

УДК 678.02.001:678.067:539.21

В. В. АСТАНИН

## ПОЛУЧЕНИЕ МЕТАЛЛО-МАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ ЭФФЕКТА СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ

Показана специфика сверхпластического течения микро- и субмикрористаллического матричного материала в условиях стесненной деформации между жесткими упрочняющими волокнами. Обсуждаются методы изготовления полуфабрикатов и собственно композитов, а также специализированное оборудование и формирование структуры и свойств волокнистых композитов. Экспериментально показаны преимущества субмикрористаллического состояния матричного материала для получения композитов на основе титановых сплавов. *Волокнистые композиты; боралюминий; титановые сплавы; субмикрористаллическая структура; кооперированное зернограничное проскальзывание*

### ВВЕДЕНИЕ

Волокнистые композиционные материалы (ВКМ) называют материалами 21-го века благодаря отличающим их от традиционных металлических сплавов уникальным сочетаниям высокой прочности и жесткости с малым удельным весом, повышенной жаропрочности с сопротивлением распространению трещин. Эти качества определяют перспективность применения композитов в области высоких технологий. В частности, волокнистые композиты с матрицей из легких сплавов на основе Al, Mg, Ti и интерметаллидов, упрочненные непрерывными волокнами бора, карбида кремния или сапфира диаметром 100–200 мкм, представляют интерес для изготовления высоконагруженных деталей, работающих при повышенных температурах [1–3]. Наиболее перспективно их использование для деталей газотурбинных двигателей. Несмотря на высокую стоимость упрочняющих волокон, применение ВКМ окупается значительным повышением технических характеристик изделий. Свойства ВКМ во многом зависят от метода их получения, определяющего как физико-химические процессы взаимодействия компонентов композита, так и конечную структуру изделия.

Процесс изготовления изделий из ВКМ, как правило, совмещен с изготовлением самого композита, поэтому методика должна обеспечивать необходимую форму и гарантированные свойства композитных изделий одновременно, что представляет собой весьма трудную задачу. Типичный процесс включает в себя:

- изготовление полуфабриката из армирующих волокон;
- изготовление полуфабриката из материала матрицы;
- сборку заготовок и компактирование изделий;
- контроль структуры и качества.

Основная операция — компактирование. Именно она определяет весь технологический процесс и конечный результат. Твердофазные методы компактирования обладают преимуществом, благодаря меньшей реакционной способности твердой матрицы по сравнению с расплавленной по отношению к упрочняющим волокнам и благодаря меньшим термическим напряжениям, неизбежно возникающим при кристаллизации. Обычно в процессе изготовления ВКМ разупрочнение и разрушение волокон снижает на 20–30% прочность реального композита по сравнению с расчетной [4]. В этой связи разработка методики изготовления композита, позволяющей минимизировать указанную величину, представляется актуальной проблемой.

Прочность волокон в композите во многом определяется структурой поверхности раздела матрица–волокно, которая, в свою очередь, зависит от способа и режима изготовления композита. Для снижения деградации волокон из-за реакции с матрицей используют барьерные покрытия на волокнах [1]. Но они либо не обеспечивают достаточной связи матрицы с волокном, либо служат источниками трещин, переходящих в волокна, т. е. понижают прочность последних [5]. Режимы компактирования (температура, давление, время)

вливают не только на реакцию матрицы с волокном, но и на соединение матричных слоев и на остаточную пористость. Часто возникает ситуация, когда режимы, при которых достигается необходимая консолидация матричных слоев, приводят к чрезмерной реакции на поверхности матрица-волокно [6]. Расширение диапазона управления структурой и свойствами композитов возможно через исходную структуру и через механизмы деформации матрицы. Одним из перспективных методов изготовления ВКМ считается изотермическое прессование в состоянии сверхпластичности матрицы [7–12]. Для СП состояния характерны: низкое напряжение течения, хорошее заполнение форм сложной конфигурации, относительно низкая температура (около  $0,5T_{пл}$ ), что дает предпосылку получать изделия сложной формы, избегая деградации и разрушения волокон.

