

## Si 含量对放电等离子烧结制备 $(1-x)\text{Ti}_3\text{SiC}_2+x\text{SiC}$ 复合材料的影响

倪东惠, 谭文昌, 郑军君, 罗汇果, 李元元

(华南理工大学 国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 广州 510640)

**摘要:** 以钛粉、硅粉和石墨粉为原料, 制备出 $(1-x)\text{Ti}_3\text{SiC}_2+x\text{SiC}$ ( $x=0.1\sim 0.8$ )复合材料, 并利用 X 射线衍射仪对样品进行相组成分析。结果表明: 经 1 300 °C 放电等离子烧结 15 min 后, 可以得到纯净的  $0.9\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.1\text{SiC}$  和含有微量石墨的  $0.2\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.8\text{SiC}$  复合材料,  $0.9\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.1\text{SiC}$  和  $0.2\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.8\text{SiC}$  复合材料的显微硬度分别为 8.8 和 10.5 GPa, 均明显高于  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$  的(4 GPa)。随着 SiC 含量的增加, 复合材料的硬度也增加, 但杂质(石墨)和孔洞的含量也增多, 成分为  $0.5\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.5\text{SiC}$  的复合材料在烧结过程中有少量 Si 流出; 而当 SiC 含量增加到  $0.2\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.8\text{SiC}$  时, 烧结过程中大量的 Si 流出使得复合材料无法成功烧结。

**关键词:** 复合材料;  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$ ; SiC; 放电等离子烧结

中图分类号: TG148

文献标志码: A

## Influence of Si content on $(1-x)\text{Ti}_3\text{SiC}_2+x\text{SiC}$ composites prepared by spark plasma sintering

NGAI Tung-wai, TAN Wen-chang, ZHENG Jun-jun, LUO Hui-guo, LI Yuan-yuan

(National Engineering Research Center of Near-net-shape Forming Technology for Metallic Materials,

South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

**Abstract:** The elemental powders were used to prepare  $(1-x)\text{Ti}_3\text{SiC}_2+x\text{SiC}$  composite ( $x=0.1\sim 0.8$ ) by using spark plasma sintering. X-ray diffractometer was employed to analyze the phase constituents. The results show that, after sintering at 1 300 °C for 15 min, pure  $0.9\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.1\text{SiC}$  and  $0.2\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.8\text{SiC}$  composites with tiny amount of graphite as impurities were obtained. The microhardness of  $0.9\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.1\text{SiC}$  and  $0.2\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.8\text{SiC}$  composites is 8.8 and 10.5 GPa, respectively, which is significantly higher than that of  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$  (4 GPa). As the SiC contents increase, the impurity (graphite) and pore concentration of the sintered composite increase. During the sintering of  $0.5\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.5\text{SiC}$ , some Si melts out from the sample. When the SiC content reaches  $0.2\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.8\text{SiC}$ , the sintering is failed because significant amount of Si melts out from the sample.

**Key words:** composite;  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$ ; SiC; spark plasma sintering

SiC 具有密度低、耐高温、耐磨损、耐腐蚀、化学稳定性高等优点, 适合作为耐高温、耐磨损材料和核装置的结构材料<sup>[1-2]</sup>。然而, 碳化硅韧性差, 容易断裂, 难加工, 若与韧性较好的材料配合, 制成复合材料可改善其总体性能。碳化硅钛( $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$ )是一种新型

陶瓷材料, 由于其兼有金属和陶瓷的优良性能, 因而引起广泛关注<sup>[3]</sup>。碳化硅钛像金属一样是优良的热电导体, 室温时的导电和导热性能超过 Ti 金属的, 且对热震不敏感, 高温时表现出塑性行为; 同时具有较高的屈服强度、良好的热稳定性和高温强度等陶瓷特性<sup>[4]</sup>。

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50774036); 广东省自然科学基金资助项目(8151064101000029); 国家重点基础研究计划专项课题资助(2007CB616905)

