

УДК 621.762 + 536.46 + 669.45

DOI dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2018-4-48-61

О применении процесса СВС для получения композита Ti_3SiC_2-Ni

© 2018 г. А.П. Амосов, Е.И. Латухин, А.М. Рябов

Самарский государственный технический университет (СамГТУ)

Статья поступила в редакцию 03.06.18 г., доработана 05.06.18 г., подписана в печать 07.06.18 г.

Дан обзор результатов применения процесса самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) для получения жаропрочных никелевых сплавов и композитов на основе карбида титана (TiC) и никеля. Для уменьшения хрупкости предложено заменить фазу TiC на карбосилицид титана Ti_3SiC_2 и применить процесс СВС для получения каркасного композита Ti_3SiC_2-Ni . Никель для пропитки каркаса Ti_3SiC_2 вводился в трех вариантах: с добавлением в реакционную смесь; в виде брикета, размещенного между двумя брикетами СВС-шихты; аналогично второму варианту, но с барьерными слоями из бумаги между брикетами никеля и шихты СВС. Показано, что во всех вариантах расплав Ni препятствует образованию МАХ-фазы карбосилицида титана, приводя к его деградации. Введение Ni в реакционную смесь по первому варианту позволило получить однородный композиционный материал, пористость которого с ростом концентрации Ni до 50 % уменьшилась практически до нуля. В случае размещения Ni-брикета между двух прессованных брикетов СВС-шихты удавалось расплавить сравнительно небольшое количество никеля (23–29 % от массы образцов синтезируемых композитов), которого не хватало для полного заполнения пористых слоистых каркасов Ti_3SiC_2 . При добавлении в Ni-брикет 20 % Si увеличивалась глубина пропитки, снижалась степень деградации МАХ-фазы в месте пропитки, формировался более однородный композиционный материал, состоящий из пористого каркаса фаз TiC, $TiSi_2$ и Ti_3SiC_2 , частично заполненного металлическим никелем при инфильтрации расплава Ni(Si).

Ключевые слова: СВС, горение, МАХ-фаза, Ti_3SiC_2 , пористый каркас, никель, пропитка, легирование, композиционный материал.

Амосов А.П. – докт. физ.-мат. наук, проф., зав. кафедрой металловедения, порошковой металлургии, наноматериалов (МПМН) СамГТУ (443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244). E-mail: egundor@yandex.ru.

Латухин Е.И. – канд. техн. наук, доцент кафедры МПМН СамГТУ. E-mail: evgelat@yandex.ru.

Рябов А.М. – аспирант кафедры МПМН СамГТУ. E-mail: respelius@gmail.com.

Для цитирования: Амосов А.П., Латухин Е.И., Рябов А.М. О применении процесса СВС для получения композита Ti_3SiC_2-Ni . Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2018. No. 4. С. 48–61.
DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2018-4-48-61.

Amosov A.P., Latukhin E.I., Ryabov A.M.

SHS process application in Ti_3SiC_2-Ni composite fabrication

The paper reviews the results of using the process of self-propagating high-temperature synthesis (SHS) to obtain high-temperature nickel alloys and composites based on titanium carbide (TiC) and nickel. In order to reduce the brittleness of these composites, it was proposed to replace the TiC ceramic phase by the MAX phase of titanium silicon carbide (Ti_3SiC_2) and use the SHS process to obtain a Ti_3SiC_2-Ni skeleton composite. Nickel for Ti_3SiC_2 skeleton infiltration was introduced in three variants: by introducing to the reaction mixture; in the form of a briquette located between two SHS charge briquettes; and similar to the second variant, but with the barrier layers of paper between the Ni and SHS charge briquettes. It was shown that Ni melt in all three variants prevents the formation of the titanium silicon carbide MAX phase thus leading to its degradation. Ni introduction into the reaction mixture according to the first variant made it possible to obtain a homogeneous composite, which became almost non-porous with an increase in Ni concentration up to 50 %. When the Ni briquette was placed between two compacted briquettes of SHS charge, it was possible to melt a relatively small amount of Ni (23–29 % of the mass of synthesized composite samples), which was not enough to completely fill the porous layered skeletons of Ti_3SiC_2 . 20 % of Si added to the Ni briquette increased infiltration depth, lowered the degree of MAX phase degradation at the infiltration point, and formed a more homogeneous composite consisting of a porous skeleton of TiC, $TiSi_2$ and Ti_3SiC_2 phases partially filled with metallic nickel during Ni(Si) melt infiltration.

Keywords: SHS, combustion, MAX phase, Ti_3SiC_2 , porous skeleton, nickel, infiltration, alloying, composite.

Amosov A.P. – Dr. Sci. (Phys.-Math.), prof., head of Department of metals science, powder metallurgy, nanomaterials of Samara State Technical University (SSTU) (443100, Russia, Samara, Molodogvardeiskaya str., 244). E-mail: egundor@yandex.ru.

Latukhin E.I. – Cand. Sci. (Tech.), associate prof. of Department of metals science, powder metallurgy, nanomaterials of SSTU. E-mail: evgelat@yandex.ru.

Ryabov A.M. – postgraduate of Department of metals science, powder metallurgy, nanomaterials of SSTU. E-mail: respelius@gmail.com.

Citation: Amosov A.P., Latukhin E.I., Ryabov A.M. SHS process application in Ti_3SiC_2-Ni composite fabrication. *Izv. vuzov. Poroshk. metallurgiya i funkts. pokrytiya*. 2018. No. 4. P. 48–61 (In Russ.).
DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2018-4-48-61.

Введение

В настоящее время никелевые сплавы являются основным жаропрочным материалом для изготовления наиболее ответственных деталей газотурбинных двигателей и энергетических установок и остаются перспективным материалом для дальнейшего усовершенствования и использования в ближайшем будущем [1–4]. Но традиционное легирование этих сплавов такими элементами, как W, Mo, Cr, Co, Hf, Ti, Nb, полностью себя исчерпало, уступив легированию остродефицитными элементами, в первую очередь рением, притом что Россия практически не имеет природных источников ренийсодержащего сырья [3, 4]. Легирование достигло такого предела, что снизилась эффективность гомогенизации слитков вследствие дендритной и зональной неоднородности, возникновения пор, рыхлот и микротрещин, пластичность слитков значительно уменьшилась, что привело к резкому увеличению трудоемкости их производства и расходу металла, стало препятствием на пути их промышленного освоения.

Переход к технологии порошковой (гранульной) металлургии позволил в определенной мере избежать указанных недостатков, обеспечить высокий уровень гомогенности, прочностных свойств, коэффициента использования материала, однако обусловил необходимость организации сложного производства высококачественных порошков жаропрочных никелевых сплавов, в целом повысил стоимость производства изделий из этих сплавов. Перспективным направлением является также разработка интерметаллических никелевых сплавов на основе интерметаллических соединений никеля Ni_3Al и $NiAl$. Дальнейший прорыв в области жаропрочных никелевых сплавов связывается с металлическими композиционными материалами (МКМ) с матрицей на основе никеля — как с эвтектическими МКМ с взаимопроницающим армирующим каркасом из нитевидных кристаллов карбидов тугоплавких металлов, так и с дисперсно-упрочненными МКМ с армирующей фазой из частиц оксидов тугоплавких металлов.

Достойный вклад в решение указанных проблем развития жаропрочных никелевых сплавов может внести использование достижений технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), или синтеза горением, современное состояние которой по разработке перспективных материалов и покрытий представ-

лено в обзоре [5]. Наибольшие ожидания связаны с разработками по СВС-металлургии, основанной на сжигании металлотермитных смесей порошков оксидов элементов с металлом-восстановителем Al, образовании жидких продуктов горения (расплавов) и их фазоразделении под действием гравитационных или центробежных сил [6–9]. Таким методом получены слитки жаропрочных никелевых сплавов ЖС6У и ХТН 61 с более гомогенной структурой и мелкими включениями карбидов и интерметаллидов, чем у одноименных промышленных сплавов; слитки композита с интерметаллической матрицей $Ni-Al$ (мас. %: Ni — 52,0; Al — 22,4; Co — 16,9; Cr — 4,0; Mo — 4,0; Ti — 1,4; В — 0,05; Zr — 0,05), в которой равномерно распределены округлые включения карбидов хрома и титана; слитки интерметаллического сплава $NiAl-Cr-Co-Hf$ с последующими индукционным переплавом и плазменным центробежным распылением в сферические порошки размером 40–150 мкм, полностью удовлетворяющие требованиям технологий гранульной металлургии и аддитивного производства. СВС-металлургия позволяет снизить время изготовления жаропрочных материалов, применять простое высокотемпературное оборудование и минимизировать потребление энергии по сравнению с традиционной металлургией этих материалов.

