

УДК 666.3 – 127

**ПОЛУЧЕНИЕ ГРАДИЕНТНЫХ КОМПОЗИТОВ ИЗ ПРЕКЕРАМИЧЕСКИХ БУМАГ НА  
ОСНОВЕ МАХ-ФАЗЫ  $Ti_3SiC_2$**

Ю.Р. Мингазова, Е.П. Седанова

Научный руководитель: доцент, Е.Б. Кашкаров

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: [yula.mingazova@mail.ru](mailto:yula.mingazova@mail.ru)

**PREPARATION OF GRADIENT COMPOSITES FROM PRECERAMIC PAPERS BASED ON THE  
MAX-PHASE  $Ti_3SiC_2$**

Y.R. Mingazova, E.P. Sedanova

Scientific Supervisor: Assoc. Prof. SNSE, E.B. Kashkarov

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

E-mail: [yula.mingazova@mail.ru](mailto:yula.mingazova@mail.ru)

**Abstract.** *This article is devoted to fabrication of gradient  $Ti_3SiC_2$ -based composites using preceramic papers as a feedstock. The initial raw material is a stack of preceramic paper with a powder filler  $Ti_3SiC_2$ , the content of which varies from 60 to 90% every three layers. The composites were obtained by spark plasma sintering (SPS) method at 10 MPa pressure for 10 min holding time. The sintering temperature was 1523 K. The microstructure and phase composition of the obtained gradient composites were analyzed.*

**Введение.** В настоящее время одним из актуальных вопросов современных промышленных отраслей является создание новых композитных/композиционных материалов с заданными структурой и свойствами. Материалы на основе МАХ-фаз, в частности  $Ti_3SiC_2$ , обладают высокими электро- и теплопроводностью, высокой жесткостью в сочетании с низкой плотностью, проявляют высокую стойкость к окислению и тепловому удару [1]. Более того, данные материалы проявляют пластические свойства при высоких температурах и легко подвергаются механической обработке.

Одним из наиболее перспективных методов получения композитных материалов является метод искрового плазменного спекания (ИПС), который позволяет синтезировать материалы за короткий промежуток времени. Предполагается, что использование прекерамических бумаг в качестве исходного сырья позволит получать материалы и изделия сложной формы, а их физико-механические свойства будет возможно регулировать изменением состава бумаг и параметров их спекания.

В предыдущей работе [2] рассмотрено влияние доли порошкового наполнителя в прекерамической бумаге на микроструктуру и механические свойства получаемых композитов на основе  $Ti_3SiC_2$ . Показано, что, варьируя состав бумаги возможно получение композитов с различной микроструктурой (пористостью). В данной работе рассмотрена возможность получения материалов на основе  $Ti_3SiC_2$  с градиентом пористости методом ИПС прекерамических бумаг с порошковым наполнителем.

Целью данной работы является получение градиентных композитных материалов на основе  $Ti_3SiC_2$  методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг с объемным содержанием порошкового наполнителя от 60 до 90 масс.% и исследование структуры и свойств полученных образцов.

**Материалы и методы исследования.** Прекерамические листы бумаги с порошковым наполнителем  $Ti_3SiC_2$  были изготовлены с помощью бумагодельной машины D7 (Sumet Systems GmbH, Денклинген, Германия). Концентрация порошкового наполнителя в бумаге увеличивалась послойно от 60 % до 90 %, т.е. концентрация порошкового наполнителя в прекерамической бумаге увеличивается на 10 масс. % через каждые три слоя. Схема укладки продемонстрирована на рисунке 2.

Синтез композитных материалов на основе карбосилицида титана ( $Ti_3SiC_2$ ) осуществлялся на установке искрового плазменного спекания Advanced Technology SPS 10-4. Преформа, состоящая из прекерамической бумаги, помещалась между двумя пуансонами в графитовую оснастку. Спекание осуществлялось в среде вакуума при температуре 1250 °С и давлении 10 МПа. Спеченные при указанном режиме образцы, представляют собой монолитные диски диаметром 20 мм.

Исследование фазового состава образцов осуществлялся методом рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре Shimadzu XRD 7000S. Микроструктура и элементный состав полученных материалов анализировались методом СЭМ на микроскопе EVO 50 XVP. Твердость спеченных образцов определялась методом Виккерса, а параметр вязкости к разрушению образца рассчитывался на основании измерения размера образованных трещин [3].

**Результаты и обсуждение.** На рисунке 1 представлены результаты РСА полученного градиентного материала на основе МАХ-фазы  $Ti_3SiC_2$ . Анализ дифракционных данных выявил закономерность изменения содержания фаз в зависимости от доли органического наполнителя в прекерамической бумаге. Согласно полученным данным, обнаружено, что в продуктах спекания, кроме основной фазы карбосилицида титана, присутствует фаза карбида титана – в случае стороны образца  $Ti_3SiC_2$ -60%. По мере увеличения доли порошкового наполнителя от 60 до 90 % происходит увеличение содержания  $Ti_3SiC_2$  с 15 до 32 % и снижение TiC с 85 до 49%, а также появление фазы  $TiSi_2$ . Снижение доли карбидной фазы TiC и перераспределение между фазами  $Ti_3SiC_2$  и  $TiSi_2$  в композитах обусловлено снижением концентрации дополнительного углерода, образующегося в результате разложения органических (целлюлозных) волокон.

