

Научная статья

УДК 669-1

doi: 10.30987/2223-4608-2022-4-3-12

## Формирование структуры и состава кермета TiC/Al при самопроизвольной инфильтрации расплава алюминия в пористый горячий каркас карбида титана, полученный методом СВС

Евгений Иванович Латухин<sup>1</sup>, к.т.н., Евгений Александрович Амосов<sup>2</sup>, к.т.н.,  
Эмиль Ринатович Умеров<sup>3</sup>, аспирант, Денис Михайлович Давыдов<sup>4</sup>, аспирант  
<sup>1,2,3,4</sup> Самарский государственный технический университет, Самара, Россия

<sup>1</sup> evgelat@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2071-3521>,

<sup>2</sup> amosov-ea@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4296-9253>,

<sup>3</sup> umeroff2017@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2050-6899>,

<sup>4</sup> davidovd77@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5469-8588>

**Аннотация.** Рассмотрены закономерности формирования структуры и состава керамико-металлического композиционного материала (кермета) TiC/Al при получении его новым способом за счет использования явления самопроизвольной инфильтрации расплава алюминия в пористый керамический каркас карбида титана TiC, синтезируемый в режиме горения исходной смеси порошков (шихты) Ti+C, т.е. в процессе самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Показана возможность самопроизвольной инфильтрации расплава алюминия в TiC каркас, синтезированный как из спрессованной шихты, так и из шихты в насыпном виде. Проанализировано изменение температуры, состава и структуры кермета по направлению инфильтрации.

**Ключевые слова:** самораспространяющийся высокотемпературный синтез, пористый каркас, TiC, самопроизвольная инфильтрация, кермет TiC/Al, микроструктура, фазовый состав

**Благодарности:** работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ по проекту № 20-08-00435.

**Для цитирования:** Латухин Е.И., Амосов Е.А., Умеров Э.Р., Давыдов Д.М. Формирование структуры и состава кермета TiC/Al при самопроизвольной инфильтрации расплава алюминия в пористый горячий каркас карбида титана, полученный методом СВС // Научноёмкие технологии в машиностроении. – 2022. – №4 (130). – С. 3-12. doi: 10.30987/2223-4608-2022-4-3-12.

Original article

## TiC/Al cermet (ceramics+metal) structuring and composition forming with spontaneous infiltration of aluminum melt into a porous hot titanium carbide frame obtained by the SHS (Self-propagating high temperature synthesis) method

Evgeny I. Latukhin<sup>1</sup>, Can. Sc. Tech., Evgeny A. Amosov<sup>2</sup>, Can. Sc. Tech.  
Emil R. Umerov<sup>3</sup>, post graduate student, Denis M. Davydov<sup>4</sup>, post graduate student  
<sup>1,2,3,4</sup> Samara State Technical University, Samara, Russia

<sup>1</sup> evgelat@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2071-3521>,

<sup>2</sup> amosov-ea@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4296-9253>,

<sup>3</sup> umeroff2017@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2050-6899>,

<sup>4</sup> davidovd77@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5469-8588>

**Abstract.** The morphology of structuring and composition forming of the ceramic-metal composite material (cermet) TiC/Al is shown in obtaining it using a new method with spontaneous infiltration of aluminum melt into a porous ceramic frame of titanium carbide TiC synthesized in the combustion mode of the initial mixture of powders (charge) Ti+C, i.e. in the process of self-propagating high-temperature synthesis (SHS). The possibility of spontaneous infiltration of aluminum melt into a TiC frame synthesized from both compressed and filled-up dry mix is presented. The change in temperature, composition and structure of cermet in the direction of infiltration has been analyzed.

**Keywords:** self-propagating high temperature synthesis, porous frame, TiC, spontaneous infiltration, cermet TiC/Al, microstructure, phase composition

**Acknowledgements:** the work was carried out within the framework of financing received from the reserve fund of the Government of the Russian Federation (The Russian Foundation for Basic Research (RFBR)) under project no. 20-08-00435.

**For citation:** Latukhin E.I., Amosov E.A., Umerov E.R., Davydov D.M. TiC/Al cermet structuring and composition forming with spontaneous infiltration of aluminum melt into a porous hot titanium carbide frame obtained by the SHS method / Science intensive Technologies in Mechanical Engineering, 2022, no.4 (130), pp. 3-12. doi: 10.30987/2223-4608-2022-4-3-12.

## Введение

Интерес к композиционным материалам на основе керамик и металлов (керметам) с большим содержанием керамических фаз от 15 до 85 об. % обусловлен нуждами современной и перспективной техники, в которой требуются материалы, совмещающие в себе преимущества керамик и металлов одновременно [1 – 4]. Металлические фазы уменьшают влияние хрупкости керамических фаз, улучшая трещиностойкость композитов при сохранении их «керамических» свойств (твердости; износостойкости; жаропрочности; химической стойкости), которые и определяют ценность керметов и области их применения.

Развитие массового производства автомобильного и авиационного транспорта привело к тому, что в XXI веке наиболее распространенными стали легкие керметы с алюминиевой металлической фазой, из которых, например, все больше изготавливается деталей двигателей и тормозных систем автомобилей [3, 4].

В большинстве случаев в керметах с алюминиевой металлической фазой используются такие керамические фазы как оксид алюминия  $Al_2O_3$  и карбид кремния SiC, однако в последнее время все большее внимание уделяется применению керамической фазы карбида титана TiC. По сравнению с  $Al_2O_3$  и SiC карбид титана имеет более высокие значения прочности и твердости, возможность установления более прочной связи с металлическими фазами, в результате чего карбид титана может придать композитам, в первую очередь, системы TiC/Al, комплекс свойств, превосходящий другие композиты на алюминиевой матрице [5].

