

## Влияние элементного порошкового сырья на формирование пористого каркаса МАХ-фазы $Ti_3AlC_2$ при получении методом СВС

© 2021

Давыдов Денис Михайлович<sup>\*1</sup>, аспирант кафедры металловедения, порошковой металлургии, наноматериалов  
Умеров Эмиль Ринатович<sup>2</sup>, аспирант кафедры металловедения, порошковой металлургии, наноматериалов  
Латухин Евгений Иванович<sup>3</sup>, кандидат технических наук,  
доцент кафедры металловедения, порошковой металлургии, наноматериалов  
Амосов Александр Петрович<sup>4</sup>, доктор физико-математических наук, профессор,  
заведующий кафедрой металловедения, порошковой металлургии, наноматериалов  
Самарский государственный технический университет, Самара (Россия)

\*E-mail: davidovd77@mail.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5469-8588>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2050-6899>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2071-3521>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1994-5672>

**Аннотация:** Тройное карбидное соединение карбоалюминид титана  $Ti_3AlC_2$  относится к так называемым МАХ-фазам – новому виду керамических материалов с уникальными свойствами. Простой энергосберегающий метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), основанный на горении, является одним из перспективных методов для производства этой МАХ-фазы. Большой интерес представляет применение метода СВС для получения пористого каркаса МАХ-фазы  $Ti_3AlC_2$  с однородной пористой структурой в отсутствие таких дефектов, как крупные поры, расслоения и трещины. В работе исследуется возможность получения такого пористого каркаса с максимальным содержанием МАХ-фазы  $Ti_3AlC_2$  с использованием в качестве исходных компонентов порошков элементов Ti, Al и C различных марок, которые отличаются размерами частиц и углеродными формами (сажа или графит). Образцы пористого каркаса были получены сжиганием на воздухе прессованных брикетов шихт из исходных порошков выбранных марок без приложения внешнего давления. Исследованы макро- и микроструктура полученных образцов, их плотность и фазовый состав. Показано, что использование самых мелкодисперсных порошков титана и углерода приводит к слишком активному горению с газовыделением и синтезу дефектных пористых образцов с искажением формы шихтового брикета, крупными порами, расслоениями и трещинами. Наиболее высокие показатели по количеству МАХ-фазы в СВС-продукте наряду с содержанием побочной фазы карбида титана были получены при использовании порошка титана самой крупной фракции совместно с порошком графита, а не сажи. Добавление избыточного порошка алюминия к стехиометрическому соотношению в исходную шихту приводит к увеличению количества МАХ-фазы в продукте СВС, компенсируя потери алюминия из-за испарения. Увеличение объема образца (масштабный фактор) также приводит к увеличению количества МАХ-фазы в продукте СВС вследствие более медленного остывания продукта после реакции.

**Ключевые слова:** порошок титана; порошок алюминия; порошок углерода; порошок сажи; титан; углерод; алюминий; горение на открытом воздухе; самораспространяющийся высокотемпературный синтез;  $Ti_3AlC_2$ ; МАХ-фаза; пористый каркас.

**Благодарности:** Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ по проектам № 20-08-00435 и 20-33-90056.

Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

**Для цитирования:** Давыдов Д.М., Умеров Э.Р., Латухин Е.И., Амосов А.П. Влияние элементного порошкового сырья на формирование пористого каркаса МАХ-фазы  $Ti_3AlC_2$  при получении методом СВС // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2021. № 3. С. 37–47. DOI: 10.18323/2073-5073-2021-3-37-47.

### ВВЕДЕНИЕ

Как известно, МАХ-фазы – новый вид тройных карбидных или нитридных соединений с общей формулой



где  $n=1-3$ ;

$M$  – переходный металл;

$A$  – элемент подгруппы А таблицы Менделеева;

$X$  – углерод или азот [1].

МАХ-фазы называют новой керамикой, они имеют слоистую наноламинатную структуру и обладают од-

новременно свойствами металлов и керамики: высокой электро- и теплопроводностью, стойкостью к термударам, пластичностью при высоких температурах, жаростойкостью, стойкостью к окислению, низкой плотностью, легко обрабатываются механическими способами. Такие уникальные свойства позволяют использовать их в различных отраслях промышленности – от электроники до аэрокосмической отрасли. МАХ-фазу  $Ti_3AlC_2$  получают различными методами: горячего изостатического прессования, горячим прессованием [2; 3], искровым плазменным спеканием [4–7], механической активацией исходной порошковой шихты в планетарных шаровых мельницах [8; 9]. Среди методов получения

$Ti_3AlC_2$  выделяется основанный на горении метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), который обладает рядом значительных преимуществ, таких как низкое энергопотребление, использование простого и малогабаритного оборудования и др. [10–12].

МАХ-фаза  $Ti_3AlC_2$  в ходе процесса СВС образуется в несколько стадий [13; 14]. Первая стадия – образование твердых частиц карбида титана  $TiC$  и жидкой фазы интерметаллидов системы  $Ti-Al$ . Вторая стадия – растворение карбида в окружающем расплаве этих интерметаллидов и образование наноструктурных пластин МАХ-фазы, для чего требуется выдержка при высокой температуре не менее 1400–1500 °С. Время такой выдержки определяется скоростью тепловыделения СВС и остывания продукта, которые зависят от активности исходных компонентов шихты и условий синтеза. По данным динамического рентгенофазового анализа, время образования карбида титана  $TiC$  при реакции СВС не превышает 1 с, а формирование пластин МАХ-фазы начинается через 4–5 с после этого [14]. Следует учитывать, что при высоких температурах СВС часть легкоплавкого компонента  $Al$  испаряется. Вследствие этого нарушается стехиометрия исходной шихты, и количество МАХ-фазы в конечном продукте уменьшается. Учитывая вышесказанное, можно заключить, что при недостаточной выдержке при высокой температуре или недостаточном количестве легкоплавкого компонента  $Al$  количество МАХ-фазы  $Ti_3AlC_2$  в конечном продукте будет уменьшаться, и будут оставаться не прореагировавшие до конца промежуточные фазы карбида титана  $TiC$  и интерметаллидов  $TiAl$ ,  $TiAl_3$ ,  $Ti_2Al$ . Для увеличения количества МАХ-фазы в конечном продукте применяют разные методы, такие как добавление избытка легкоплавкого компонента в исходную шихту [15] или сжатие и выдержка горячего продукта после синтеза (СВС-компактирование прессованием) [16; 17].

Если закономерности СВС-компактирования для получения беспористых или малопористых уплотненных образцов МАХ-фазы  $Ti_3AlC_2$  с использованием дорогостоящего оборудования и специальных приспособлений рассмотрены и изучены неоднократно, то закономерности синтеза пористых неуплотненных СВС-продуктов при горении на воздухе без приложения избыточного давления – то есть более простого метода, не требующего дополнительных расходов на оборудование и электроэнергию, мало рассматривались в научной литературе. Такие пористые каркасы МАХ-фазы нужны, например, при получении фильтров или керамико-металлических материалов (керметов) методом инфильтрации. В последнем случае для создания благоприятных условий пропитки металлами необходимо синтезировать пористый каркас однородной макро-структуры по всему объему, а высокое содержание МАХ-фазы обеспечит высокие эксплуатационные характеристики керметов [18].

