

Научноёмкие технологии в машиностроении. 2025. №3 (165). С.3-10.
Science intensive technologies in mechanical engineering. 2025. №3 (165). P.3-10.

Научная статья
УДК 620.16+620.18
doi: 10.30987/2223-4608-2025-3-3-10

Влияние вида углеродной формы и термической обработки на структурные характеристики карбидной фазы в составе композиционного материала Al-5%Cu-10%TiC, полученного методом СВС

Альфия Расимовна Луц, к.т.н.
Самарский государственный технический университет, Самара, Россия
alya_luts@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7889-9931>

Аннотация. В работе приведены результаты исследования влияния вида углеродной формы (технического углерода и многослойных углеродных нанотрубок) на морфологию и характер распределения фазы карбида титана в составе полученного методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза композиционного материала Al-5%Cu-10%TiC, подвергнутого далее термической обработке в виде закалки и искусственного старения. Показано, что обе модификации углерода позволяют изначально синтезировать карбидную фазу высокой дисперсности с размерами до 800 нм. Однако в ходе последующей термической обработки образцов, полученных на основе шихты с нанотрубками, наблюдается снижение дисперсности частиц карбида титана до 2 мкм и повышение степени их агломерированности, что влечет за собой уменьшение упрочняющего эффекта старения. На основе анализа механизма карбидообразования выдвинуто предположение, что в результате высокоскоростного капиллярного растекания титана по поверхности углеродных частиц в процессе синтеза образуются частицы наследуют геометрию исходной углеродной формы. В связи с этим, при использовании технического углерода преимущественным является синтез округлых частиц карбида титана, а в случае нанотрубок – цилиндрических частиц. Различия в морфологии, в свою очередь, определяют различную степень самодиффузии при последующем нагреве, что и приводит к более существенным изменениям дисперсности и характера распределения карбидной фазы в образцах, синтезированных на основе нанотрубок. Полученные результаты позволяют сделать вывод, что вид углеродной формы оказывает значительное влияние на структурные характеристики карбидной фазы и дают основание рекомендовать к использованию технический углерод, отличающийся и более низкой стоимостью.

Ключевые слова: карбид титана, композиционный материал, самораспространяющийся высокотемпературный синтез, термическая обработка

Для цитирования: Луц А.Р. Влияние вида углеродной формы и термической обработки на структурные характеристики карбидной фазы в составе композиционного материала Al-5%Cu-10%TiC, полученного методом СВС // Научноёмкие технологии в машиностроении. 2025. № 3 (165). С. 3–10. doi: 10.30987/2223-4608-2025-3-3-10

Carbon shape type and heat treatment effect on the structural characteristics of the carbide phase in the composite material Al-5%Cu-10%TiC obtained by the SHS method

Alfiya R. Lutz, PhD. Eng.
Samara State Technical University, Samara, Russia
alya_luts@mail.ru

Abstract. The paper presents the analysis of carbon shape type effect (carbon black and multilayer carbon nanotubes) on the morphology and distribution of the titanium carbide phase in the composition of a composite material obtained by self-propagating high-temperature synthesis Al-5%Cu-10%TiC, further subjected to heat treatment as thermo-hardening and artificial ageing. It is shown that both carbon modifications make it possible to synthesize a highly dispersed carbide phase with dimensions up to 800 nm from its inception. However, during the subsequent heat treatment of samples obtained on the basis of a charge with nanotubes, a decrease in the dispersion of titanium carbide particles to 2 microns and an increase in their degree of agglomeration is observed, resulting in a decrease in the hardening effect of ageing. Based on the analysis of the mechanism of carbide formation, it is suggested that as a result of high-speed capillary spreading of titanium over the surface of carbon particles within synthesis, the formed particles inherit the geometry of the original carbon shape. In this regard, when using carbon black, the synthesis of rounded titanium carbide particles is advantageous, and in the case of nanotubes it is cylindrical particles that make the better of. Differences in morphology, in turn, determine the varying degree of self-diffusion during subsequent heating, which contributes to more significant changes in the dispersion and distribution of the carbide phase in samples synthesized on the basis of nanotubes. The obtained results lead to a conclusion that the type of carbon shape has a significant effect on the structural characteristics of the carbide phase and give reason to recommend the use of carbon black, which is characterized by a lower cost.

