А. Д. Быкова¹, В. В. Семенова, д. т. н. С. Н. Перевислов² (🖂), к. т. н. М. А. Марков¹

- ¹ НИЦ «Курчатовский институт» Центральный научноисследовательский институт композиционных материалов «Прометей», Санкт-Петербург, Россия
- ² ФБГУН «Ордена Трудового Красного Знамени Институт химии силикатов имени И. В. Гребенщикова Российской академии наук», Санкт-Петербург, Россия

удк 666.3:546.822'261 ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ СИНТЕЗА НА ПЛОТНОСТЬ И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ Ti₃SiC₂

Для синтеза Ti₃SiC₂ методом спекания при 1300 и 1400 °C в течение 1–5 ч использовали разные смеси исходных порошков Ti/Si/C, Ti/Si/TiC, Ti/SiC/C, Ti/SiC/TiC, Ti/TiSi₂/TiC и TiH₂/SiC/C. Установлено, что порошки Ti/Si/TiC и Ti/TiSi₂/TiC являются лучшими для синтеза Ti₃SiC₂. Количество синтезированной фазы Ti₃SiC₂ достигает 98,3 и 90,3 об. % при температуре спекания 1400 °C в течение 1 ч. Ti₃SiC₂ синтезируется и растет в виде вытянутых зерен. Определено влияние времени и температуры спекания на образование MAX-фазы Ti₃SiC₂ из исходных порошков Ti/Si/C. TiC и небольшое количество SiC как промежуточные фазы всегда присутствуют в конечных продуктах. Избыток Si способствует наибольшему образованию фазы Ti₃SiC₂.

Ключевые слова: МАХ-фазы, синтез Ti₃SiC₂, фазовый состав.

введение

АХ-фазы представляют собой семейство тройных слоистых соединений, отвечающих условной формуле $M_{n+1}AX_n$ (n = 1, 2, 3, ...), где *М* — переходный металл *d*-группы (Sc, Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta); А — металл *p*-руппы (Si, Ge, Al, Ga, S, P, Sn, As, Cd, I, Tl, Pb); X — углерод или азот [1-4]. Слоистые тройные карбиды и нитриды металлов d- и p-групп (МАХ-фазы) проявляют уникальные свойства, характерные как для металлов, так и для керамики: малую плотность, высокие тепло- и электропроводность, прочность, коррозионную стойкость в агрессивных жидких средах, стойкость к высокотемпературному окислению и термическим ударам, высокую температуру плавления, они легко подвергаются механической обработке и являются достаточно стабильными при температуре до 1000 °С и выше [1].

Сложный карбид Ti₃SiC₂, являющийся одним из наиболее распространенных MAX-фаз [5–10], имеет слоистую гексагональную структуру, где слои Ti разделены слоями Si и атомами C, расположенными в октаэдрических точках слоев Ti [11]. Этот

> ⊠ С. Н. Перевислов E-mail: perevislov@mail.ru

материал является легким (плотность 4,52 г/см³) и относительно мягким (HV = 4 ГПа), имеет высокие температуру плавления (3200 °C) и модуль упругости (322 ГПа), может составлять конкуренцию стандартным реакционно-спеченным и жидкофазно-спеченным материалам на основе В₄С и SiC [12-21]. Плотные материалы состава Ti₃SiC₂ можно синтезировать разными способами: химическим осаждением из газовой фазы (CVD) [11, 22], самораспространяющимся высокотемпературным синтезом (SHS) [23], горячим прессованием (НР) [24]. В работах [7, 25, 26] показано, что Ti₃SiC₂ с высоким содержанием основной фазы (98 об. %) можно получить методом горячего изостатического прессования (HIP) из смесей порошков Ti + SiC + C, Ti + Si + C и Ti + Si + + ТіС при высокой температуре (1400-1600 °С) в течение длительного времени. Также материалы с высоким содержанием фазы Ti₃SiC₂ (98,5 об. %) можно получить методом искрового плазменного спекания (SPS) из различных порошковых реагентов, таких как Ti + Si + C [6, 10], Ti + SiC + C [6, 27], Ti + Si + TiC [6, 7, 28–30], Ti + SiC + TiC [8] и Ti + TiSi₂ + TiC [9].