Отмеченный выше литой композит с интерметаллической матрицей $Ni-Al$ является дисперсно-упрочненным частицами карбидов хрома и титана с небольшим их количеством (Cr — 4,0, Ti — 1,4 мас. %), что является ограничением жидкофазной СВС-металлургии, так как при большом содержании армирующей фазы теряется текучесть расплава. Известно, что металлокерамические композиты (МКК) можно разбить на два вида: каркасные и матричные. Каркасные МКК состоят из двух взаимопроницающих непрерывных каркасов — металлического и керамического, а матричные — из непрерывной металлической матрицы и прерывистой, распределенной в матрице керамической фазы в виде дисперсных частиц, волокон или слоев [10–12]. Жесткий керамический каркас при большом объемном содержании керамической фазы обеспечивает такие преимущества, как лучшая износостойкость и возможность сохранения несущей способности при высоких температурах, приближающихся к температуре плавления металла. Еще в 1980-х годах было показано, что при термовакuumной обработке и сжигании шихтовых

заготовок в термовакуумной камере можно получить пористые каркасы из различных тугоплавких соединений, в том числе TiC, с пористостью порядка 50 % и прочностью в 1,5–3,0 раза большей, чем у аналогичных спеченных материалов той же пористости [13]. Объяснялось это тем, что очень высокие температуры СВС и самоочистка от примесей приводят к образованию сильных связей между частицами продуктов горения, их сварке с формированием пористого каркаса. Пропитка (инфильтрация) пористого каркаса TiC расплавом жаропрочного никелевого сплава ЖС6У при температуре 1450 °С в течение 20–25 мин позволила получить образцы металлокерамического каркасного композита, предел текучести которого при $t = 1100$ °С превысил в 2,5 раза аналогичный показатель сплава ЖС6У.

Приведем еще два более современных примера. При изготовлении каркасного композита TiC (70–80 мас.%) / Ni₃Al (30–20 мас.%) сначала синтезировали каркас TiC методом СВС, а затем по обычной технологии провели инфильтрацию каркаса расплавом Ni₃Al при $t = 1450\div 1550$ °С за 40–240 мин без приложения давления [14]. Пористый каркас с однородной структурой и взаимосвязанной пористостью из интерметаллических соединений системы Al–Cr был синтезирован методом СВС с нагревом в микроволновой печи, а затем пропитывался расплавами алюминия и меди по технологии литья под давлением [15]. В приведенных примерах процесс СВС пористых керамических каркасов выполнялся на простом оборудовании за короткое время и с низким энергопотреблением, но это была только первая стадия двухстадийной технологии получения каркасных металлокерамических композитов. Вторая стадия — инфильтрация каркаса — осуществлялась длительное время при высоких температурах, т.е. при большом энергопотреблении и на более сложном оборудовании.

Традиционная технология получения каркасных МКМ является двухстадийной: сначала путем неполного спекания изготавливают пористый каркас из керамики, а затем осуществляют пропитку каркаса расплавом металла или его сплава. Двухстадийная технология требует больших энергозатрат и дорогостоящего оборудования не только для получения каркаса, но и для расплавления металла и процесса пропитки. В этой связи для получения каркасных МКМ заслуживает внимания исследование возможности применения одностадийной технологии СВС, в которой процесс СВС

используется как для изготовления керамического пористого каркаса, так и, одновременно, для расплавления металла, которым пропитывается этот каркас. При этом СВС-каркас может иметь повышенную прочность по сравнению с аналогичным спеченным каркасом. Такая одностадийная технология СВС впервые была применена в 1975 г. при изучении возможности получения композиционных материалов в режиме горения, когда сжигалась смесь порошков $(1-x)(\text{Ti} + 0,7\text{C}) + x(0,9\text{Mo} + 0,1\text{Re})$, в которой содержание металлической связки x менялось от 5 до 50 мас.% [16]. Продукт горения по составу представлял собой твердый сплав TiC_{0,7}–Mo(Re), который при $x \geq 25$ % содержал также примесь Mo₂C. Это исследование выявило главный недостаток метода СВС — значительную пористость синтезируемых композитов, для уменьшения которой было предложено сочетать СВС с высоким давлением газовой среды, или с силовым компактированием, или с действием центробежных сил в центрифуге.

В дальнейшем была разработана одностадийная технология силового СВС-компактирования для получения однородных и функционально-градиентных изделий из безвольфрамовых твердых сплавов с большим содержанием керамической фазы (от 50 до 94 мас.%), во многих случаях на основе карбида титана с никелем [5, 13, 17]. В этой технологии порошок металлической связки или вводился в исходную смесь реагентов (шихту) для СВС керамической фазы, или располагался в виде отдельного металлического слоя, прилегающего к слою шихты. В первом случае металлический порошок плавился в процессе СВС и оставался внутри образующегося пористого керамического каркаса продуктов СВС. Во втором случае металлический слой расплавлялся от тепловыделения в шихтовом слое и пропитывал пористый керамический каркас продуктов СВС, сформировавшийся на месте соседнего шихтового слоя, под действием капиллярных сил смачивания или/и давления компактирования.

Методом силового СВС-компактирования изготавливались синтетические твердые инструментальные материалы марки СТИМ с высокими плотностью и твердостью, но малой пластичностью и высокой хрупкостью, не пригодные из-за этого в качестве конструкционных жаропрочных материалов, например, в газотурбинных двигателях, где материалы должны обладать высокими трещиностойкостью и ударной прочностью [4].

Для такого применения нужен керамический каркас не из высокотвердого, очень хрупкого TiC, а из более пластичного, вязкого керамического материала, например из МАХ-фазы.

Под МАХ-фазой понимается тройное соединение, отвечающее формуле $M_{n+1}AX_n$, с гексагональной плотной упаковкой, где М — переходный металл, А — элемент А-подгруппы таблицы Менделеева, Х — углерод или азот [18]. В МАХ-фазах сочетаются лучшие свойства металлов и керамики. Как металлы они электро- и теплопроводны, сравнительно пластичны, имеют высокий уровень трещиностойкости и термостойкости, обрабатываются резанием. Как керамика они обладают низкой плотностью, высокими модулями упругости, жаростойкостью и жаропрочностью. МАХ-фазы получают разными способами, среди которых наиболее простым и наименее энергозатратным является СВС. Этим способом синтезированы МАХ-фазы в химических системах Ti—C—Al (карбоалюминиды Ti_2AlC и Ti_3AlC_2) и Ti—C—Si (карбосилицид Ti_3SiC_2) [19—23]. Если сравнить прочность МАХ-фаз на изгиб, то самой прочной будет фаза Ti_3SiC_2 (306—460 МПа), менее прочными — фазы Ti_3AlC_2 (170—340 МПа) и Ti_2AlC (275 МПа) [17]. Наиболее термически стабильна из них фаза Ti_3SiC_2 , у которой температура разложения составляет 2300 °С и может понижаться при наличии примесей. Карбосилицид титана Ti_3SiC_2 в компактном однофазном состоянии, изготавливаемый главным образом горячим прессованием, выделяется высокими значениями модулей упругости и сдвига (330 и 135 ГПа), имеет высокую трещиностойкость ($4\text{--}7 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{-0,5}$), хорошо противостоит термоудару, жаростойкий и жаропрочный (1000—1300 °С) [24]. На основании этих данных МАХ-фаза карбосилицида титана Ti_3SiC_2 была выбрана в настоящей работе для исследования возможности использования простого энергосберегающего процесса СВС для одностадийного получения каркасного металлокерамического композита с никелевой связкой $Ti_3SiC_2\text{—}Ni$ из сравнительно недорогих порошков составляющих его элементов, который мог бы стать основой нового никелькерамического материала с повышенной жаропрочностью при малой массе (плотность карбосилицида титана (4520 кг/м^3) в 2 раза меньше плотности никеля (8900 кг/м^3)).

