

УДК 539.422.52

**ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ МЕХАНИЧЕСКИЕ ИСПЫТАНИЯ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ
 $Ti_3Al(Si)C_2$, ПОЛУЧЕННЫХ ИСКРОВЫМ ПЛАЗМЕННЫМ СПЕКАНИЕМ
ПРЕКЕРАМИЧЕСКИХ БУМАГ**

Д.Г. Кроткевич

Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. Е.Б. Кашкаров

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: dgk7@tpu.ru

**HIGH-TEMPERATURE MECHANICAL TESTS OF $Ti_3Al(Si)C_2$ -BASED COMPOSITES OBTAINED
BY SPARK PLASMA SINTERING OF PRECERAMIC PAPERS**

D.G. Krotkevich

Scientific Supervisor: Assoc. Prof., Cand. Sc. E.B. Kashkarov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: dgk7@tpu.ru

***Abstract.** In this work the flexural strength of $Ti_3Al(Si)C_2$ – based composites was measured at room temperature, 800 and 1000 °C. Preceramic paper – derived composite sintered at 1150°C and 50 MPa demonstrates the flexural strength over 900 MPa at room temperature. The flexural strength of composites decreased from 700 and 620 MPa with increasing testing temperature from 800 and 1000 °C, respectively. Moreover, the composites demonstrate plastic deformation at 1000 °C, which results in anomalous displacement of sample under mechanical load.*

Введение. МАХ-фазы, представляют собой наноламинатные структуры с общей химической формулой вида $M_{n+1}AX_n$, где n изменяется от 1 до 3, М – переходный металл, А – элемент группы А, Х – углерод или азот. Ввиду сочетания в себе свойств керамики и металла, композиты на основе МАХ-фаз обладают высокой термической и коррозионной стойкостью, низкой плотностью. При этом они легко поддаются механической обработке, обладают высокой электро- и теплопроводностью, высокими механическими свойствами [1]. Это делает их перспективными материалами для использования в средах с высокими механическими и термическими нагрузками. Для материалов на основе чистых МАХ-фаз при высоких температурах (~1000 °С для Ti_3AlC_2) характерно изменение механизма разрушения с хрупкого на вязкий, с одновременным понижением прочности на ~50% [2]. В работе [3] было показано, что композиты, синтезированные из прекерамических бумаг [4], могут иметь предел прочности более 900 МПа. Однако, до настоящего момента не были проведены высокотемпературные испытания данных композитов. Таким образом, целью данной работы является анализ механических свойств при высокотемпературных испытаниях композитов, полученных методом искрового плазменного спекания (ИПС) из прекерамических бумаг с порошковым наполнителем $Ti_3Al_{0,75}Si_{0,25}C_2$ и Al_2O_3 .

Экспериментальная часть. Образцы керамических композитов на основе $Ti_3Al(Si)C_2$ диаметром 20 мм были получены методом ИПС на установке Advanced Technology SPS 10-4 из прекерамической бумаги с долей порошкового наполнителя 90 масс. % (87% $Ti_3Al_{0,75}Si_{0,25}C_2$, 3% Al_2O_3). Спекание

проводилось при температуре 1150 °С и давлении 50 МПа. Кристаллическая структура и фазовый состав были проанализированы методом рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре Shimadzu XRD 7000S (CuK α излучение). Морфология поверхности разрушения была изучена с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе TESCAN Vega 3. Механические испытания на изгиб при комнатной температуре, 800°С и 1000°С были проведены на испытательной машине Walter&Bai AG LFM-125. Для проведения испытаний была использована специально разработанная оснастка, позволяющая проводить испытания на изгиб образцов толщиной 1 мм и диаметром 8 мм. При расчете прочности на изгиб было использовано следующее эмпирическое выражение [5]:

$$\sigma = \frac{F}{t^2} \left\{ (1 + \nu) \left[0.485 \ln \left(\frac{R_d}{t} \right) + 0.52 \right] + 0.48 \right\}$$

где ν – коэффициент Пуассона, F – нагрузка на образец, t – толщина образца, R_d – радиус образца.

Результаты. На рис. 1 представлены дифрактограммы исходной прекерамической бумаги и композита, спеченного при температуре 1150 °С и давлении 50 МПа. Полученные композиты представляют собой многофазную систему в составе которой присутствует ~85 об. % Ti₃Al(Si)C₂, ~10 об. % TiC, ~5 об. % Al₂O₃. На дифрактограмме, которая соответствует исходной прекерамической бумаге можно заметить присутствие рефлексов от органических компонентов бумаги. Однако, после спекания, данных рефлексов не наблюдается, что указывает на полное термическое разложение органических компонентов. В процессе разложения образуется дополнительный углерод, что в совокупности с особенностями метода ИПС приводит к частичному разложению МАХ-фазы и образованию TiC.