МАХ-материалы представляют большой практический интерес с точки зрения создания на их основе керамики, используемой в машиностроении, авиакосмической и атомной промышленности, поэтому чистота и содержание МАХфаз в конечном продукте являются решающими факторами, влияющими на конечные свойства материалов.

Цель настоящей работы — изучение синтеза MAX-фаз состава Ti₃SiC₂ из разных исходных компонентов в высокотемпературной печи без давления и изучение свойств полученных материалов.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве исходных компонентов использовали порошки Ті (марка ПТМ-1, содержание основной фазы 99,0 %, ООО «Плазмотерм», Россия), Si (содержание основной фазы 99,8 %, размер d < 20 мкм, ООО «Плазмотерм», Россия), SiC (марка M5, размер $d_{0.5} = 3,7$ мкм, АО «Волжский абразивный завод, Россия), ТіС (содержание основной фазы 99,5 %, размер d = 3-5 мкм, ООО «Плазмотерм», Россия), TiSi₂ (содержание основной фазы 99,85 %, размер d = 10,5 мкм, ООО «Плазмотерм», Россия), ТіН₂ (марка А100, содержание основной фазы 99,3 %, размер d = = 100 мкм, ООО «Плазмотерм», Россия) и углерода (марка К-354, ООО ТПК «Инфра-хим», Россия). Размер исходных и измельченных частиц порошков определяли на лазерном анализаторе дисперсности MasterSizer 2000. Исходные порошки (кроме углерода) измельчали в вибрационной мельнице мелющими телами из высокоплотного SiC в среде изопропилового спирта до размера d = 0,8–1,0 мкм. Намол мелющих тел составил не более 0.4 %, это учитывали при расчете составов исходных компонентов. Измельченные порошки в необходимом соотношении перемешивали в шаровой мельнице в среде изопропилового спирта в течение 12 ч, в качестве мелющих тел использовали шары из высокоплотного SiC кремния. Суспензии сушили до влажности 4-5 % и гранулировали просеиванием через сито с размером ячеек 100 мкм. Из порошков формовали образцы в металлических пресс-формах под давлением 80 МПа. Далее образцы сушили при 110 °C в течение 5 ч и термообрабатывали (процесс синтеза) при 1300 и 1400 °С в высокотемпературной печи сопротивления СШВЭ 1,25/25 в вакууме с выдержкой 1–5 ч, в среде Ar. Образцы для синтеза помещали в графитовые контейнеры с подсыпкой крупной фракции порошка TiC (d = 20-40 мкм), содержащей 3 мас. % Si. Подсыпка из порошка состава «TiC + Si» при синтезе позволяет минимизировать испарение кремния из образцов.

Плотность образцов определяли методом гидростатического взвешивания. Рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре Rigaku Smartlab 3 с Си K_{α} -излучением и Ni-фильтром. Микроструктуру исследовали на электронном микроскопе TESCAN VEGA 3 SBH.

Для оценки количественного содержания фазы Ti₃SiC₂, об. %, в спеченных синтезированных образцах использовали следующее уравнение [31]:

$$W_{\text{Ti}_3\text{SiC}_2} = \frac{1,80}{1,80 + (I_{\text{Tic}}/I_{\text{Ti}_3\text{SiC}_2})} \cdot 100 \%, \tag{1}$$

где I_{TiC} и $I_{\text{Ti}_3\text{SiC}_2}$ — интегрированные интенсивности дифракционных пиков TiC {200} и Ti₃SiC₂ {104}.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Согласно тройной фазовой диаграмме состояния Ti-Si-C [32], к образованию фазы Ti₃SiC₂ могут привести следующие реакции:

$$3\text{Ti} + \text{Si} + 2\text{C} \rightarrow \text{Ti}_3\text{SiC}_2,$$
 (2)

$$Ti + Si + 2TiC \rightarrow Ti_3SiC_2, \tag{3}$$

$$3\text{Ti} + \text{SiC} + \text{C} \rightarrow \text{Ti}_3\text{SiC}_2,$$
 (4)

$$2\mathrm{Ti} + \mathrm{SiC} + \mathrm{TiC} \to \mathrm{Ti}_3 \mathrm{SiC}_2, \tag{5}$$

$$Ti + TiSi_2 + 4TiC \rightarrow 2Ti_3SiC_2, \tag{6}$$

$$3\mathrm{TiH}_2 + \mathrm{SiC} + \mathrm{C} \to \mathrm{Ti}_3\mathrm{SiC}_2 + 3\mathrm{H}_2. \tag{7}$$