Необходимо отметить, что в 2005 г. предпринималась попытка получить композит $Ti_3SiC_2\text{—}Ni$ методом традиционной порошковой металлургии,

однако ее нельзя признать удачной [25]. Порошок Ti_3SiC_2 , содержащий 7 об.% примеси TiC, смешивался с порошком никеля (10—40 мас.%), прессовался под давлением 100 МПа и спекался в вакууме при температуре 1450 °С в течение 90 мин. Спеченные образцы композита получились со слоистой пористой структурой. Атомы Ni мигрировали по направлению к поверхности, формируя поверхностный слой металлического эксудата небольшой пористости с частицами Ti_3SiC_2 и TiC. Под ним находился промежуточный слой с большей пористостью. Наконец, внутренняя часть образцов содержала очень мало никеля и представляла собой высокопористую структуру из слегка спеченных частиц Ti_3SiC_2 и TiC. Такая своеобразная неоднородная слоистая пористая структура образцов была объяснена плохой смачиваемостью между Ti_3SiC_2 и Ni в условиях изготовления композита $Ti_3SiC_2\text{—}Ni$. Было также высказано предположение, что для достижения однородной структуры и высоких механических свойств композита необходимо в исходную смесь порошков ввести соответствующие добавки для спекания, которые улучшат смачиваемость и взаимодействие на поверхности контакта Ti_3SiC_2 и Ni. В связи с этим является актуальным исследование возможности изготовления композита $Ti_3SiC_2\text{—}Ni$ в условиях процесса СВС, протекающего при более высокой температуре, что должно способствовать улучшению смачивания каркаса Ti_3SiC_2 никелем, так как при повышении температуры смачиваемость никелем керамической фазы, например TiC, улучшается [26]. Кроме того, важно было исследовать влияние легирования никеля кремнием на возможность получения металлокерамического композита в условиях СВС.

Материалы и методы эксперимента

Для исследования использовались следующие материалы: порошок титана марки ПТС (чистота 97,95 %¹; средний размер частиц $d = 100 \text{ мкм}$), порошок никеля карбонильного ПНК-1Л8 (99,7 %; $d < 20 \text{ мкм}$), порошок кремния Кр0 (99,1 %; $d = 5 \text{ мкм}$), углерод технический марки П-701 (99,7%; $d = 70 \text{ нм}$, средний размер агломератов 1 мкм). Для удаления влаги исходные порошки подвергали сушке при $t = 60\text{--}70 \text{ }^\circ\text{C}$. Смешивание порошков

¹ Здесь и далее мас.%.

производили в шаровой мельнице в течение 1 ч. Для синтеза Ti_3SiC_2 применяли шихту СВС, представляющую собой исходную смесь порошков титана, кремния и углерода (сажи) с соотношением компонентов $3Ti + 1,25Si + 2C$, так как ранее проведенные исследования показали, что в процессе СВС происходит интенсивное испарение кремния и избыточное содержание кремния способствует повышению содержания МАХ-фазы в продуктах синтеза [22, 27].

Из порошковых смесей односторонним прессованием формовали шихтовые брикеты в форме цилиндра $\varnothing 23$ мм массой 10 г и $\varnothing 40$ мм массой 20 г. Пористость шихтовых брикетов составляла ~50 %. Опыты проводили в 3 вариантах. В варианте 1 порошок никеля добавляли в СВС-шихту и использовали шихтовые прессованные порошковые брикеты из смесей состава $(100 - x)(3Ti + 1,25Si + 2C) + xNi$, где $x = 0, 10, 20$ и 50 % — содержание никеля. В варианте 2 отдельно прессовали порошковые брикеты из никеля массой 6 и 8 г в пресс-форме $\varnothing 23$ мм, а также массой 12 г в пресс-форме $\varnothing 40$ мм, которые затем располагали между двумя шихтовыми брикетами $3Ti + 1,25Si + 2C$ массой 10 г каждый для $\varnothing 23$ мм и массой 20 г каждый для $\varnothing 40$ мм (рис. 1).

Для исследования влияния легирования никеля кремнием также прессовали порошковые брикеты $\varnothing 40$ мм из смеси порошков, никеля и кремния ($Ni - 10$ г, $Si - 2$ г), которые по варианту 2 располагались между двумя шихтовыми брикетами $3Ti + 1,25Si + 2C$ массой 20 г и $\varnothing 40$ мм.

В варианте 3 опыты проводили так же, как и в варианте 2, но между прессованными брикетами $3Ti + 1,25Si + 2C$ и никеля размещались барьерные слои из обычной писчей бумаги.

Шихтовый брикет по варианту 1 или сборку из брикетов по вариантам 2 и 3 помещали в засыпку

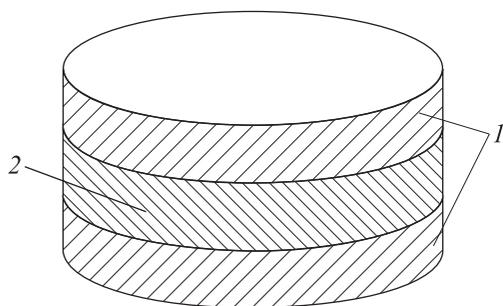


Рис. 1. Схема расположения порошковых брикетов
1 — брикеты СВС-шихты для синтеза карбосилицида титана
2 — брикет из порошка никеля или никеля с кремнием

из просушенного речного песка на глубине 15–20 мм [23]. Зажигание шихтовых брикетов проводилось нихромовыми электрическими спиралями с помощью запальной смеси, представляющей собой ту же шихту СВС, но в насыпном виде. За счет тепла реакции СВС, инициируемой в шихтовых брикетах и приводящей к образованию пористого каркаса Ti_3SiC_2 в этих брикетах, никель (или никель с кремнием) в среднем брикете нагревался, плавился и мог пропитывать пористые продукты реакции верхнего и нижнего брикетов или только одного из них. После остывания получались верхний и нижний образцы композита $Ni-Ti_3SiC_2$ или Ti_3SiC_2 , если пропитки не было.

Фазовый состав продуктов СВС и их пропитки расплавом никеля определяли методом рентгенофазового анализа (РФА). Съемку рентгеновских спектров проводили на дифрактометре «ARL X'tra» («ThermoScientific», Швейцария). Использовали CuK_{α} -излучение при непрерывном сканировании в интервале углов 2θ от 5 до 80 град со скоростью 2 град/мин. Исследование микроструктуры осуществляли на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) «Jeol JSM-6390A» (JEOL Ltd., Япония). Локальный химический состав материала синтезированных образцов определяли методом локального рентгеноспектрального анализа с помощью приставки «Jeol JED-2200» на СЭМ «Jeol JSM-6390A».

Результаты эксперимента и их обсуждение

В первом варианте экспериментов исследовали непосредственное воздействие никеля на процесс синтеза МАХ-фазы Ti_3SiC_2 , когда порошок никеля вводился в исходную смесь порошковых реагентов. На рис. 2 представлена микроструктура сколов образцов карбосилицида титана, синтезированного с добавкой 10 % никеля и без него.

На основании ранее проведенных исследований [23] известно, что пластины — это карбосилицид титана, а округлые частицы — карбид титана. Из рис. 2 видно, что введение в исходную смесь порошка никеля изменяет микроструктуру продукта реакции. При добавлении 10 % Ni (рис. 2, б) характерные пластины МАХ-фазы имеют значительно меньший размер (в 5–9 раз), чем в варианте без никеля (рис. 2, а), а самих пластин значительно меньше. Кроме того, возросло количество мелких округлых зерен TiC размером 1–5 мкм.

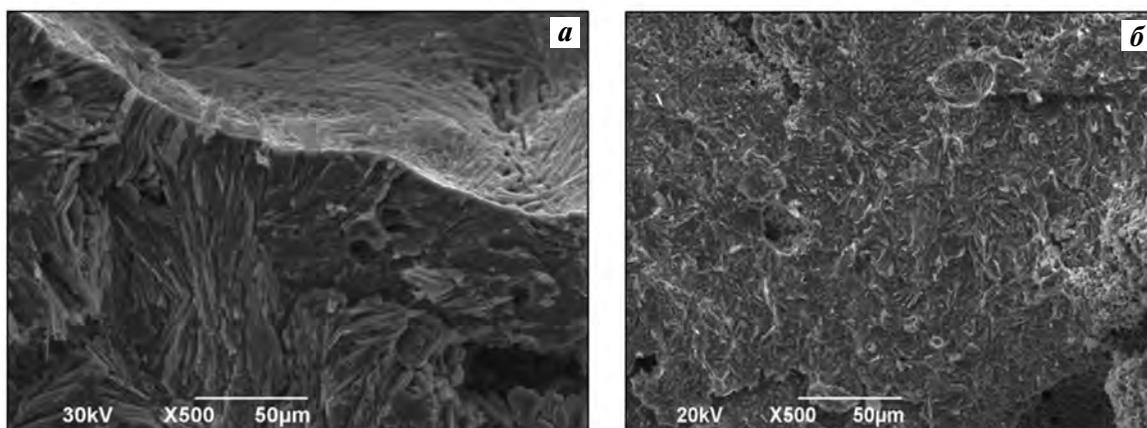


Рис. 2. Общий вид скола образцов, синтезированных из шихт состава $3\text{Ti} + 1,25\text{Si} + 2\text{C}$ (а) и $90\%(3\text{Ti} + 1,25\text{Si} + 2\text{C}) + 10\%\text{Ni}$ (б)