收稿日期: 2010-06-28; 修订日期: 2010-10-28

通信作者: 倪东惠, 教授, 博士; 电话: 020-87112272; E-mail: dhni@scut.edu.cn

Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> 和 SiC 的晶格常数甚为接近, 两者共存时的热稳定性好, 适合与 SiC 配对, 制成复合材料。因此, 不少国内外学者致力于 Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-SiC 复合材料的研究, 以提高材料的综合性能<sup>[5-10]</sup>。

放电等离子烧结(SPS)是一种新型快速烧结技术, 它融等离子活化和热压技术为一体, 具有升温快、烧结时间短、冷却迅速、外加压力和烧结气氛可控等特点, 适用于陶瓷、金属、复合材料和纳米材料的烧结。采用 SPS 技术能在较低温度下快速烧结出性能优良的细晶材料。国内外有不少学者在利用放电等离子烧结技术对制备新型 Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> 陶瓷及其复合材料方面展开研究<sup>[10-12]</sup>。ZHANG 等<sup>[10]</sup>在以元素粉末为原料的基础上, 通过加入 1%(质量分数)的 Al, 在 1 250~1 350 °C 和 70 MPa 压力下用 SPS 烧结 10 min, 制备出 SiC 体积分数分别为 10%、20%、30%和 40%的 Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-SiC 复合材料。研究表明: 随着 SiC 在复合材料中含量的增加, 材料的维氏硬度、断裂韧性和电阻率均有所提高。ZHOU 等<sup>[11]</sup>以 2TiC/1Ti/1Si/0.2Al 作为原始成分配比, 在 1 250~1 300 °C 和 30 MPa 压力下用 SPS 烧结 8 min, 制备出致密度达到 98.7%的单相 Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>。ZHU 等<sup>[12]</sup>采用原始成分配比为  $n(\text{Ti}):n(\text{Si}):n(\text{Al}):n(\text{C})=3:1:0.2:2$ , 以 1 200~1 250 °C 放电等离子烧结, 制备出相对密度超过 98%的高纯 Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> 材料。ZOU 等<sup>[13]</sup>采用 TiH<sub>2</sub>、Si 和 TiC 的摩尔比为 1:1:1.8,

在 1 400 °C 下 SPS 烧结制备出单相致密的 Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>, 烧结时间为 20 min。研究表明: Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> 晶粒的尺寸严重受烧结温度影响。LIANG 等<sup>[14]</sup>以 Ti、Si、C 和 Al 的摩尔比为 3:1:2: $x(x=0, 0.1, 0.2, 0.3)$ 为配方, 球磨 10 h 后分别以不同温度进行烧结。他们认为, 添加适量的 Al( $x=0.2$ )有助于提高 Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> 的纯度和降低反应温度。上述报道只涉及 SiC 含量低于 40%(体积分数)的 Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-SiC 复合材料, 为了解更高 SiC 含量的 Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-SiC 复合材料的 SPS 烧结情况, 本文作者以 Ti、Si 和石墨元素粉末为原料, 利用 SPS 烧结技术制备出一系列成分不同的(1- $x$ )Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>+ $x$ SiC 复合材料, 研究 Si 含量对放电等离子烧结制备(1- $x$ )Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>+ $x$ SiC 复合材料的影响, 并对该材料的密度、显微硬度、相组成、显微组织进行分析。

## 1 实验

本研究所采用的钛粉、硅粉、石墨粉和铝粉的纯度和颗粒度如表 1 所列。为了弥补在烧结过程中 Si 的挥发, 在配制 Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> 原始成分时加入过量的 Si(以分子式 Ti<sub>3</sub>Si<sub>1.2</sub>C<sub>2</sub> 代替 Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>)。各样品的成分按 (1- $x$ )Ti<sub>3</sub>Si<sub>1.2</sub>C<sub>2</sub>- $x$ SiC 进行配比( $x=0.1\sim 0.8$ ), 各试样的原始成分如表 2 所列, 每个试样都加入 2%Al(Ti、Si、C