В работе [19] было проведено исследование влияния газифицирующих добавок и добавления избытка алюминия на фазовый состав пористых продуктов горения в засыпке из просушенного речного песка при реализации СВС в системе  $Ti-Al-C$  без приложения избыточного давления. Было установлено, что максимальное количество фазы  $Ti_3AlC_2$  образуется при сжигании исход-

ной смеси порошков с увеличенным содержанием алюминия состава  $3Ti+2Al+2C$ , а не состава  $3Ti+Al+2C$ , соответствующего стехиометрии фазы  $Ti_3AlC_2$ . Ввод в эту смесь углеродсодержащих газифицирующих добавок подавляет процесс образования МАХ-фаз. Для получения в рассматриваемой системе пористой МАХ-фазы необходимо использовать газифицирующие вещества, которые не содержат углерод. Наилучший результат по содержанию в продуктах синтеза МАХ-фазы состава  $Ti_3AlC_2$  обеспечивается при использовании в качестве газифицирующей добавки гидроксида титана  $TiH_2$ . В [19] применялись следующие марки порошков: титан марки ПТС-1, углерод технический марки П 804Т (сажа) и алюминий марки ПА-4.

Практически во всех исследованиях по применению СВС для получения МАХ-фаз традиционно использовались порошки титана со средним размером частиц марки ПТС и такой углеродной формы, как технический углерод (сажа), которые в самом начале развития технологии СВС были рекомендованы для получения порошка карбида титана, самого чистого по содержанию примеси кислорода [12]. Однако использование этих порошков для СВС пористого каркаса  $TiC$  при горении на воздухе без приложения избыточного давления не привело к успеху, так как образовывались поробобленые расслаивающиеся образцы пористого  $TiC$  [20]. Наименее дефектные и однородные по структуре образцы мелкопористого  $TiC$  были синтезированы из смеси крупного порошка титана ТПП-7 и такой углеродной формы, как графит марок ГЛС или С-2. В работе [18] было проведено сравнительное исследование влияния двух видов исходных порошков углерода (сажи марки П 701 и графита марки С-2) в сочетании с крупным порошком титана (ТПП-7) на фазовый состав пористого продукта  $Ti_3AlC_2$ , также полученного при горении на воздухе без приложения избыточного давления, с целью пропитки его расплавом алюминия. Было установлено, что применение порошка графита С-2 повышает содержание МАХ-фазы в пористом каркасе  $Ti_3AlC_2$  по сравнению с применением сажи и обеспечивает его самопроизвольную пропитку расплавом  $Al$  непосредственно после синтеза.

Цель работы – исследование влияния наиболее распространенных марок порошков титана и углерода при их использовании в исходной шихте  $3Ti+Al+2C$ , а также избытка алюминия на фазообразование, микро- и макроструктуру материалов, полученных в результате реакции СВС на воздухе без приложения внешнего давления, для определения марок порошков, наиболее подходящих для получения пористых каркасов МАХ-фазы  $Ti_3AlC_2$  с однородной мелкопористой структурой при отсутствии таких дефектов, как крупные поры, расслоения и трещины, а также с сохранением формы шихтовых брикетов.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

При проведении эксперимента использовались следующие порошки (здесь и далее используются массовые %): титановый порошок пористый марки ТПП-7 с самым крупным размером частиц (~300 мкм, чистота 98 %, ТУ1791-449-05785388-2010), титановый порошок со средним размером частиц марки ПТС-1 (~100 мкм,

чистота 98,9 %, ТУ 14-22-57-92), титановый порошок с малым размером частиц марки ПТМ-1 (~40 мкм, чистота 99,5 %, ТУ 14-22-57-92), графит литейный с крупным размером частиц марки ГЛС-1 (~60 мкм, чистота 87 %, зольность не более 13 %, влага не более 2 %, ГОСТ Р 52729–2007), графит коллоидный со средним размером частиц марки С-2 (~15 мкм, чистота 98,5 %, зольность не более 1,5 %, влага не более 0,5 %, ТУ 113-08-48-63–90), термическая сажа Т 900 (~0,15 мкм, средний размер агломератов 10 мкм, чистота 99,8 %, ГОСТ 7885-86), более активная печная сажа П 701 (~0,07 мкм, средний размер агломератов 1 мкм, чистота 99,7 %, ГОСТ 7885-86) и алюминий ПА-4 (~100 мкм, чистота 98 %, ГОСТ 6058-73).

Исходные порошки взвешивали на лабораторных весах с точностью 0,01 г. Каждая исходная шихта в стехиометрическом соотношении  $3\text{Ti}+\text{Al}+2\text{C}$  смешивалась в керамической ступе в течение 5 мин для получения однородной массы. В каждой системе заменяли одну марку порошка титана Ti или углерода C на другую, порошок алюминия применяли одной марки. Максимальная температура в процессе синтеза определялась температурой образования карбида титана TiC (~2800 °С), как наиболее тугоплавкого соединения, образующегося в промежуточной стадии фазообразования, поэтому алюминий в ходе реакции СВС находился в жидком состоянии, и его фракционный состав не влиял на фазовый состав полученного продукта.

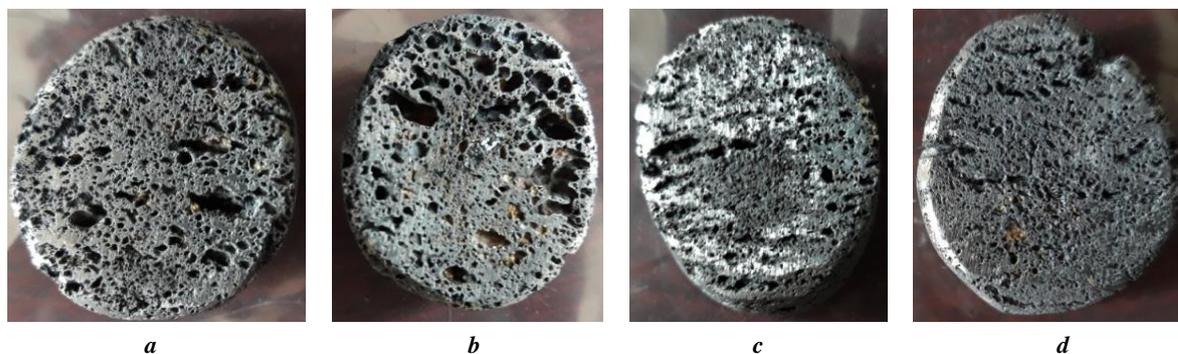
Из полученной шихты в пресс-форме односторонним прессованием при давлении 20 МПа подготавливали цилиндрические заготовки диаметром 23 мм. Масса каждой заготовки составляла 10 г. Реакцию СВС (горения) инициировали нихромовой электрической спиралью накаливания. Образцы синтезировали сжиганием на воздухе. Из-за низкой реакционной способности крупных марок порошков для инициирования реакции использовали запальный состав – смесь порошков титана и сажи в насыпном состоянии. После синтеза образец присыпался просушенным речным песком для создания барьера от воздушной атмосферы и снижения вероятности образования на стенках образца поверхностных пленок из оксидов и нитридов. Максимальная температура горения определялась с помощью АЦП «ОВЕН ТРМ210» и термопар вольфрам-рений 5/20.

Фазовый состав определялся рентгенофазовым методом с помощью дифрактометра ARL X'trA-138 с использованием Си-излучения при непрерывном сканировании в интервале углов  $2\Theta$  от 5 до 80 градусов со скоростью 2 град/мин. Количественное содержание фаз определялось методом корундовых чисел. Микроструктура исследовалась на растровом электронном микроскопе TescanVega3 с приставкой локального микрорентгено-спектрального анализа X-act. Полученные образцы после проведения СВС на воздухе обрабатывали с помощью наждачного круга для удаления слоя нитридов (оксидов) и других запекшихся продуктов горения на поверхностях.