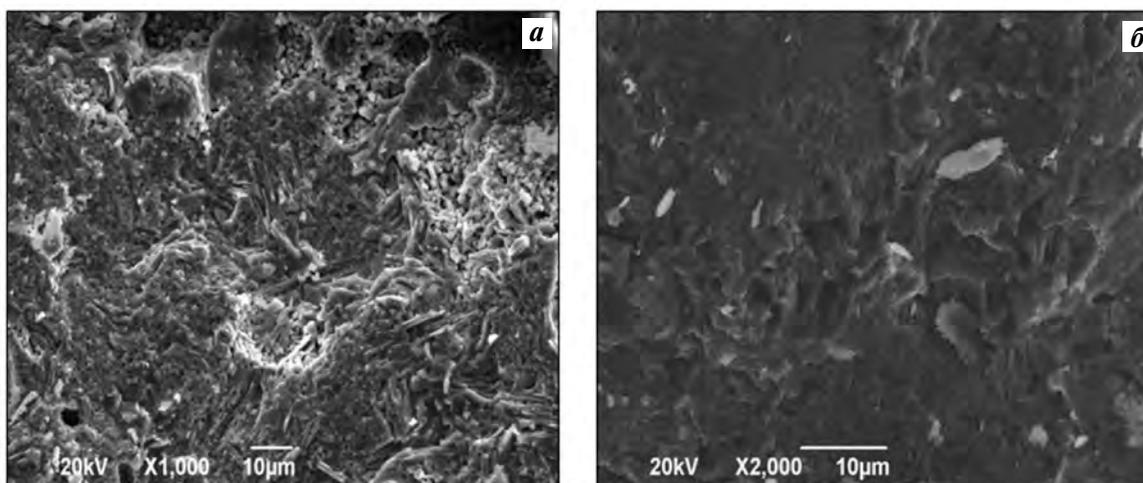


Рис. 3. Общий вид скола образцов, синтезированных из шихт состава $80\%(3\text{Ti} + 1,25\text{Si} + 2\text{C}) + 20\%\text{Ni}$ (а) и $50\%(3\text{Ti} + 1,25\text{Si} + 2\text{C}) + 50\%\text{Ni}$ (б)

На рис. 3 показаны микроструктуры образцов, синтезированных с добавками в шихту 20 и 50 % Ni. Эти структуры представлены при большем увеличении, чем на рис. 2, — это позволило заметить, что при введении 50 % Ni пластин Ti_3SiC_2 нет (рис. 3, б), а в варианте с 20 % Ni (рис. 3, а) их достаточно много. Эти выводы соответствуют результатам локального рентгеноспектрального анализа (рис. 4 и таблица).

Если судить по элементному составу, то точке 001 (см. рис. 4) соответствует состав TiC—TiNi , который занимает значительную часть площади изображения микроструктуры на рис. 3, б и 4, что свидетельствует о наличии интерметаллической фазы никелида титана. Данные элементного анализа для точек 002 и 003 отвечают сплаву $\text{TiC—TiSi}_2\text{—Ni}$. Эти результаты можно объяснить

следующим образом. Применение процесса СВС для получения МАХ-фазы Ti_3SiC_2 изучено достаточно подробно [21—23, 27—31]. Показано, что образование карбосилицида титана в процессе СВС происходит в несколько стадий: на первой — образуются зерна твердой фазы карбида титана TiC из элементных порошков Ti и C , а также расплав Ti—Si , на второй — кристаллизуется фаза Ti_3SiC_2 путем перестройки TiC в расплаве Ti—Si . Но образование МАХ-фазы Ti_3SiC_2 начинается не сразу, а спустя несколько секунд после появления фазы TiC и продолжается от нескольких секунд до десятков секунд. Из-за быстрого охлаждения СВС-продуктов полное превращение TiC и Ti—Si в Ti_3SiC_2 обычно не успевает пройти и конечный продукт наряду с Ti_3SiC_2 содержит побочные фазы, включая TiC , TiSi_2 .

Элементный состав синтезированного материала

Точка на рис. 4	C	Al	Si	Ti	Ni
001	8,34/27,07	1,10/1,59	4,80/6,67	51,55/41,96	34,20/22,71
002	7,43/23,17	—	17,38/23,17	39,68/31,02	35,51/22,65
003	9,20/29,66	—	5,70/7,85	42,90/34,67	42,20/27,82

Примечание. В числителе – мас.%, в знаменателе – ат.%.

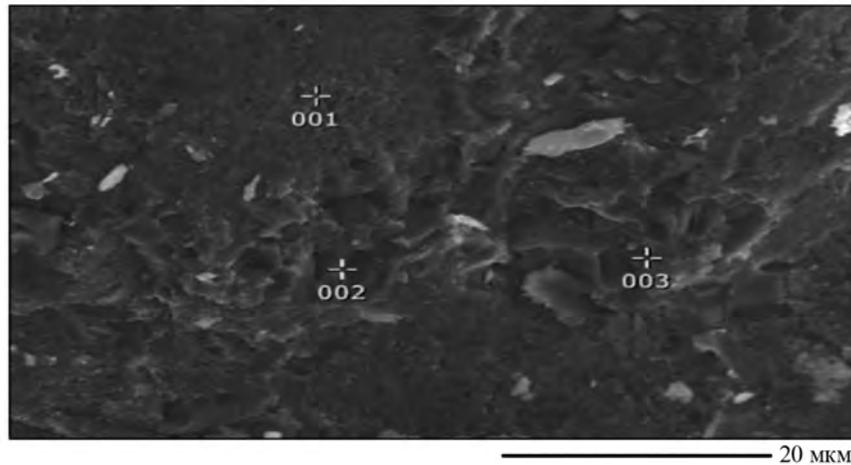


Рис. 4. Места проведения локального рентгеноспектрального анализа образца, синтезированного из шихты состава 50%(3Ti + 1,25Si + 2C) + 50%Ni

В рассматриваемом случае наличие никеля с высокой реакционной способностью на второй стадии в жидкой среде Ti—Si приводит к его активному реагированию с титаном и связыванию в интерметаллическую фазу TiNi, что уменьшает количество синтезируемой МАХ-фазы. Кроме того, введение никеля в шихту снижает температуру процесса СВС, замедляя формирование МАХ-фазы, а наличие атомов Ni в расплаве Ti—Si препятствует превращению TiC и Ti—Si в Ti₃SiC₂, в результате чего в конечном продукте остаются фазы TiC—TiSi₂—Ni. Чем больше никеля добавляется в шихту СВС, тем меньше образуется МАХ-фазы. Из вышесказанного следует, что никель, введенный в шихту СВС даже в малых количествах, снижает выход МАХ-фазы и уменьшает размеры ее пластин, а большое количество никеля (50 %) приводит к полному отсутствию МАХ-фазы в конечных продуктах СВС.

Если перейти от фазового состава к структуре в целом образцов синтезированных композиционных материалов, то анализ рис. 2—4 показывает однородность и пористость структуры. Таким образом, в условиях СВС из шихты с никелем формируется однородная структура композита, в

отличие от получаемой в условиях традиционной порошковой металлургии с длительным вакуумным спеканием (1450 °С, 90 мин) [25]. Такое отличие можно объяснить большими температурами процесса синтеза из элементов Ti₃SiC₂ (2100 °С [31]), улучшающими смачиваемость Ti₃SiC₂ и TiC никелем, а также значительно меньшей длительностью процесса СВС (не более 1 мин [30]), за которую никель не успевает мигрировать из внутренней части образца на поверхность. Пористость синтезированного образца Ti₃SiC₂ без добавки никеля в шихту составляет порядка 40 % [32]. Как видно из рис. 2—4, пористость снижается при повышении содержания никеля за счет увеличения количества жидкой фазы в процессе СВС, и при 50 % Ni образец становится практически беспористым, что также отличает условия СВС от условий длительного вакуумного спекания. Таким образом, применение процесса СВС с введением никеля в исходную шихту для синтеза Ti₃SiC₂ позволяет получать однородные образцы композиционного материала, состав и структура которого зависят от количества добавленного никеля. При малом его содержании композит получается высокопористым со значительным количеством МАХ-фазы

Ti_3SiC_2 . При увеличении доли никеля пористость и количество Ti_3SiC_2 уменьшаются, а при 50 % Ni композит становится практически беспористым, но в нем отсутствует МАХ-фаза Ti_3SiC_2 .