Keywords: titanium carbide, composite material, self-propagating high-temperature synthesis, heat treatment

For citation: Lutz A.R. Carbon shape type and heat treatment effect on the structural characteristics of the carbide phase in the composite material Al-5%Cu-10%TiC obtained by the SHS method / Science intensive technology in mechanical engineering. 2025. № 3 (165). P. 3–10. doi: 10.30987/2223-4608-2025-2-3-10

Введение

Композиционные алюмоматричные материалы, армированные высокодисперсной фазой карбида титана, представляют собой перспективный класс материалов конструкционного назначения с повышенными показателями твердости, прочности и износостойкости [1, 2]. С учетом простоты и доступности оборудования, а также экономической целесообразности, наиболее перспективным для их изготовления является метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), предложенный на кафедре «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» Самарского государственного технического университета [3]. Технология включает проведение экзотермического взаимодействия компонентов исходной шихты – элементных порошков титана и углерода, протекающего в расплаве алюминия в режиме горения со значительной скоростью от 1×10^{-4} до 0,15 м/с и с достижением температуры в зоне реакции до 3000 К, что обеспечивает высокую смачиваемость образуемых частиц карбида титана и за счет этого существенное повышение механических и трибологических свойств получаемых композиционных материалов [4, 5]. Качественное повышение указанных характеристик было доказано на составах Al-10%TiC, Al-5%Cu-10%TiC, Al-5%Cu-2%Mn-10%TiC и др. путем

синтеза в их структурах частиц карбида титана с дисперсностью 100 нм – 1 мкм.

В процессе разработки технологии особое внимание уделялось порошковым составам шихты, а именно влиянию размерного фактора и способа получения исходных порошков титана и углерода на полноту протекания процесса СВС и дисперсность получаемой карбидной фазы. Было установлено, что все исследуемые марки порошка титана: ПТМ (с дисперсностью < 80 мкм), ПТХ6-1 (< 180 мкм) и ТПП-7 (< 280 мкм), отличаются хорошей реакционной способностью и могут использоваться для синтеза карбида титана, но его максимальную дисперсность обеспечивает использование порошка ТПП-7, обладающего пористой структурой и за счет этого легко распадающегося на отдельные элементы с последующим химическим взаимодействием с углеродом [6].

Другая часть исследований, посвященная изучению влияния модификации углеродной формы, позволила установить, что, хотя все рассмотренные формы: активированный уголь марок БАУ и АГ-2, коллоидный графит С-1, технический углерод марок Т-900 и П-701 и углеродные нанотрубки (УНТ) «Таунит»TM, способны вступать во взаимодействие с титаном, но минимальную дисперсность карбидной фазы, порядка 200...300 нм, обеспечивает использование только технического углерода П-701 и УНТ «Таунит»TM. Применение

остальных углеродных форм не позволяет провести СВС в полной мере, о чем свидетельствует наличие свободного углерода в составе матрицы и образование нежелательных побочных фаз типа Al_4C_3 или Al_3Ti .

Также ранее было установлено, что дисперсность соединения карбида титана в результате СВС-процесса существенно зависит от химического состава матричной основы. И, например, присутствие 5 % меди, которую можно рассматривать как инертную добавку, ведет к снижению температуры СВС-реакции и ее замедлению, в результате чего образуются

частицы карбида титана успевают коагулировать и их дисперсность несколько снижается: при использовании технического углерода П-701 дисперсность составляет 200...500 нм, а с УНТ «Таунит»TM – уже 250...800 нм [7]. Но даже такая незначительная разница в размерных параметрах синтезируемых частиц карбида титана оказывает влияние на их механические показатели (табл. 1), что свидетельствует о необходимости сохранения уровня дисперсности армирующей фазы в ходе дальнейших технологических операций.