В качестве источника углерода для получения Ti₃SiC₂ выбран технический углерод. При рентгенофазовом анализе дифрактограмм обнаружены пики, соответствующие Ti₃SiC₂, в качестве основной фазы, а также пики, соответствующие вторичным фазам TiC и SiC (рис. 1). При температуре синтеза 1450 °С, превышающей температуру плавления Si (1414 °C), начинается сильное испарение Si. Синтез МАХ-фаз осуществляли при 1300 и 1400 °C, что приводит к небольшому испарению Si и. следовательно, снижению количества фазы Ti₃SiC₂. Чтобы восполнить недостаток Si в конечном материале к исходному Si добавляли избыточное количество Si или кремнийсодержащих компонентов. Так как область образования Ti₃SiC₂ на фазовой диаграмме состояния Ti-Si-C узкая [32], необходимо учитывать, что любые изменения исходного соотношения могут привести к отклонению от стехиометрического состава конечного продукта.

В таблице представлены количественное содержание и плотность продуктов высокотемпературного синтеза при 1300 и 1400 °С в зависи-



Рис. 1. Результаты РФА образцов, синтезированных при 1400 °С в течение 1 ч: ● — Ti₃SiC₂; ■ — TiC; ◆ — SiC

Состав исходных компонентов	Мольное отношение компонентов	Синтез при 1300 °С		Синтез при 1400 °С	
		содержание фазы Ti ₃ SiC ₂ , об. %	относительная плотность, %	содержание фазы Ti ₃ SiC ₂ , об. %	относительная плотность, %
Ti/Si/C	3:1:2	75,3	76,1	78,3	81,9
	3:1,2:2	80,4	78,9	82,5	84,6
Ti/Si/TiC	3:1,5:2	83,5	84,1	87,4	88,3
	1:1:2	76,3	77,1	79,1	82,7
	1:1,2:2	83,2	79,9	85,6	87,9
Ti/SiC/C	1:1,2:1,8	86,4	84,4	88,3	89,6
	3:1:1	71,9	74,2	76,1	81,5
	3:1 2:0 9	81.4	78 1	83,5	86.0
Ti/SiC/TiC	2:1:1	73,2	75,9	77,4	81,6
	2:1,2:0,9	82,9	78,9	86,7	87,8
Ti/TiSi ₂ /TiC	1:1:4	80,0	80,1	84,6	85,9
	1:1,2:3,8	87,4	85,0	90,3	90,6
TiH ₂ /SiC/C	3:1:1	70,4	73,9	75,4	81,5
	3:1,2:0,9	81,3	78,0	82,7	87,6

Относительная плотность и содержание фазы Ti₃SiC₂ в образцах, спеченных при 1300 и 1400 °C в течение 1 ч

мости от исходного соотношения компонентов. Количество фазы Ti₃SiC₂ определяли, исходя из уравнения (1).

По данным работы [29] выше 1200 °С в материале практически не обнаруживаются Ті и Si в свободном состоянии, что подтверждается результатами РФА (см. рис. 1). На первой стадии спекания материалов при температуре выше 800 °С происходит синтез карбида титана состава ТіС_x в результате взаимодействия углерода с Ti. Обогащенный кремнием TiSi₂ и обогащенный титаном Ti₅Si₃ синтезируются при 1115 и 1270 °С. Авторы работы [7] показали, что Ti₅Si₃, TiC и Si являются обязательными реагентами для синтеза Ti₃SiC₂ в соответствии с реакцией:

 $Ti_5Si_3 + 10TiC + 2Si \rightarrow 5Ti_3SiC_2.$ (8)

При температуре спекания выше 1385 °C Ti_3SiC_2 является основной синтезируемой фазой. Однако при 1450 °C начинается интенсивное испарение Si и разложение фазы Ti_3SiC_2 на TiC и $Ti_3Si_{1-x}C_2$, а при температуре выше 1480 °C — на TiC и газообразный Si. Оптимальные условия синтеза для получения материала, содержащего большое количество фазы Ti_3SiC_2 — температура 1400 °C в течение 1 ч при мольном отношении Ti/Si/C, равном 3:1,5:2 (см. таблицу). Однако даже в материалах состава Ti/Si/TiC и Ti/TiSi_2/TiC (с наибольшим содержанием фазы Ti_3SiC_2 88,3 и 90,3 об. %) присутствует небольшое количество TiC и SiC (см. рис. 1).