Во втором варианте экспериментов никель не вводился в состав шихты СВС, а находился в виде прессованного порошкового брикета между двух прессованных брикетов шихты СВС (см. рис. 1). Во время синтеза МАХ-фазы он должен был подогреться теплом химической реакции ее образования и плавиться с дальнейшей пропиткой расплавом никеля пористых каркасов синтезированной МАХ-фазы в прилегающих брикетах и образованием композиционного материала Ti_3SiC_2 —Ni. Согласно проведенным ранее исследованиям, пористость синтезируемого методом СВС каркаса МАХ-фазы Ti_3SiC_2 составляет 42 % [32]. Для полного заполнения этого каркаса в виде диска диаметром 23 мм требуется 14,3 г никеля. Однако такое количество никеля не может быть расплавлено тепловыделением СВС одного шихтового брикета массой 10 г. Поэтому опытным путем было опреде-

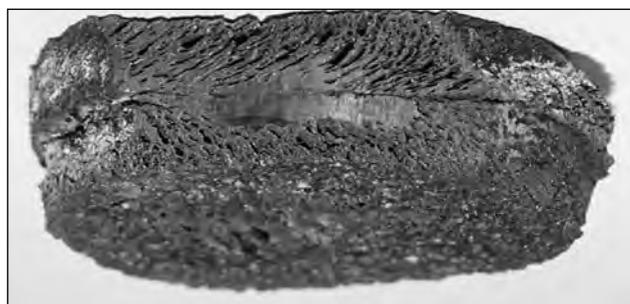


Рис. 5. Общий вид слоистого образца композита диаметром 23 мм, синтезированного из двух шихтовых брикетов по 10 г и брикета никеля 8 г между ними

лено количество никеля, которое может быть расплавлено между двумя брикетами шихты: 8 г (для диаметра 23 мм и массы шихтовых брикетов по 10 г) и 12 г (для диаметра 40 мм и массы шихтовых заготовок по 20 г). Эти количества соответствовали содержанию 29 и 23 % Ni в образцах композитов диаметром 23 и 40 мм. На рис. 5 представлена фотография синтезированного слоистого образца композита диаметром 23 мм.

Из рис. 5 видно, что в целом структура полученного композиционного материала крайне неоднородна. В результате горения на месте верхнего и нижнего шихтовых брикетов образовались высокопористые слоистые каркасы Ti_3SiC_2 . Никель расплавился и пропитал в основном центральную часть нижнего каркаса Ti_3SiC_2 на небольшую глубину ~2 мм при общей толщине нижнего каркаса ~5 мм. Более детальное исследование микроструктуры показало, что пластины МАХ-фазы наблюдаются там, где нет никеля. Это подтверждается результатами РФА срединной части образца (см. рис. 6).

На рис. 6 показаны фазы никелида титана $Ni_{0,906}Ti_{0,094}$ (раствор около 9 % Ti в Ni) и $NiTi_2$, а также карбида титана TiC. Аналогичные результаты были получены на образцах диаметром 40 мм. Таким образом, когда расплав никеля образуется рядом с областью синтеза пористой МАХ-фазы карбосилицида титана и начинает пропитывать ее, он приводит к появлению твердого раствора титана в никеле и интерметаллической фазы $NiTi_2$, что препятствует формированию МАХ-фазы или разрушает ее в области пропитки. Разрушение МАХ-фазы может происходить за счет деинтерколляции кремния из МАХ-фазы и растворения Si в никеле, подобно тому как разрушается МАХ-фаза

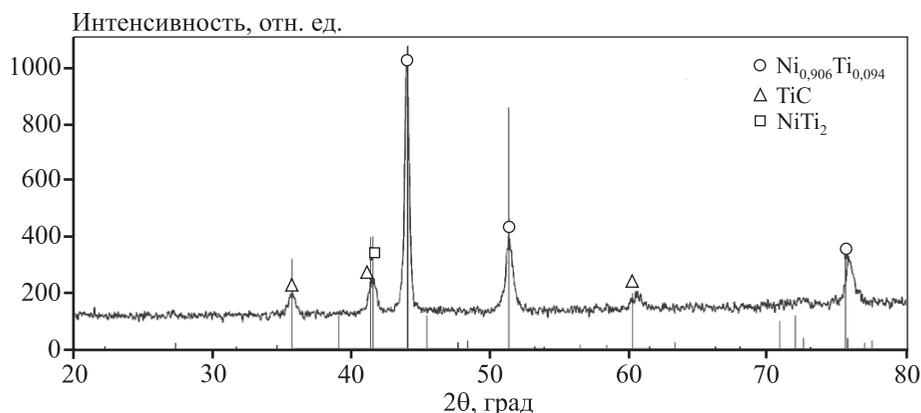


Рис. 6. Спектр РФА срединной части образца, представленного на рис. 5

Ti_3SiC_2 расплавом меди [33]. В результате применения процесса СВС по второму варианту образуется слоистый композиционный материал, состоящий из верхнего и нижнего пористых каркасов МАХ-фазы Ti_3SiC_2 и композиционной прослойки из карбида титана и никелидов титана между ними. Такая прослойка возникает после расплавления никеля, обладает плохой жидкотекучестью, что затрудняет ее инфильтрацию в пористые каркасы.

В третьем варианте экспериментов между брикетом никеля и шихтовыми брикетами вводились барьерные слои из писчей бумаги. Результаты предыдущих вариантов показали, что если никель присутствует в исходной шихте или его расплав пропитывает каркас МАХ-фазы в процессе его формирования, то это препятствует образованию МАХ-фазы и получению однородного каркасного композиционного материала Ti_3SiC_2-Ni . Наличие барьерного слоя должно предотвращать проникание расплава никеля в каркас МАХ-фазы на стадии ее синтеза, но обеспечить последующую пропитку каркаса расплавом через определенное время после образования МАХ-фазы под действием приложенного внешнего избыточного давления. Соответствующие эксперименты без приложения внешнего избыточного давления показали, что при сгорании шихтовых брикетов брикет никеля расплавляется, но не проникает через барьерные слои и не пропитывает каркасы МАХ-фазы, синтезируемые из шихтовых брикетов.

На рис. 7 показана структура нижнего каркаса образца композита диаметром 40 мм, синтезированного при наличии барьерных слоев, с приложением давления вертикальной силой 200 Н через металлическую шайбу на сборку брикетов (см. рис. 1) через 15 с после окончания горения. Произошла полная инфильтрация расплава, весь объем образовавшегося расплава никеля поглотился пористыми каркасами МАХ-фазы, частично заполняя прилегающие объемы порового пространства (рис. 7, б), а более отдаленные части каркасов остались незаполненными (рис. 7, а). Представленные на рис. 8 результаты РФА средней части образца, пропитанной никелем через 15 с после формирования МАХ-фазы, показали, что полученный материал состоит из карбида титана и никелида титана $Ni_{0,906}Ti_{0,094}$ (раствора Ti в Ni).

Этот вывод подтверждается и рис. 7, из которого видно, что характерные для МАХ-фазы пла-

стины отсутствуют в той части, где была пропитка никелем (рис. 7, б), и присутствуют там, где никеля нет (рис. 7, а). В этом отношении нет заметной разницы для образцов диаметром 23 и 40 мм. Таким образом, задержка в пропитке пористых каркасов МАХ-фазы Ti_3SiC_2 расплавом с помощью барьерных слоев не приводит к сохранению МАХ-фазы в зоне пропитки. Практически так же, как во втором варианте экспериментов, пропитка происходит с разрушением образовавшейся МАХ-фазы и не позволяет получить каркасный композит Ti_3SiC_2-Ni в зоне пропитки. Приложение внешнего избыточного давления увеличивает глубину пропитки каркаса Ti_3SiC_2 никелем. Однако и второй, и третий варианты применения СВС с расположением брикета никеля между шихтовыми брикетами приводят к синтезу неоднородных пористых каркасных композитов с частичным заполнением пор, так как эти варианты не позволяют расплавить количество никеля, достаточное для полного заполнения пор (полной пропитки) каркасов МАХ-фазы Ti_3SiC_2 и получения однородного керамико-металлического композита, причем МАХ-фазы в композите уже не будет, так как она или не образуется, или разлагается при пропитке.

