

МИКРОСТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЛАМИНИРОВАННЫХ КОМПОЗИТОВ Ta/Ti₃Al(Si)C₂-TiC-Al₂O₃

А.В. АБДУЛЬМЕНОВА

Томский политехнический университет

E-mail: ava75@tpu.ru

Введение. МАХ-фазы представляют собой сравнительно новый класс керамических материалов. Обычно это семейство тройных нанослойных соединений с общей формулой $M_{n+1}AX_n$, где М – переходный металл, А – элементы групп IIIA и IVA, X – N или C, а n варьируется от 1 до 3 [1]. МАХ-фазы характеризуются теплопроводностью, возможностью механической обработки, пластичностью при высоких температурах, высоким модулем Юнга и низкой плотностью, устойчивостью к коррозии. Однако, несмотря на их высокие механические свойства, при низких температурах они демонстрируют хрупкое разрушение под действием механических напряжений [2]. Ранее [3] были получены новые ламинированные металлокерамические композиты Nb/Ti₃Al(Si)C₂-TiC-Al₂O₃, в которых использование металлических слоев улучшило сопротивляемость материалов к распространению трещин. Тем не менее, данные композиты оказались недостаточно стойкими к окислению при температурах выше 1200 °С из-за обеднения внешних слоев керамики алюминием за счет формирования реакционного слоя на границе керамика/металл [4]. Тантал, являясь более тугоплавким и пластичным металлом, может использоваться для создания жаростойких композитов, обладающих высокой вязкостью разрушения. Таким образом, цель данной работы заключалась в получении новых ламинированных металлокерамических композитов методом искрового плазменного спекания прекерамических бумаг на основе МАХ-фазы Ti₃Al(Si)C₂ и фольг из тантала.

Материалы и методы исследования. Ламинированные композиты формировали методом искрового плазменного спекания на установке SPS 10-4 при 1250 °С, приложенном давлении 50 МПа и выдержки в течение 5 мин. В качестве исходных материалов использовали металлические фольги из Та толщиной ~100 мкм и прекерамическую бумагу на основе МАХ-фазы Ti₃Al(Si)C₂ (Ti₃Al_{0,75}Si_{0,25}C₂) толщиной ~300 мкм. Фазовый состав полученных композитов исследовали с помощью дифрактометра XRD 7000S. Микроструктура и элементный состав анализировались методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на установке Vega3 с приставкой для энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС). Прочность на изгиб оценивалась методом трехточечного изгиба с применением машины для растяжения А1-7000М.

Результаты. Исходная прекерамическая бумага состоит из кристаллических фаз Ti₃Al(Si)C₂ (90 об. %) с гексагональной плотноупакованной решеткой, кубической фазы TiC (7 об. %) и α-Al₂O₃ (3 об. %) с ромбоэдрической структурой, а также аморфной фазой органических целлюлозных волокон. После спекания прекерамических бумаг и фольг из Та был получен композит, представленный фазами Ti₃Al(Si)C₂, TiC и α-Al₂O₃, соответствующими керамическим слоям, а также кубической фазой Та, соответствующей металлическим слоям. Следует отметить, что содержание Ti₃Al(Si)C₂ по отношению к TiC уменьшается по сравнению с прекерамической бумагой, что связано с частичным разложением МАХ-фазы до TiC во время спекания и образованием реакционного слоя на границе металл/керамика (см. далее).

В результате спекания сформировалась плотная слоистая микроструктура с чередующимися слоями Та толщиной ~63 мкм и керамики на основе Ti₃Al(Si)C₂-TiC-Al₂O₃ толщиной ~103 мкм, рисунок 1, а. На границе слоев сформировался реакционный слой (РС) толщиной ~13 мкм, рисунок 1, б.

