

УДК 666.3-121

**Механические свойства композитов на основе  $Ti_3SiC_2$ ,  
полученных искровым плазменным спеканием**

М.С. Хорев<sup>1</sup>, И.Е. Арлашкин<sup>2</sup>

Научный руководитель: к.т.н. Е.П. Седанова<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

<sup>2</sup>Санкт-Петербургский государственный технологический институт (Технический университет)  
Россия, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, д. 24–26/49 литера А, 190013

E-mail: [msh8@tpu.ru](mailto:msh8@tpu.ru)

**Mechanical properties of  $Ti_3SiC_2$ -based composites obtained by spark plasma sintering**

M.S. Horev<sup>1</sup>, I.E. Arlashkin<sup>2</sup>

Scientific Supervisor: PhD., E.P. Sedanova<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

<sup>2</sup>State Institute of Technology, Russia, Saint-Petersburg, Moskovskiy str., 24–26/49 A, 190013

E-mail: [msh8@tpu.ru](mailto:msh8@tpu.ru)

**Abstract.**  $Ti_3SiC_2$ - $TiC$ - $TiSi_2$  composites were obtained by the method of combined sintering of  $Ti/Si/C$  and  $Ti/Si/TiC$  powder mixtures in a vacuum furnace and by spark plasma sintering technology. The microstructure and phase composition of the material were investigated. Mechanical properties including microhardness, modulus and flexural strength were determined.

**Key words:** MAX-phases,  $Ti_3SiC_2$ , spark plasma sintering, mechanical properties

**Введение**

Традиционно применяемые в качестве конструкционных материалов металлические сплавы уже не могут соответствовать растущим требованиям к прочностным свойствам и стойкости к агрессивным условиям эксплуатации деталей и узлов высокотехнологичных установок. В связи с этим активно ведутся разработки по созданию керамических и металлокерамических композитов. Материалы на основе МАХ-фаз, в частности  $Ti_3SiC_2$ , благодаря сочетанию свойств металлов и керамики, а также слоистой структуре зерен  $Ti_3SiC_2$ , характеризуются высокой прочностью при малых значениях плотности, устойчивостью к коррозии и высоким температурам [1].

В рамках проведенного исследования монолитные композиты с разным содержанием  $Ti_3SiC_2$  были получены оригинальным методом комбинированного синтеза, включающим в себя предварительную термообработку исходных порошковых смесей в вакууме и последующее искровое плазменное спекание (ИПС) полученных материалов. Целью работы являлась оценка механических характеристик полученных композитов.

**Материалы и методы исследования**

Для синтеза композитов были использованы следующие порошки: Ti (содержание основной фазы 99,0 %), Si (содержание основной фазы 99,8 %), TiC (содержание основной фазы 99,5 %), углерод (технический). Порошки смешивались с использованием вибрационной мельницы для получения следующих составов:  $3Ti/1,2Si/2C$  (образец 1) и  $Ti/1,2Si/2C$  (образец 2). Избыток кремния в смесях обусловлен необходимостью минимизации его испарения при спекании, что важно для фазообразования  $Ti_3SiC_2$ . Полученные смеси формовались в компакты, которые помещались в графитовый контейнер и спекались в вакуумной печи СНВЭ-1,7.3.1,7/20 (ООО «Призма», Россия) при температуре 1400 °С в течение 1 часа. Дополнительное спекание по методу ИПС осуществлялось с использованием установки SPS 10-4 (GT Advanced

Technologies, США) при температуре 1300 °С и давлении 50 МПа. Длительность спекания варьировалась от 5 (образцы 1.1 и 2.1) до 10 минут (образцы 1.2 и 2.2).