На рис. 2 показана микроструктура излома синтезированных образцов, полученных при 1400 °C в течение 1 ч. Вытянутые зерна Ti₃SiC₂



Рис. 2. Фрактограммы образцов, синтезированных при 1400 °С в течение 1 ч

32

связаны через частицы TiC, что указывает на образование и рост зерен Ti_3SiC_2 из частиц TiC. В процессе эпитаксиального роста Ti_3SiC_2 скорость роста зерен вдоль оси *z* значительно ниже скорости роста вдоль осей *x* и *y*, что приводит к образованию пластинчатых зерен Ti_3SiC_2 и определяет анизотропию материала. Зерна Ti_3SiC_2 не растут из каждой частицы TiC, следовательно, их формирование определяется двумя процессами: зарождением и ростом. Зарождение фазы Ti_3SiC_2 на зернах TiC может происходить благодаря близости параметров кристаллических решеток TiC {111} и SiC {111} — 0,25161 и 0,24970 нм (несоответствие размеров кристаллических решеток составляет 0,76 %).

С появлением TiSi₂ и Ti₅Si₃ при 1115 и 1270 °С процесс синтеза фазы Ti₃SiC₂ ускоряется за счет взаимодействия силицидов с Si (в системе TiSi₂–Si) и Ti (в системе Ti₅Si₃–Ti), в результате чего при 1330 °С образуется эвтектика Ti–Si. Благодаря хорошей смачиваемости расплавом Ti–Si частиц Ti, TiC и C, жидкая фаза легко двигается и перемещается в объеме пористой заготовки, образуя фазу Ti₅Si₃C_x. С появлением эвтектики Ti–Si увеличивается скорость диффузии между Ti₅Si₃ и TiC_x, а также Ti₅Si₃C_x и TiC_x с образованием фазы Ti₃SiC₂. Изменение фазового состава можно объяснить тем, что, когда исходный Si полностью израсходуется, фаза Ti₃SiC₂ перестанет расти.

На рис. З показаны графики, количественно характеризующие синтез фазы Ti₃SiC₂ в материалах при разных температурах и времени. Оптимизированные параметры синтеза смещаются в сторону более короткого времени при повышении температуры. Спекание при 1400 °C с выдержкой 3-4 ч позволяет синтезировать материал с наибольшим количеством фазы Ti₃SiC₂.

Синтезированные материалы характеризуются наличием зерен Ti_3SiC_2 ламинарной формы (см. рис. 2), что увеличивает пластичность МАХ-фаз Ti_3SiC_2 . Получить монофазный материал практически невозможно, в образцах всегда присутствуют вторичные фазы (TiC и SiC).

При температуре синтеза 1300 °С материал состоит из зерен малого размера $d = 2 \div 3$ мкм, L = 5 мкм, при повышении температуры до 1300 °С некоторые зерна увеличиваются до размеров d =

Библиографический список

1. **Медведева, Н. И.** Моделирование электронного строения, химической связи и свойств тройного силикокарбида Ti₃SiC₂ / *Н. И. Медведева, А. Н. Еняшин, А. Л. Ива*новский // Журнал структурной химии. — 2011. — Т. 52, № 4. — С. 806-822.

2. **Истомин, П. В.** Получение Ті₃SiC₂ / П. В. Истомин, А. В. Надуткин, Ю. И. Рябков, Б. А. Голдин // Неорганические материалы. — 2006. — Т. 42, № 3. — С. 292–297.

3. **Zhang, Z. F.** Deformation and fracture behavior of ternary compound Ti_3SiC_2 at 25–1300 °C / Z. F. Zhang, Z. M. Sun, H. Hashimoto // J. Mater. Lett. — 2003. — \mathbb{N} 57. — P. 1295–1299.