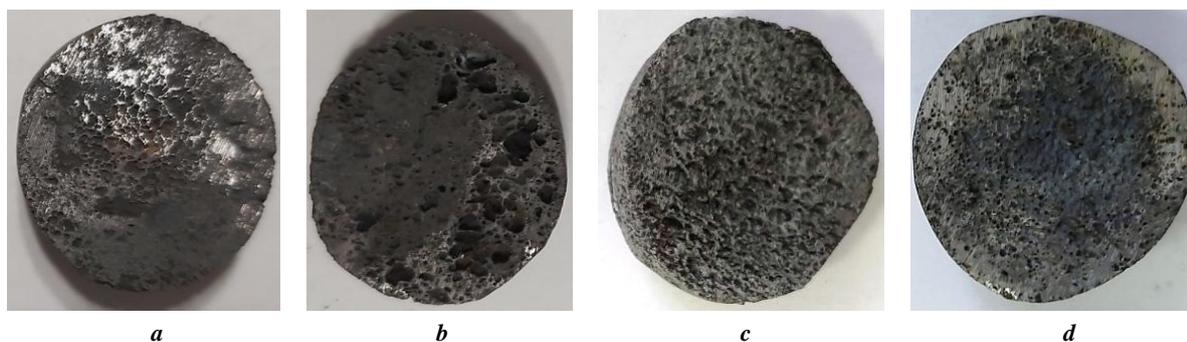
## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

На рис. 1 представлены типичные макрофотографии СВС-образцов, полученных с использованием крупного титанового порошка и разных марок углерода. Видно, что образцы, синтезированные на крупном титане ТПП-7 и из разных порошков углерода, имеют визуальные макроструктурные отличия. Брикетты, полученные с помощью менее активных и крупных графитовых порошковых реагентов углерода (рис. 1 а, 1 б), лучше сохранили цилиндрическую форму исходной прессованной шихтовой заготовки. Образцы немного увеличились в размерах по направлению горения из-за пульсирующего характера горения и образования слоев, а также активного выделения газов. Чем крупнее частицы исходного углерода, тем больше размер пор после синтеза. Однако данные образцы имеют систематические крупные поры размерами до 3–5 мм, которые можно рассматривать как дефекты структуры. Напротив, образцы с использованием сажи (рис. 1 с, 1 d) практически не имеют крупных пор, а образец, полученный из сажи П701 (рис. 1 d), имеет наиболее равномерную мелкопористую структуру. Очевидно, что различная химическая активность графита и сажи, а также различные размеры их исходных частиц существенно влияют на физико-химические процессы реакции горения, обуславливая различную структуру конечного продукта.

На рис. 2 представлены типичные макрофотографии СВС-образцов системы с титановым порошком среднего



**Рис. 1.** Образцы после СВС в системе Ti (ТПП-7)-Al (ПА-4)-X, где X – марка углерода:  
 а – графит С-2; б – графит ГЛС-1; с – сажа Т 900; д – сажа П 701  
**Fig. 1.** Samples after SHS in the Ti (TPP-7)-Al (PA-4)-X system, where X is a carbon grade:  
 a – C-2 graphite; b – GLS-1 graphite; c – T 900 soot; d – P 701 soot



**Рис. 2.** Образцы после СВС в системе Ti PTS-1-Al (ПА-4)-X, где X – марка углерода:  
**a** – графит С-2; **b** – графит ГЛС-1; **c** – сажа Т 900; **d** – сажа П 701  
**Fig. 2.** Samples after SHS in the Ti PTS-1-Al (PA-4)-X system, where X is a carbon grade:  
**a** – C-2 graphite; **b** – GLS-1 graphite; **c** – T 900 soot; **d** – P 701 soot

размера ПТС-1. Видно, что образцы, синтезированные с применением более мелкого порошка титана ПТС-1, имеют меньше различий в макроструктуре. Если макроструктура и форма СВС-образцов, полученных на графите С-2, сажах Т 900 и П 701, приблизительно одинаковая, то образец на графите ГЛС-1 отличается удлиненной формой и наличием крупных пор.

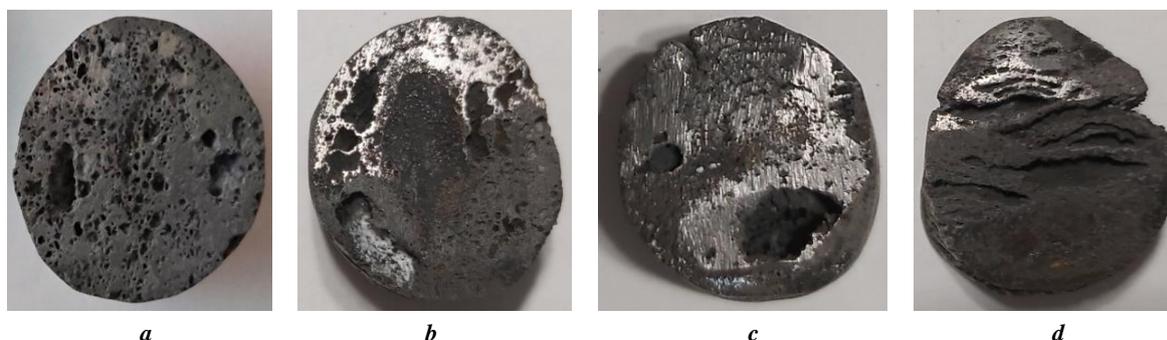
На рис. 3 представлены типичные макрофотографии СВС-образцов системы с мелким титановым порошком ПТМ-1. Видно, что все образцы, полученные с использованием наиболее мелкого порошка титана ПТМ-1, имеют явные макроструктурные дефекты в виде крупных пор, распределенных неравномерно по объему образца. Образец, полученный из сажи П701, имеет даже расслоения в виде параллельных трещин различной ширины, что вызвало значительное удлинение образца в направлении, перпендикулярном данным трещинам. Такие результаты можно объяснить высокой реакционной активностью исходной порошковой СВС-системы за счет применения наиболее мелкого порошка титана, который к тому же имеет наибольшую удельную поверхность, позволяющую удерживать значительное количество адсорбированных примесей, способных вызывать сильное газовыделение в процессе синтеза.

С помощью растрового электронного микроскопа была исследована макроструктура пористых СВС-