Для увеличения жидкотекучести металлической жидкой фазы и ее смачивания керамического каркаса в условиях СВС по второму варианту было использовано легирование кремнием, для чего в порошковый брикет никеля добавляли 20 % Si от массы Ni. Избыток кремния способствует образованию МАХ-фазы Ti_3SiC_2 [22, 27]. Введение кремния в никель дает сплавы, температура плавления которых заметно ниже температуры плавления чистого никеля, составляющей 1455 °С [34]. Это позволило получить расплав с большей жидкотекучестью и пропитать МАХ-фазу на большую глубину. Кремний вступал в химическое взаимодействие с никелем, связывая его [35]. Это затрудняло реагирование между Ni и Ti, а большее количество Ti расходовалось на синтез Ti_3SiC_2 , увеличивая его количество. В проведенных экспериментах между двумя шихтовыми брикетами диаметром 40 мм и массой 20 г устанавливали брикет из смеси 10 г Ni и 2 г Si. После инициирования горения были получены образцы композита, в которых образовавшийся расплав полностью инфильтровался в пористые каркасы синтезированного карбосилицида титана, пропитав нижний каркас на всю глубину 9 мм. Микроструктура поверхности и скола полученных образцов представлена на рис. 9.

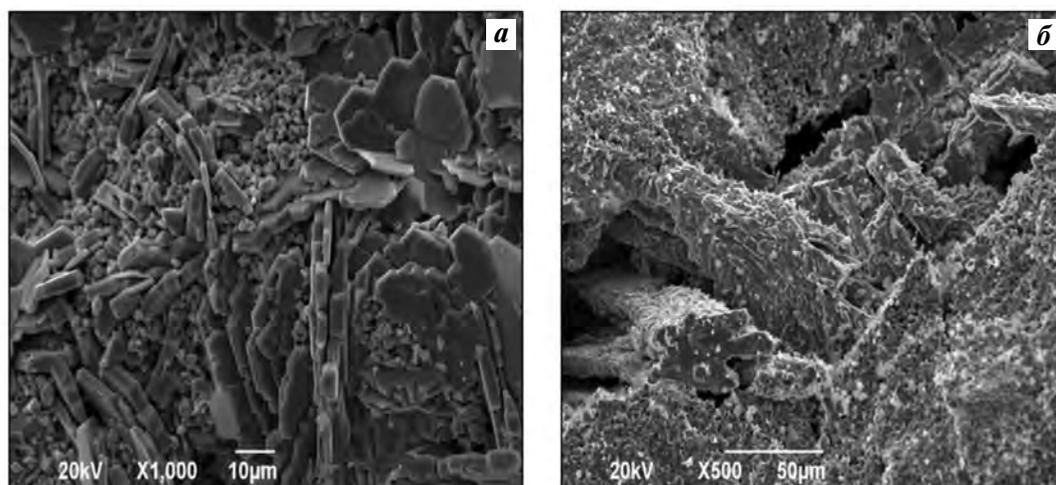


Рис. 7. Структура нижнего каркаса Ti_3SiC_2

a — непоританная никелем нижняя часть каркаса; *б* — поританная никелем верхняя часть каркаса

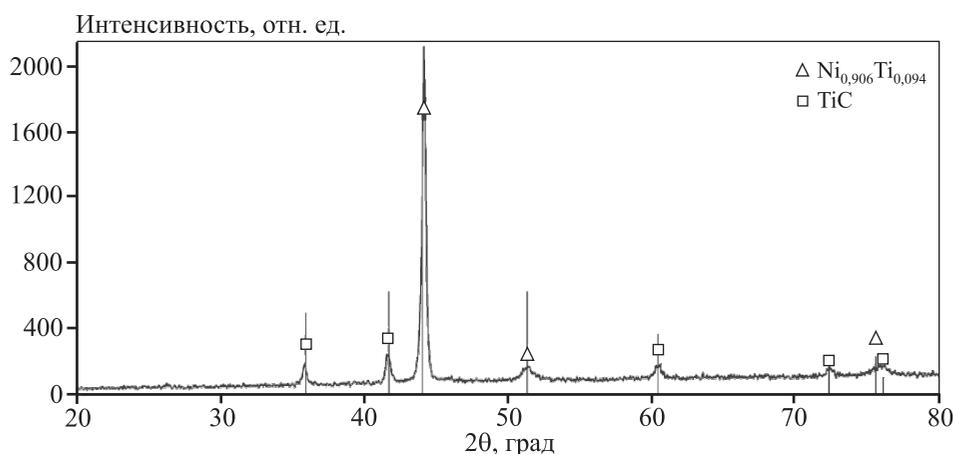


Рис. 8. Рентгеновская дифрактограмма поританной никелем срединной части образца композита, представленной на рис. 7, *б*

Как видно из рис. 9, внутри и на поверхности поританного сплавом Ni(Si) каркаса имеются пластины Ti_3SiC_2 . Это подтвердил рентгенофазовый анализ — продукты синтеза состояли из фаз Ti_3SiC_2 , TiC, $TiSi_2$ и Ni (рис. 10).

Полученные результаты подтвердили предположение о роли кремния в никелевом расплаве на синтез композита Ti_3SiC_2 —Ni. Таким образом, добавка кремния в никелевый брикет, расположенный между двумя брикетами СВС-шихты, позволила получить керамико-металлический композиционный материал, состоящий из пористого каркаса керамических фаз TiC, $TiSi_2$ и Ti_3SiC_2 , частично заполненного металлическим никелем при инфильтрации расплава Ni(Si).

Во втором и третьем вариантах синтеза композита Ti_3SiC_2 —Ni для полного расплавления никеля со-

держание его в брикете составляло 8 г для диаметра 23 мм и 12 г — для 40 мм. Этим объясняется частичное заполнение каркаса Ti_3SiC_2 расплавом никеля, поскольку для полного заполнения при пористости 42 % требуется, соответственно, 28,5 и 57 г никеля, что составляло бы 59 % Ni в полученном композите. Трудность расплавления данного количества никеля обусловлена сравнительно небольшой температурой горения (2100 °С) и теплотерями за время прогрева и расплавления Ni-брикета. В известной технологии получения функционально-градиентного композита TiC—Ni методом СВС-компактирования [17] температура горения смеси Ti + C составляла 2937 °С, что превышало температуру плавления никеля на 1482 °С. Поэтому удалось расплавить весь никель для полного заполнения пор синтезированного каркаса TiC.

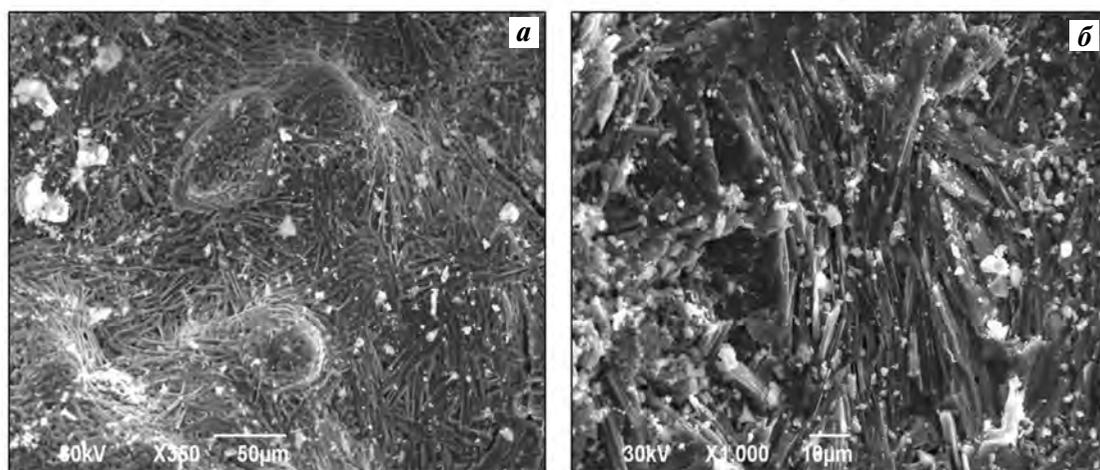


Рис. 9. Микроструктура поверхности (а) и скола (б) нижнего каркаса Ti_3SiC_2 , пропитанного никелем с добавлением кремния