### 1. ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ ПОЛУФАБРИКАТОВ ДЛЯ ВКМ

Условия сверхпластичности априори предполагают твердофазное соединение компонентов деформационным способом. Для реализации этого способа необходимо обеспечить:

- надежную фиксацию волокон на заданном расстоянии одно от другого;
- получение полуфабриката матрицы со специфической структурой;
- защиту поверхностей от окисления;
- оптимизацию режима компактирования.

Способ фиксации волокон, разработанный при поддержке Уральского филиала НИИД и НПО «Мотор» (Уфа), представляет собой текстильное переплетение волокон тонкой проволокой или металлической лентой (рис. 1). С этой целью модернизированный промышленный металлоткацкий станок СТР-100м. Текстильный метод обеспечивает надежную фиксацию волокон на заданном расстоянии друг от друга, чистоту поверхности, а также технологичность раскроя и укладки заготовок сложной формы. В качестве материала для поперечной проволоки лучше всего подходят чистые металлы, составляющие основу матричного сплава: Al — для алюминиевых сплавов; Ti — для титановых сплавов и интерметаллидов системы Ti-Al; Ni — для интерметаллидов системы Ni-Al и т. д. Диаметр проволоки (толщина ленты) 20...50 мкм, расстояние между проволоками 3...5 мм. При таких параметрах объемное

содержание проволоки в композите не превышает нескольких процентов и не ухудшает свойств композита.

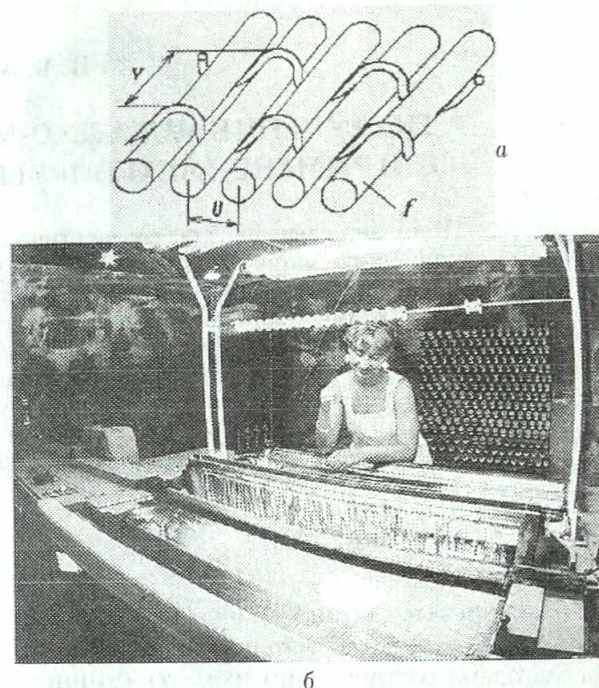


Рис. 1. Сетка из волокон и металлической проволоки (а); модернизированный ткацкий станок СТР-100м (б)

В качестве полуфабриката материала матрицы используются тонкие прокатанные листы (фольги). Толщина фольги  $t$  определяется исходя из диаметра волокон  $D$  и их объемной доли в композите  $V_f$ :

$$t = \frac{U^2 - S_f}{U} = \frac{\frac{\pi D^2}{4V_f} - \frac{\pi D^2}{4}}{\frac{\sqrt{\pi D^2}}{4V_f}} = \frac{D\sqrt{\pi V_f}}{2} \left( \frac{1}{V_f} - 1 \right), \quad (1)$$

где  $U$  — шаг укладки волокон;  $S_f$  — площадь поперечного сечения волокна. Так, в случае использования борных волокон диаметром  $D = 142$  мкм при  $V_f = 0,5$  толщина фольги должна быть  $t = 90$  мкм.