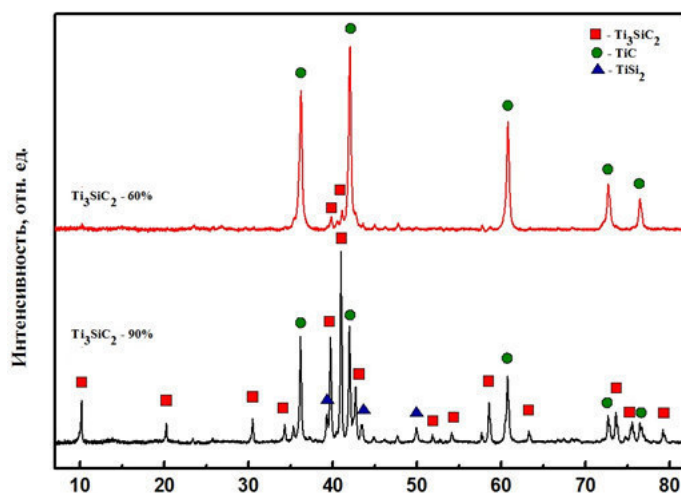


Рис. 1. Дифрактограммы поверхностей образца  $Ti_3SiC_2$ -60% (нижняя) и  $Ti_3SiC_2$ -90% (верхняя)

Анализ поперечного шлифа образца (рис.2) показал значительную разницу в микроструктуре материала в зависимости от концентрации порошкового наполнителя в прекерамической бумаге. Уменьшение доли порошкового наполнителя в исходном сырье ведет к увеличению его пористости и частичному разложению МАХ-фазы  $Ti_3SiC_2$ , что также подтверждается результатами РСА [2].

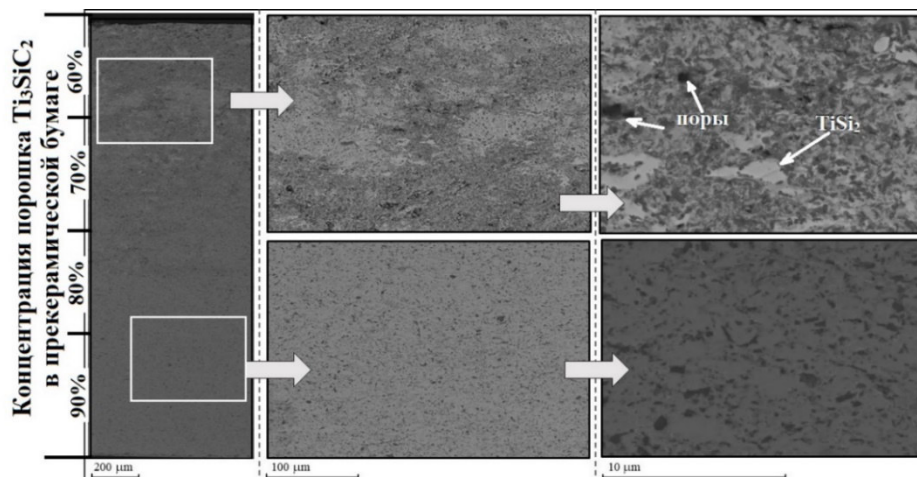


Рис. 2. СЭМ-изображения поперечного шлифа градиентного композита на основе  $Ti_3SiC_2$

Для исследования твердости образца был использован метод Виккерса и на основании полученных данных произведен расчет вязкости разрушения. Исходя из полученных данных, показатель твердости образца изменяется от 2,1 до 8,2 ГПа с ростом доли порошкового наполнителя с 60 до 90% соответственно. Вязкость разрушения с плотной стороны композита составила  $5,4 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ .

**Заключение.** В рамках исследования изучено влияние объемного содержания порошкового наполнителя в прекерамической бумаге на микроструктуру, фазовый состав и твердость градиентных материалов, полученных методом искрового плазменного спекания. Установлено, что повышение массовой доли порошкового наполнителя в исходной прекерамической бумаге приводит к увеличению содержания  $Ti_3SiC_2$  и снижению карбидной фазы. Укладка слоистых структур из прекерамических бумаг может быть использована для получения композитов с градиентом по составу и пористости.

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

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Сметкин А.А., Майорова Ю.К. Свойства материалов на основе МАХ-фаз (обзор) // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2015. – Т. 17. – №. 4.
2. Sedanov, E.P., Kashkarov, E.B., Syrtanov, M.S., Abdullina, K.R., Mingazova, Y.R., Lider, A.M., Travitzky, N. Influence of preceramic paper composition on microstructure and mechanical properties of spark plasma sintered  $Ti_3SiC_2$ -based composites // In J. Phys.: Conf. Ser. – 2020. – Vol. 1611, No. 1. – P. 012007.
3. Chantikul P. et al. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: II, strength method // Journal of the American Ceramic Society. – 1981. – V. 64., №. 9. – P. 539-543.