1. Механические свойства синтезируемых композиционных материалов

1. Mechanical properties of synthesized composite materials

Состав	Испытания на растяжение		Испытания на сжатие		Твердость НВ
	Предел прочности σ_b , МПа	Относительное удлинение δ , %	Напряжение сжатия σ_s , МПа	Относительное укорочение %	
Al-5%Cu	135	18	-	-	48
Al-5%Cu-10%TiC (П-701)	223	6,0	278	59,70	63
Al-5%Cu-10%TiC (УНТ)	203	6,0	241	63,22	63

Вместе с тем, для матричной основы алюминий-медь наибольшее упрочнение достигается в процессе термической обработки по режиму Т6, включающему закалку и старение. И в работе [8] приводится сравнительная оценка свойств композиционных материалов на основе Al-5%Cu, полученных путем ввода 0,1...1,0 % масс. наноразмерных частиц TiC_p и 1,0...5,0 % масс. микроразмерных TiC_p с последующей термической обработкой всех образцов по режиму: выдержка 12 ч при 538 °С, закалка в воду и старение 10 ч при 165 °С. Установлено, что износостойкость наноразмерных материалов с содержанием 0,5 % масс. TiC на 83,5 % выше, чем у матричного сплава Al-Cu при 180 °С при 20 Н и на 16,5 % выше, чем у композита с 5 % масс. микроразмерных частиц TiC. Полученные результаты еще раз доказывают преимущество использования именно высокодисперсной армирующей фазы. Однако, в приведенном примере использовались готовые частицы карбида титана, полученные одним способом и отличающиеся лишь дисперсностью, тогда как в СВС-процессах формирование карбидной фазы происходит

непосредственно в расплаве и вопрос о влиянии вида углеродной формы в ходе нагрева на форму и дисперсность образующейся армирующей фазы в достаточной степени не изучен. В связи с этим, в рамках данной работы была поставлена цель провести оценку влияния формы углерода и термической обработки на дисперсность и равномерность распределения фазы карбида титана в составе композиционного материала Al-5%Cu-10%TiC, полученного методом СВС.

Исследования

Синтез композиционного материала Al-5%Cu-10%TiC проводился путем ввода взятых в стехиометрическом соотношении порошков титана марки ТПП-7 (ТУ 1715-449-05785388-99) и поочередно двух углеродных форм – углерода марки П-701 и УНТ «Таунит»TM – в расплав Al-5%Cu, разогретый до температуры 900 °С в графитовом тигле плавильной печи ПП 20/12. Морфология и исходные характеристики углеродных форм представлены на рис. 1 и в табл. 2, 3.

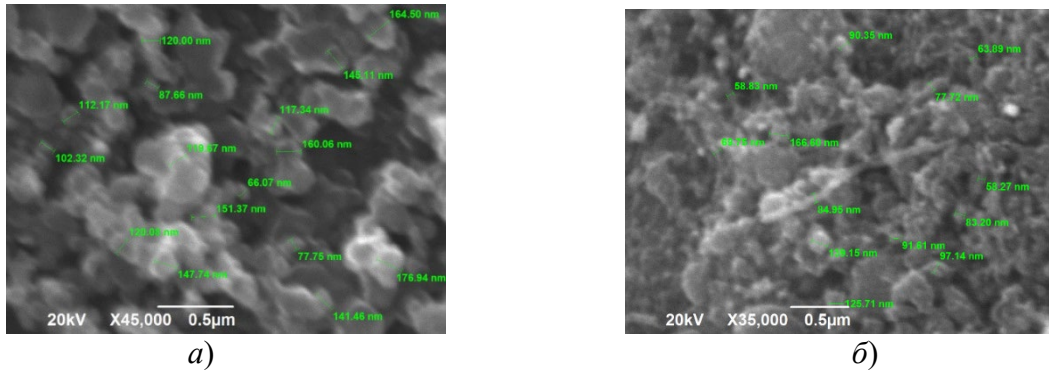


Рис. 1. Морфология и размеры форм углерода:
а – технический углерод П-701; б – УНТ «Таунит»™

Fig. 1. Morphology and dimensions of carbon forms:
a – carbon black P-701; b – CNT «Taunite»™

2. Характеристика технического углерода П-701 (ГОСТ 7885-86)

2. Characteristics of carbon black P-701 (GOST 7885-86)

Марка	Содержание элементов, %			Размер частиц, мкм
	С	Si, Fe	S	
П-701	осн.	0,7	1,1	0,15