К наиболее распространенным методам получения керметов с большим содержанием керамической фазы относятся методы инфильтрации

пористого керамического каркаса расплавом металла с использованием простого технологического оборудования и относительно невысокой энергоемкостью процесса. Наиболее привлекательно применение методов самопроизвольной инфильтрации, которые можно реализовать при хорошем смачивании тугоплавкой керамической фазы легкоплавким металлическим компонентом [1 – 4]. Однако добиться смачивания и использования капиллярного эффекта для поддержания инфильтрации в самопроизвольном режиме обычно трудно из-за плохого смачивания при достаточно низких технологических температурах, повышение которых будет экономически не оправданным для получения керметов.

В этом отношении весьма перспективно применение энергосберегающего процесса самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), при котором высокие температуры достигаются не за счет внешнего технологического нагрева, а за счет внутреннего тепловыделения горения смеси исходных порошков (шихты), приводящего к синтезу тугоплавких керамических соединений (карбидов; боридов; нитридов и др.) [6, 7].

Процесс СВС в сочетании с самопроизвольной инфильтрацией успешно применен для получения различных композитов на основе алюминия и карбида титана Al/TiC [8 – 10]. Стабильный рост механических свойств алюминиевого сплава A2024 (Al-4.4Cu-1.5Mg) при увеличении относительно небольшого содержания частиц TiC в металлической матрице до 12 об. %, а также наличие химического межфазного соединения частиц TiC с алюминиевой матрицей показаны в работе [8], в которой металло-матричный композит Al-Cu-Mg/TiC получен способом на основе самопроизвольной инфильтрации расплавом Al-Cu-Mg при погружении в расплав и воспламенении бри-

кета шихты Ti-C-Al-CuO с последующим диспергированием продуктов СВС лопастями импеллера при перемешивании и равномерном распределении по объему расплава.

Композит TiC/Al со значительно большим содержанием керамической фазы (порядка 50 об. % TiC), т.е. собственно кермет, может быть получен другим, недавно предложенным способом при реализации процесса СВС пористого каркаса TiC вне расплава алюминия с последующей самопроизвольной инфильтрацией горячего синтезированного каркаса TiC расплавом Al и остыванием с сохранением геометрической формы каркаса TiC [9, 10].

Однако при получении кермета TiC/Al по второму способу детально закономерности взаимодействия жидкого алюминия с горячим СВС-каркасом TiC не исследовались [9, 10]. Важными для выяснения остаются вопросы влияния высоких температур на процесс создания кермета TiC/Al, присутствие остаточных пор и трещин в кермете, возникающих в результате интенсивного газовыделения в процессе СВС и разной термической усадки металла и керамики, степень химического взаимодействия металла и керамики между собой, наличие побочных фаз.

Целью настоящей работы является изучение закономерностей формирования структуры и состава кермета TiC-Al при получении его новым способом за счет использования явления самопроизвольной инфильтрации расплава алюминия в горячий пористый керамический СВС-каркас карбида титана. Знание этих закономерностей важно для правильной организации практического применения нового способа для получения заготовок и деталей из кермета TiC/Al.

### Материалы и методика исследований

Для создания кермета TiC/Al использовались исходные порошки Ti марки ТПП-7 (~300 мкм, чистота 97,9 %) и графита марки С-2 (~15 мкм, чистота 98,5 %), а также алюминиевый сплав марки А85 (чистота не менее 99,7 %). Расплав алюминия  $T = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$  получали в электропечи «Graficarbo». Предварительно просушенные исходные порошки смешивались в шаровой мельнице в течение 20 минут. Полученная шихтовая смесь порошков Ti+C загружалась без дополнительного уплотнения в цилиндрический стакан определенного диаметра, сделанный из одного слоя бумаги. Реакцию СВС проводили сжига-

нием шихты в бумажном стакане в атмосфере воздуха на подложке из речного песка. На рис. 1 представлена общая схема эксперимента, использованная для получения СВС-кермета TiC/Al в режиме инфильтрации, спутной с направлением распространения горения, расплавом Al.

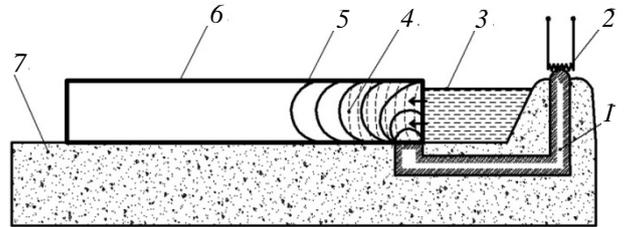


Рис. 1. Схема получения кермета TiC/Al методом СВС со спутной пропиткой:

1 – запальная смесь; 2 – спираль накаливания; 3 – расплав Al при  $T = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; 4 – фронт инфильтрации расплавом; 5 – фронт горения; 6 – цилиндрическая шихтовая заготовка смеси Ti + C; 7 – песчаная засыпка

Из рис. 1 видно, что при иницировании горения посредством запальной смеси 1 и электрической спирали 2 СВС начинает движение в виде волны горения по цилиндрической шихтовой заготовке 6 со стороны расплава алюминия 3, что вызывает самопроизвольное проникновение расплава в прогоревшую часть заготовки и дальнейшее движение фронта инфильтрации 4 вслед за движением фронта горения 5. Движение расплава алюминия по значительно более горячему каркасу TiC приводит к интенсивному перегреву части алюминия с последующим его кипением. Такое кипение наблюдается в виде визуальных парожидкостных струй, выходящих из пористого каркаса [10].

Плотность образцов кермета TiC/Al определялась методом гидростатического взвешивания в дистиллированной воде. Для исследования микроструктуры в сердцевине образца (осевой области) готовили необработанный скол или шлифованный срез цилиндрического брикета TiC/Al. Шлифование поверхности выполнялось наждачной бумагой различной зернистости, а полировка проводилась алмазной пастой зернистостью 40/20 мкм. Исследование микроструктуры осуществляли на сканирующих электронных микроскопах (СЭМ) Tescan Vega 3 (Tescan, Чехия) с приставкой локального микрорентгеноспект-рального анализа Oxford Instruments X-act (Oxford Instruments, Великобритания) и «Jeol JSM-6390A» (JEOL Ltd., Япония) с приставкой для EDS микроанализа.