Рис. З. Концентрация фазы Ti_3SiC_2 при разных температурах и времени синтеза: □ — 1300 °C; \blacksquare — 1400 °C

= 6 мкм, *L* = 10-12 мкм. Объемная доля и размер крупных зерен увеличиваются с повышением температуры и длительности процесса синтеза.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Плотные материалы с высоким содержанием фазы Ti_3SiC_2 получены высокотемпературным синтезом при 1300 и 1400 °C в течение 1–5 ч. Синтез Ti_3SiC_2 из компонентов Ti/Si/C происходит через несколько стадий, характеризующихся образованием промежуточных соединений: TiC (820 °C); TiSi₂ (1115 °C); Ti_5Si_3 (1270 °C); $Ti_5Si_3C_x$ (1350 °C); Ti_3SiC_2 (1385 °C). Во всех образцах после синтеза присутствует фаза TiC и небольшое количество SiC. Избыток Si способствует более полному прохождению синтеза с образованием фазы Ti_3SiC_2 . Разложение Ti_3SiC_2 до TiC и газообразного кремния начинается при температуре выше 1450 °C.

Микроструктура синтезированных материалов содержит вытянутые зерна ламинарного вида (фаза Ti₃SiC₂), прорастающие из зерен TiC. Максимальная плотность синтезированных образцов и содержание фазы Ti₃SiC₂ наблюдаются у материалов состава Ti/Si/TiC и Ti/TiSi₂/TiC при мольном отношении компонентов 1:1,2:1,8 и 1:1,2:3,8, соответственно. ***

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант РФФИ-Росатом № 20-21-00056). Оборудование частично предоставлено Инжиниринговым центром СПбГТИ(ТУ).

4. **Barsoum, M. W.** Processing and mechanical properties of Ti₃SiC₂: reaction path and microstructure evolution / M. W. Barsoum, T. El-Raghy // J. Am. Ceram. Soc. — 1999. — № 82. — P. 2849–2854. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1999.tb02166.x.

5. **Sarkar, D.** *R*-curve behavior of Ti₃SiC₂ / *D. Sarkar, B. Basu, M. C. Chu, S. J. Cho* // Ceram. Int. — 2007. — Vol. 33, № 5. — P. 789–793. DOI: 10.1016/j.ceramint.2006.01.002

6. *Sun, Z.* Ternary compound Ti₃SiC₂: part I. Pulse discharge sintering synthesis / *Z. Sun, Z. Zhang, H. Hashimoto, T. Abe* // Materials Transactions. — 2002. — Vol. 43, № 3. — P. 428–431. DOI: 10.2320/matertrans.43.428.

7. *Zhang, Z. F.* Rapid synthesis of ternary carbide Ti₃SiC₂ through pulse-discharge sintering technique from Ti/Si/TiC powders / *Z. F. Zhang, Z. M. Sun, H. Hashimoto //* Metallurgical and Materials Transactions A. — 2002. — Vol. 33, № 11. — P. 3321–3328. DOI: 10.1007/s11661-002-0320-1.

8. **Zhang, Z. F.** A new synthesis reaction of Ti_3SiC_2 through pulse discharge sintering Ti/SiC/TiC powder / *Z. F. Zhang, Z. M. Sun, H. Hashimoto, T. Abe* // Scripta Mater. — 2001. — Vol. 45, No 12. — P. 1461–1467.

9. *Zhang, Z. F.* A new synthesis reaction of Ti₃SiC₂ from Ti/ TiSi₂/TiC powder mixtures through pulse discharge sintering (PDS) technique / *Z. F. Zhang, Z. M. Sun, H. Hashimoto, T. Abe* // Materials Research Innovations. — 2002. — Vol. 5, № 3/4. — P. 185–189. DOI: 10.1007/s10019-002-8644-4.

10. **Zhang, Z. F.** Application of pulse discharge sintering (PDS) technique to rapid synthesis of Ti₃SiC₂ from Ti/Si/C powders / *Z. F. Zhang, Z. M. Sun, H. Hashimoto, T. Abe //* J. Eur. Ceram. Soc. — 2002. — Vol. 22, № 16. — P. 2957–2961. DOI: 10.1016/S0955-2219(02)00044-4.

