

УДК 539.422.52

**Сравнительный анализ структурно-фазового состояния и механических свойств
композитов Nb/Ti₃Al(Si)C₂-TiC-Al₂O₃, полученных искровым плазменным спеканием
и горячим прессованием**

А.В. Абдульменова

Научный руководитель: д.ф.-м.н. Е.Б. Кашкаров
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: ava75@tpu.ru

**Comparative analysis of phase composition, microstructure and mechanical properties
of spark plasma sintered and hot pressed Nb/Ti₃Al(Si)C₂-TiC-Al₂O₃ composites**

A.V. Abdulmenova

Scientific Supervisor: Dr. E.B. Kashkarov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: ava75@tpu.ru

Abstract. For the first time, hot pressed laminated Nb/Ti₃Al(Si)C₂-TiC-Al₂O₃ composites were fabricated from Nb foils and preceramic papers with Ti₃Al(Si)C₂ powder filler. A comparative analysis of hot pressed and spark plasma sintered composites was performed. Phase composition, microstructure, hardness and bending strength were analyzed. The hot pressed composites showed a degradation in mechanical properties compared to the spark plasma sintered composites. This is associated with the formation of pores in the ceramic layers and a greater decomposition of Ti₃Al(Si)C₂ to TiC.

Key words: hot pressing, spark plasma sintering, laminated composites, MAX-phase, Niobium.

Введение

Композиты на основе МАХ-фаз (M_{n+1}AX_n, М – переходный металл, А – элемент группы IIIA или IVA, X – углерод или азот, n ≥ 1), сочетающие теплопроводность металлов и коррозионную стойкость керамик, перспективны для применения в энергетических и транспортных отраслях благодаря высокой температуре плавления, повышенной прочности и малой плотности [1]. Однако их широкое использование ограничено из-за хрупкого разрушения при низких температурах, что требует поиска подходов для улучшения их механических свойств. Одним из таких подходов является создание металлокерамических ламинированных композитов, где пластичный металлический слой оказывает сопротивление распространению трещин. Ранее искровым плазменным спеканием (ИПС), который обеспечивает высокую скорость синтеза, были получены плотные слоистые композиты на основе Nb и МАХ-фазы Ti₃Al(Si)C₂ [2]. Тем не менее, успешное внедрение технологии в промышленности невозможно без обеспечения её масштабируемости. Ключевым ограничением ИПС является значительные энергозатраты, требующиеся для увеличения размеров образцов. Горячее прессование (ГП) – более традиционный метод, позволяющий получать изделия большего размера. Однако на сегодняшний день отсутствуют исследования процессов получения слоистых металлокерамических композитов на основе МАХ-фаз методом ГП. Таким образом, целью данной работы является сравнительный анализ структурно-фазового состояния и механических свойств ламинированных композитов Nb/Ti₃Al(Si)C₂-TiC-Al₂O₃ (Nb/ТАС), полученных искровым плазменным спеканием и горячим прессованием.

Экспериментальная часть

Ламинированные композиты были получены из прекерамических бумаг на основе МАХ-фазы Ti₃Al(Si)C₂ и фольг из Nb. Композиты синтезировались горячим прессованием в

вакуумной среде на установке Thermal Technology Inc. HP20-3560-20 при температуре 1250 °С и давлении 50 МПа в течении 60 мин. Также методом искрового плазменного спекания в вакуумной среде на установке SPS 10-4 были получены композиты при температуре 1250 °С и давлении 50 МПа в течении 5 мин. Микроструктура полученных образцов анализировалась методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на установке Vega 3. Фазовый состав образцов исследовался методом рентгеновской дифракции на дифрактометре XRD-7000S. Твердость образцов измерялась по методу Виккерса с использованием микротвердомера КВ 30S. Методом трехточечного изгиба на установке А1-7000М были проведены испытания на изгиб синтезированных композитов.

Результаты

Композиты Nb/TAC, полученные ГП (рис. 1, а) и ИПС (рис. 1, б) характеризуются равномерными и параллельными слоями металла и керамики. На границе раздела керамика/металл наблюдается реакционный слой (РС) толщиной 22 ± 1 мкм (ГП) и 17 ± 2 мкм (ИПС). Разница в толщинах объясняется различной длительностью спекания. Структура керамических слоев ТАС в случае композитов, синтезированных ГП, характеризуется наличием некоторого количества пор (рис. 1, в). Общая пористость составила 0,6 %. Относительно ламинированных композитов Nb/TAC (рис. 1, г), полученных методом ИПС, синтез методом ГП ведет к неполному спеканию керамических слоев и остаточной пористости.