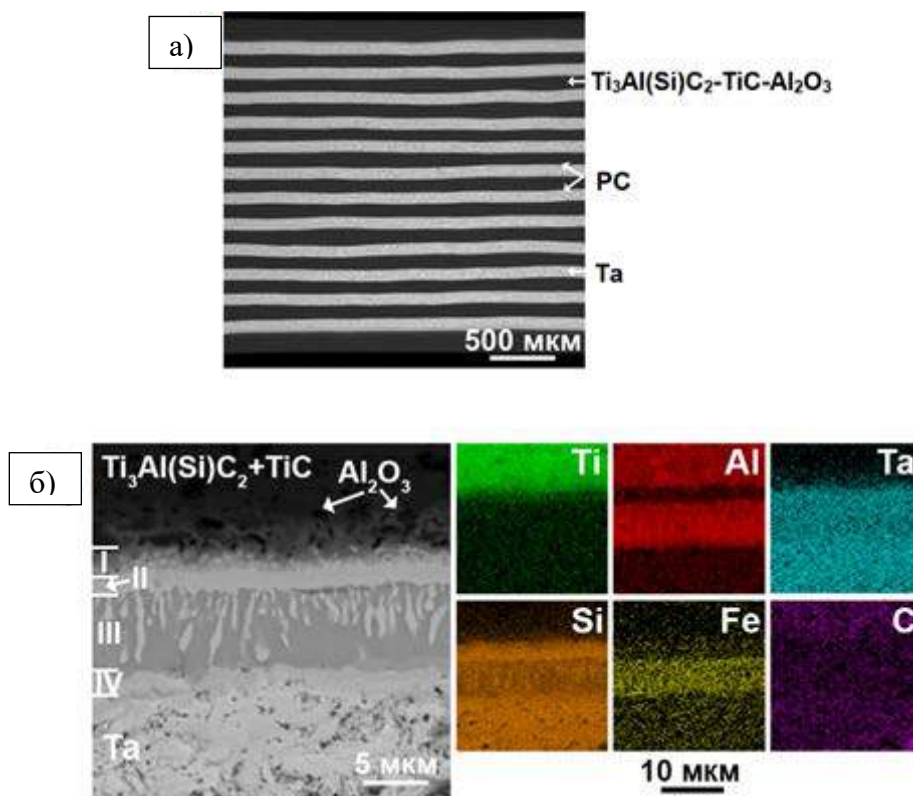


Рисунок 1. СЭМ-изображения а) поперечного сечения ламинированного композита Ta/Ti₃Al(Si)C₂-TiC-Al₂O₃, б) реакционного слоя и соответствующие карты распределения элементов. PC – реакционный слой

Анализ состава реакционного слоя методом ЭДС показал, что он состоит преимущественно из Ta, Al, Si и небольшого количества примесного Fe. Присутствие последнего связано с его использованием для синтеза порошков МАХ-фазы. Присутствие Si в слое Ta обусловлено перекрытием спектральных линий элементов. На основе данных точечного анализа предполагается, что реакционный слой имеет микроструктуру, состоящую из четырех основных слоев: I – (Ti,Ta)₅Si₃C_x; II – (Ta,Ti)₅Si₃C_x; III – Ta(Al,Fe)₂ (темный контраст) + Ta₅Si₃ (светлый контраст); IV – Ta₂Al + Ta₂C.

Результаты механических испытаний на трехточечный изгиб показали, что предел прочности ламинированного композита составил 430 ± 40 МПа. Для сравнения на рисунке 2а представлена деформационная кривая монолитной композитной керамики без слоев металла. Кривая ламинированного композита имеет характерный пик при достижении максимальной нагрузки, что свидетельствует о возникновении трещины во внешнем керамическом слое. Однако дальнейшая деформация не приводит к хрупкому разрушению образца, как это происходит у керамических композитов без слоев Ta. Более того, кривая приобретает вид, свойственный пластически деформируемым материалам, благодаря присутствию слоев Ta. Стоит обратить внимание на то, что предел прочности при изгибе композита Ta/Ti₃Al(Si)C₂-TiC-Al₂O₃ ниже, чем у монолитных образцов (~520 МПа). Однако ламинированная металлокерамическая структура обеспечивает увеличение абсолютной деформации более чем в четыре раза и высокую энергию разрушения.