Для получения сверхпластичного состояния матричных сплавов необходима подготовка ультрамелкозернистой структуры. Наиболее универсальным методом подготовки структуры является интенсивная пластическая деформация в сочетании с рекристаллизацией по специальному режиму. Обычно этот метод вызывает затруднения в случае массивных заготовок, но процесс получения фольг прокаткой уже предполагает интенсивную пластическую деформацию, т. е. удачно

подходит для подготовки структуры матрицы. Необходимо лишь правильно организовать технологический процесс изготовления фольг. С этой целью было разработано и изготовлено специальное оборудование — прокатный стан ДУО-300 с валками большого диаметра (рис. 2) и максимальным нажимным усилием 1000 кН, а также проходная нагревательная печь. Стан оборудован устройствами изменения скорости и контроля усилия прокатки для точного подбора оптимальных режимов деформации. Прокатка на валках большого диаметра позволяет получить высокие степени обжатия за проход без образования трещин благодаря приближению напряженного состояния в очаге деформации к всестороннему сжатию. Режимы прокатки и нагрева зависят от индивидуальных особенностей материала и его исходной структуры.

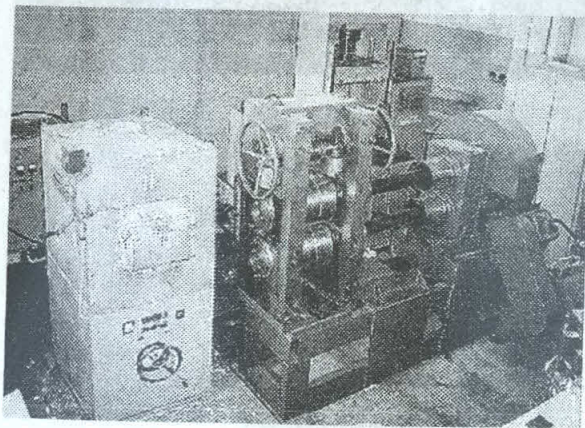


Рис. 2. Лабораторный прокатный стан ДУО-300 для получения матричных фольг с подготовленной структурой

Самостоятельной проблемой является прокатка фольг на последних переходах. В результате предварительной подготовки структуры суммарным обжатием 95–97% материал упрочняется и дальнейшая прокатка на валках большого диаметра становится невозможной из-за упругого смятия валков и из-за моментального охлаждения фольги холодными валками. Особенно это характерно для высокопрочных титановых сплавов. Кроме того, при печном нагреве тонких фольг образуется газонасыщенный слой, толщина которого соизмерима с толщиной фольги. Известные методы пакетной прокатки фольг в защитной оболочке не имеют технологической перспективности из-за высокой стоимости, ограниченных размеров листа и значительной разнотолщинности.

Предложено проводить последние переходы прокатки фольг в изотермических усло-

виях в режиме низкотемпературной сверхпластичности. В качестве исходной заготовки используются листы толщиной 2 ... 5 мм с подготовленной микрокристаллической (МК) или субмикрокристаллической (СМК) структурой. В МК состоянии титановые сплавы обладают сверхпластичностью при температурах 750–850°C, в СМК состоянии — при 600 ... 700°C. Это позволяет максимально снизить окисление или полностью избежать образования газонасыщенного слоя.

С целью реализации данной идеи был спроектирован, построен и запущен в эксплуатацию лабораторный изотермический прокатный стан ЛИС-6/200 с нажимным усилием 300 кН (рис. 3). Основная особенность этого стана состоит в том, что рабочие валки нагреваются до оптимальной температуры деформации, что позволяет проводить прокатку тонких листов со скоростью деформации в очаге, соответствующей режиму сверхпластичности, т. е. порядка  $10^{-3} \dots 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ . Лист нагревается непосредственно при входе в очаг деформации и остывает при выходе из валков, что дополнительно снижает окисление.

