

УДК: 666.3-13

**Искровое плазменное спекание ламинированных композитов
из фольг Ta и прекерамических бумаг на основе МАХ-фазы $Ti_3Al(Si)C_2$**

А.А. Ляхова, А.В. Абдульменова

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

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: aal86@tpu.ru

**Spark plasma sintering of laminated composites from Ta foils and preceramic papers based
on the MAX-phase $Ti_3Al(Si)C_2$**

A.A. Lyakhova, A.V. Abdulmenova

Scientific Supervisor: Ph.D. E.B. Kashkarov

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

E-mail: aal86@tpu.ru

Abstract. *Ta/ $Ti_3Al(Si)C_2$ -TiC layered composites were fabricated from stacked preceramic papers filled with MAX-phase powder ($Ti_3Al(Si)C_2$) Ta and metal foils. The composites were fabricated by spark plasma sintering (SPS) at a temperature of 1250 °C and a pressure of 50 MPa for 5 min. The microstructure and phase composition were analyzed using scanning electron microscopy and X-ray diffraction, respectively. The structure of the composites is represented by metal layers of Ta and ceramic layers separated by reaction layers. It was found that the reaction layers are formed during SPS due to the mutual diffusion of Ta and Al, Si from the MAX-phase.*

Key words: *tantalum, preceramic paper, MAX phase, scanning electron microscopy, diffraction, spark plasma sintering.*

Введение

В последнее время появляется все больше исследований и разработок в области синтеза и применения МАХ-фаз. Они представляют из себя слоистые керамические материалы, которые имеют химическую формулу $M_{n+1}AX_n$, где М – переходный металл, А – элемент подгрупп 13 или 14, X – азот, углерод или бор, n обычно изменяется от 1 до 3. МАХ-фазы одновременно сочетают в себе свойства, как металлов, так и керамики, таким образом обеспечивая уникальные химические, физические, электрические и механические свойства [1]. Они начали широко исследоваться лишь в последние два десятилетия, за которые было синтезировано и исследовано большое количество МАХ-фаз и показана перспективность их применения. За счет наноламинатной структуры, МАХ-фазы демонстрируют уникальные механизмы деформации, связанные с деламинацией слоев, скольжением пластин, образованием полос перегиба и др. Однако, на макроскопическом уровне, керамические материалы на основе МАХ-фаз являются хрупкими при низких температурах. Существуют разные подходы для улучшения механических свойств, одним из которых является использование тугоплавких пластичных металлов. В данной работе для получения металл/керамических слоистых композитов с высокой вязкостью разрушения был предложен подход, основанный на применении прекерамических бумаг на основе МАХ-фазы ($Ti_3Al(Si)C_2$) и металлических фольг (Ta). Для высокоскоростного получения плотных композитов может быть использован метод искрового плазменного спекания [2]. Целью настоящей работы является получение новых металл/керамических ламинированных композитов методом искрового плазменного спекания из прекерамических бумаг с порошковым наполнителем из МАХ-фазы ($Ti_3Al(Si)C_2$) и металлических фольг тантала.

Материалы и методы исследования

Прекерамическая бумага была получена с помощью бумагоделательной машины D7 (Sumet Systems GmbH). Подготовленная бумага имела в своем составе 7,3 масс. % волокон целлюлозы, 87 масс. % порошка $Ti_3Al_{0,75}Si_{0,25}C_2$, 3 масс. % порошка Al_2O_3 и 2,7 масс. % добавок для удержания. Композиты синтезировались на установке SPS 10-4 (GT Advanced Technologies) методом искрового плазменного спекания в вакууме при температуре 1250 °С, давлении 50 МПа в течении 5 мин. Фазовый состав композитов исследовался методом дифракции рентгеновских лучей на дифрактометре XRD-7000S (Shimadzu). Для того, чтобы идентифицировать фазы использовалась база данных ICDD PDF4+ 2021. Микроструктура полученных композитов изучались методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на установке Vega 3 (Tescan).