Фазовый состав продуктов синтеза изучали методом рентгенофазового анализа (РФА). Съемку выполняли на автоматизированном дифрактометре марки ARL X'trA (Thermo Scientific). Использовали Cu-излучение при непрерывном сканировании в интервале углов  $2\theta$  от  $5^\circ$  до  $80^\circ$  со скоростью 2 градуса в минуту. Полученные спектры обрабатывали с помощью пакета прикладных программ WinXRD. Микротвердость определяли с помощью твердомера ПМТ-3 с алмазным индентором в форме пирамиды с углом  $136^\circ$ .

### Теоретическая оценка температуры расплава алюминия при инфильтрации

В начальный момент инфильтрации расплав алюминия с температурой  $900^\circ\text{C}$  проникает в сгоревший каркас TiC, температура которого после СВС достигает  $2800^\circ\text{C}$  [7]. Наличие значительного температурного градиента приводит к быстрому нагреву расплава алюминия в процессе его продвижения вглубь каркаса TiC. Учитывая сравнительно высокую теплопроводность металлического расплава и керамического каркаса, а также тонкие поры (50...200 мкм) и приблизительно такого же размера перегородки СВС-каркаса, можно принять, что теплообмен между расплавом металла и каркасом при инфильтрации происходит одномоментно и полностью, приводя всю систему «расплав-каркас» к новой равновесной температуре. Тогда, если пренебречь тепловыми потерями в окружающую среду, при пористости СВС-каркаса из TiC в 50%, тепловой баланс системы «расплав-каркас» после инфильтрации можно представить следующим образом:

$$\Delta Q_1 = \Delta Q_2, \quad (1)$$

$$m_1 \cdot c_1(T_2 - T_{\text{равн}}) = m_2 \cdot c_2(T_{\text{равн}} - T_1), \quad (2)$$

где  $\Delta Q_1$  – изменение энергии СВС каркаса (охлаждение), Дж;  $\Delta Q_2$  – изменение энергии расплава металла (нагрев), Дж;  $m_1$  и  $m_2$  – масса каркаса и расплава металла, соответственно, г;  $c_1$  и  $c_2$  – теплоемкость каркаса (TiC) и расплава металла (Al), Дж/(г·°C);  $T_2$  – начальная температура каркаса сразу после СВС, °C;  $T_1$  – начальная температура расплава металла перед инфильтрацией, °C;  $T_{\text{равн}}$  – равновесная температура системы «расплав-каркас» после теплообмена между алюминием и TiC, °C.

Выразим из выражения (2) равновесную температуру  $T_{\text{равн}}$ :

$$T_{\text{равн}} = \frac{m_1 \cdot c_1 \cdot T_2 + m_2 \cdot c_2 \cdot T_1}{m_1 \cdot c_1 + m_2 \cdot c_2}. \quad (3)$$

Если последовательно рассчитать равновесную температуру условно дискретных участков равной длины (10 мм), принимая начальную температуру расплава в каждом следующем участке как равновесную температуру предыдущего участка, то рост температуры расплава алюминия по мере его движения вглубь каркаса TiC можно изобразить графически на рис. 2.

При расчете принимались следующие значения входящих в формулу (3) величин:  $m_1 = 10,18$  г;  $m_2 = 4,78$  г;  $c_1 = 0,92$  Дж/(°C·г);  $c_2 = 1,18$  Дж/(°C·г);  $T_1 = 900^\circ\text{C}$ ;  $T_2 = 2800^\circ\text{C}$  [7, 11, 12].

Из рис. 2 видно, что инфильтруемый расплав алюминия достигает температуры кипения алюминия  $T_{\text{кип}} \sim 2500^\circ\text{C}$  на участке от 30 до 40 мм.

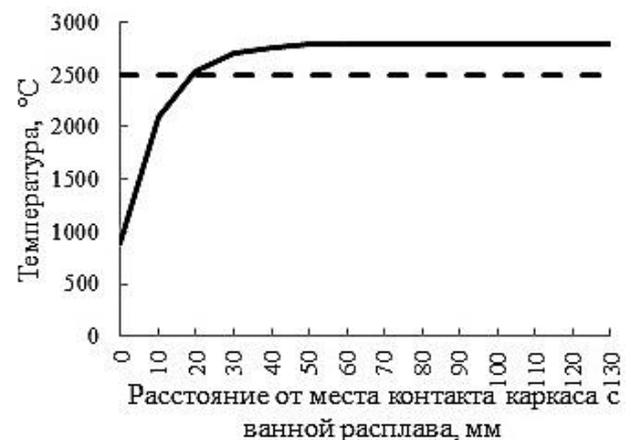


Рис. 2. Расчетная температура расплава алюминия

### Результаты экспериментального исследования и их обсуждение

Эксперименты по пропитке брикетов пресованной шихты Ti+C были проведены ранее и их результаты изложены в работе [11]. Для экспериментального исследования, ввиду технологической сложности получения цельной спрессованной шихтовой заготовки большой длины с равномерным распределением плотности порошковой смеси Ti+C, были подготовлены 13 отдельно спрессованных давлением 25 МПа шихтовых цилиндрических брикетов массой 10 г, высотой 10 мм и диаметром 23 мм, которые были плотно сложены друг с другом, соприкасаясь торцами. Суммарная длина такой горизонтальной шихтовой заготовки составила 130 мм. После зажигания

брикетов и спутной пропитки расплавом  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  изначально свободно прилегающие отдельные шихтовые брикеты были прочно связаны между собой в единый образец кер-мета с полной пропиткой алюминием по всей длине шихтовой заготовки, т. е. на 130 мм.