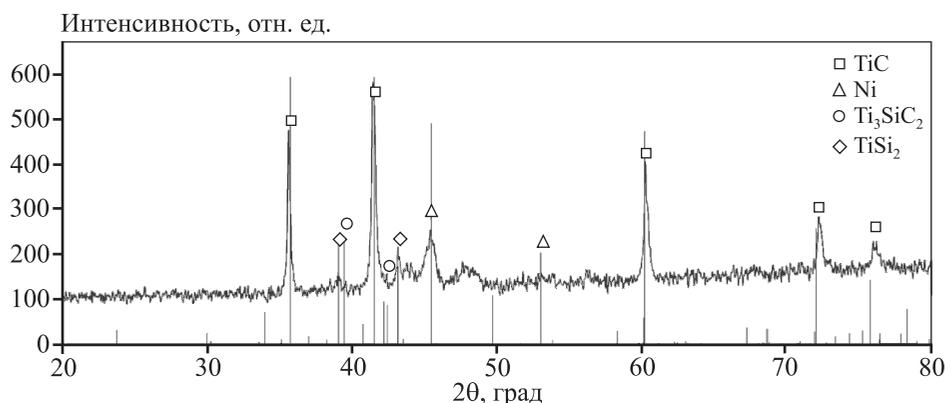


Рис. 10. Рентгеновская дифрактограмма нижнего каркаса Ti_3SiC_2 , пропитанного никелем с добавлением кремния

В первом варианте синтеза композита Ti_3SiC_2 —Ni удалось расплавить до 50 % Ni, что оказалось достаточным для получения беспористого композита. Это объясняется значительно меньшими теплотерями при быстром нагреве и расплавлении частиц порошка никеля внутри горячих продуктов СВС по сравнению с отдельным прилегающим брикетом никеля, а также дополнительным тепловыделением от образования интерметаллических соединений никеля с титаном в этом варианте.

Заключение

Исследование возможности применения процесса СВС для одностадийного получения металлокерамического композита Ti_3SiC_2 —Ni на основе МАХ-фазы Ti_3SiC_2 из элементных порошков привело к следующим результатам. Введение от 0 до 50 мас.% Ni непосредственно в исходную шихту

$3Ti + 1,25Si + 2C$ позволило получить однородный композиционный материал, пористость которого уменьшается с ростом содержания Ni, а при 50 % Ni композит становится практически беспористым. Это важное преимущество метода СВС перед традиционной порошковой металлургией с длительным вакуумным спеканием смеси Ti_3SiC_2 —7об.%TiC—(0÷40мас.%)Ni, в результате которого получают крайне неоднородные образцы композита с экссудацией металла на поверхности образцов и рыхлой сердцевиной из слабо спеченных порошков Ti_3SiC_2 и TiC. Высокую однородность СВС-композита можно объяснить намного большей температурой процесса СВС, улучшающей смачиваемость керамической фазы расплавом, и существенно меньшей длительностью процесса СВС, за которую никель не успевает мигрировать из внутренней части образца на его поверхность. Однако присутствие никеля препят-

ствует образованию МАХ-фазы по причине образования TiNi. В случае малого количества никеля в TiNi связывается только часть титана, а остальная часть идет на образование МАХ-фазы и карбида титана TiC. Увеличение содержания Ni (50 %) приводит к полному исчезновению МАХ-фазы.

В других вариантах применения СВС для получения композита Ti_3SiC_2-Ni , когда никель размещался в виде брикета между двух СВС-брикетов, удалось расплавить небольшое количество никеля (23–29 % от массы образцов синтезируемых композитов), которого не хватило для полного заполнения пор слоистых каркасов МАХ-фазы Ti_3SiC_2 . Чистый никель обладает низкой жидкотекучестью, плохо смачивает каркас МАХ-фазы, инфильтруется на небольшую глубину, разрушая МАХ-фазу в местах пропитки. В результате образуется неоднородный слоистый композиционный материал, состоящий из верхнего и нижнего пористых каркасов и прослойки из карбида титана и никелидов титана. Легирование никеля 20 % кремния уменьшило температуру плавления расплава, повысило его жидкотекучесть и смачиваемость. В результате расплав инфильтруется полностью, увеличивается глубина пропитки, уменьшается степень дегградации МАХ-фазы. В этом случае получается более однородный композиционный материал на основе TiC, $TiSi_2$, Ti_3SiC_2 , частично заполненный никель-кремниевым сплавом.

Для повышения однородности структуры, снижения пористости, увеличения количества МАХ-фазы Ti_3SiC_2 , улучшения свойств композита Ti_3SiC_2-Ni целесообразно использовать легирование никеля другими элементами, а также применять такие возможности технологии СВС, как предварительный подогрев, повышенное давление газовой среды, силовое компактирование, синтез в центрифуге. Таким образом, технология СВС может стать основой нового направления получения никель-керамического материала с повышенной жаропрочностью при малой массе изделий.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ (проект № 16-08-00867).

Литература/References

1. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года. *Авиационные материалы и технологии*. 2012. No. S. С. 7–17.
Kablov E.N. Strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period up to 2030. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii*. 2012. No. S. P. 7–17 (In Russ.).
2. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение в XXI веке. Перспективы и задачи. *Авиационные материалы. Избр. труды 1932–2002*. Под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: МИСИС, ВИАМ, 2002. С. 23–47.
Kablov E.N. Aviation materials science in the XXI century. Perspectives and challenges In: *Aviatsionnye materialy. Izbrannye trudy 1932–2002*. Ed. E.N. Kablov. Moscow: MISIS, VIAM, 2002. P. 23–47 (In Russ.).
3. Оспенникова О.Г. Стратегия развития жаропрочных сплавов и сталей специального назначения, защитных и теплозащитных покрытий. *Авиационные материалы и технологии*. 2012. No. S. С. 19–36.
Ospennikova O.G. Strategy of development of high-temperature alloys and special purpose steels, protective and heat-protective coatings. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii*. 2012. No. S. P. 19–36 (In Russ.).
4. Логунов А.В., Шмотин Ю.Н. Современные жаропрочные никелевые сплавы для дисков газовых турбин (материалы и технологии). М.: Наука и технология, 2013.
Logunov A.V., Shmotin Yu.N. Modern high-temperature nickel alloys for disks of gas turbines (materials and technology). Moscow: Nauka i tekhnologiya, 2013 (In Russ.).
5. Levashov E.A., Mukasyan A.S., Rogachev A.S. & Shtansky D.V. Self-propagating high-temperature synthesis of advanced materials and coatings. *Int. Mater. Rev.* 2016. DOI: 10.1080/09506608.2016.1243291.
6. Yukhvid V.I. SHS-metallurgy: fundamental and applied research. *Adv. Mater. Technol.* 2016. No. 4. P. 23–34.
7. Yukhvid V.I., Alymov M.I., Sanin V.N., Andreev D.E. SHS-metallurgy of Ni–Al–based alloy. *Key Eng. Mater.* 2016. Vol. 684. P. 353–358.
8. Pogozhev Yu.S., Sanin V.N., Ikornikov D.M., Andreev D.E., Yukhvid V.I., Levashov E.A., Sentyurina Zh.A., Logacheva A.I., Timofeev A.N. NiAl-based electrodes by combined use of centrifugal SHS and induction remelting. *Int. J. SHS*. 2016. Vol. 25. No. 3. P. 186–199.
9. Зайцев А.А., Сентюрин Ж.А., Погозhev Ю.С., Левашов Е.А., Санин В.Н., Юхвид В.И., Андреев Д.Е., Михайлов М.А., Капланский Ю.Ю. Получение литых электродов из наномодифицированного высокобористого сплава на основе алюминид никеля для изготовления сферических гранул методом центробежного распыления. *Изв. вузов. Цвет. металлургия*. 2015. No. 4. С. 15–24.
Zaitsev A.A., Sentyurina Zh.A., Pogozhev Yu.S., Levashov E.A., Sanin V.N., Yukhvid V.I., Andreev D.E., Mikhailov M.A., Kaplansky Yu.Yu. Fabrication of cast electrodes from na-