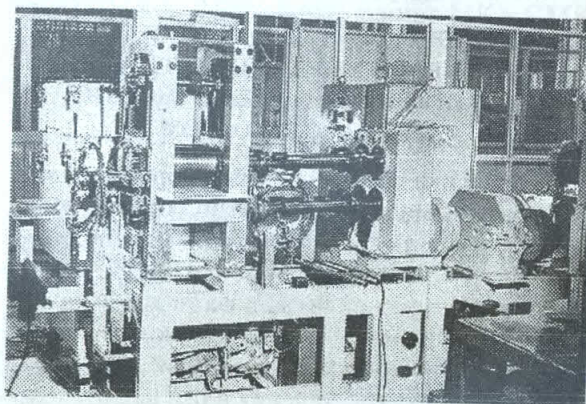


Рис. 3. Лабораторный изотермический прокатный стан ЛИС-6/200

Уникальное оборудование позволило получить фольги из титанового сплава ВТ6 толщиной 0,1 мм как микрокристаллического (1–3 мкм), так и субмикрокристаллического строения с размером зерен около 0,3 мкм.

## 2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ МЕТОДИКА ПОЛУЧЕНИЯ ОБРАЗЦОВ КОМПОЗИТА

Образцы композита получали следующим путем (рис. 4). Заготовка КМ 1 состоит из 15 слоев фольги толщиной 0,1 мм и 14 слоев

тканой сетки из упрочняющих волокон. Заготовки образцов размером  $30 \times 70 \times 3$  мм помещали в тонком герметично заваренном контейнере 2 из нержавеющей стали. К контейнеру приварена трубка для подключения к вакуумной системе. Компактирование осуществляли плоскими бойками 3 в печи 4 испытательной машины Р50. Оснастка включает приспособления для раскроя заготовок, сборки пакетов, а также устройства для контроля режимов прессования. Контроль качества композита осуществляется на ультразвуковом дефектоскопе УД-5м в теновом режиме.

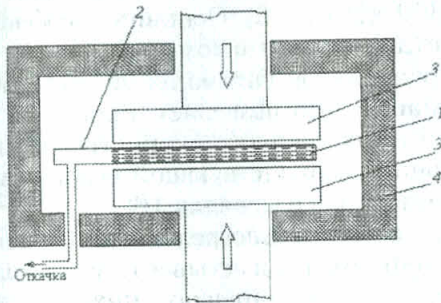


Рис. 4. Схема установки для вакуумного изотермического прессования композитных образцов

### 3. ОСОБЕННОСТИ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОГО ТЕЧЕНИЯ МАТРИЧНОГО МАТЕРИАЛА И ИХ ВЛИЯНИЕ НА ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ МАТРИЦЫ С ВОЛОКНОМ

Специфика пластической деформации металлических матриц в композитах в процессе компактирования состоит в том, что течение материала происходит в тонких, соизмеримых с размером зерен, зазорах между упрочняющими волокнами. Это во многом меняет привычные представления о закономерностях пластического течения и оказывает влияние на определение технологических режимов обработки подобных материалов.

В крупнозернистых материалах, где горячая деформация осуществляется преимущественно внутризерненным дислокационным скольжением (ВДС), присутствие жестких волокон оказывает влияние на механизм передачи скольжения от одного зерна к другому. При размере зерен менее 15 мкм возрастает роль зернограничного проскальзывания (ЗПП), которое в определенных температурно-скоростных условиях способствует проявлению эффекта сверхпластичности. Исследования [13–15] показали, что сверхпластическая деформация осуществляется путем согласованного сдвига по множеству границ зе-

рен. Это явление получило название кооперированного ЗПП. На рис. 5, а приведена микрофотография деформационного рельефа на поверхности матричной фольги из алюминиевого сплава, извлеченной из зоны деформации. На ней можно видеть ступеньки кооперированного сдвига по границам зерен, формирование которых схематично показано на рис. 5, б.