В настоящей работе исследовалась пропитка при использовании насыпной плотности шихты. Эксперименты показали, что в случае использования насыпной плотности шихты предельная глубина инфильтрации превышает стандартный максимальный размер СВС-каркаса, который можно разместить в реакторе открытого типа. Для увеличения длины СВС-каркаса и сохранения его целостности была опробована возможность использования изогнутого каркаса, который умещался в пределах реактора. Были приготовлены две шихтовые заготовки, представляющие собой бумажные цилиндрические стаканы, заполненные шихтой  $\text{Ti}+\text{C}$  насыпной плотности. Эти стаканы были уложены на песчаной подложке в плотном контакте основаниями под углом около  $90^{\circ}$ , таким образом, чтобы при горении две изначально отдельные шихтовые заготовки после горения становились единым цельным СВС-каркасом. Общая длина такого СВС-каркаса составляла около 400 мм. Далее по вышеописанной методике при помощи удлиненного углового каркаса была проведена реакция СВС с инфильтрацией расплавом алюминия. Внешний вид полученного СВС-кермета  $\text{TiC}/\text{Al}$  представлен на рис. 3.

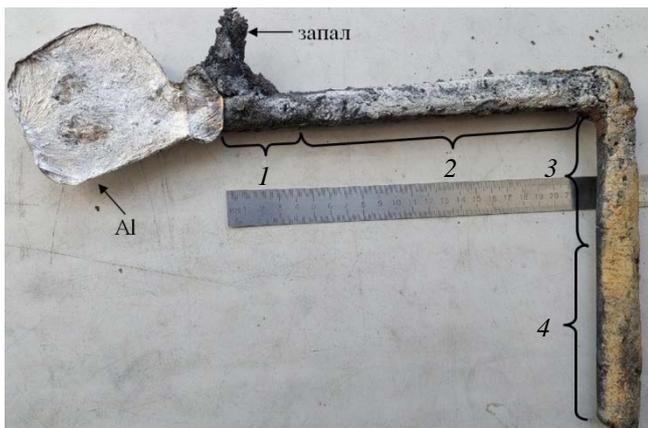


Рис. 3. Общий вид изогнутого СВС образца  $\text{TiC}/\text{Al}$  после инфильтрации расплавом  $\text{Al}$  и условно выделенные участки по длине образца

Из рис. 3 видно, что образец со средним диаметром 23 мм и общей длиной каркаса около 400 мм получен из насыпной шихты, с поворотом приблизительно на  $90^{\circ}$  для увели-

чения длины СВС-каркаса, и, соответственно, возможной глубины инфильтрации. На образце визуально можно выделить 4 зоны с характерными отличиями. Зона 1 длиной около 30...40 мм, которая отличается более темным цветом и частичной деформацией каркаса, особенно в зоне, контактирующей с затвердевшим остатком непропитанного алюминия. На данном участке сравнительно холодный расплав алюминия ( $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) начинал впитываться в горящий образец шихты, температура которого после прохождения волны горения существенно выше ( $2800\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

При движении фронта инфильтрации сразу вслед за волной горения между расплавом алюминия и синтезированным каркасом  $\text{TiC}$  существовал температурный градиент, который уменьшался при отдалении от ванны расплава вследствие нагрева расплава алюминия в процессе теплообмена с более горячим каркасом. Таким образом, зону 1 можно назвать зоной прогрева расплава, на выходе из которой инфильтрационный фронт жидкого алюминия имел температуру, близкую к температуре кипения. Отсутствие белой оксидной пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  на участке может косвенно подтверждать температурную модель нагрева алюминия, представленную на рис. 2.

С учетом оценки температуры расплава алюминия видно, что зона 1 имеет наименьшую температуру по длине СВС образца, а также через эту зону проходит наибольший объем расплава, но при этом инфильтрация и смачивание вследствие быстрого охлаждения зоны 1 не прекращается. Это можно объяснить появлением продуктов реакции на межфазной границе металл-керамика, способствующих смачиванию [4].

Зона 2 отличается от зоны 1 появлением белого налета на образце, который мог появиться благодаря усилившемуся процессу окисления алюминия на поверхности образца, что, вероятно, может быть следствием начавшегося кипения алюминия в прифронтной области инфильтрации. Также на данном участке можно заметить единичные крупные поры, которые могли образоваться в результате выделения парожидкостных струй кипящего  $\text{Al}$ . Общим для зон 1 и 2 являются наличие структурных дефектов в виде небольших трещин, сравнительно крупных пор и раковин, а также сохранение исходного диаметра каркаса.

Зона 3 отличается отсутствием структурных дефектов, а также имеет увеличенный

диаметр 24 мм. При этом по всей длине зоны 3 наблюдается преимущественно желтый налет, а также малое количество белого налета, который окончательно исчезает на условной границе 3 и 4 зон. Зона 4 не имеет структурных дефектов и не имеет белого налета, что может свидетельствовать об отсутствии здесь следов алюминия. Желтый цвет участка 4 говорит о наличии на поверхности образца нитрида титана TiN, образовавшегося в процессе остывания каркаса TiC на воздухе. Если принять конец зоны 3 за предельную глубину проникновения расплава алюминия, то можно оценить общую длину прохождения фронта инфильтрации расплава Al в ~300 мм.

В условиях интенсивных теплопотерь в окружающей среде самопроизвольная инфильтрация в СВС-каркас в значительной степени зависит от скорости остывания, т.к. при снижении температуры каркаса происходит резкое ухудшение его смачивания расплавом металла, вплоть до полного несмачивания. Как следствие, в данных условиях масштабный фактор играет важную роль, поэтому для оценки глубины пропитки в зависимости от размеров СВС-каркаса были проделаны соответствующие эксперименты на шихтовых заготовках насыпной плотности разных диаметров. Зависимость глубины инфильтрации расплава Al в СВС-каркас TiC от диаметра каркаса можно оценить по табл. 1.

