Предварительная механоактивация пары  $(Al+Fe_2O_3)$  обеспечила гарантированный синтез корунда  $Al_2O_3$ , который после второго этапа смешивания в присутствии углерода смог сохраниться в спеченной структуре (до 25 об. %), не растворившись в титановой матрице. Объем самой титановой матрицы (вернее, разбавленного твердого раствора на его основе) составляет порядка 61 об. %. РСА также фиксирует наличие синтезированного в условиях спекания нестехиометрического карбида титана (12 об.%) и малозаметные рефлексы интерметаллида  $TiFe$  (до 1 об. %).

Многоуровневость протекания реакций в этой 4-компонентной смеси в зависимости от способа смешивания отражается на объемных дилатациях (изменениях) прессовок в процессе спекания (таблица 2).



Рис. 2. Микроструктура (а) и рентгенограмма (б) спеченных образцов из порошковой смеси  $Ti+Al+Fe_2O_3+C$ , приготовленной двухэтапным способом; (а) микроструктура спеченных образцов при 1150 °С; (б) спеченные образцы при температурах: 1 – 1150 °С; 2 – 1250 °С

Так как образцы из смеси, приготовленной по второму варианту продемонстрировали наибольшее уплотнение при 1150 °С спекания, то было исследовано их поведение при более высокой температуре с возможностью достижения минимальной пористости при сохранении формы прессовок. Результаты сравнения поведения образцов из смеси  $Ti+Al+C+Fe_2O_3$  (II) в условиях вакуумного спекания при разных температурах приведены на рис.3. Помимо уменьшения объема, также произошло существенное сокращение остаточной пористости, снизив первоначальное значение прессовок с 26 % до 5–8 % пористости.

Таблица 2

Объемные изменения спеченных при 1150°C прессовок из порошковых смесей Ti+Al+Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+C

Состав	Вариант смешивания	Относительное изменение объема (усадка), %
Ti+Al+C+Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	I	образцы при спекании сократились в диаметре (на 9%), но значительно поднялись в высоту (до 35 %), что привело к общему значению отрицательной усадки (роста) в % около – 16,0 %
	II	14,4

Сравнение результатов РСА также показывает влияние температуры спекания на формирование окончательного структурно-фазового состояния порошковой композиции с двухэтапным смешиванием (рис.2). С повышением температуры качественный фазовый состав радикально не меняется, то есть, основные реакции реализовались еще на стадии достижения температуры спекания до 1150 °С. С другой стороны, повышение температуры привело к количественному перераспределению фаз, увеличив долю нестехиометрического титана.

Таким образом, представленные результаты исследования показывают, что процедура смешивания определенных типов компонентов имеет существенное значение при формировании структуры и фазового состава. Взаимодействующие компоненты сильно зависят от характера распределения своих элементов в общем объеме смеси и последовательности стадий их реакционно-диффузионного взаимодействия. С другой стороны, анализ поведения таких порошковых систем при спекании позволяет определить возможный приоритет за той или иной реакцией между компонентами.

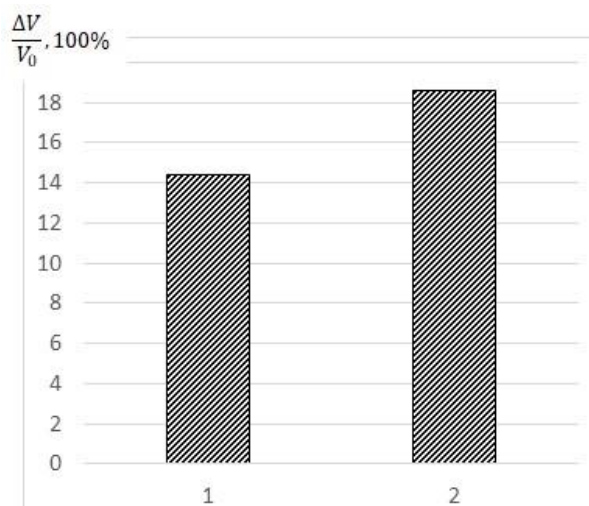


Рис. 3. Относительное изменение объема (усадка) прессовок из порошковой смеси Ti+Al+C+Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (II) при разных температурах спекания: 1 – 1150 °С; 2 – 1250 °С

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, тема FWRW-2021-0005.

Список использованных источников:

1. Titanium-based matrix composites reinforced with particulate, microstructure, and mechanical properties using spark plasma sintering technique: a review/ O.E. Falodun, B.A. Obadele, S.R. Oke [et al.] // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2019. – 102. – P. 1689–1701. – URL : <https://doi.org/10.1007/s00170-018-03281-x> (дата обращения 22.03.2023).
2. A novel fabrication method for TiC–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–Fe functional material under centrifugal acceleration / R. Mahmoodian, M.A. Hassan, R.G. Rahbari [et al.] // Composites: Part B. – 2013. – V. 50. – P. 187–192.
3. Cai Z.H. Sintering behaviour and microstructures of Ti(Al,O)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ti<sub>3</sub>Al(O)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and TiAl(O)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in situ composites / Z.H. Cai, D.L. Zhang // Materials Science and Engineering A. – 2006. – V. 419. – P. 310–317.
4. Яценко И.В. Получение композита TiC + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + AlFe из гранулированной шихты методом СВС / И.В. Яценко, А.Р. Самборук, Е.А. Кузнец // Современные материалы, техника и технологии. – 2016. – № 3 (6). – С. 149–153.