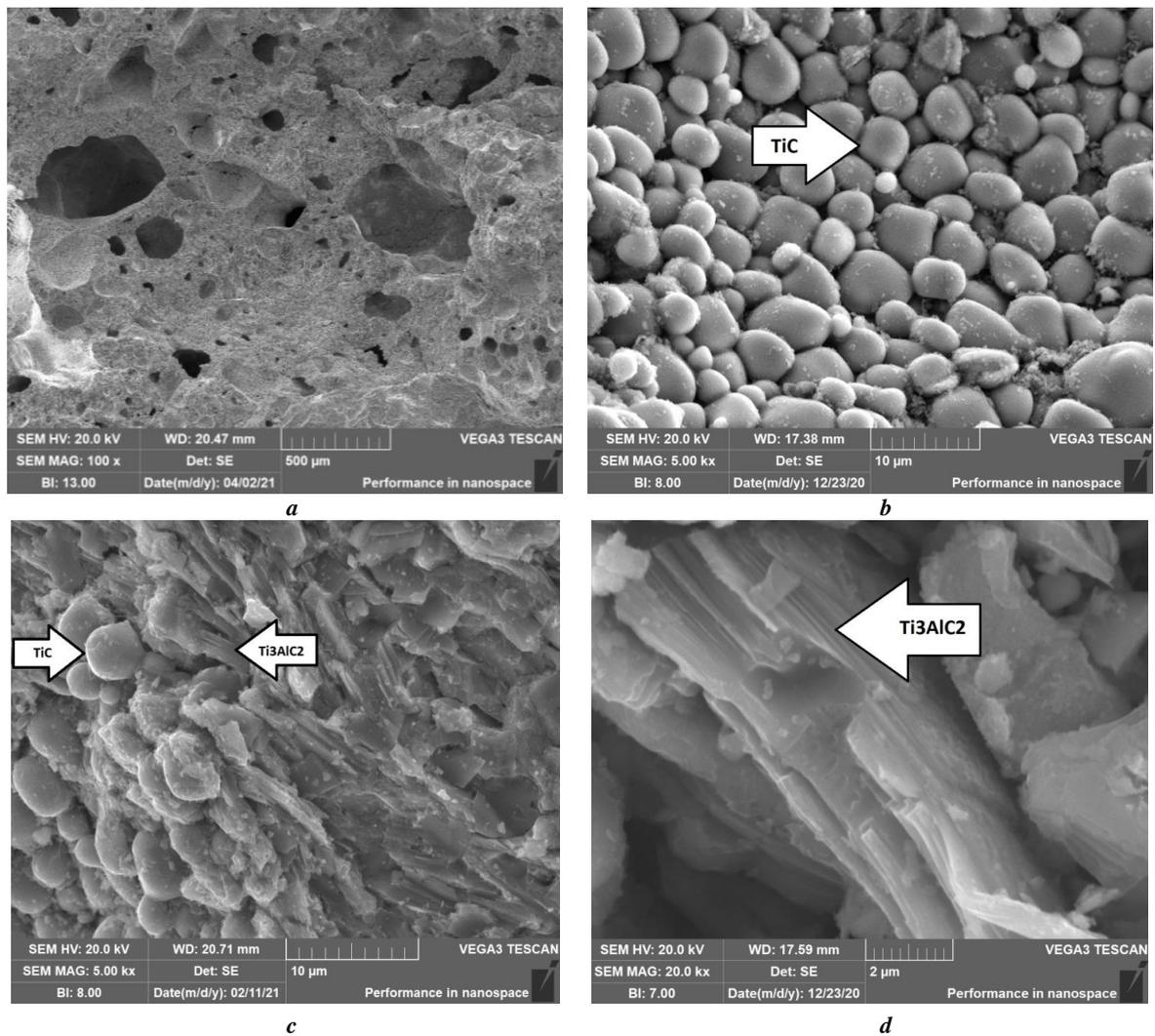
продуктов. Типичная микроструктура для системы Ti (ТПШ-7)-Al (ПА-4)-C (С-2) представлена на рис. 4. Характерными признаками этой микроструктуры являются закрытая и открытая пористость, округлые частицы карбида титана TiC и блоки пластинчатого карбоалюминид титана Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>. Как видно из рис. 4, средний размер частиц карбида титана составляет 5–7 мкм, размер пакетов из пластин МАХ-фазы карбоалюминид титана – около 15–20 мкм.

Для идентификации фаз карбида титана и МАХ-фазы карбоалюминид титана на микроструктуре было проведено определение энергодисперсионных спектров в интересующих точках с помощью приставки X-act к растровому электронному микроскопу. На рис. 5 показаны области, где была проведена идентификация фаз. Области были выбраны по характерным морфологическим признакам фаз – пластины МАХ-фазы карбоалюминид титана Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> в точке 1 и округлые частицы карбида титана в точке 2.

Согласно результатам определения энергодисперсионных спектров (рис. 5), по элементному составу можно идентифицировать в точке 1 МАХ-фазу Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>, а в точке 2 – фазу карбида титана TiC. Результаты энергодисперсионного анализа подтверждаются рентгенофазовым анализом, а именно наличием в полученных продуктах данных фаз (будет показано ниже).



**Рис. 3.** Образцы после СВС в системе Ti PTM-1-Al (ПА-4)-X, где X – марка углерода:  
**a** – графит С-2; **b** – графит ГЛС-1; **c** – сажа Т 900; **d** – сажа П 701  
**Fig. 3.** Samples after SHS in the Ti PTM-1-Al (PA-4)-X system, where X is a carbon grade:  
**a** – C-2 graphite; **b** – GLS-1 graphite; **c** – T 900 soot; **d** – P 701 soot

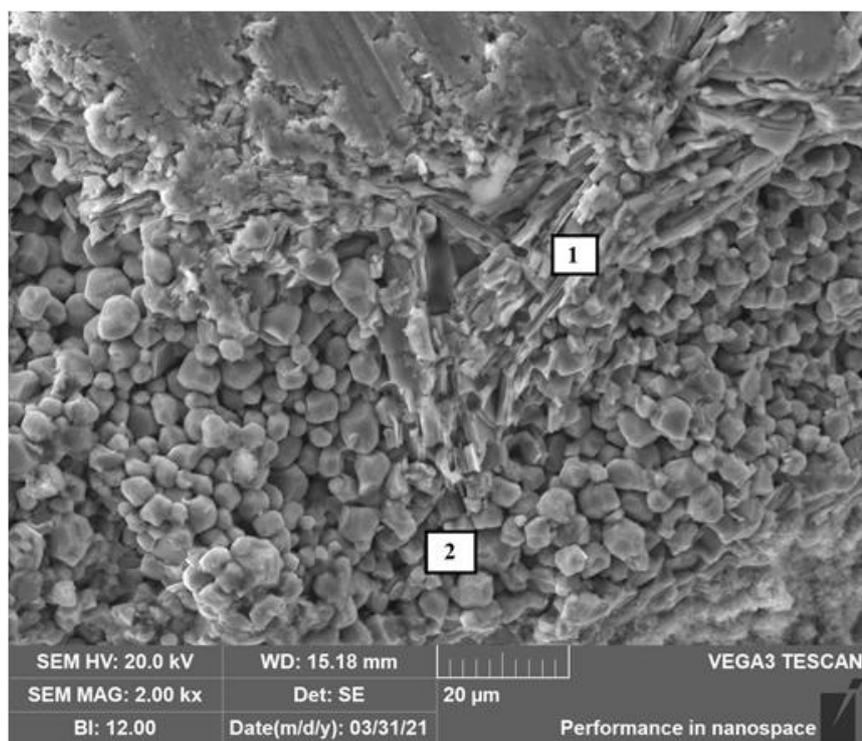


**Рис. 4.** Микроструктура СВС-продукта системы Ti (ТПП-7)-Al (ПА-4)-С (С-2):  
**a** – излом, увеличение  $\times 100$ ; **b** – частицы карбида титана TiC;  
**c** – частицы карбида титана TiC и блоки пластин  $Ti_3AlC_2$ ;  
**d** – блоки пластин  $Ti_3AlC_2$   
**Fig. 4.** Microstructure of the SHS-product of the Ti (TPP-7)-Al (PA-4)-C (C-2) system:  
**a** – fracture, magnification  $\times 100$ ; **b** – TiC titanium carbide particles;  
**c** – TiC titanium carbide particles and groups of  $Ti_3AlC_2$  plates; **d** – groups of  $Ti_3AlC_2$  plates

Плотность образцов была определена методом гидростатического взвешивания. Результаты измерений представлены в таблице 1.

Из таблицы 1 видно, что на плотность, а следовательно, и на пористость (отношение объема пор к объему образца) наибольшее влияние оказывает вид порошкового углерода. Наибольшая плотность СВС-образцов достигнута с применением порошков сажи Т 900 (2,50–2,85 г/см<sup>3</sup>) и сажи П 701 (2,24–2,79 г/см<sup>3</sup>). При этом большей плотностью обладали образцы, полученные с менее активной сажей Т 900. Соответственно, они должны иметь и наибольшие значения прочности (хотя прочность образцов в настоящей работе не определялась). Наименьшая плотность и наибольшая пористость получена на образцах, синтезированных с использованием графитовых порошков С-2 и ГЛС-1 – от 2,01 до 2,15 г/см<sup>3</sup> и от 1,77 до 2,04 г/см<sup>3</sup> соответственно. При этом использование более чистого графита С-2 с разны-

ми порошками титана дало большую плотность при наименьшем разбросе ее значений, что свидетельствует о большей прочности пористых образцов и стабильности результатов, чем в случае использования менее чистого ГЛС-1. (Аналогичный вывод был получен ранее и при СВС пористого TiC с использованием графита марок С-2 и ГЛС-1 [20].) Наименьшая плотность и, соответственно, наибольшая пористость образцов была достигнута при использовании менее чистого графита ГЛС-1 с большим примесным газовыделением. Эти образцы должны обладать наименьшей прочностью по сравнению с образцами, полученными с использованием всех остальных использованных марок порошков углерода. Размеры порошков титана меньше влияют на плотность СВС-образцов, однако отчетливо видно, что с уменьшением размера частиц титана плотность СВС-заготовок растет. Соответственно, наибольшая пористость достигается с применением крупного титана ТПП-7.



