

УДК: 666.3-13

**ФОРМИРОВАНИЕ ЛАМИНИРОВАННЫХ КОМПОЗИТОВ Nb/Ti₃Al(Si)C₂-TiC МЕТОДОМ
ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ**

Е.Б. Кашкаров, А.В. Абдульменова

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: ebk@tpu.ru

**FABRICATION OF LAMINATED Nb/Ti₃Al(Si)C₂-TiC COMPOSITES BY SPARK PLASMA
SINTERING**

E.B. Kashkarov, A.V. Abdulmenova

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

E-mail: ebk@tpu.ru

Abstract. For the first time, laminated Nb/Ti₃Al(Si)C₂-TiC composites were fabricated from Nb metal foils and preceramic papers with MAX phase (Ti₃Al(Si)C₂) powder filler. The fabrication was performed using spark plasma sintering (SPS) at the temperature of 1250 °C, pressure of 50 MPa for 5 min. The microstructure and phase composition were analyzed by scanning electron microscopy and X-ray diffraction, respectively. The structure of composites is represented by Nb metal layers and ceramic layers separated by interdiffusion layers. It was found that the interlayers formed during SPS due to interdiffusion of Nb from metallic layer and mainly Al, Si from the MAX-phase based layer. The interdiffusion results in partial decomposition of the MAX-phase in ceramic layer.

Введение. МАХ-фазы и композиты на их основе представляют сравнительно новый класс материалов, описываемый общей формулой $M_{n+1}AX_n$, где М – переходный металл, А – металл IIIA или IVA периодической таблицы, Х – углерод или азот. Они обладают уникальными свойствами металлов и керамики, такими как высокая температура плавления, малая плотность, высокая прочность и коррозионная стойкость, высокая тепло- и электропроводность [1]. На сегодняшний день, композитные материалы на основе МАХ-фаз являются многообещающими кандидатами для применения в энергетических и транспортных отраслях [2]. Несмотря на их высокие прочностные свойства, применение таких композитов в промышленности ограничено из-за их хрупкости при низких температурах. Существуют разные подходы для повышения трещиностойкости и улучшения механических свойств [3]. Одним из способов, является создание металл/керамических слоистых композитов [4]. Для получения таких композитов был предложен подход, основанный на применении прекерамических бумаг с порошковым наполнителем и металлических фольг из пластичного тугоплавкого металла (ниобия). Для снижения взаимодействия между слоями металла и керамики может быть использован метод искрового плазменного спекания, обеспечивающий высокоскоростной синтез плотных композитов [3]. Целью настоящей работы является получение новых металл/керамических композитов из прекерамических бумаг с порошковым наполнителем из МАХ-фазы (Ti₃Al(Si)C₂) и металлических фольг ниобия методом искрового плазменного спекания.

Матеріали і методи. Ламіновані композити були сформовані з прекерамічних бумаг з порошковим наповнювачем $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2$ з допомогою бумагоделательной машины D7 (Sumet Systems GmbH). Підготовлені бумаги мали наступний склад: 7,3 мас. % волокон целлюлози, 87 мас. % порошка $\text{Ti}_3\text{Al}_{0,75}\text{Si}_{0,25}\text{C}_2$, 3 мас. % порошка Al_2O_3 і 2,7 мас. % добавок для удержання. Ламіновані композити синтезувалися методом іскрового плазменного спекання в вакуумній середі на установці SPS 10-4 (GT Advanced Technologies) при температурі 1250 °C і тиску 50 МПа в теченні 5 хвилин. Мікроструктура і елементний склад отриманих зразків аналізувалися методом скануючої електронної мікроскопії (СЕМ) на установці Vega 3 (Tescan). Структурно-фазовий склад зразків досліджувався методом рентгеновської дифракції на дифрактометрі XRD-7000S (Shimadzu) Для ідентифікації фаз використовувалася база даних ICDD PDF4+ 2021.

Результати. На рисунку 1а показана мікроструктура отриманого композита. Можна помітити, чередування керамічних шарів, сформованих з прекерамічних бумаг, товщиною ~95 мкм і металічних шарів з Nb товщиною ~82 мкм. На межі розділу метал/кераміка формується реакційний шар, збагачений ніобієм, алюмінієм і кремнієм товщиною ~15 мкм. Формування даного шару обумовлено взаємною дифузійною елементів МАХ-фази (преимущественно Al і Si) і Nb.

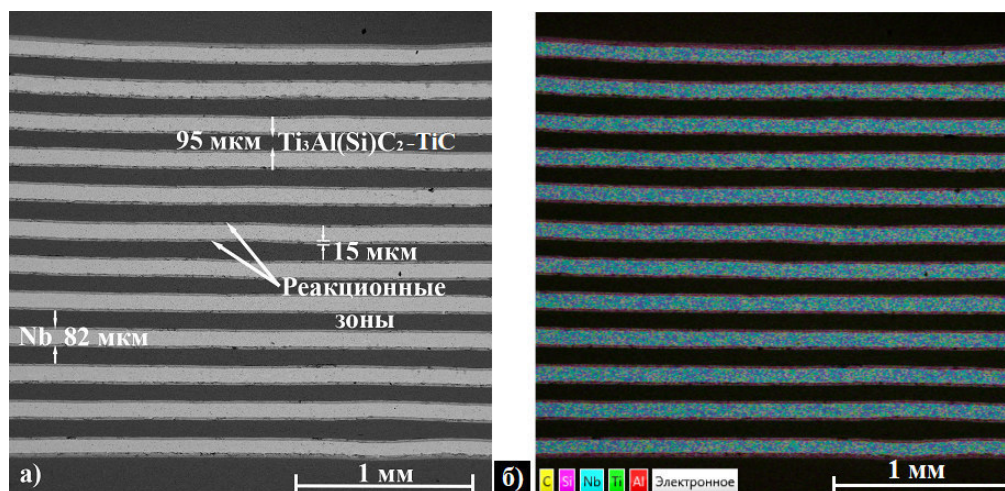


Рис. 1. (а) СЕМ зображення поперечного сечення ламінованого композита Nb/ $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2$; (б) карта ЕДС