5. Energy efficiency during conventional and novel sintering processes : the case of Ti–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–TiC composites / C. Musa, R. Licheri, A.M. Locci [et al.] // Journal of Cleaner Production. – 2009. – V. 17. – P. 877–882.
6. Spark plasma sintering of Al-Ti-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite, ICMPC-2019 / S.R. Oke, O.E. Falodun, B.G. Motsa // Materials Today: Proceedings. – 2019. – V. 18. – P. 3946–3951.
7. Rafiei M. Kinetic analysis of thermite reaction in Al–Ti–Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system to produce (Fe,Ti)<sub>3</sub>Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite / M. Rafiei, M.H. Enayati, F. Karimzadeh // Powder Technology. – 2014. – V. 253. – P. 553–560.
8. Горение порошковой смеси Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>-Al-C в режиме СВС и структура образующихся продуктов / В.П. Кобяков, В.Д. Зозуля, М.А. Сичинава // ФГВ. – 2005. – Т. 41. – № 4. – С.60–66.
9. Effect of Heat Release Conditions on the Phase Composition of the Combustion Products of a Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub>/Al/C Thermite Mixture / V.P. Kobayakov, D.Yu. Kovalev // Combustion, Explosion, and Shock Waves. – 2008. – V. 44. – №. 4. –P. 405–409.

### ИССЛЕДОВАНИЕ И МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ФОРМИРОВАНИЯ СТРУЖКИ

*М.А. Корчуганова<sup>а</sup> к.т.н., доц., Е.Ф. Мирзоянов<sup>б</sup>, магистрант  
ФГБОУ ВО «Новосибирский государственный технический университет»  
630073, г. Новосибирск, пр-т К. Маркса, 20 тел. (383) 346- 08- 43  
E-mail: <sup>а</sup>mirzojanov@yandex.ru, <sup>б</sup>korchuganova@corp.nstu.ru*

**Аннотация:** В данной статье дан аналитический обзор наиболее известных моделей стружкообразования, а также исследуются вопросы стружкодробления как процесса тесно связанного с формированием стружки отвечающий требованиям технологичности процесса обработки деталей резанием, а также вопросам безопасности производства. Представлена компактная модель стружкообразования может послужить как для дальнейшего исследования, так и фундаментом для проектирования нового вида пластин для режущего инструмента.

**Ключевые слова:** модель стружкообразования, стружкодробление, процесс резания, режущий инструмент.

**Abstract:** This article provides an analytical overview of the most well-known chip formation models, as well as examines the issues of chip crushing as a process closely related to chip formation that meets the requirements of the manufacturability of the process of machining parts by cutting, as well as production safety issues. A compact model of chip formation is presented that can serve both for further research and as a foundation for designing a new type of plates for cutting tools.

**Keyword:** chip formation, chip breaking, cutting process, cutting tool.

Введение

Эффективность и качество обработки деталей резанием непосредственно зависит от вида стружки сходящей с инструмента. Так как в современном машиностроении все больше используются автоматизированные системы механической обработки и контроля продукции, а также смены инструмента и транспортировки отходов производства, то процесс формирования стружки должен быть стабильным и прогнозируемым, чтобы избежать аварийных ситуаций и нарушений технологического процесса.

С целью решения проблемы стабильного и прогнозируемого стружкообразования, применяется разные методы моделирования процессов резания. Наиболее популярные модели процессов резания, это математические и кинематические. В последнее время набирает популярность имитационное моделирование, которое также относится к виду математического моделирования и производится с помощью программных пакетов (ANSYS) используемых метод конечных элементов (МКЭ) [6].

Труды по математическому моделированию процессов стружкообразования с определением всех параметров включая силы резания проводились автором [2, 3] в МГТУ имени Баумана, и имеют большое значение для анализа и дальнейшего изучения этих процессов.

Процесс формирования стружки детально был изучен основоположником теории резания, русским учеными Тиме И.А., которым были выделены три основных вида стружек. Это сливная стружка, стружка скалывания, стружка надлома [1, 5]. Установлено экспериментально, что для стабильности процесса обработки металла резанием необходимо формирование сливной стружки отрезками небольшой длины [5]. Для этого нужно также изучить процесс дробления (ломания) стружки. Вид стружки получаемой в результате обработки детали зависит в основном от таких параметров как свойство материала, режимы резания, а также геометрии режущего инструмента. Явления связанные с образованием стружки также тесно связаны с изменением контактных процессов, происходящих на передней поверхности инструмента [4].