#### 1. Глубина инфильтрации расплава алюминия в СВС-каркас TiC

| Диаметр СВС каркаса, мм | Глубина пропитки на воздухе, мм |
|-------------------------|---------------------------------|
| 6                       | До 10                           |
| 10                      | 95                              |
| 13                      | 160                             |
| 18                      | 205                             |
| 23                      | 300                             |

Из табл. 1 видно, что с увеличением диаметра СВС каркаса с 6 до 23 мм глубина пропитки возрастает с ~10 до ~300 мм. Иными словами, с ростом диаметра в ~4 раза, глубина инфильтрации увеличилась в 25 – 30 раз. Как уже отмечалось, максимальная глубина инфильтрации при использовании спрессованной под давлением 25 МПа шихты была ограничена 130 мм [10]. Следовательно, повышение давления прессования шихты и соответствующее уменьшение пористости СВС каркасов приводит к значительному сниже-

нию глубины инфильтрации (с 300 до 130 мм).

Далее исследовалась микроструктура полученного образца кермета в различных зонах. Для зоны 1 она представлена на рис. 4.

Из рис. 4 видно, что в зоне 1 зерна TiC смочены и покрыты слоем металла, по данным РФА основными фазами на этом участке являются TiC и Al.

Образец из условной зоны 2, соответствующий расстоянию 50...60 мм от ванны расплава, отличается тем, что согласно вышеприведенным оценкам на данном участке была достигнута максимальная температура реакционно-инфильтрационной системы TiC/Al. Общий вид структуры после шлифования среза образца, выделенного из зоны 2, представлен на рис. 5.

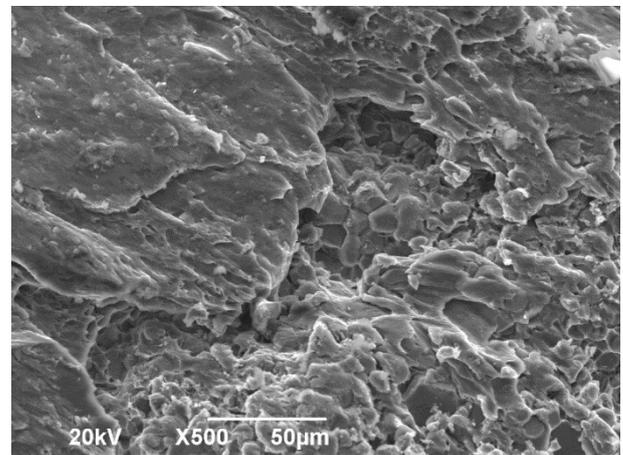


Рис. 4. Микроструктура среза образца TiC/Al (зона 1)

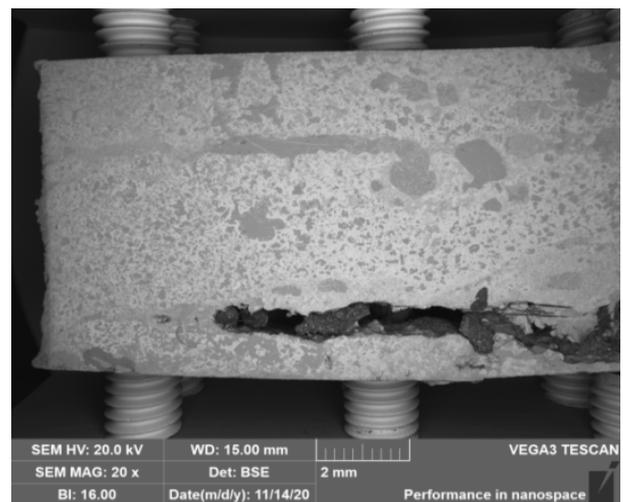


Рис. 5. Макроструктура среза образца TiC/Al (зона 2)

Из рис. 5 видно, что образец имеет неоднородную структуру, где обособленные участки металла имеют более темный цвет, в отличие

от каркаса TiC, имеющего более светлый оттенок. В нижней части среза имеется крупный дефект – протяженная темная полость шириной около ~0,8 мм и длиной ~15 мм, не заполненная металлом. Такая полость могла образоваться вследствие интенсивного газовыделения при СВС или выходящего потока парожидкостной смеси алюминия при его кипении в процессе высокотемпературной инфильтрации. Стоит отметить, что практически все мелкие поры заполнены металлом. Наряду с большим числом мелких заполненных пор также присутствуют визуально различимые сравнительно крупные (~1 мм) участки металла.

Микроструктура образца, показанного на рис. 5, при большем увеличении представлена на рис. 6.

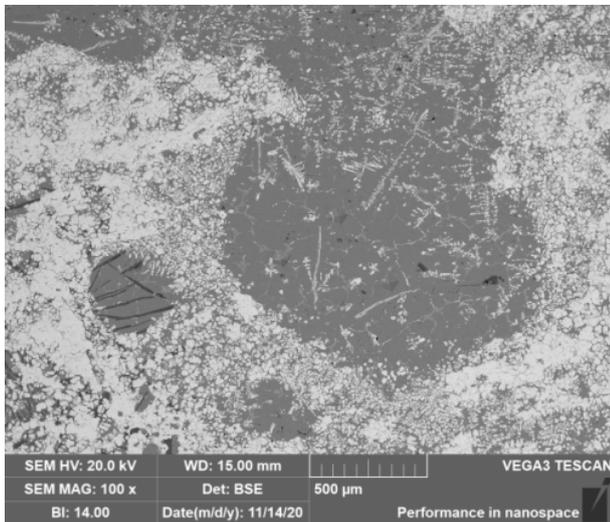


Рис. 6. Микроструктура кермета TiC/Al (зона 2)

Из рис. 6 видно, что области алюминия могут представлять собой как сравнительно крупные скопления металла размерами порядка 500...1000 мкм, так и небольшие отдельные участки с размерами 10...50 мкм. Важно отметить, что в микрометровом масштабе пустых, незаполненных металлом пор не наблюдается, что свидетельствует о высокой самопроизвольной проникающей способности расплава алюминия в СВС-каркас TiC. При этом часть мелких частиц TiC кристаллизуется в виде дендритов с осью первого порядка в матрице алюминия.