11. *Goto, T.* Chemically vapor deposited Ti₃SiC₂ / *T. Goto, T. Hirai* // Materials Research Bulletin. — 1987. — Vol. 22, № 9. — P. 1195–1201. DOI: 10.1016/0025-5408(87)90128-0.

12. **Nesmelov, D. D.** Reaction sintered materials based on boron carbide and silicon carbide / D. D. Nesmelov, S. N. Perevislov // Glass and Ceramics. — 2015. — Vol. 71, № 9/10. — P. 313–319. DOI: 10.1007/s10717-015-9677-7.

13. **Perevislov, S. N.** Effect of Si additions on the microstructure and mechanical properties of hot-pressed B₄C / S. N. Perevislov, A. S. Lysenkov, S. V. Vikhman // Inorganic Materials. — 2017. — Vol. 53, № 4. — P. 376–380. DOI: 10.1134/S0020168517040148.

14. *Nesmelov, D. D.* Precipitation of the Eutectic Al_2O_3 – $ZrO_2(Y_2O_3)$ on the Surface of SiC Particles / *D. D. Nesmelov, O. A. Kozhevnikov, S. S. Ordan'yan* [et al.] // Glass and Ceramics. — 2017. — Vol. 74, N \ge 1/2. — P. 43–47. DOI: 10.1007/s10717-017-9925-0.

15. **Perevislov, S. N.** Microstructure and mechanical properties of SiC-materials sintered in the liquid phase with the addition of a finely dispersed agent / S. N. Perevislov, I. B. Panteleev, A. P. Shevchik [et al.] // Refract. Ind. Ceram. — 2018. — Vol. 58, № 5. — P. 577–582. DOI: 10.1007/s11148-018-0148-x.

Перевислов, С. Н. Микроструктура и механические свойства LPSSiC материалов с высокодисперсной спекающей добавкой / С. Н. Перевислов, И. Б. Пантелеев, А. П. Шевчик, М. В. Томкович // Новые огнеупоры. — 2017. — № 10. — С. 42-47.

16. **Perevislov, S. N.** High density boron carbide ceramics / S. N. Perevislov, P. V. Shcherbak, M. V. Tomkovich // Refract. Ind. Ceram. -2018. - Vol. 59, \mathbb{N} 1. - P. 32–36. DOI: 10.1007/s11148-018-0178-4.

Перевислов, С. Н. Высокоплотная керамика на основе карбида бора / С. Н. Перевислов, П. В. Щербак, М. В. Томкович // Новые огнеупоры. — 2018. — № 1. — С. 33–37.

17. **Frolova, M. G.** Molding features of silicon carbide products by the method of hot slip casting / *M. G. Frolova, A. V. Leonov, Y. F. Kargin* [et al.] // Inorganic Materials: Applied Research. -2018. - Vol. 9, Ne 4. - P. 675–678. DOI: 10.1134/S2075113318040123.

18. *Perevislov, S. N.* Phase composition and microstructure of reaction-bonded boron-carbide materials / *S. N. Perevislov, P. V. Shcherbak, M. V. Tomkovich //* Refract. Ind. Ceram. — 2018. — Vol. 59, № 2. — P. 179–183. DOI: 10.1007/s11148-018-0202-8.

19. Lysenkov, A. S. Composite material Si₃N₄/SiC with calcium aluminate additive / A. S. Lysenkov, K. A. Kim, D. D. Titov [et al.] // Journal of Physics: Conference Series. -2018. -Vol. 1134, N $_{\rm 2}$ 1. -P. 012–036. DOI: 10.1088/1742-6596/1134/1/012036.

20. **Perevisiov, S. N.** Production of ceramic materials based on SiC with low-melting oxide additives / S. N. Perevisiov, A. S. Lysenkov, D. D. Titov [et al.] // Glass and Ceramics. — 2019. — Vol. 75, № 9/10. — P. 400–407. DOI: 10.1007/s10717-019-00094-6.

21. **Perevislov**, **S. N**. Evaluation of the crack resistance of reactive sintered composite boron carbide-based materials / S. N. Perevislov // Refract. Ind. Ceram. — 2019. — Vol. 60, № 2. — P. 168–173. DOI: 10.1007/s11148-019-00330-0.