Анализ поперечного сечения композита после испытаний на изгиб показал ступенчатое разрушение, рисунок 2б, сопровождающееся образованием шеек в слоях Ta, а также многократным растрескиванием керамических и реакционных слоев, рисунок 2в. На более детальном изображении области распространения трещины, рисунок 2в, видно расслоение

композита вдоль границы керамика/РС, что связано с присутствием хрупких силицидных фаз вблизи слоя $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2\text{-TiC-Al}_2\text{O}_3$.

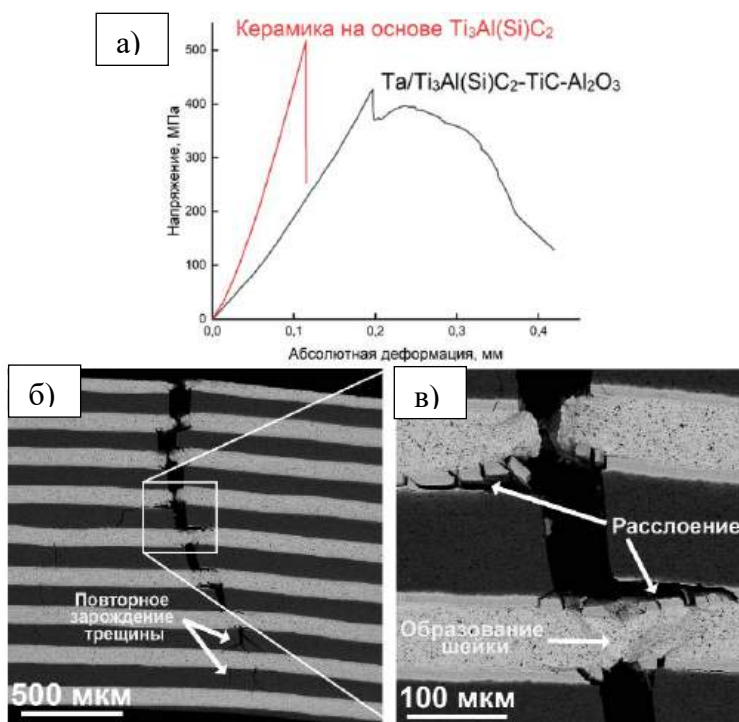


Рисунок 2. а) Деформационные кривые композитов. СЭМ-изображения поперечного сечения б) ламинированного композита и в) области распространения трещины

Заключение. Методом искрового плазменного спекания фольг из тантала и прекерамических бумаг на основе МАХ-фазы $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2$ были получены плотные слоистые композиты, состоящие из керамических слоев на основе $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2$, TiC и Al_2O_3 (~103 мкм) и металлических слоев Та (~63 мкм). При температуре спекания 1250 °С и давлении 50 МПа в течение 5 мин на границах раздела металл/керамика формируются гетерофазные реакционные слои толщиной ~13 мкм. Полученные композиты демонстрируют вязкий механизм разрушения с пределом прочности на изгиб ~430 МПа. Особый механизм разрушения обусловлен повышенным сопротивлением распространению трещин границами раздела металл/керамика, а также пластической деформацией слоев тантала.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РНФ, проект № 23-19-00109.

Список литературы

1. Lei X., Lin N. Structure and synthesis of MAX phase materials: a brief review // Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences. – 2022. – Vol 47, No 5. – P. 736–771.
2. Barsoum M.W., Radovic M. Elastic and mechanical properties of the MAX phases // Annual review of materials research. – 2011. – Vol. 41, No. 1. – P. 195–227.
3. Kashkarov E.B., Krotkevich D., Abdulmenova A., Tolkachev O., Travitzky N. High toughness laminated composites fabricated from $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2$ filled preceramic paper and Nb foils: formation mechanism and influence of laminate architecture // Advanced Engineering Materials. – 2024. – Vol. 26, No. 13. – P. 2400361.
4. Kashkarov E.B., Abdulmenova A.V., Pushilina N.S., Syrtanov M.S., Mingazova Y.R., Nassyrbayev A., Krotkevich D.G., Travitzky N.A. High temperature oxidation and thermal properties of laminated $\text{Ti}_3\text{Al}(\text{Si})\text{C}_2\text{-TiC/Nb}$ based composites obtained by spark plasma sintering // Journal of Alloys and Compounds. – 2024. – Vol. 982. – P. 173848.