Помимо основных фаз TiC и Al, для выявления присутствия побочных фаз был проведен энергодисперсионный микроанализ зонной области 2 композита TiC/Al (рис. 7).

Из рис. 7 отчетливо видны черные ровные полосы 1 длиной до 100 мкм, шириной 5...20 мкм, сосредоточенные в темно-серых участках 3. Также видны небольшие светло-серые участки 2, прилегающие к обширным белым областям с изломанной границей 4. Расшифровка отмеченных на рис. 7 спектров представлена в табл. 2.

2. Содержание химических элементов в отмеченных на рис. 7 точках/областях

|                           | 1                              | 2                 | 3     | 4                  |
|---------------------------|--------------------------------|-------------------|-------|--------------------|
| Al, ат. %                 | 58,11                          | 66,38             | 99,77 | –                  |
| Ti, ат. %                 | 0,21                           | 25,82             | 0,23  | 53,99              |
| C, ат. %                  | 40,67                          | 3,61              | –     | 46,01              |
| Si, ат. %                 | –                              | 4,19              | –     | –                  |
| O, ат. %                  | 1,02                           | –                 | –     | –                  |
| Предполагаемое соединение | Al <sub>4</sub> C <sub>3</sub> | TiAl <sub>3</sub> | Al    | TiC <sub>0,9</sub> |

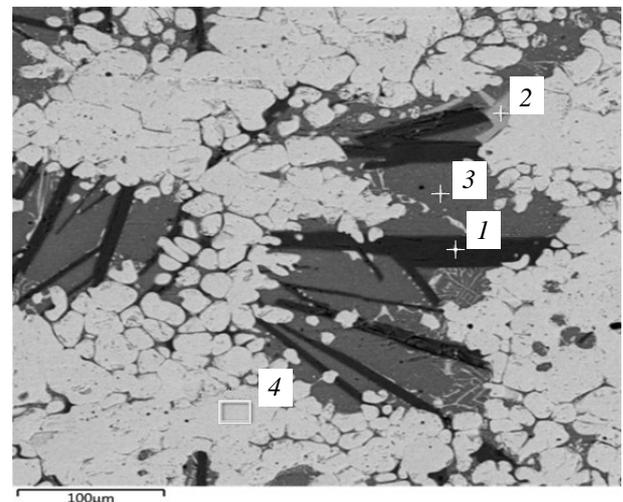


Рис. 7. Микроструктура и химический состав отдельных участков композита TiC/Al (зона 2)

По соотношению атомов химических элементов можно заключить, что спектр 1 соответствует фазе Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>, спектр 2 – TiAl<sub>3</sub> с примесями C и Si, спектр 3 – практически чистому Al и спектр 4 – TiC<sub>0,9</sub>. Дифрактограмма нетравленного образца TiC/Al в зоне 2 показала фазы TiC и Al, а протравленный образец показал незначительное содержание фаз Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> и TiAl<sub>3</sub>. Реакционные пути, приводящие к появлению фаз Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> и TiAl<sub>3</sub>, как продуктов межфазного взаимодействия в системе TiC/Al достаточно подробно описаны в работах [4, 10].

Общий вид поперечного сечения образца TiC/Al в зоне 3 и его микроструктура в центральной части показаны на рис. 8.

Из рис. 8, а видно, что сечение имеет визу-

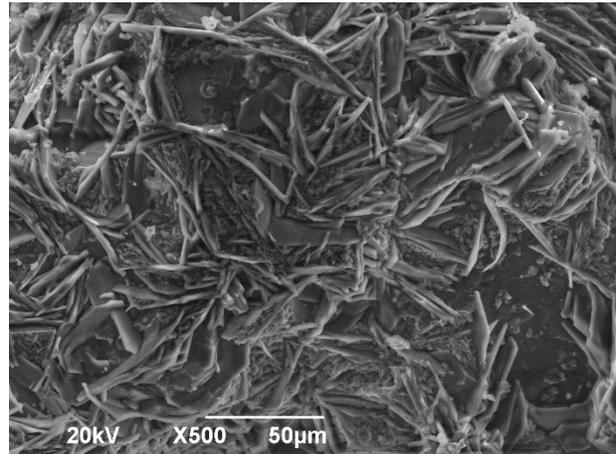
ально различимые участки: черный в верхней части, серый в центральной части, и серебристый в нижней части сечения образца. Черный и серебристый цвет, стабильно наблюдаемые ранее в подобных экспериментах, представляют собой области TiC и TiC/Al, соответственно. А исследование микроструктуры серебристой центральной области с помощью СЭМ показало большое содержание вытянутых разнонаправленных частиц с длиной от 10 до 50 мкм и шириной около 1...5 мкм (см. рис. 8, б). При этом можно отметить

сравнительно малое количество зерен карбида титана здесь, по сравнению с микроструктурами в зонах 1 и 2. Результат РФА скола зоны 3 представлен на рис. 9.

Из дифрактограммы (рис. 9) видно, что пики TiC и Al смещены, что указывает на изменение стехиометрии  $TiC_x$  и на изменение химического состава алюминия, соответственно. Также видно появление пиков соединения  $Ti_3AlC$ , которое могло появиться в результате высокотемпературного взаимодействия между TiC и инфильтруемым расплавом Al.