3. Характеристики УНТ «Таунит» (ТУ 2166-001-02069289-2007) [9]

3. Characteristics of CNT "Taunit" (TS 2166-001-02069289-2007) [9]

Марка	Содержание элементов, %		Размер частиц, нм/мкм
	С	Общий объем примесей	
Многослойные углеродные нанотрубки «Таунит»™	99	≤ 1,0	Внешний диаметр 20...50 нм, внутренний диаметр 10...20 нм, длина ≥ 2 мкм

Термическая обработка в виде выдержки при 535 °С в течение 1 ч, закалки в воду и искусственного старения при 170 °С в течение 1 ч проводилась в лабораторных камерных печах СНОЛ. Микроструктурный анализ осуществляли на растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6390A. Оценка степени равномерности распределения армирующих частиц по объему производилась с применением программной разработки для анализа структур литых металломатричных композиционных материалов на основе платформы ImageJ [10], согласно которой степень равномерности распределения частиц автоматически определяется как отношение стандартного отклонения к среднему арифметическому их числа. Полученное числовое значение может варьироваться от 0 до 1, где нулевое значение означает

совершенно однородное распределение, а единица соответствует крайне неравномерному (агломерированному) распределению. Твердость образцов исследовалась на твердомере ЗИП ТК-2М по методу Бринелля по ГОСТ 9012-59.

Результаты

Анализ микроструктур образцов композиционного материала Al-5%Cu-10%TiC (рис. 2) позволил установить, что в случае применения технического углерода П-701 после термической обработки уровень дисперсности частиц карбида титана сохраняется на уровне 200...500 нм, а равномерность их распределения незначительно уменьшается – с 0,16 до 0,28 (рис. 2, в, г).