Точка 1	Тип линии	%
С	К серия	12,41
Al	К серия	12,91
Ti	К серия	74,68
Точка 2		
С	К серия	14,77
Al	К серия	0,73
Ti	К серия	84,51

**Рис. 5.** Микроструктура СВС-продукта системы Ti (ТПП-7)-Al (ПА-4)-C (С-2) с точками определения энергодисперсионных спектров  
**Fig. 5.** Microstructure of the SHS-product of the Ti (ТПП-7)-Al (ПА-4)-C (С-2) system with the points of defining the energy-dispersive spectra

Для определения фазового состава полученных образцов использовался рентгенофазовый анализ. На рис. 6 представлена типичная рентгенограмма пористого СВС-продукта системы Ti (ТПП-7)-Al (ПА-4)-C (С-2).

Качественный рентгенофазовый анализ показал наличие во всех полученных образцах МАХ-фазы  $Ti_3AlC_2$  и фазы карбида титана TiC. Для оценки соотношения содержания МАХ-фазы и карбида титана в синтезируемых образцах использовали количественный рентгенофазовый анализ (РФА) методом корундовых чисел, результаты которого представлены в таблице 2.

Из таблицы 2 видно, что наибольшее содержание целевого соединения  $Ti_3AlC_2$  наблюдается при использовании в качестве реагентов порошка титана ТПП-7, а также графита С-2 и сажи Т 900: до 52 и 47 % соответственно. При использовании порошков титана ПТС-1 и ПТМ-1 увеличивается содержание побочных про-

дуктов – фазы карбида титана и появляется фаза нитрида титана.

Используя результаты количественного РФА, представленные в таблице 2, для эксперимента с избытком алюминия были выбраны системы с крупной фракцией титана ТПП-7, а в качестве углерода – графит марок С-2 и ГЛС-1. Для эксперимента были приготовлены исходные составы системы  $3Ti+xAl+2C$ , где  $x$  (мас.) – 1,15; 1,25; 1,5; 1,75 и 2. Результаты РФА полученных образцов с избытком алюминия представлены в таблице 3.

Для исследования масштабного фактора на фазообразование в системе Ti (ТПП-7)-Al (ПА-4)-C (С-2) методом СВС был получен образец массой 50 г в стехиометрическом соотношении без избытка алюминия. Образец сохранил геометрию заготовки, но несколько увеличился в объеме из-за образования пор. Присутствуют небольшие каверны и крупные поры в одной плоскости

Таблица 1. Плотности образцов  
Table 1. Densities of samples

Система исходных порошковых реагентов	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Масса, г
ТПП-7-ПА-4-С-2	2,01	7,11
ТПП-7-ПА-4-ГЛС-1	1,77	6,28
ТПП-7-ПА-4-Т 900	2,51	8,03
ТПП-7-ПА-4-П 701	2,24	7,51
ПТС-1-ПА-4-С-2	2,09	8,12
ПТС-1-ПА-4-ГЛС-1	1,85	7,40
ПТС-1-ПА-4-Т 900	2,85	5,44
ПТС-1-ПА-4-П 701	2,79	8,32
ПТМ-1-ПА-4-С-2	2,15	8,66
ПТМ-1-ПА-4-ГЛС-1	2,04	8,09
ПТМ-1-ПА-4-Т 900	2,50	8,50
ПТМ-1-ПА-4-П 701	2,39	8,83

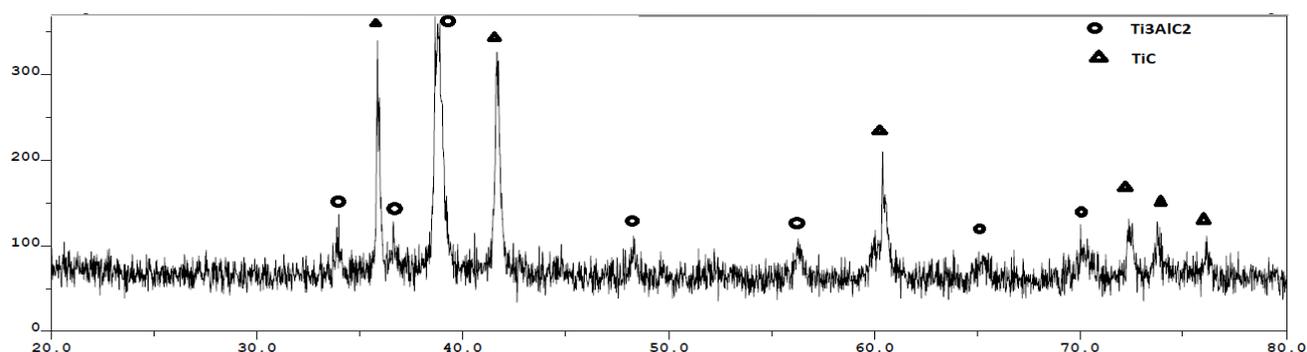


Рис. 6. Рентгеновская дифрактограмма пористого СВС-продукта системы Ti (ТПП-7)-Al (ПА-4)-C (С-2)  
Fig. 6. X-ray diffraction pattern of the porous SHS-product of the Ti (TPP-7)-Al (PA-4)-C (C-2) system

образца. Расслоений и трещин не наблюдается. Горение проходило неинтенсивно и равномерно по объему.

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Как показано на рис. 1–3, все образцы, полученные методом СВС с использованием графита ГЛС-1, отличаются удлиненной формой и наличием крупных пор. Это можно объяснить таким важным фактором, влияющим на структуру продукта горения, как большая загрязненность исходного порошка графита ГЛС-1 при чистоте 87 % примесями и адсорбированной влагой (до 2 %) на поверхности исходных частиц, которые в процессе высокотемпературного синтеза покидают реакцию систему в виде примесного газовыделения. Такое интенсивное газовыделение создает сеть

открытых каналов и пор в горячем СВС-образце, которые после остывания формируют структуру порового объема продукта горения. Горение проходило неинтенсивно в системе с крупным графитом С-2 и ГЛС-1 с отчетливо просматриваемой волной горения в течение 3–5 с. Горение в системе с сажей Т 900 и П 701 проходило более интенсивно за менее длительное время с активным газовыделением. Интенсивность горения связана с дисперсностью углеродных форм и строением их частиц: графиты ГЛС-1 и С-2 представляют собой химически малоактивные чешуйчатые кристаллы размером 15–60 мкм, в отличие от рыхлых агломератов размером 1–10 мкм активных наноразмерных (70–150 нм) частиц сажи Т 900 и П 701.