表 1 粉末原料的来源、纯度和颗粒度

Table 1 Supplier, purity and particle size of starting materials

Material	Supplier	Purity/%	Grain size/ $\mu\text{m}$
Ti	Beijing Mountain Technical Development Center for Non-ferrous Metals	>99.9	48
Si	Beijing Mountain Technical Development Center for Non-ferrous Metals	>99.9	48
C	Qingdao Huatai Lubricant Sealing Science and Technology Co. Ltd.	>99.9	15
Al	Beijing Mountain Technical Development Center for Non-ferrous Metals	>99.9	48

表 2 各试样的原始成分、密度和显微硬度

Table 2 Composition, density and microhardness of samples

Sample No.	Sample	w(Ti)/%	w(Si)/%	w(C)/%	$\rho/(\text{g}\cdot\text{cm}^{-3})$	Microhardness/GPa
1	0.9Ti <sub>3</sub> Si <sub>1.2</sub> C <sub>2</sub> -0.1SiC	66.75	20.16	13.09	4.04	8.8
2	0.8Ti <sub>3</sub> Si <sub>1.2</sub> C <sub>2</sub> -0.2SiC	61.79	23.87	14.34	3.94	10.5
3	0.7Ti <sub>3</sub> Si <sub>1.2</sub> C <sub>2</sub> -0.3SiC	56.40	27.90	15.70	3.93	10.7
4	0.6Ti <sub>3</sub> Si <sub>1.2</sub> C <sub>2</sub> -0.4SiC	50.53	32.28	17.19	3.77	12.0
5	0.5Ti <sub>3</sub> Si <sub>1.2</sub> C <sub>2</sub> -0.5SiC	44.09	37.10	18.81	3.60	14.9
6	0.2Ti <sub>3</sub> Si <sub>1.2</sub> C <sub>2</sub> -0.8SiC	20.56	54.68	24.76	-	-

粉末总质量的2%)作为烧结助剂。

将各种原料粉末按表2所列出的比例配好,在氩气氛下混合24 h后于60 °C真空干燥24 h,然后,在内径为30 mm、外径为70 mm的石墨模具中用SPS真空烧结。采用红外测温,用6 min从室温升至600 °C,然后以50 °C/min升至1300 °C,保温15 min后关闭电源,随炉冷却。在烧结过程中缓慢加压,温度升至600 °C时加压到50 MPa后保压,直到样品冷却至600 °C以下后缓慢卸压。最后得到厚度约为5 mm的圆片状烧结试样。为了考察经放电等离子烧结15 min后试样是否达到相平衡状态,在电阻管式炉中对烧结试样进行热处理,其工艺是用50 min从室温加热到400 °C,再用3.5 h加热到1450 °C,保温2 h后随炉冷却。

烧结后的试样用Archimedes法测定密度。硬度测试采用HX-1000维氏显微硬度计测量,载荷为9.8 N,加载时间为20 s。除特别说明外,采用铜靶在PANalytical X'Pert PRO X射线衍射仪(XRD)上进行相分析,加速电压和加速电流分别为40 kV和40 mA,扫描速率为0.02 (°)/s。