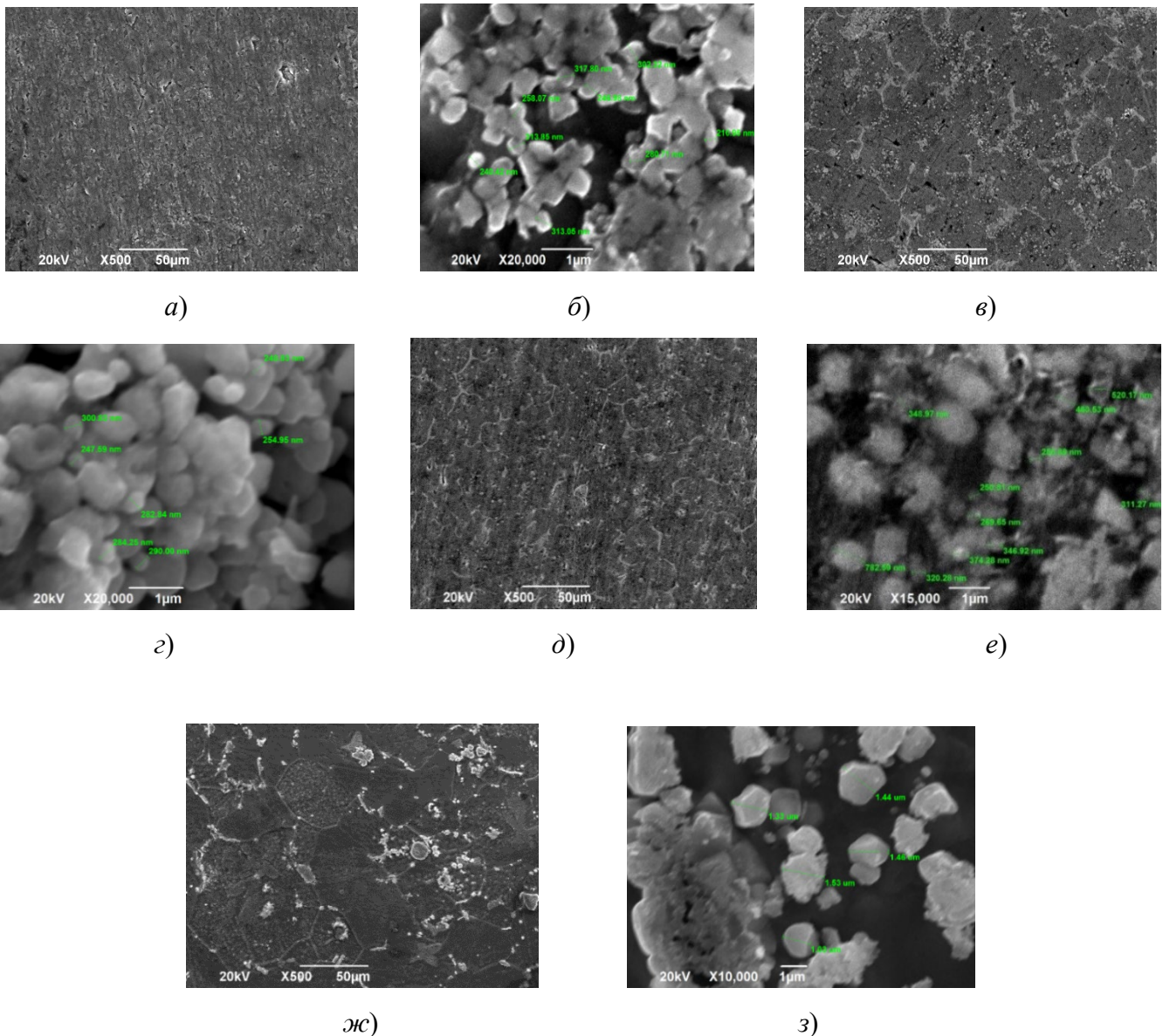


Рис. 2. Микроструктура образцов композиционного материала Al-5%Cu-10%TiC с разными формами углерода в составе шихты:

a, б – порошок титана ТПП-7 и технический углерод П-701 до термической обработки; *в, г* – порошок титана ТПП-7 и технический углерод П-701 после термической обработки; *д, е* – порошок титана ТПП-7 и УНТ «Таунит»™ до термической обработки; *ж, з* – порошок титана ТПП-7 и УНТ «Таунит»™ после термической обработки

Fig. 2. Microstructure of samples of composite material Al-5%Cu-10%TiC with different forms of carbon in the furnace charge:

a, b – titanium powder TPP-7 and carbon black P-701 before heat treatment; *c, d* – titanium powder TPP-7 and carbon black P-701 after heat treatment; *e, f* – titanium powder TPP-7 and CNT «Taunit»™ before heat treatment; *g, h* – titanium powder TPP-7 and CNT «Taunit»™ after heat treatment

Однако при использовании УНТ «Таунит»™ дисперсность частиц снижается с 250...800 нм до 1...2 мкм, а равномерность распределения – с 0,18 до 0,59, что свидетельствует о более высоком уровне агломерированности (рис. 2, *ж, з*). При этом значения твердости после термической обработки для образцов с П-701 и УНТ повысились с 63 НВ до 106 и

91 НВ соответственно, из чего следует наличие эффекта старения в обоих случаях, но степень упрочнения, очевидно, определяется структурными показателями карбидной фазы.

С целью интерпретации результатов необходимо уточнить, что взаимодействие между компонентами исходной смеси в процессе СВС протекает в узкой волне горения и

распространяется с высокой скоростью, т. е. размерная неравномерность компонентов шихты может привести к неоднородности получаемого продукта. Согласно модели, предлагаемой в работе [11], механизм образования карбида титана включает капиллярное растекание, т. е. плавление частиц титана во фронте горения с последующим растеканием по поверхности углеродных частиц, в связи с чем синтезируемый продукт должен наследовать геометрию частиц углеродной формы. Подтверждением этому могут служить результаты, приводимые в работе [12], где исследовалась возможность СВС карбида титана в среде аргона при давлении 1 МПа из аналогичных порошковых смесей после их предварительного прессования с давлением 15 кг/см².

Приведенные на рис. 3 микроструктуры позволяют убедиться в том, что в случае применения технического углерода, сажевые частицы которого, как правило, шарообразной формы и представляют собой рыхлые цепные образования-агломераты размером 0,2...0,8 мкм, частицы образующего карбида титана также представляют собой

преимущественно спекшиеся частицы глобулярной или овальной формы. Тогда как при использовании УНТ, представляющих собой графеновую плоскость, свернутую в рулон [13], отчетливо наблюдаются отдельные частицы цилиндрической формы, в некоторых случаях с острыми гранями.