Результаты

На рисунке 1 представлена дифрактограмма поперечного шлифа полученного композита. Анализ показал, что в структуре образца после спекания присутствуют фазы: $Ti_3Al(Si)C_2$, TiC и Ta. Фазы $Ti_3Al(Si)C_2$ и TiC соответствуют слоям керамики, а Ta слоям металлических фольг. Фазы Al_2O_3 и кристаллические фазы реакционного слоя (см. далее) не были обнаружены из-за их малого содержания в композите. До спекания прекерамическая бумага содержала 90 об. % МАХ-фазы. Соответственно, наблюдается уменьшение содержания $Ti_3Al(Si)C_2$ (по отношению к TiC) в спеченном композите. Это указывает на частичное разложение фазы $Ti_3Al(Si)C_2$ до TiC. В результате этого освободившиеся алюминий и кремний могут диффундировать к металлическим слоям и вступать в реакцию с танталом.

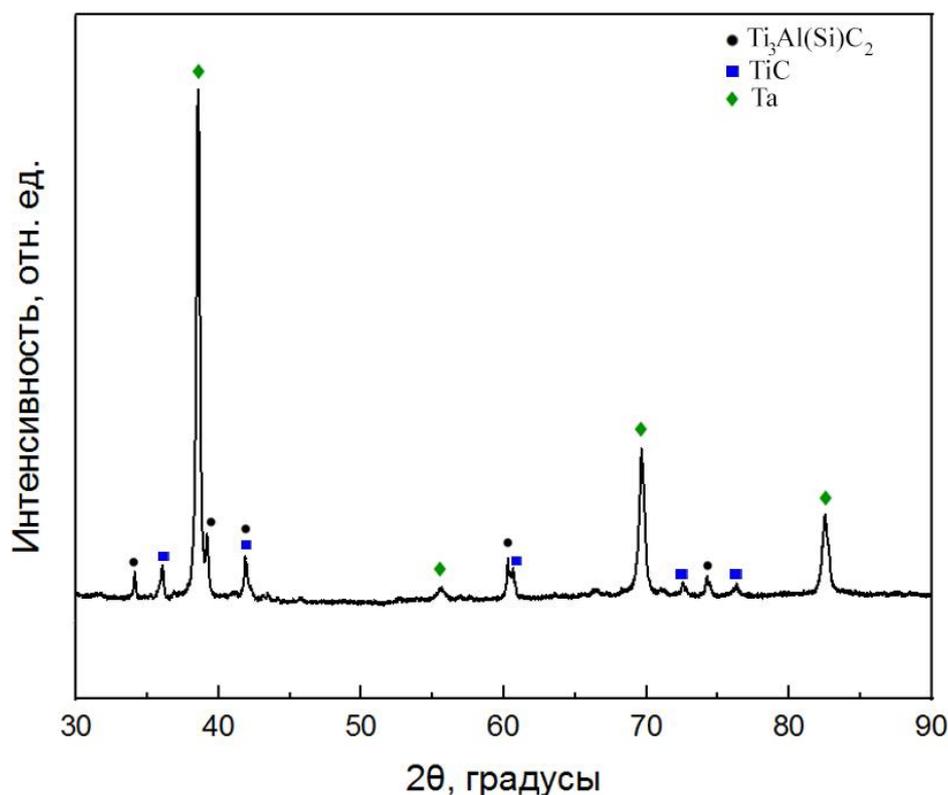


Рис. 1. Дифрактограмма полученного композита Ta/ $Ti_3Al(Si)C_2$ -TiC

На рисунке 2а представлена микроструктура полученного композита. Керамические слои, сформированные из прекерамических бумаг, толщиной ~100 мкм, чередуются с металлическими слоями из Ta толщиной ~62 мкм. На границе металл/керамика формируется

реакционный слой толщиной ~13 мкм (рис. 2б), который состоит преимущественно из тантала, алюминия и кремния (рис. 2в). Данный слой был сформирован во время процесса спекания за счет взаимной диффузии Та и элементов А-слоя МАХ-фазы (Si, Al). Также в реакционном слое присутствует небольшое количество примесного железа, который использовался при изготовлении порошков МАХ-фазы изготовителем.