Образцы, полученные с помощью крупнодисперсного порошка титана ТПП-7, графита С-2, ГЛС-1

**Таблица 2.** Количественный РФА полученных образцов  
**Table 2.** Quantitative X-ray phase analysis of obtained samples

Марка углерода (С)	Марка титана (Ti)								
	ТПП-7			ПТС-1			ПТМ-1		
	Содержание фаз в полученном продукте, %								
	Ti <sub>3</sub> AlC <sub>2</sub>	TiC	TiN	Ti <sub>3</sub> AlC <sub>2</sub>	TiC	TiN	Ti <sub>3</sub> AlC <sub>2</sub>	TiC	TiN
С-2	52	48	–	35	65	–	17	62	21
ГЛС-1	44	56	–	32	50	18	34	55	11
Т 900	47	53	–	37	63	–	18	82	–
П 701	41	59	–	24	54	22	16	71	13

**Таблица 3.** Количественный РФА образцов, полученных с избытком алюминия  
**Table 3.** Quantitative X-ray phase analysis of samples produced with aluminum excess amount

Количество избытка Al, %	Ti (ТПП-7)-Al (ПА-4)-C (С-2)			Ti (ТПП-7)-Al (ПА-4)-C (ГЛС-1)		
	Содержание фаз в полученном продукте, %					
	Ti <sub>3</sub> AlC <sub>2</sub>	TiC	TiN	Ti <sub>3</sub> AlC <sub>2</sub>	TiC	TiN
15	60	40	–	44	56	–
25	66	34	–	52	48	–
50	61	39	–	52	48	–
75	58	42	–	56	44	–
100	64	36	–	58	42	–

и сажи Т 900, имеют равномерную макроструктуру с наличием крупных пор, в отличие от равномерной по объему мелкопористой макроструктуры образца с использованием порошка П 701. Образцы, полученные с помощью порошка титана ПТС-1 средней дисперсности и порошков графита С-2, сажи П 701 и Т 900, имеют мелкопористую макроструктуру с отсутствием крупных дефектов, в отличие от образца с использованием порошка графита ГЛС-1. Все образцы, полученные с помощью наиболее мелкого и наиболее активного порошка титана ПТМ-1, независимо от используемой формы углерода, имеют явные макроструктурные дефекты в виде искажения геометрии образца, наличия крупных пор и расслоений, которые распределены неравномерно по объему образца, и этот порошок титана не рекомендуется для синтеза пористых СВС-материалов при горении на открытом воздухе. Таким образом, наиболее однородная пористость и сохранение исходной геометрической формы образцов достигается с применением титана ТПП-7 и ПТС-1. При этом обнаружено, что графитовые порошки С-2 и ГЛС способствуют сохранению исходной геометрической формы

в большей степени, в то время как сажи Т900 и П701 обеспечивают более равномерную пористость образцов. Такие результаты открывают возможность более точно регулировать конечные параметры макроструктуры СВС-образцов путем использования в исходной СВС-шихте вместо порошка углерода одной определенной марки смеси углеродных порошков разных марок, аналогично заменяя одну марку порошкового титана на смесь титанов разных марок, для обеспечения наиболее оптимальных свойств и параметров пористых СВС-материалов. Наибольшая пористость показана на графитах С-2 и ГЛС-1, при этом более чистый графит С-2 демонстрирует более стабильные данные по пористости при использовании разных титановых порошков, и его можно рекомендовать для получения более пористых образцов МАХ-фазы. Для менее пористых образцов с меньшими порами можно рекомендовать применение технического углерода марки Т 900. С уменьшением размера частиц титана от ТПП-7 до ПТМ-1 плотность СВС-продукта незначительно возрастает. По данным рентгенофазового анализа, при использовании порошков титана крупной фракции (ТПП-7) совместно

с порошками графита (С-2) и сажи (Т 900) в исходной шихте самораспространяющимся высокотемпературным синтезом (СВС) были получены наибольшие показатели по количеству МАХ-фазы – 52 и 47 % соответственно. При этом иницирование реакции было возможно только при дополнительном использовании запальной смеси, а горение проходило в неинтенсивном режиме с отчетливо просматриваемой волной горения.

С учетом высокой температуры горения смесей Ti+C (2500–3000 °С) существует высокая вероятность частичного испарения легкоплавкого алюминия ( $T_{\text{кип}}=2519$  °С) из реакционной смеси, что может приводить к изменению стехиометрического состава реагентов с недостаточным количеством алюминия для формирования фазы  $Ti_3AlC_2$ . Поэтому была исследована возможность повышения количества МАХ-фазы в конечном СВС-продукте путем синтеза образцов из исходных смесей с избыточным количеством алюминия с целью компенсации потенциальных потерь алюминия при реакции СВС и снижения ее температуры. Результаты количественного рентгенофазового анализа полученных образцов показали, что при добавлении избытка порошка алюминия в исходную шихту количество МАХ-фазы в полученном продукте увеличивается. Максимальное количество МАХ-фазы составило 66 % от общей массы и было достигнуто на смеси ТПП-7 и С-2 при добавлении 25 % избытка алюминия. Остальное количество – 34 % составила фаза карбида титана TiC. При этом на смеси ТПП-7 и ГЛС-1 избыток алюминия в исходной смеси привел к росту содержания  $Ti_3AlC_2$  в продукте СВС с 44 до 58 % при избытке алюминия в исходной смеси 15 и 100 % соответственно. Сравнительный анализ с разным количеством избытка порошка алюминия методом наложения спектров РФА показал увеличение интенсивности пиков МАХ-фазы с увеличением избытка алюминия.

При увеличении объема исходной заготовки центр образца после синтеза остывал медленнее, чем края. Выдержка при высокой температуре положительно влияет на фазообразование  $Ti_3AlC_2$ , поэтому при исследовании образца по сечению с помощью растрового электронного микроскопа в центральной части образца наблюдается значительно большее количество блоков пластин МАХ-фазы, чем с краев, что подтверждается результатами количественного РФА. Из центра и края образца были вырезаны пробы для рентгенофазового анализа. Результаты рентгенофазового анализа подтвердили высокое содержание МАХ-фазы в центре образца – 62 % МАХ-фазы, в отличие от края – 46 % МАХ-фазы.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Подводя итоги настоящей работы, можно сделать несколько выводов по условиям получения при горении на открытом воздухе методом СВС пористых каркасов с наибольшим содержанием МАХ-фазы  $Ti_3AlC_2$  с однородной пористой структурой.

1. Фракционный состав исходных порошков титана и углерода, а также форма порошкового углерода влияют на макроструктуру пористых СВС-образцов МАХ-фазы  $Ti_3AlC_2$ .

2. На плотность и пористость СВС-образцов, полученных из системы Ti-Al-C, наибольшее влияние оказывает вид углеродного порошка.

3. При использовании порошков титана крупной фракции (ТПП-7) совместно с порошками графита (С-2) и сажи (Т 900) в исходной шихте самораспространяющимся высокотемпературным синтезом (СВС) были получены наибольшие показатели по количеству МАХ-фазы.

4. Добавление избыточного порошка алюминия к стехиометрическому соотношению в исходную шихту приводит к увеличению количества МАХ-фазы в продукте СВС, снижая содержание побочного карбида титана. Максимальное количество  $Ti_3AlC_2$  составило 66 % при избытке алюминия в 25 % в исходной смеси на основе титана ТПП-7 и графита С-2.