а)



б)

Рис. 8. Изображение сечения образца TiC-Al в зоне 3:

а – общий вид; б – микроструктура центральной части сечения

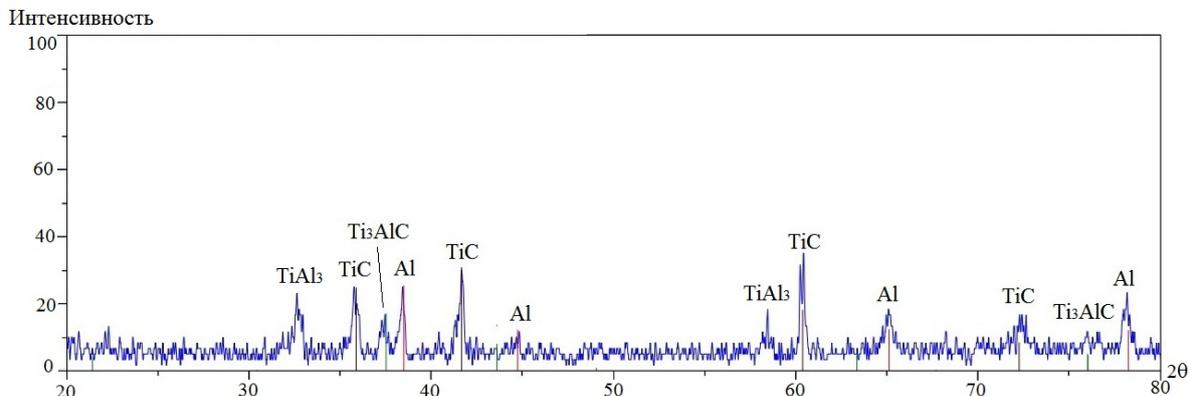


Рис. 9. Дифрактограмма образца TiC/Al в зоне 3

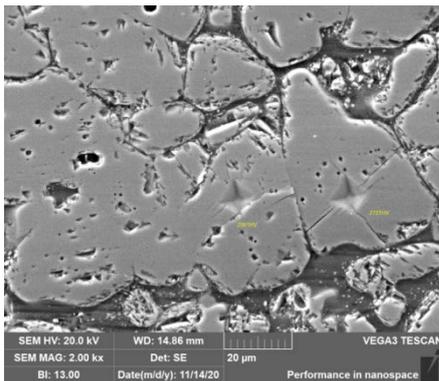
В целом, данные на рис. 8 и рис. 9 указывают на активное химическое взаимодействие между TiC и Al в зоне 3, однако без их полного превращения. Такое активное химическое взаимодействие Al с TiC приводит к существенному изменению химического состава расплава, повышая его вязкость и, в конечном счете, его кристаллизацию в виде частиц  $Ti_3AlC$ . Таким образом, дальнейшее движение фронта инфильтрации прекращается в зоне 3, в то время как волна горения продолжает движение до конца шихтовой заготовки.

С целью выявления характерных составных частей образца и уточнения ранее сделанной идентификации фаз также была определена микротвердость отдельных участков гетерогенного композита TiC/Al (рис. 10).

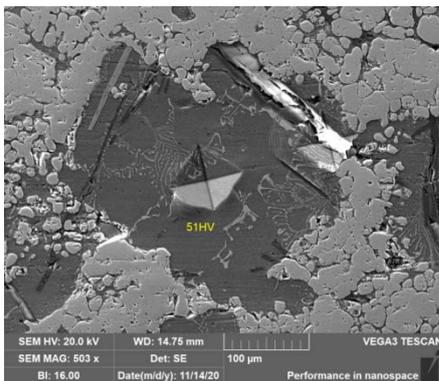
Как видно на рис. 10, а, микротвердость светлых зерен составляет 2981 HV и 2727 HV, что соответствует фазе TiC. Более темный участок, на рис. 10, б имеет твердость 51 HV, что характерно для алюминия. Эти данные подтверждают верность ранее проведенной идентификации фаз композита TiC/Al, а также

наглядно демонстрируют гетерогенную структуру двухфазного композита, состоящего из сравнительно пластичного металлического и очень твердого керамического компонентов.

Измерение распределения плотности полученных СВС-керметов по длине образца проводилось путем его механического разделения на 10 образцов равной длины. Была определена плотность каждого дискретного образца методом гидростатического взвешивания в воде, которая составила в среднем  $3,25 \pm 0,05 \text{ г/см}^3$ . Стоит отметить, что образцы керметов TiC/Al, полученные аналогичным образом из спрессованной под давлением 25 МПа шихты, имели среднюю плотность  $3,5 \pm 0,15 \text{ г/см}^3$  [10]. Следовательно, повышение степени уплотнения исходной СВС-шихты (от насыпной плотности до давления прессы в 25 МПа) приводит к увеличению плотности получаемых СВС-керметов с 3,25 до 3,5  $\text{г/см}^3$  за счет увеличения объемной доли каркаса TiC в кермете.



а)



б)

Рис. 10. Микротвердость композита TiC/Al в зоне 2:  
а – микротвердость в области TiC; б – микротвердость в области Al

## Заключение

Показана возможность самопроизвольной инфильтрации расплава алюминия в СВС-каркас, синтезируемый из шихты Ti+C насыпной плотности. При увеличении диаметра шихтовой заготовки с 6 до 23 мм, глубина проникновения расплава алюминия возрастает с ~10 до ~300 мм, что позволяет использовать данный способ для получения изделий средних размеров.

Разработана температурная модель нагрева алюминия при его инфильтрации в синтезированный в режиме горения горячий каркас карбида титана, показывающая, что алюминий достигает точки кипения при прохождении 30...40 мм (зона 1) в глубь каркаса TiC с диаметром 23 мм, что соответствует полученным экспериментальным данным.

Выделены четыре характерные зоны инфильтрации в полученном СВС-кермете с различающимися составом и структурой кермета. На расстоянии 50...60 мм (зона 2) от ванны расплава в кермете TiC/Al обнаружено незначительное количество побочных фаз  $\text{Al}_4\text{C}_3$  и  $\text{TiAl}_3$ . В зоне 3 наблюдается смещение пиков  $\text{TiC}_x$  и Al, а также наличие тройного соединения  $\text{Ti}_3\text{AlC}$ . Это указывает на изменение химического состава расплава алюминия в процессе его инфильтрации, а также на изменение стехиометрии  $\text{TiC}_x$ .