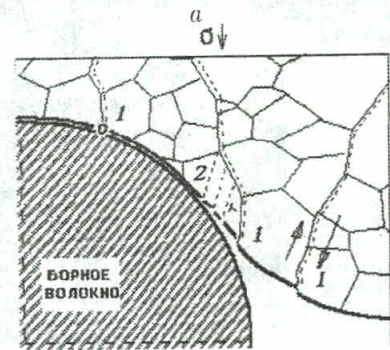
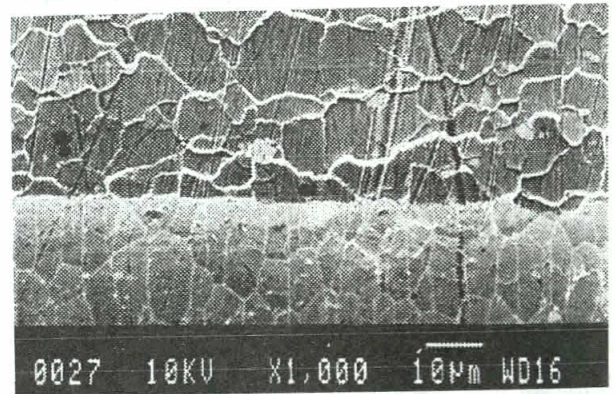


Рис. 5. Отпечаток волокна и деформационный рельеф на поверхности фольги (а); схема формирования рельефа (б)

Отмеченная особенность пластического течения предопределяет два весьма важных аспекта влияния на процесс компактирования и свойства композита, связанных со способностью материала заполнять тонкие межволоконные зазоры и с инициированием твердофазного соединения [16].

Сверхпластическое течение может обеспечить заполнение межволоконных пространств без образования пор при низком (безопасном для волокон) давлении. Однако сверхпластичность возможна только в том случае, если число зерен в очаге деформации превышает некий минимальный уровень. Например, показано, что сверхпластические свойства не проявляются, если толщина образца в сечении менее 10 размеров зерен [14, 17, 18]. Применительно к процессу компактирования это означает (рис. 5, б),

что если размер зерен соизмерим с расстоянием между волокнами, то невозможно формирование достаточного количества полос ЗГП (цифра 1). В этом случае деформация должна осуществляться внутризеренным скольжением (цифра 2), что требует повышенных напряжений и вносит геометрические ограничения на течение металла. С другой стороны, в местах выхода деформационных полос на поверхность активизируются процессы соединения контактирующих поверхностей [16]. Это относится не только к твердофазной сварке металлов, но и к взаимодействию разнородных материалов. На примере композита алюминий-бор показано, что если деформация сосредоточена в малом количестве полос, то это способствует образованию крупных частиц боридов алюминия на поверхности раздела матрица-волокно (рис. 6, а). Такая интенсивная реакция приводит к деградации волокон и снижению прочности композитов [19].

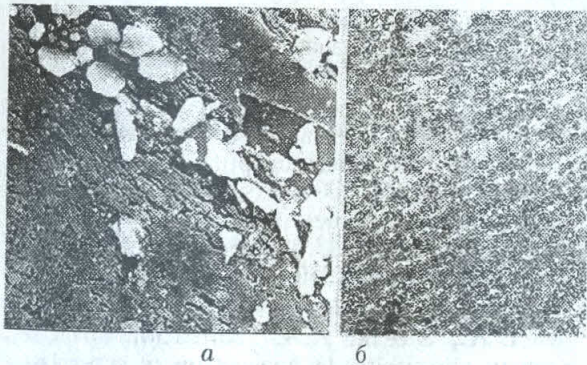


Рис. 6. Грубые (а) и тонкодисперсные (б) продукты взаимодействия матрицы с волокном в композите алюминий-бор

Напротив, если деформация рассредоточена в большом количестве тонких полос, это способствует образованию тонкодисперсных продуктов взаимодействия (рис. 6, б), которые не являются концентраторами напряжений для волокон, но обеспечивают прочную связь волокна с матрицей.