- nomodified nickel aluminide-based high-boron alloy to fabricate spherical powders using the plasma rotating electrode process. *Rus. J. Non-Ferr. Met.* 2015. Vol. 56. No. 5. P. 505—515 (In Russ.).
10. Clarke D.R. Interpenetrating phase composites. *J. Am. Ceram. Soc.* 1992. Vol. 75. No. 4. P. 739—758.
 11. Peng H.X., Fan Z., Evans J.R.G. Bi-continuous metal matrix composites. *Mater. Sci. Eng. A.* 2001. Vol. 303. P. 37—45.
 12. Liu J., Binner J., Higginson R. Dry sliding wear behavior of co-continuous ceramic foam/aluminum alloy interpenetrating composites produced by pressureless infiltration. *Wear.* 2012. Vol. 276—277. P. 94—104.
 13. Амосов А.П., Боровинская И.П., Мерзжанов А.Г. Порошковая технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза материалов. М.: Машиностроение-1, 2007.
Amosov A.P., Borovinskaya I.P., Merzhanov A.G. Powder technology of self-propagating high-temperature synthesis of materials. Moscow: Mashinostroenie-1, 2007 (In Russ.).
 14. He B.-L., Zhu Y.-F. Microstructure and properties of TiC/Ni₃Al composites prepared by pressureless melt infiltration with porous TiC/Ni₃Al preforms. *Mater. Manuf. Processes.* 2011. Vol. 26. P. 586—591.
 15. Naplocha K., Granat K. Manufacturing of porous Al—Cr preforms for composite reinforcing using microwave activated combustion synthesis. *Arch. Metall. Mater.* 2014. Vol. 59. No. 3. P. 1125—1127.
 16. Боровинская И.П., Вишнякова Г.А., Маслов В.М., Мерзжанов А.Г. О возможности получения композиционных материалов в режиме горения. *Процессы горения в химической технологии и металлургии*. Под ред. А.Г. Мерзжанова. Черногловка: ОИХФ АН СССР, 1975. С. 141—149.
Borovinskaya I.P., Vishnyakova G.A., Maslov V.M., Merzhanov A.G. On the possibility of producing composite materials in combustion mode. In: *Protsessy goreniya v khimicheskoi tekhnologii i metallurgii*. Ed. A.G. Merzhanov. Chernogolovka: OIkhF AN SSSR, 1975. P. 141—149 (In Russ.).
 17. Pityulin A.N., Bogatov Yu.V., Rogachev A.S. Gradient hard alloys. *Int. J. SHS.* 1992. Vol. 1. No. 1. P. 111—118.
 18. Barsoum M.W. MAX phases. Properties of machinable ternary carbides and nitrides. Weinheim: Wiley-VCH, 2013.
 19. Hendaoui A., Andasmas M., Amara A., Benaldjia A., Langlois P., Vrel D. SHS of high-purity MAX compounds in the Ti—Al—C system. *Int. J. SHS.* 2008. Vol. 17. No. 2. P. 129—135.
 20. Федотов А.Ф., Амосов А.П., Латухин Е.И., Ермошкин А.А., Давыдов Д.М. Влияние газифицирующих добавок на фазовый состав продуктов горения при самораспространяющемся высокотемпературном синтезе MAX-фаз в системе Ti—C—Al. *Изв. Самар. науч. центра РАН.* 2014. Т. 16. No. 6. С. 50—55.
Fedotov A.F., Amosov A.P., Latukhin E.I., Ermoshkin A.A., Davydov D.M. Influence of gasifying additives on the phase composition of combustion products at self-propagating high-temperature synthesis of MAX phases in the Ti—C—Al system. *Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra RAN.* 2014. Vol. 16. No. 6. P. 50—55 (In Russ.).
 21. Pampuch R., Lis J., Stobierski L., Tymkiewicz M. Solid combustion synthesis of Ti₃SiC₂. *J. Eur. Ceram. Soc.* 1989. Vol. 5. P. 283—287.
 22. Meng F., Liang B., Wang M. Investigation of formation mechanism of Ti₃SiC₂ by self-propagating high-temperature synthesis. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2013. Vol. 41. P. 152—161.
 23. Amosov A.P., Latukhin E.I., Davydov D.M. The influence of gas atmosphere composition on formation of surface films in self-propagating high-temperature synthesis of porous Ti₃SiC₂. *Mod. Appl. Sci.* 2015. Vol. 9. No. 3. P. 17—24.
 24. Фирстов С.А., Печковский Э.П., Горбань В.Ф. Прочность и пластичность спеченных материалов на основе титанового наноламината Ti₃SiC₂. *Успехи физ. материаловедения.* 2006. Т. 7. С. 243—281.
Firstov S.A., Pechkovsky E.P., Gorban V.F. Strength and ductility of sintered materials based on titanium Ti₃SiC₂ nanolaminate. *Uspekhi fizicheskogo materialovedeniya.* 2006. Vol. 7. P. 243—281 (In Russ.).
 25. Li H., Peng L.M., Gong M., He L.H., Zhao J.H., Zhang Y.F. Processing and microstructure of Ti₃SiC₂ / M (M = Ni or Co) composites. *Mater. Lett.* 2005. Vol. 59. No. 21. P. 2647—2649.
 26. Купарисов С.С., Левинский Ю.В., Петров А.П. Карбид титана: получение, свойства, применение. М.: Металлургия, 1987.
Kiparisov S.S., Levinsky Yu.V., Petrov A.P. Karbid titana: poluchenie, svoistva, primeneniye [Titanium carbide: production, properties, application]. Moscow: Metallurgiya, 1987 (In Russ.).
 27. Davydov D.M., Amosov A.P., Latukhin E.I. Synthesis of MAX-Phase of titanium silicon carbide (Ti₃SiC₂) as a promising electric contact material by SHS pressing method. *Appl. Mech. Mater.* 2015. Vol. 792. P. 596—601.
 28. Riley D.P., Kisi H.E., Hansen T.C., Hewat A.W. Self-propagating high-temperature synthesis of Ti₃SiC₂. I. Ultra-high-speed neutron diffraction study of the reaction mechanism. *J. Am. Ceram. Soc.* 2002. Vol. 85. No. 10. P. 2417—2424.

29. Gochepin B., Dubois S., Gauthier V., Vrel D. Formation mechanisms of combustion synthesized Ti_3SiC_2 using TR-XRD analysis and IR-thermography. In: *VIII Int. Symp. on SHS* (21–24 June 2005, Cagliari, Italy): Book of abstracts. P. 26–28.
30. Konovalikhin S.V., Kovalev D.Yu., Sytshev A.E., Vadchenko S.G., Shchukin A.S. Formation of nanolaminate structures in the Ti–Si–C system: A crystallochemical study. *Int. J. SHS*. 2014. Vol. 23. No. 4. P. 216–20.
31. Радишевский В.Л., Лепакова О.К., Афанасьев Н.И. Синтез, структура и свойства МАХ-фаз Ti_3SiC_2 и Nb_2AlC . *Вестн. Томского гос. ун-та. Химия*. 2015. No. 1. С. 33–38.
Radischevsky V.L., Lepakova O.K., Afanas'ev N.I. Synthesis, structure and properties of MAX phase Ti_3SiC_2 and Nb_2AlC . In: *Vestnik Tomskogo gosudarstvennogo universiteta. Ser. Khimiya*. 2015. No. 1. P. 33–38 (In Russ.).
32. Логинов А.С., Латухин Е.И. Исследование макроструктуры пористого карбосилицида титана. *Сб. ст. VIII междунар. науч.-практ. конф. «Отечественная наука в эпоху изменений: постулаты прошлого и теории нового времени»*. Ч. 3 (Екатеринбург, 3–4 апр. 2015 г.). С. 76–77.
Loginov A.S., Latukhin E.I. Study of macrostructure of porous titanium silicon carbide. In: *Collection of arti-*
- cles VIII Intern. scientific and practical conf. «Domestic science in the epoch of changes: postulates of the past and new age theory»*. Pt. 3 (Ekaterinburg, 3–4 Apr. 2015). P. 76–77 (In Russ.).
33. Оглезнева С.А., Каченюк М.Н., Оглезнев Н.Д. Исследование формирования структуры и свойств материалов в системе «медь–карбосилицид титана». *Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия*. 2016. No. 4. С. 60–67.
Oglezneva S.A., Kachenjuk M.N., Ogleznev N.D. Investigation into the structure formation and properties of materials in the copper–titanium disilicide system. *Rus. J. Non-Ferr. Met.* 2017. Vol. 58. No. 6. P. 649–655.
34. Диаграммы состояния двойных металлических систем. Т. 3. Кн. 1. Под ред. Н.П. Лякишева. М.: Машиностроение, 2001.
State diagrams of double metallic systems. Vol. 3. Book 1. Ed. N.P. Lyakishev. Moscow: Mashinostroenie, 2001 (In Russ.).
35. Лаптев А.А., Беломытцев М.Ю., Лаптев А.И. Механические свойства никелькремниевых сплавов. *Изв. вузов. Чер. металлургия*. 2014. No. 5. С. 47–50.
Laptev A.A., Belomyttsev M.Yu., Laptev A.I. Mechanical properties of nickel silicon alloys. *Izvestiya vuzov. Chernaya metallurgiya*. 2014. No. 5. P. 47–50 (In Russ.).