В рамках работы был проведен рентгенофазовый анализ (РФА) поверхностей, полученных после ИПС композитов. РФА проводился на дифрактометре XRD 7000S (Shimadzu, Япония), оснащенный 1280-канальным высокоскоростным детектором OneSight. Качественный анализ состава осуществлялся в программном пакете Crystallographica Search-Match с использованием базы данных PDF-4. Количественный анализ содержания обнаруженных фаз выполнялся по методу Ритвельда в программном пакете Powder Cell. Плотность и пористость материалов оценивалась по методу гидростатического взвешивания с использованием аналитических весов ME 235S (Sartorius, Германия). Модуль Юнга был измерен по методу акустического резонанса толщиномером 45MG (Olympus, Япония). Микротвердость композитов оценивалась вдоль поверхности по методу Виккерса на микротвердомере KB 30S (Pruftechnik, Германия). Предел прочности на изгиб композитов был исследован методом трехточечного изгиба на испытательной машине AI-7000M (GOTECH, Тайвань). Фактографический анализ излома композитов проводился с использованием сканирующего электронного микроскопа Vega 3 (TESCAN, Чехия).

## Результаты

На рисунке 1 показаны дифрактограммы, снятые с поверхностей спеченных композитов. Фазовый состав полученных композитов представлен целевой фазой  $Ti_3SiC_2$  и фазами  $TiC$ ,  $TiSi_2$  – промежуточными продуктами синтеза  $Ti_3SiC_2$  [2].

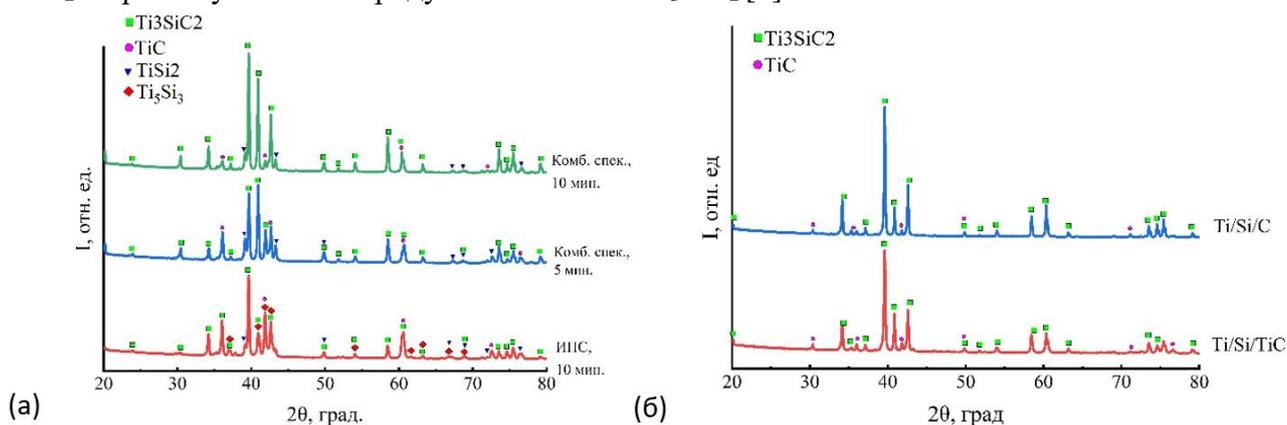


Рис. 1. Дифрактограммы композитов на основе МАХ-фазы  $Ti_3SiC_2$ , полученных комбинированным спеканием порошковой смеси: а-  $3Ti/1,2Si/2C$ ; б-  $Ti/1,2Si/2TiC$

Результаты количественного анализа фазового состава, гидростатического взвешивание, оценки модуля Юнга, твердости и прочности при изгибе композитов приведены в таблице 1.

Таблица 1

Результаты оценки механических свойств композитов на основе  $Ti_3SiC_2$

Шифр образца	Содержание $Ti_3SiC_2$ , об. %	$\rho$ , г/см <sup>3</sup>	П, %	Е, ГПа	HV, ГПа	$\sigma$ , МПа
1.1	60	4,50	0,18	369	7,3	469
1.2	78	4,42	0,22	361	6,2	562
2.1	78	4,42	0,55	360	5,8	592
2.2	52	4,42	0,30	366	8,4	470

Как видно из результатов количественного анализа, максимальное содержание фазы  $Ti_3SiC_2$  составляет 77,8 об. % и было достигнуто для образцов, полученных при ИПС в течение 10 минут для исходного состава  $3Ti/1,2Si/2C$  и 5 минут для состава  $Ti/1,2Si/2TiC$ . Снижение количества целевой фазы из  $Ti/1,2Si/2TiC$  более чем на 20 % при продолжительной выдержке

связано с обеднением системы компонентами, необходимыми для фазообразования  $Ti_3SiC_2$ . Для состава  $3Ti/1,2Si/2C$  продолжительная выдержка, наоборот, способствует фазообразованию.