5. Увеличение объема образца приводит к увеличению количества МАХ-фазы в продукте СВС вследствие более медленного остывания продукта после реакции. При этом в центре образца наблюдается большее количество МАХ-фазы, чем на краях, так как центр образца остывает значительно медленнее, и время выдержки при высокой температуре увеличивается, а алюминий из центра образца выкипает меньше, чем с краев.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Barsoum M.W. MAX Phases. Properties of Machinable Ternary Carbides and Nitrides. Weinheim: Wiley-VCH, 2013. 437 p. DOI: [10.1002/9783527654581](https://doi.org/10.1002/9783527654581).
2. Tzenov N.V., Barsoum M.W. Synthesis and Characterization of  $Ti_3AlC_2$  // Journal of the American Ceramic Society. 2000. Vol. 83. № 4. P. 825–832. DOI: [10.1111/j.1151-2916.2000.tb01281.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01281.x).
3. Wang X.H., Zhou Y.C. Solid-liquid reaction synthesis of layered machinable  $Ti_3AlC_2$  ceramic // Journal of Materials Chemistry. 2002. Vol. 12. № 3. P. 455–460. DOI: [10.1039/b108685e](https://doi.org/10.1039/b108685e).
4. Zou Y., Sun Z., Tada S., Hashimoto H. Synthesis reactions for  $Ti_3AlC_2$  through pulse discharge sintering Ti/ $Al_4C_3$ /TiC powder mixture // Scripta Materialia. 2006. Vol. 55. № 9. P. 767–770. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2006.07.018](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.07.018).
5. Yang C., Jin S.Z., Liang B.Y., Liu G.J., Duan L.F., Jia S.S. Synthesis of  $Ti_3AlC_2$  by spark plasma sintering of mechanically milled 3Ti/xAl/2C powder mixtures // Journal of Alloys and Compounds. 2009. Vol. 472. № 1-2. P. 79–83. DOI: [10.1016/j.jallcom.2008.04.031](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.04.031).
6. Gao L.N., Han T., Guo Z.L., Zhang X., Pan D., Zhou S.Y., Chen W.G., Li S.F. Preparation and performance of MAX phase  $Ti_3AlC_2$  by in-situ reaction of Ti-Al-C system // Advanced Powder Technology. 2020. Vol. 31. № 8. P. 3533–3539. DOI: [10.1016/j.apt.2020.06.042](https://doi.org/10.1016/j.apt.2020.06.042).
7. Akhlaghi M., Tayebifard S.A., Salahi E., Asl M.S. Spark plasma sintering of TiAl– $Ti_3AlC_2$  composite // Ceramics International. 2018. Vol. 44. № 17. P. 21759–21764. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.08.272](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.08.272).
8. Akhlaghi M., Tayebifard S.A., Salahi E., Asl M.S., Schmidt G. Self-propagating high-temperature synthesis of  $Ti_3AlC_2$  MAX phase from mechanically-activated Ti/Al/graphite powder mixture // Ceramics International.

2018. Vol. 44. № 8. P. 9671–9678. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.02.195](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.02.195).
9. Каченюк М.Н. Получение композиционного материала на основе  $Ti_3SiC_2$  методом механосинтеза // Вопросы материаловедения. 2008. № 2. С. 210–218.
  10. Pazniak A., Bazhin P., Shchetinin I., Kolesnikov E., Prokopets A., Shplis N., Stolin A., Kuznetsov D. Dense  $Ti_3AlC_2$  based materials obtained by SHS-extrusion and compression methods // *Ceramics International*. 2019. Vol. 45. № 2. P. 2020–2027. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.10.101](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.10.101).
  11. Goc K., Prendota W., Chlubny L., Strączek T., Tokarz W., Borowiak P., Witulska K., Bućko M.M., Przewoźnik J., Lis J. Structure, morphology and electrical transport properties of the  $Ti_3AlC_2$  materials // *Ceramics International*. 2018. Vol. 44. № 15. P. 18322–18328. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.07.045](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.07.045).
  12. Sun H.Y., Kong X., Yi Z.Z., Wang Q.B., Liu G.Y. The difference of synthesis mechanism between  $Ti_3SiC_2$  and  $Ti_3AlC_2$  prepared from Ti/M/C (M=Al or Si) elemental powders by SHS technique // *Ceramics International*. 2014. Vol. 40. № 8. P. 12977–12981. DOI: [10.1016/j.ceramint.2014.04.159](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.04.159).
  13. Амосов Е.А., Ковалев Д.Ю., Латухин Е.И., Коновалихин С.В., Сычев А.Е. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез в системе Ti-Al-C-B // Вестник Самарского государственного технического университета. Серия: Технические науки. 2017. № 2. С. 161–171.
  14. Ковалев Д.Ю., Аверичев О.А., Лугинина М.А., Бажин П.М. Фазообразование в системе Ti-Al-C при СВС // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2017. № 4. С. 11–18. DOI: [10.17073/1997-308X-2017-4-11-18](https://doi.org/10.17073/1997-308X-2017-4-11-18).
  15. Jin S.B., Shen P., Zou B.L., Jiang Q.C. Morphology evolution of  $TiC_x$  grains during SHS in an Al-Ti-C system // *Crystal Growth & Design*. 2009. Vol. 9. № 2. P. 646–649. DOI: [10.1021/cg800527q](https://doi.org/10.1021/cg800527q).
  16. Федотов А.Ф., Амосов А.П., Латухин Е.И., Новиков В.А. Получение алюмокерамических каркасных композитов на основе МАХ-фазы  $Ti_2AlC$  методом СВС-прессования // Известия вузов. Цветная металлургия. 2015. № 6. С. 53–62. DOI: [10.17073/0021-3438-2015-6-53-62](https://doi.org/10.17073/0021-3438-2015-6-53-62).
  17. Аверичев О.А., Прокопец А.Д., Столин П.А. Структурообразование слоистых керамических материалов Ti/Ti-Al-C, полученных методом свободного СВС-сжатия // Новые огнеупоры. 2019. № 4. С. 57–60. DOI: [10.17073/1683-4518-2019-4-57-60](https://doi.org/10.17073/1683-4518-2019-4-57-60).
  18. Умеров Э.Р., Латухин Е.И., Марков Ю.М. Инфильтрация расплава алюминия в пористый  $Ti_3AlC_2$  после его синтеза // Современные материалы, техника и технологии. 2020. № 5. С. 106–114.
  19. 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 МАХ-фаз в системе Ti-Al-C // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2014. Т. 16. № 6. С. 50–55.
  20. Барабаш С.В., Латухин Е.И., Умеров Э.Р. Влияние фракционного состава СВС шихты на структуру TiC // Современные материалы, техника и технологии. 2020. № 5. С. 12–16.