Анализ приведенных данных указывает на перспективность уменьшения размера зерен в матричных фольгах до субмикронного или даже нанокристаллического уровня. Это позволит снизить давление и температуру компактирования, повысить дисперсность продуктов реакции матрицы с волокном, улучшить заполнение тонких зазоров между волокнами. Для проверки этого положения был поставлен специальный эксперимент.

По методике, изображенной на рис. 4, прессовали образцы композита системы

Ti-B, состоящие из двух слоев сплава ВТ6 и одного слоя волокон между ними. Сплав ВТ6 применяли в двух состояниях — микрокристаллическом с размером зерен около 5 мкм и субмикрокристаллическом с размером зерен около 0,5 мкм. Оба типа структуры были подготовлены путем прокатки и отжига и имели идентичную морфологию фаз. С целью наиболее прямого сравнения деформационного поведения сплава с двумя типами структур разные пластины укладывались в одном и том же образце по разные стороны армирующей сетки. Прессование осуществляли при температуре 700°C и давлении около 100 МПа. С целью анализа деформационного поведения материала прессование останавливали на стадии неполного уплотнения пакета. Затем делали поперечные микрошлифы.

На рис. 7 хорошо заметно различие деформационного поведения МК и СМК материалов в идентичных условиях. В правой части снимка отчетливо видно, что СМК матрица затекает в межволоконное пространство более чем на половину диаметра волокна, тогда как на поверхности МК матрицы формируется лишь слабый отпечаток. Этот же снимок наглядно демонстрирует влияние ширины зазора между волокнами на глубину вдавливания волокон в матричные слои с МК и СМК структурой. При уменьшении ширины зазора (увеличении объемной доли волокон) эффект СМК состояния становится более востребованным.

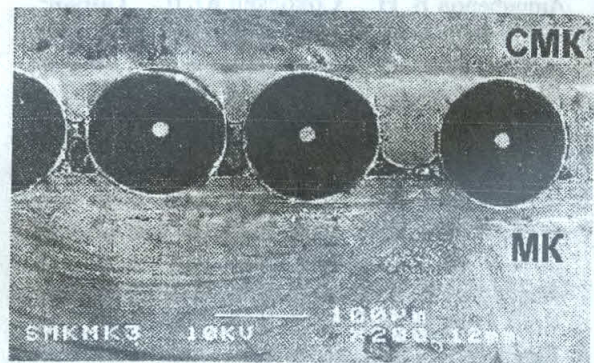


Рис. 7. Профили течения матричного материала с микрокристаллической (МК) и субмикрокристаллической (СМК) структурой

Как следствие различного деформационного поведения, наблюдается различное качество схватывания матричного материала с поверхностью волокон. СМК матрица прочно соединяется с волокном даже в случае неполного компактирования, МК матрица легко отделяется от волокон при приготовлении шли-

фа. Этот эффект заслуживает более подробного изучения.

Проведенные исследования показали, что в случае применения СМК состояния титанового сплава возможно получение композита методом горячего прессования при 700°C и давлении 100 МПа. Этот режим позволяет сохранить исходную прочность большинства промышленных волокон.