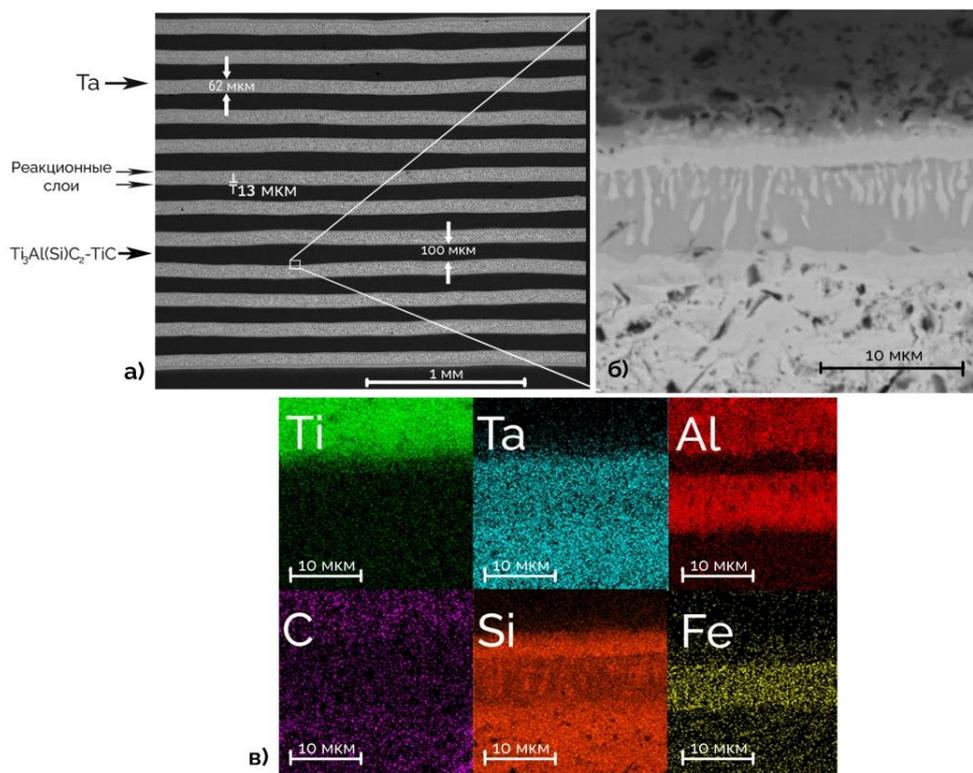


Рис. 2. СЭМ изображение поперечного шлифа (ламинированного композита Ta/Ti₃Al(Si)C₂-TiC: (а) общий вид (б) реакционный слой; (в) распределение элементов в реакционном слое, измеренное методом ЭДС

Заключение

В результате проведенного исследования были получены новые ламинированные композиты Ta/Ti₃Al(Si)C₂-TiC методом искрового плазменного спекания. Было установлено, что в результате спекания происходит взаимная диффузия между металлическими слоями Та и керамическими слоями на основе Ti₃Al(Si)C₂ и TiC, в результате которой формируются реакционные слои толщиной ~13 мкм, обогащенные в основном Та, Al и Si. Также было получено, что при спекании слоев наблюдается частичное разложение МАХ-фазы Ti₃Al(Si)C₂ до TiC. Анализ структуры реакционного слоя требует более детального исследования в будущем.

Исследование выполнено в рамках гранта Российского научного фонда, проект № 23-19-00109.

Список литературы

1. Сметкин А.А., Майорова Ю.К. Свойства материалов на основе МАХ-фаз (обзор) // Вестник ПНИПУ. – Пермь : ПНИПУ, 2015. – С. 121–125.
2. Krotkevich D.G., Kashkarov E.B., Syrtanov M.S. et al. Pre ceramic paper-derived Ti₃Al(Si)C₂-based composites obtained by spark plasma sintering // Cer. – 2021. – Vol. 47, № 9. – P. 1–3.