Полученный СВС-кермет обладает структурой сравнительно высокой дисперсности вследствие глубокого проникновения расплава Al в пористый каркас TiC и достаточно равномерным распределением плотности по длине со средним значением плотности  $3,25 \pm 0,05 \text{ г/см}^3$ . Степень уплотнения исходной СВС-шихты влияет на плотность конечного СВС-кермета.

Микротвердость фаз TiC и Al в составе кермета составила 2700...2900 HV и ~50 HV, соответственно.

Установленные закономерности формирования структуры и состава кермета TiC/Al при получении его новым способом за счет использования явления самопроизвольной инфильтрации расплава алюминия в горячий пористый керамический СВС-каркас карбида титана позволяют более обоснованно подходить к организации процесса получения заготовок и деталей из этого кермета новым способом и прогнозировать их структуру и состав.

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Керметы / П.С. Кислый, Н.И. Боднарук, М.С. Боровикова и др. – Киев: Наукова думка, 1985. – 271 с.
2. Тучинский, Л.И. Композиционные материалы, получаемые методом пропитки. – М.: Metallurgiya, 1986. – 208 с.
3. Kainer, K.U. Metal matrix composites. Custom-made materials for automotive and aerospace engineering. – Weinheim: WILEY-VCH, 2006. – 330 p.
4. Cuevas, A.C., Becerril, E.B., Martinez, M.S., Ruiz, J.L. Metal matrix composites: wetting and infiltration. Cham: Springer Nature Switzerland AG, 2018. – 310 p.
5. Михеев, Р.С., Чернышова, Т.А. Дискретно армированные композиционные материалы системы Al–TiC (обзор) // Заготовительные производства в машиностроении. – 2008. – № 11. – С. 44-53.
6. Амосов, А.П., Боровинская, И.П., Мержанов, А.Г. Порошковая технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза материалов. – М.: Машиностроение-1, 2007. – 567 с.
7. Рогачев, А.С., Мукасян, А.С. Горение для синтеза материалов. – М.: Физматлит, 2012. – 400 с.
8. Cho, Y., Lee, J., Kim, S. Al-TiC Composites Fabricated by a Thermally Activated Reaction Process in an Al Melt Using Al-Ti-C-CuO Powder Mixtures: Part II. Microstructure Control and Mechanical Properties // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2015. – No. 46A. – P. 1374-1384.
9. Амосов, А.П., Латухин, Е.И., Умеров, Э.Р. Способ получения керамики-металлических композиционных материалов: Пат. 2733524 (РФ). – 2020.
10. Амосов, А.П., Латухин, Е.И., Умеров, Э.Р. Применение процессов инфильтрации и самораспространяющегося высокотемпературного синтеза для получения керметов. Обзор // Известия вузов. Цветная металлургия. – 2021. – Т. 27. – № 6. – С. 52-75.
11. Смитлз, К.Дж. Металлы: справочник. Изд. 5. – М.: Металлургия, 1980. – 447 с.
12. Кипарисов, С.С., Левинский, Ю.В., Петров, А.П. Карбид титана: получение, свойства, применение. – Металлургия, 1987. – 216 с.

## REFERENCES

1. Cermets / P.S. Kislyi, N.I. Bodnaruk, M.S. Borovikova, et.al. / Kiev, Naukova dumka, 1985, 271 p.
2. Tuchinsky, L.I. Composite materials produced by impregnation method. / Moscow: Metallurgiya, 1986, 208 p.
3. Kainer, K.U. Metal matrix composites. Custom-made materials for automotive and aerospace engineering. / Weinheim: WILEY-VCH, 2006, 330 p.
4. Cuevas, A.C., Becerril, E.B., Martinez, M.S., Ruiz, J.L. Metal matrix composites: wetting and infiltration. Cham: Springer Nature Switzerland AG, 2018, 310 p.
5. Mikheev, R.S., Chernyshova, T.A. Discretely reinforced composite materials of the Al–TiC system (review) / Procurement production in mechanical engineering, 2008, no. 11, pp. 44-53 (in Rus.).
6. Amosov, A.P., Borovinskaya, I.P., Merzhanov, A.G., Powder Technology of Self-Propagating High-Temperature Synthesis of Materials, Moscow: Mashinostroenie-1, 2007, 567 p.
7. Rogachev, A.S., Mukasyan, A.S. Combustion for the synthesis of materials. / Moscow: Fizmatlit, 2012, 400 p.
8. Cho, Y., Lee, J., Kim, S. Al-TiC Composites Fabricated by a Thermally Activated Reaction Process in an Al Melt Using Al-Ti-C-CuO Powder Mixtures: Part II. Microstructure Control and Mechanical Properties // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2015. – No. 46A. – P. 1374-1384.
9. Amosov, A.P., Latukhina, E.I., Umerov, E.R. Method of producing ceramic-metal composite materials: Pat. 2733524 (RF), 2020.
10. Amosov, A.P., Latukhina, E.I., Umerov, E.R. Application of infiltration processes and self-propagating high-temperature synthesis for the production of cermets. Review // Izvestiya vuzov. Tsvetnaya metallurgiya, 2021, vol. 27, no. 6, pp. 52-75.
11. Smiths, K.G. Metals: handbook, ed. 5, Moscow: Metallurgiya, 1980, 447 p.
12. Kiparisov S.S., Levinsky Yu.V., Petrov A.P. Titanium carbide: production, properties, application. Moscow: Metallurgiya, 1987, 216 p. (In Russ.).

**Вклад авторов:** все авторы сделали эквивалентный вклад в подготовку публикации. Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

**Contribution of the authors:** the authors contributed equally to this article. The authors declare no conflicts of interests.

Статья поступила в редакцию 31.12.2021; одобрена после рецензирования 28.01.2022; принята к публикации 01.02.2022.

The article was submitted 31.12.2021; approved after reviewing 28.01.2022; accepted for publication 01.02.2022.