Таким образом, применение сверхпластичности, особенно низкотемпературной СМК полуфабрикатов, обладает несомненной перспективностью для получения волокнистых композитов.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Васильев В. В., Протасов В. Д. и др.** Композиционные материалы: Справочник. М.: Машиностроение, 1990. 512 с.
2. **Advanced Materials by Design: Congress of the US Office of Technology Assessment.** June 1988.
3. **Froes F. H.** Titanium aluminide composites — materials of the future // *Light Metal Age*. 1991. V. 49, No 6. P. 6–11; **Mackay R. A., Brindley P. K., Froes F. H.** Continuous fiber-reinforced at titanium aluminide composites // *J. of Metals*. May 1991.
4. **Шоршоров М. Х.** Физико-химическое взаимодействие компонентов в композиционных материалах // *Композиционные материалы*. М.: Наука, 1981. С. 11–18.
5. **Композиционные материалы.** Т. 4. Композиционные материалы с металлической матрицей / Под ред. К. Крейдера. М.: Машиностроение, 1978. 504 с.
6. **Анциферов В. Н., Соколкин Ю. В., Ташкинов А. А. и др.** Волокнистые композиционные материалы на основе титана. М.: Наука, 1990. 136 с.
7. **Шоршоров М. Х. и др.** Сварка титановых сплавов OT4, BT6 и BT15 в твердом состоянии в режиме сверхпластичности // *Сварочное производство*. 1975. № 10. С. 20–22.
8. **Tavadze F. N. et all.** Preparation of composite materials employing matrix superplasticity effect // *Adv. Composite Materials: Proc. 3rd Int. Conf. Paris*, 1980. V. 2. P. 1700–1705.
9. **Lloyd D. J.** Fabrication of fiber composites using an aluminium superplastic alloy as matrix // *J. Mater. Sci.* 1984. V. 19. P. 2488–2492.
10. **Астанин В. В., Сиренко А. А.** Об использовании эффекта сверхпластичности при изготовлении композиционных материалов // *Сверхпластичность металлов: Тез. докл. III Всесоюз. конф. Тула*, 1986. С. 97–98.
11. **Astanin V. V.** Use of superplastic effect for the production fibrous composite materials // *2nd Europ. East-West Symp. Materials and Processes: Abstr. Helsinki*, May 26–30, 1991. P. 96.
12. **Xiao Guo Z., Derby B.** Diffusion bonding and superplastic consolidation for producing fibre reinforced metal matrix composites // *Superplasticity 60 Years After Pearson: Abstr. of Conf.* 7–8 Dec. 1994. P. 66.
13. **Astanin V. V., Kaibyshev O. A., Faizova S. N.** The role of deformation localization in superplastic flow // *Acta Metall. Mat.* 1994. V. 42, No 8. P. 2617–2622.
14. **Астанин В. В.** Масштабный фактор и сверхпластичность сплава Al-6%Cu-0,4%Zr // *ФММ*. 1995. Т. 73, № 3. С. 166–173.
15. **Astanin V. V., Kaibyshev O. A.** Cooperative grain boundary sliding and superplastic flow nature // *Materials Science Forum*. 1994. V. 170–172. P. 23–28.
16. **Kaibyshev O. A., Saffiullin R. V., Lutfullin R. Ya., Astanin V. V.** On the model of solid state joint formation under superplastic condition // *J. Mater. Eng. and Perf.* 1999. V. 8, No 2. P. 205–210.
17. **Астанин В. В., Сиренко А. А.** Сверхпластичность фольг из сплава AMg6 // *Изв. АН СССР. Металлы*. 1990. № 4. С. 132–136.
18. **Astanin V. V., Padmanabhan K. A., Bhattacharya S. S.** A model for grain boundary sliding and its relevance to optimal structural superplasticity: III. The effects of flow localisation and specimen thickness on superplasticity in alloy SUPRAL 100 // *Mat. Sci. Technol.* 1996. V. 12, No 7. P. 545–550.
19. **Astanin V. V., Kaibyshev O. A., Imayeva L. A., Sirenko A. A.** Fabrication of metal matrix composites by application of superplasticity effect // *J. Mater. Eng. and Perf.* 1997. V. 6, No 4. P. 461–468.

#### ОБ АВТОРЕ

**Астанин Владимир Васильевич**, ст. науч. сотр. ИПСМ РАН, проф. каф. ОТМ УГАТУ. Дипл. инж.-механик (УАИ, 1973). Заслуж. деят. науки РБ. Д-р физ.-мат. наук по физике твердого тела (МИСиС, 1997). Исследования в области физики пластичности и сверхпластичности металлов, технологического применения сверхпластичности.