Исходная прекерамическая бумага состоит из кристаллических фаз $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2$ (90 об. %), TiC и Al_2O_3 , соответствующих порошковому наполнителю, а также аморфной фазы, соответствующей органическим волокнам целлюлозы (рис. 2а). Ниобиевая фольга состоит из α -фазы Nb с объемно-центрированной кубической решеткой (рис. 2б).

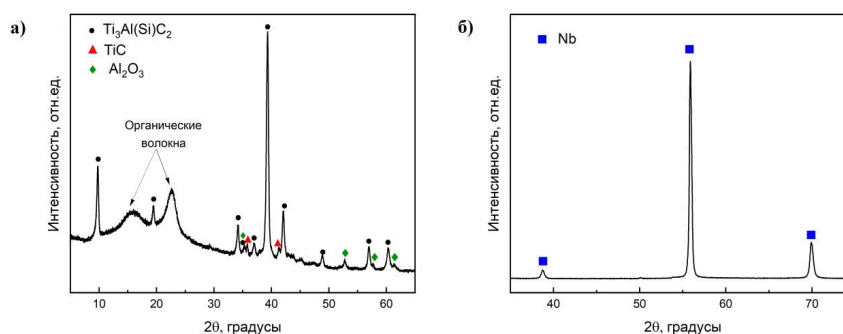


Рис. 2. Дифрактограммы исходных (а) прекерамической бумаги и (б) ниобиевой фольги

Аналіз дифракційних картин показав, що в структурі ламінованого композита після спекання присутні фази $Ti_3Al(Si)C_2$, TiC і $\alpha-Nb$ (рис. 3). Фази $Ti_3Al(Si)C_2$ і TiC відповідають керамічним слоям, а ніобій слоям металічних фольг. Стоїть відзначити, відсутність фаз оксиду алюмінію і кристалічних фаз реакційного слоя через їх відносно невисоке вміщення в композиті.

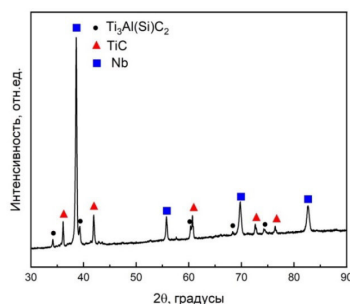


Рис. 3. Дифрактограма отриманого композита $Nb/Ti_3Al(Si)C_2-TiC$

Наблюдалось зменшення вміщення МАХ-фази в керамічних слоях (сопоставлення $Ti_3Al(Si)C_2$ к TiC в порівнянні з початковою прекерамічною папером), що вказує на часткове розкладання $Ti_3Al(Si)C_2$ до TiC , в результаті якого звільнившися Al і Si дифундували в металічні слоеи Nb (табл. 1).

Таблиця 1

Содержание фаз в композите после спекания

Образец	Фаза	Содержание фазы, об. %	Параметры решетки	
			a, Å	c, Å
Nb/ $Ti_3Al(Si)C_2$	$Ti_3Al(Si)C_2$ (ГПУ)	19	3,0847	17,8784
	TiC (ГЦК)	41	4,3125	4,3125
	Nb (ОЦК)	40	3,3001	3,3001

Висновок. Були отримані нові метал/керамічні ламіновані композити $Nb/Ti_3Al(Si)C_2-TiC$ методом іскрового плазменного спекання. Показано, що в результаті спекання відбувається взаємна дифузія між металічними слоями Nb і керамічними слоями на основі $Ti_3Al(Si)C_2$, в результаті якої формується дифузійний слой товщиною ~ 15 мкм, збагачений Nb , Al і Si . При взаємодії слоев спостерігається часткове розкладання МАХ-фази $Ti_3Al(Si)C_2$. Представлений підхід, оснований на використанні прекерамічних паперів і металічних фольг, може бути використаний для отримання багаторішних ламінованих метал/керамічних композитів.

Дослідження виконано в рамках гранта Президента Російської Федерації, проект МК-1048.2022.4.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Barsoum M. W., Radovic M. Elastic and mechanical properties of the MAX phases // Annu. Rev. Mater. Res. – 2011. – Vol. 41. – P. 195-227.
2. Xu L., Zhu D., Liu Y., Suzuki T. S., Kim B. N., Sakka Y., Grasso S., Hu C. Effect of texture on oxidation resistance of Ti_3AlC_2 // J. Eur. Cer. Soc. – 2018. – Vol. 38, No. 10. – P. 3417-3423.
3. Krotkevich D. G., Kashkarov E. B., Syrtanov M. S. et al. Preceramic paper-derived $Ti_3Al(Si)C_2$ -based composites obtained by spark plasma sintering // Cer. Int. – 2021. – Vol. 47, No. 9. – P. 12221-12227.
4. Bai Y., Sun M., Cheng L., Fan S. Developing high toughness laminated HfB_2-SiC ceramics with ductile Nb interlayer // Cer. Int. – 2019. – Vol. 45, No. 16. – P. 20977-20982.