Известно, что наиболее вероятной трехмерной формой частиц, образуемых по механизму «снизу-вверх», является шарообразная, поскольку она отвечает минимуму энергии [14], поэтому для наносистем характерным является процесс объединения частиц в более крупные и округлые агломераты с целью уменьшения их общей площади поверхности. В связи с этим, очевидно, проведение в ходе термических операций дополнительного нагрева повышает энергию активации рассматриваемых систем и запускает процессы самодиффузии, которые приводят к повышению степени агломерированности в обоих случаях, но именно в случае вытянутых частиц карбида титана, образованных с применением УНТ, данный эффект более выражен.

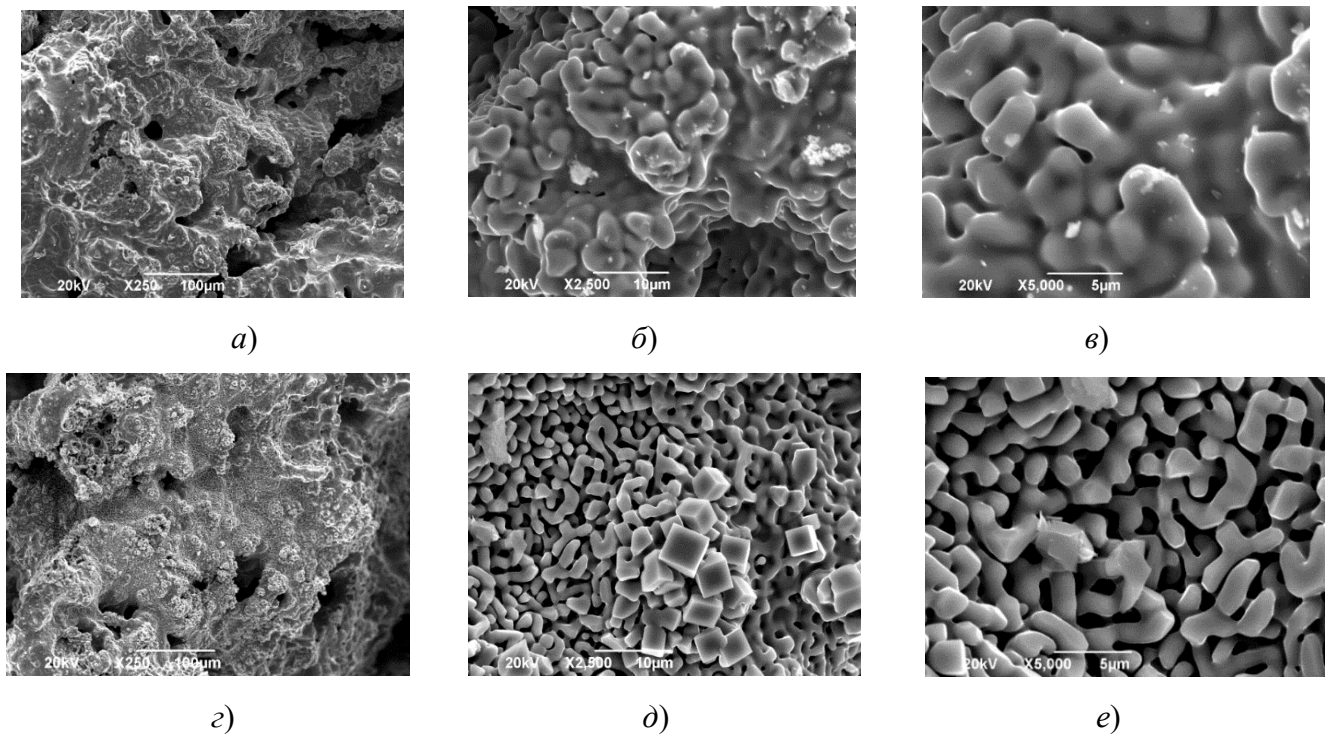


Рис. 3. Микроструктура карбида титана, полученного из смеси порошков при горении в среде аргона: а, б, в – порошок титана ТПП-7 и технического углерода П-701; в, з, д – порошок титана ТПП-7 и УНТ «Таунит»™