Перевислов, С. Н. Оценка трещиностойкости реакционно-спеченных композиционных материалов на основе карбида бора / *С. Н. Перевислов* // Новые огнеупоры. — 2019. — № 3. — С. 49–54.

22. *Jacques, S.* Reactive chemical vapor deposition of Ti₃SiC₂ with and without pressure pulses: Effect on the ternary carbide texture / *S. Jacques, H. Fakih, J. C. Viala* // Thin Solid Films. — 2010. — Vol. 518, № 18. — P. 5071–5077. DOI: 10.1016/j. tsf.2010.02.059.

23. *Lis, J.* Ti₃SiC₂-based materials prepared by HIP-SHS techniques / *J. Lis, Y. Miyamoto, R. Pampuch, K. Tanihata //* Mater. Lett. — 1995. — Vol. 22, № 3/4. — P. 163–168. DOI: 10.1016/0167-577X(94)00246-0.

24. *Gao, N. F.* Dense Ti₃SiC₂ prepared by reactive HIP / *N. F. Gao, Y. Miyamoto, D. Zhang //* Journal of Materials Science. — 1999. — Vol. 34, № 18. — P. 4385–4392. DOI: 10.1023/A:1004664500254.

25. Li, J. T. Fabrication of monolithic Ti_3SiC_2 ceramic through reactive sintering of Ti/Si/2TiC/J. T. Li, Y. Miyamoto // Journal of Materials Synthesis and Processing. — 1999. — Vol. 7, Ne 2. — P. 91–96. DOI: 10.1023/A:1021865613357.

26. **Pampuch, R.** Solid combustion synthesis of Ti₃SiC₂ / *R. Pampuch, J. Lis, L. Stobierski, M. Tymkiewicz* // J. Eur. Ceram. Soc. — 1989. — Vol. 5, № 5. — P. 283–287. DOI: 10.1016/0955-2219(89)90022-8.

27. **Zhang, Z. F.** Low temperature synthesis of Ti_3SiC_2 from Ti/SiC/C powders / *Z. F. Zhang, Z. M. Sun, H. Hashimoto //* Mater. Sci. Technol. — 2004. — Vol. 20, № 10. — P. 1252–1256. DOI: 10.1179/026708304X6103.

28. *Yang, S.* Formation of Ti_3SiC_2 from Ti-Si-TiC powders by pulse discharge sintering (PDS) technique / *S. Yang, Z. M. Sun, H. Hashimoto //* Materials Research Innovations. — 2003. — Vol. 7, $\mathbb{N} \bullet 4$. — P. 225–230. DOI: 10.1007/s10019-003-0255-1.

29. **Zhang, Z. F.** Fabrication and microstructure characterization of Ti_3SiC_2 synthesized from Ti/Si/2TiC powders using the pulse discharge sintering (PDS) technique / *Z. F. Zhang, Z. M. Sun, H. Hashimoto, T. Abe //* J. Am. Ceram. Soc. — 2003. — Vol. 86, \mathbb{N} 3. — P. 431–436. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2003.tb03317.x.

30. **Zhang, Z. F.** Effects of sintering temperature and Si content on the purity of Ti₃SiC₂ synthesized from Ti/Si/TiC powders / *Z. F. Zhang, Z. M. Sun, H. Hashimoto, T. Abe //* J. Alloys Compd. — 2003. — Vol. 352, № 1/2. — P. 283–289. DOI: 10.1016/S0925-8388(02)01171-4.

31. *Sun, Z.* Effect of Al addition on pressureless reactive sintering of Ti₃SiC₂ / *Z. Sun, Y. Zou, S. Tada, H. Hashimoto //* Scripta Materialia. — 2006. — Vol. 55, № 11. — P. 1011–1014. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2006.08.019.

32. *Viala, J. C.* Phase equilibria at 1000 °C in the AlCSiTi quaternary system: An experimental approach / *J. C. Viala, N. Peillon, F. Bosselet, J. Bouix //* Materials Science and Engineering: A. — 1997. — Vol. 229, № 1/2. — P. 95–113. DOI: 10.1016/S0921-5093(97)00002-6.

Получено 15.12.20 © А. Д. Быкова, В. В. Семенова, С. Н. Перевислов, М. А. Марков, 2021 г.