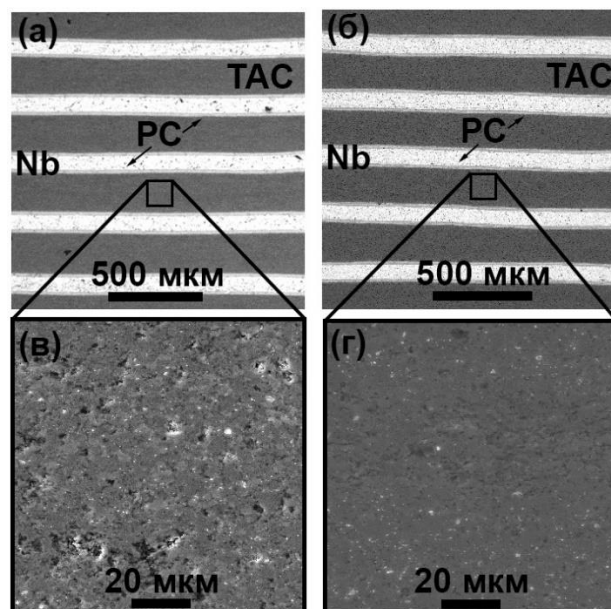


Рис. 1. СЭМ изображения поперечного сечения ламинированного композита Nb/TAC, полученного (а, в) горячим прессованием и (б, г) искровым плазменным спеканием. (а, б) Общий вид, (в, г) увеличенная область слоя ТАС.
PC – реакционный слой

Толщина керамических и металлических слоев в композитах, полученных ИПС, составила 185 ± 15 и 83 ± 3 мкм соответственно. В случае ГП толщина керамических и металлических слоев составила 210 ± 9 и 79 ± 2 мкм соответственно. Увеличение толщины керамического слоя композитов, полученных ГП, связано с образованием пор в ТАС, а уменьшение толщины Nb объясняется образованием РС с большей толщиной.

Согласно результатам рентгенофазового анализа, при спекании фольг Nb и прекерамических бумаг методом ИПС и ГП были получены композиты с идентичным составом керамических слоев: $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2$, TiC и Al_2O_3 . Композиты, полученные ГП, отличаются большим количеством TiC (32 об. %) в сравнении с композитами, полученными ИПС (12 об. %). Кроме этого, керамические слои ТАС в случае ГП характеризуются пониженным содержанием

Al и Si в сравнении с ИПС. Возможной причиной является различие в тепломассобмене в процессах ИПС и ГП, оказывающем в том числе влияние на скорость диффузии атомов на границе раздела металл/керамика. Так, миграция атомов Al и Si из $Ti_3Al(Si)C_2$ в направлении соседних слоев Nb привела к избыточному TiC, который в свою очередь препятствовал уплотнению керамических слоев и привел к образованию пористой структуры.

Остаточная пористость у керамических слоев композитов, полученных ГП, также влияет на снижение твердости с 13,7 ГПа до 11,3 ГПа в сравнении с композитами Nb/TAC, полученными искровым плазменным спеканием. Значение твердости слоев Nb согласуется со справочными данными и составляет 0,9–1,0 ГПа. Ламинированные композиты Nb/TAC, полученные ГП, демонстрируют уменьшение предела прочности на изгиб на 19 % в сравнении с композитами, полученными ИПС (рис. 2). Это объясняется как формированием пористой микроструктуры керамического слоя, так и более высоким содержанием TiC.

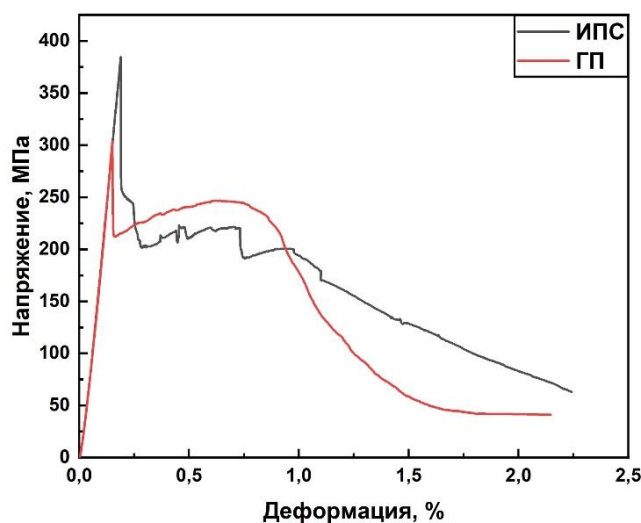


Рис. 2. Деформационные кривые композитов Nb/TAC

Заключение

Были получены новые металлочермические ламинированные композиты Nb/ $Ti_3Al(Si)C_2$ -TiC- Al_2O_3 методом горячего прессования. Показано, что композиты обладают более низкой прочностью на изгиб ($\sigma = 310$ МПа) и твердостью керамических слоев (11,3 ГПа) в сравнении с композитами, полученными искровым плазменным спеканием ($\sigma = 310$ МПа, 13,7 ГПа). Понижение механических свойств связано с образованием пор в керамических слоях и большим разложением $Ti_3Al(Si)C_2$ до TiC.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РНФ, проект № 23-19-00109.

Список литературы

1. Barsoum M.W. The $M_{N+1}AX_N$ phases: A new class of solids: Thermodynamically stable nanolaminates // Progress in solid state chemistry. – 2000. – Vol. 28, № 1–4. – P. 201–281.
2. Kashkarov E. B., Krotkevich D. G., Abdulmenova A. V., Tolkachyov O. S., Travitsky N. High toughness laminated composites fabricated from $Ti_3Al(Si)C_2$ filled preceramic paper and Nb foils: formation mechanism and influence of laminate architecture // Advanced Engineering Materials. – 2024. – Vol. 26, № 13, Article number 2400361. – P. 1–13.