Fig. 3. Microstructure of titanium carbide obtained from a mixture of powders in combustion of argon medium: а, b, c – titanium powder TPP-7 and carbon black P-701; d, e, f – titanium powder EP-7 and CNT «Taunit»™

Заключение

На основании полученных результатов можно заключить, что исходная форма углерода оказывает существенное влияние на размерные показатели и характер распределения фазы карбида титана, в особенности после проведения термической обработки, в связи с чем, для использования в процессах СВС следует рекомендовать менее склонный к агломерированию технический углерод марки П-701, который к тому же отличается и более низкой стоимостью.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Kar A., Sharma A., Kumar S. A Critical Review on Recent Advancements in Aluminium-Based Metal Matrix Composites // *Crystals*, 2024. 14. P. 412. DOI: 10.3390/cryst14050412

2. Das B., Roy S., Rai R.N., Saha S.C. Studies on effect of cutting parameters on surface of Al-Cu-TiC MMCs: An Artificial Neural Network Approach // *Procedia Computer Science*, 2015. Vol. 45. P. 745–752. DOI: 10.1016/j.procs.2015.03.145

3. Amosov A.P., Luts A.R., Latukhin E.I., Rybakov A.D., Novikov V.A., Shipilov S.I. Effect of alloying on the structure and properties of particle reinforced aluminum matrix composites Al/TiC produced by SHS in aluminum melt // *Journal of Physics: Conference Series*, 2018. 1115. 042002. DOI: 10.1088/1742-6596/1115/4/042002

4. Левашов Е.А., Рогачев А.С., Юхвид В.И., Боровинская И.П. Физико-химические и технологические основы самораспространяющегося высокотемпературного синтеза: М.: Издательство «БИНОМ», 1999. 176 с.

5. Cochapin B., Gauthier V., Vrel D., Dubois S. Crystal growth of TiC grains during SHS reactions // *Journal of Crystal Growth*, 2007. 304 (2). P. 481–486. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2007.02.018

6. Амосов А.П., Луц А.Р., Латухин Е.И., Ермошкин А.А. Применение процессов СВС для получения in-situ алюмоматричных композиционных материалов, дискретно армированных наноразмерными керамическими частицами: обзор // *Изв. Вузов. Цветная металлургия*, 2016. №1. С. 39–49

7. Амосов А.П., Луц А.Р., Рыбаков А.Д., Латухин Е.И. Применение различных

порошковых форм углерода для армирования алюмоматричных композиционных материалов углеродом и карбидом титана // *Обзор. Известия вузов. Цветная металлургия*, 2020. № 4. С. 44–64.

8. Tian W.S., Zhao Q.L., Zhao C.J., Qiu F., Jiang Q.C. The Dry Sliding Wear Properties of Nano-Sized TiCp /Al-Cu Composites at Elevated Temperatures // *Materials*, 2017. 10. P. 939. DOI: 10.3390/ma10080939

9. ТУ 2166-001-02069289-2007. Материал углеродный наноструктурный «ТАУНИТ». Технические условия. Введ. с 01.04.2008. Тамбов: Тамбовский ИТЦ машиностроения, 01.04.2008. 21 с.

10. Prusov E.S., Shabaldin I.V., Deev V.B. Quantitative characterization of the microstructure of in situ aluminum matrix composites // *Journal of Physics: Conference Series*, 2021. 2131 (4). P. 042040. DOI: 10.1088/1742-6596/2131/4/042040

11. Левашов Е.А., Рогачев А.С., Курбаткина В.В., Максимов Ю.М., Юхвид В.И. Перспективные материалы и технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. М.: Дом МИСиС, 2011. 377 с.

12. Rybakov A.D., Luts A.R., Latukhin E.I., Amosov A.P. Carbon form influence on combustion synthesis of titanium carbide // *AIP Conference Proceedings*, 2020. 2304. 020030. DOI: 10.1063/5.0034549.

13. Колокольцев С.Н. Углеродные материалы. Свойства, технологии, применения. Долгопрудный: Издательский Дом «Интеллект», 2012. 296 с.