Полученные композиты представляют собой плотные диски с показателем открытой пористости до 1 % и модулем Юнга (360–369) ГПа. Значения микротвердости и прочности на изгиб коррелируют с объемным содержанием фазы  $Ti_3SiC_2$ . Увеличение ее содержания с 52 до 78 об.% ведет к увеличению предела прочности композита с 470 до 592 МПа и снижению микротвёрдости с 8,4 до 5,8 ГПа, соответственно.

На СЭМ-изображениях поверхностей изломов композитов (рис. 2) показана структура вытянутых пластинчатых зерен  $Ti_3SiC_2$  с агломератами промежуточных фаз  $TiC$  и  $TiSi_2$ . Данная структура композита позволяет выдерживать значительные нагрузки (до 636 МПа), благодаря механизмам поглощения энергии в процессе деформации, таким как образование микротрещин, расслоение, отклонение трещин, выталкивание и вытягивание зерен, а также выпучивание отдельных зерен [3].

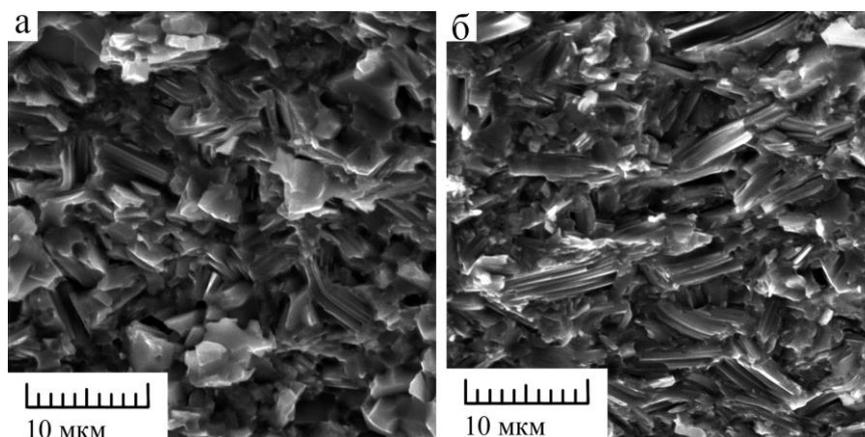


Рис. 2. СЭМ-изображения поверхностей изломов композитов на основе  $Ti_3SiC_2$ , полученных комбинированным спеканием порошковой смеси: а-  $3Ti/1,2Si/2C$ ; б-  $Ti/1,2Si/2TiC$

### Заключение

В работе были получены композиты  $Ti_3SiC_2-TiC-TiSi_2$  комбинированным спеканием в вакуумной печи и ИПС. Содержание фазы  $Ti_3SiC_2$  варьируется от 52,2 до 77,8 об.% в зависимости от длительности ИПС и состава исходной порошковой смеси. Исследованы механические свойства полученных материалов. При увеличении содержания МАХ-фазы в образцах происходит увеличение прочности на изгиб, что связано с армированием композита вытянутыми слоистыми зёрнами  $Ti_3SiC_2$ , однако при этом средняя микротвёрдость материала падает, поскольку содержание относительно твёрдых карбида и силицидов титана снижается.

*Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 23-79-01227.*

### Список литературы

1. Bilal C., Jerome R. Reactive sintering and thermodynamics of  $Ti_3SiC_2/SiC$  composites // *Ceramics International*. – 2022. – № 48. – P. 34635–34649.
2. Viala J.C. et al. Phase equilibria at 1000 C in the  $AlCSiTi$  quaternary system: An experimental approach // *Materials Science and Engineering: A*. – 1997. – Vol. 229, № 1–2. – P. 95–113.
3. El-Raghy T., Barsoum M.W., Zavaliangos A., Kalidinidi S. // *Journal of the American Ceramic Society*. – 1999. – Vol. 79. – P. 2855