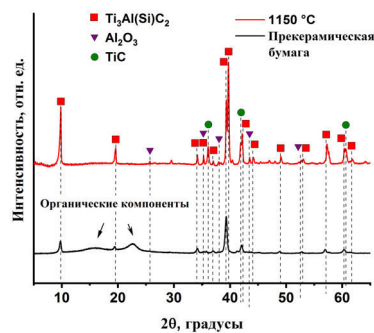


Рис. 1. Дифрактограмма исходной прекерамической бумаги и композита на основе Ti₃Al(Si)C₂, спеченного при температуре 1150 °С и давлении 50 МПа

Полученные композиты имеют предел прочности на изгиб равный 940 МПа (Рис. 2а). Такие высокие значения могут быть объяснены присутствием упрочняющих фаз TiC, Al₂O₃ и частичным замещением атомов Al атомами Si в А слоях МАХ-фазы. На рис. 2б представлено СЭМ изображение поверхности разрушения образца при 25 °С, из которого отчетливо видна ламеллярная структура МАХ-фазы Ti₃Al(Si)C₂. Также можно заметить характерные для материалов на основе МАХ-фаз механизмы разрушения, такие как расслоение и вытягивание ламелей. При повышении температуры испытаний до 800 °С можно заметить изменение угла наклона деформационной кривой (Рис. 2а), что свидетельствует об изменении упругих свойств композита. При этом характер разрушения композита остался хрупкий, а его предел прочности составил 700 МПа (снижение на 25%). При увеличении температуры испытаний до 1000 °С, предел прочности снизился до 620 МПа, при этом произошло образование трещин без

разрушения образца (Рис. 2в). При дальнейшем перемещении происходит раскрытие трещин, и деформационная кривая выходит на плато при напряжении 600 МПа. На Рисунке 2г изображена поверхность разрушения при 1000 °С, как видно поверхность имеет развитую и грубую морфологию, что может свидетельствовать о частично вязком механизме разрушения.

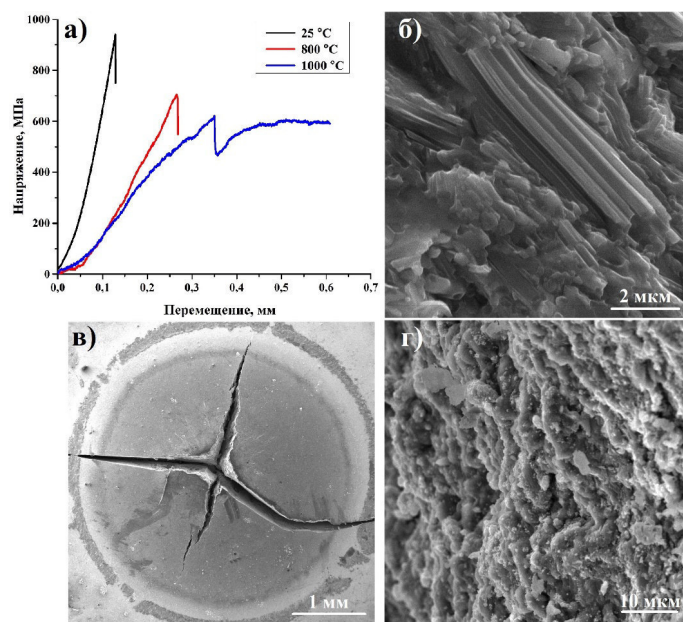


Рис. 2. Диаграмма деформирования для высокотемпературных испытаний (а), СЭМ изображения поверхности разрушения после испытаний при температурах 25 °С (б) и 1000 °С (в, г)

Заключение. По результатам данной работы можно заключить, что при высокотемпературных испытаниях композитов на основе Ti_3AlC_2 происходит понижение предела прочности на изгиб. Так при температуре испытаний 800 °С предел прочности снизился на 25% по сравнению с комнатной температурой и составил 700 МПа. При достижении температуры испытания 1000 °С наблюдался переход от хрупкого механизма разрушения к частично вязкому и снижению предела прочности на изгиб на 35% (620 МПа).

Исследование выполнено при финансовой поддержке РНФ, проект № 19-19-00192.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhang Z. et al. On the formation mechanisms and properties of MAX phases: A review // Journal of the European Ceramic Society. – 2021. – V.41. – P. 3851-3878.
2. Tzenov N.V., Barsoum M.W. Synthesis and characterization of Ti_3AlC_2 // Journal of the American Ceramic Society. – 2000. – V. 83., №. 4. – P. 825-832.
3. Krotkevich D.G. et al. Pre-ceramic paper-derived $Ti_3Al(Si)C_2$ -based composites obtained by spark plasma sintering // Ceramics International. – 2021. – V. 47. – Iss. 9. – P. 12221-12227.
4. Dermeik B. et al. Highly filled papers, on their manufacturing, processing, and applications // Advanced Engineering Materials. – 2019. – V. 21., №. 6. – P. 1900180.
5. Börger A., Supancic P., Danzer R. The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: stress distribution in the disc // Journal of the European Ceramic Society. – 2002. – V. 22., №. 9-10. – P. 1425-1436.