14. Физические явления в ультрадисперсных средах / И.Д. Морохов, Л.И. Трусов, В.Н. Лаповник. М.: Энергоатомиздат, 1984. 224 с.

REFERENCES

1. Kar A., Sharma A., Kumar S.A. Critical Review on Recent Advancements in Aluminium-Based Metal Matrix Composites // *Crystals*, 2024. 14. P. 412. DOI: 10.3390/cryst14050412

2. Das B., Roy S., Rai R.N., Saha S.C. Studies on effect of cutting parameters on surface of Al-Cu-TiC MMCs: An Artificial Neural Network Approach // *Procedia Computer Science*, 2015. Vol. 45. P. 745–752. DOI: 10.1016/j.procs.2015.03.145

3. Amosov A.P., Luts A.R., Latukhin E.I., Rybakov A.D., Novikov V.A., Shipilov S.I. Effect of alloying on the structure and properties of particle

reinforced aluminum matrix composites Al/TiC produced by SHS in aluminum melt // *Journal of Physics: Conference Series*, 2018. 1115. 042002. DOI: 10.1088/1742-6596/1115/4/042002

4. Levashov E.A., Rogachev A.S., Yuxhvid V.I., Borovinskaya I.P. *Physico-chemical and technological foundations of self-propagating high-temperature synthesis*: Moscow: BINOM Publishing House, 1999, 176 p.

5. Cochepin B., Gauthier V., Vrel D., Dubois S. Crystal growth of TiC grains during SHS reactions // *Journal of Crystal Growth*, 2007. 304 (2). P. 481–486. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2007.02.018

6. Amosov A.P., Lutz A.R., Latukhin E.I., Ermoshkin A.A. Application of SHS processes for in situ production of aluminum-matrix composite materials discretely reinforced with nanoscale ceramic particles: a review // *Izv. Vuzov. Tsvetnaya Metallurgia*, 2016, no. 1, pp. 39–49

7. Amosov A.P., Lutz A.R., Rybakov A.D., Latukhin E.I. Application of various powdered forms of carbon for reinforcement of aluminum-matrix composite materials with carbon and titanium carbide. *Izv. Vuzov. Tsvetnaya Metallurgia*, 2020, no. 4. pp. 44–64.

8. Tian W.S., Zhao Q.L., Zhao C.J., Qiu F., Jiang Q.C. The Dry Sliding Wear Properties of Nano-Sized TiCp /Al-Cu Composites at Elevated

Temperatures // *Materials*, 2017. 10. P. 939. DOI: 10.3390/ma10080939

9. TS 2166-001-02069289-2007. The material is carbon nanostructured «TAUNITE». Technical specifications. Introduced on 04/01/2008. Tambov: Tambov ITC of Mechanical Engineering, 04/01/2008, 21 p.

10. Prusov E.S., Shabaldin I.V., Deev V.B. Quantitative characterization of the microstructure of in situ aluminum matrix composites // *Journal of Physics: Conference Series*, 2021. 2131 (4). P. 042040. DOI: 10.1088/1742-6596/2131/4/042040

11. Levashov E.A., Rogachev A.S., Kurbatkina V.V., Maksimov Yu.M., Yuxhvid V.I. *Promising materials and technologies of self-propagating high-temperature synthesis*. Moscow: Dom MISiS, 2011. 377 p.

12. Rybakov A. D., Luts A. R., Latukhin E. I., Amosov A.P. Carbon form influence on combustion synthesis of titanium carbide // *AIP Conference Proceedings*, 2020. 2304. 020030. DOI:10.1063/5.0034549.

13. Kolokoltsev S.N. *Carbon materials. Properties, technologies, and applications*. Dolgoprudny: Publishing House «Intellect», 2012, 296 p.

14. *Physical phenomena in ultrafine media* / I.D. Morokhov, L.I. Trusov, V.N. Lapovnik. Moscow: Energoatomizdat, 1984, 224 p.

Статья поступила в редакцию 13.11.2024; одобрена после рецензирования 16.12.2024; принята к публикации 20.12.2024.

The article was submitted 13.11.2024; approved after reviewing 16.12.2024; assepted for publication 20.12.2024.