## REFERENCES

1. Barsoum M.W. *MAX Phases. Properties of Machinable Ternary Carbides and Nitrides*. Weinheim, Wiley-VCH Publ., 2013. 437 p. DOI: [10.1002/9783527654581](https://doi.org/10.1002/9783527654581).
2. Tzenov N.V., Barsoum M.W. Synthesis and Characterization of  $Ti_3AlC_2$ . *Journal of the American Ceramic Society*, 2000, vol. 83, no. 4, pp. 825–832. DOI: [10.1111/j.1151-2916.2000.tb01281.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01281.x).
3. Wang X.H., Zhou Y.C. Solid-liquid reaction synthesis of layered machinable  $Ti_3AlC_2$  ceramic. *Journal of Materials Chemistry*, 2002, vol. 12, no. 3, pp. 455–460. DOI: [10.1039/b108685e](https://doi.org/10.1039/b108685e).
4. Zou Y., Sun Z., Tada S., Hashimoto H. Synthesis reactions for  $Ti_3AlC_2$  through pulse discharge sintering Ti/ $Al_4C_3$ /TiC powder mixture. *Scripta Materialia*, 2006, vol. 55, no. 9, pp. 767–770. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2006.07.018](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.07.018).
5. Yang C., Jin S.Z., Liang B.Y., Liu G.J., Duan L.F., Jia S.S. Synthesis of  $Ti_3AlC_2$  by spark plasma sintering of mechanically milled 3Ti/xAl/2C powder mixtures. *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, vol. 472, no. 1–2, pp. 79–83. DOI: [10.1016/j.jallcom.2008.04.031](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.04.031).
6. Gao L.N., Han T., Guo Z.L., Zhang X., Pan D., Zhou S.Y., Chen W.G., Li S.F. Preparation and performance of MAX phase  $Ti_3AlC_2$  by in-situ reaction of Ti-Al-C system. *Advanced Powder Technology*, 2020, vol. 31, no. 8, pp. 3533–3539. DOI: [10.1016/j.apt.2020.06.042](https://doi.org/10.1016/j.apt.2020.06.042).
7. Akhlaghi M., Tayebifard S.A., Salahi E., Asl M.S. Spark plasma sintering of TiAl– $Ti_3AlC_2$  composite. *Ceramics International*, 2018, vol. 44, no. 17, pp. 21759–21764. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.08.272](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.08.272).
8. Akhlaghi M., Tayebifard S.A., Salahi E., Asl M.S., Schmidt G. Self-propagating high-temperature synthesis of  $Ti_3AlC_2$  MAX phase from mechanically-activated Ti/Al/graphite powder mixture. *Ceramics International*, 2018, vol. 44, no. 8, pp. 9671–9678. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.02.195](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.02.195).
9. Kachenyuk M.N. Forming of  $Ti_3SiC_2$  composite at mechanosynthesis. *Voprosy materialovedeniya*, 2008, no. 2, pp. 210–218.
10. Pazniak A., Bazhin P., Shchetinin I., Kolesnikov E., Prokopets A., Shplis N., Stolin A., Kuznetsov D. Dense  $Ti_3AlC_2$  based materials obtained by SHS-extrusion and compression methods. *Ceramics International*, 2019, vol. 45, no. 2, pp. 2020–2027. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.10.101](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.10.101).
11. Goc K., Prendota W., Chlubny L., Strączek T., Tokarz W., Borowiak P., Witulska K., Bućko M.M., Przewoźnik J., Lis J. Structure, morphology and electrical transport properties of the  $Ti_3AlC_2$  materials. *Ceramics International*, 2018, vol. 44, no. 15, pp. 18322–18328. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.07.045](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.07.045).
12. Sun H.Y., Kong X., Yi Z.Z., Wang Q.B., Liu G.Y. The difference of synthesis mechanism between  $Ti_3SiC_2$  and  $Ti_3AlC_2$  prepared from Ti/M/C (M=Al or Si) elemental powders by SHS technique. *Ceramics International*, 2014, vol. 40, no. 8, pp. 12977–12981. DOI: [10.1016/j.ceramint.2014.04.159](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.04.159).

13. Amosov E.A., Kovalev D.Yu., Latukhin E.I., Konovlikhin S.V., Sychev A.E. Self-propagating high-temperature synthesis in the Ti-Al-C-B system. *Vestnik Samarского государственного технического университета. Серия: Технические науки*, 2017, no. 2, pp. 161–171.
14. Kovalev D.Yu., Averichev O.A., Luginina M.A., Bazhin P.M. Phase formation in Ti–Al–C system during SHS. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Poroshkovaya metallurgiya i funktsionalnye pokrytiya*, 2017, no. 4, pp. 11–18. DOI: [10.17073/1997-308X-2017-4-11-18](https://doi.org/10.17073/1997-308X-2017-4-11-18).
15. Jin S.B., Shen P., Zou B.L., Jiang Q.C. Morphology evolution of TiC<sub>x</sub> grains during SHS in an Al-Ti-C system. *Crystal Growth & Design*, 2009, vol. 9, no. 2, pp. 646–649. DOI: [10.1021/cg800527q](https://doi.org/10.1021/cg800527q).
16. Fedotov A.F., Amosov A.P., Latukhin E.I., Novikov V.A. Fabrication of aluminum–ceramic skeleton composites based on the Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> MAX phase by SHS compaction. *Izvestiya vuzov. Tsvetnaya metallurgiya*, 2015, no. 6, pp. 53–62. DOI: [10.17073/0021-3438-2015-6-53-62](https://doi.org/10.17073/0021-3438-2015-6-53-62).
17. Averichev O.A., Prokopets A.D., Stoln P.A. Structure formation of Ti / Ti–Al–C layered ceramic materials obtained by the method of free SHS-compression. *Novye ognepory*, 2019, no. 4, pp. 57–60. DOI: [10.17073/1683-4518-2019-4-57-60](https://doi.org/10.17073/1683-4518-2019-4-57-60).
18. Umerov E.R., Latukhin E.I., Markov Yu.M. Peculiarities of the SHS skeleton of Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> and its subsequent spontaneous infiltration by the al melt. *Sovremennye materialy, tekhnika i tekhnologii*, 2020, no. 5, pp. 106–114.
19. Fedotov A.F., Amosov A.P., Latukhin E.I., Ermoshkin A.A., Davydov D.M. The influence of gasifying additives on phase composition of combustion products at self-propagating high-temperature synthesis of max-phases in Ti-C-Al system. *Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra Rossiyskoy akademii nauk*, 2014, vol. 16, no. 6, pp. 50–55.
20. Barabash S.V., Latukhin E.I., Umerov E.R. Influence of fractional composition of SHS charge on the structure of TIC. *Sovremennye materialy, tekhnika i tekhnologii*, 2020, no. 5, pp. 12–16.

## The influence of elemental powder raw material on the formation of the porous skeleton of Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> MAX-phase when obtaining by the SHS method

© 2021

*Denis M. Davydov*<sup>\*1</sup>, postgraduate student of Chair of Metal Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials

*Emil R. Umerov*<sup>2</sup>, postgraduate student of Chair of Metal Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials

*Evgeny I. Latukhin*<sup>3</sup>, PhD (Engineering),

assistant professor of Chair of Metal Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials

*Aleksandr P. Amosov*<sup>4</sup>, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,

Head of Chair of Metal Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials

*Samara State Technical University, Samara (Russia)*

\*E-mail: [davidovd77@mail.ru](mailto:davidovd77@mail.ru)

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5469-8588>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2050-6899>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2071-3521>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1994-5672>

**Abstract:** The ternary carbide compound Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> belongs to the so-called MAX-phases – a new type of ceramic materials with unique properties. A simple energy-saving method of self-propagating high-temperature synthesis (SHS) based on combustion is one of the promising methods for the production of this MAX-phase. The application of the SHS technology is to produce a Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> MAX-phase porous skeleton with the homogeneous porous structure without such defects as large pores, laminations, and cracks is of great interest. The paper investigates the possibility of producing such a porous skeleton with the maximum content of the Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> MAX-phase using powders of Ti, Al, and C elements of various grades different in particle sizes and carbon forms (soot or graphite) as initial components. Porous skeleton samples were produced by the open-air burning of pressed briquettes of charge of the initial powders of the selected grades without applying external pressure. The authors studied the macro- and microstructure of the obtained samples, their density, and phase composition. The study shows that using the finest titanium and carbon powders leads to the excessively active combustion with gas evolution and the synthesis of the defective porous samples with the charge briquette shape distortion, large pores, laminations, and cracks. Besides the titanium carbide by-phase, the highest values for the MAX-phase amount in the SHS-product were obtained using the titanium powder of the largest-size fraction together with the graphite powder, rather than soot. The excess aluminum powder addition to the stoichiometric ratio to the initial charge leads to an increase in the MAX-phase amount in the SHS product, compensating for the loss of aluminum due to evaporation. An increase in the sample volume (scale factor) also leads to an increase in the MAX-phase amount in the SHS product due to the slower cooling of the product after the reaction.

**Keywords:** titanium powder; aluminum powder; carbon powder; soot powder; titanium; carbon; aluminum; open-air combustion; self-propagating high-temperature synthesis; Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>; MAX-phase; porous skeleton.

**Acknowledgments:** The work is financially supported by the Russian Foundation for Basic Research on the projects No. 20-08-00435 and 20-33-90056.

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

**For citation:** Davydov D.M., Umerov E.R., Latukhin E.I., Amosov A.P. The influence of elemental powder raw material on the formation of the porous skeleton of Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> MAX-phase when obtaining by the SHS method. *Vektor nauki Tolyatinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2021, no. 3, pp. 37–47. DOI: [10.18323/2073-5073-2021-3-37-47](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2021-3-37-47).