## 2 结果及分析

图1所示为经1300 °C放电等离子烧结15 min后,样品1~6的XRD谱。从图1可以看出,试样1的主相为Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>,次要相为SiC,样品中看不出有其他杂质,说明当原始元素配比为0.9Ti<sub>3</sub>Si<sub>1.2</sub>C<sub>2</sub>-0.1SiC+2%Al(质量分数)时,通过放电等离子烧结可以制得纯净的0.9Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-0.1SiC复合材料。试样2、3和4的主相及次要相同样为Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>和SiC,此外,还有残留石墨的存在,说明设计成分中的石墨并未完全反应变成碳化物,这可能是本实验所用的石墨模具所致,但从残留石墨的含量随着SiC含量的增加而增加这一事实看来,更可能的是反应没有完全。由于试样3和4是用Co靶在X射线衍射仪上进行相分析,因此,衍射谱上特征峰的位置与其他样品的特征峰位置(2θ角)有所偏移。试样4的设计成分是0.6Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-0.4SiC,与烧结试样1、2和3不同的是在烧结温度达到约为1150 °C时有少量银灰色液体流出。由于实验采用红外测温,而且测量位置是在石墨模具壁厚深度为12 mm的测温孔内,而石墨模具的壁厚为19.8 mm,加上红外测温有其自身不足之处,因此,红外测量到的温度并非样品的真实温度。本课题组在同一设备上以放电等离子烧结制备Ti/Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>层状材料时,测得Ti在约为1350 °C(红外测温)时开始熔化,比Ti的真实熔点

(1660 °C)低了310 °C。Si的熔点为1414 °C,减去310 °C,也就是在等离子烧结设备里,在1100 °C(红外测温)左右Si就会熔化。因为Ti和C的熔点都明显高于Si的,因此,可以断定在1150 °C时,少量流出的银灰色液体为Si或是Ti-Si共晶。从XRD衍射结果可以看到,试样中有一定量的残存石墨,Si的流失使原始成分中的石墨未能完全反应变成碳化物。

试样5的设计成分为0.5Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-0.5SiC,经SPS烧结后,其主相和次要相仍为Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>和SiC,但含有较多的杂质相TiSi<sub>2</sub>和C。在烧结过程中,有较多液体Si从试样中流出,正是由于较多的Si流出,原始粉末中的C并未能全部反应生成碳化物,因此,以Ti、Si和C元素粉末为原料,在1300 °C放电等离子烧结15 min后,不能制备出符合要求的0.5Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-0.5SiC复合材料。试样6的设计成分为0.2Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-0.8SiC。在烧结试样6的过程中有大量的Si流出,为防止流出的液体损坏设备,当温度达到约1150 °C时,停止烧结。从图1(f)可见,烧结试样里并没有Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>存在,只有少量的SiC和一定量的TiSi<sub>2</sub>生成,大量的Si和C残留,没有反应生成化合物。在1300 °C时,Ti+2Si→TiSi<sub>2</sub>的吉布斯反应自由能ΔG=-124.950 kJ/mol<sup>[15]</sup>,低于C+Si→SiC反应的ΔG=-62.885 kJ/mol,因此,在放电等离子烧结过程中,TiSi<sub>2</sub>更易于生成。

从图1(b)可以看出,SPS烧结后的试样2(设计成分为0.8Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-0.2SiC)经1450 °C保温2 h后,除残余C含量明显降低外,其相组成与未经热处理的试样一致,说明原始粉末在放电等离子烧结时就已经基本反应完全,适当的热处理可以优化复合材料的相组成。但从图1(e)的结果可知,试样5(设计成分为0.5Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-0.5SiC)经1450 °C保温2 h后,其相组成与未经热处理的试样相比,TiSi<sub>2</sub>的含量明显降低,说明在热处理过程中,TiSi<sub>2</sub>相反应生成了Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-SiC复合材料。但经热处理后,试样中的C含量也明显增多,其原因尚不清楚,但有可能是因为较多的Si流失使大量的C没有反应生成化合物,而由于这些未反应的C分布不均匀,从而造成局部的C含量偏高。

各样品的密度和显微硬度测试结果如表2所列。本研究所制备的Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-SiC复合材料其显微硬度大大高于单相Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>的显微硬度(4 GPa)<sup>[16]</sup>。这说明显微硬度约为25 GPa<sup>[17]</sup>的SiC对Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>具有明显的强化作用。且随着SiC含量的增加,复合材料的密度渐次减小。其原因除了SiC的密度(3.216 g/cm<sup>3</sup>)低于Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>的密度(4.53 g/cm<sup>3</sup>)外,还因为随着Si含量的增加,在烧结过程中流失的Si量也会增加,从而引起孔

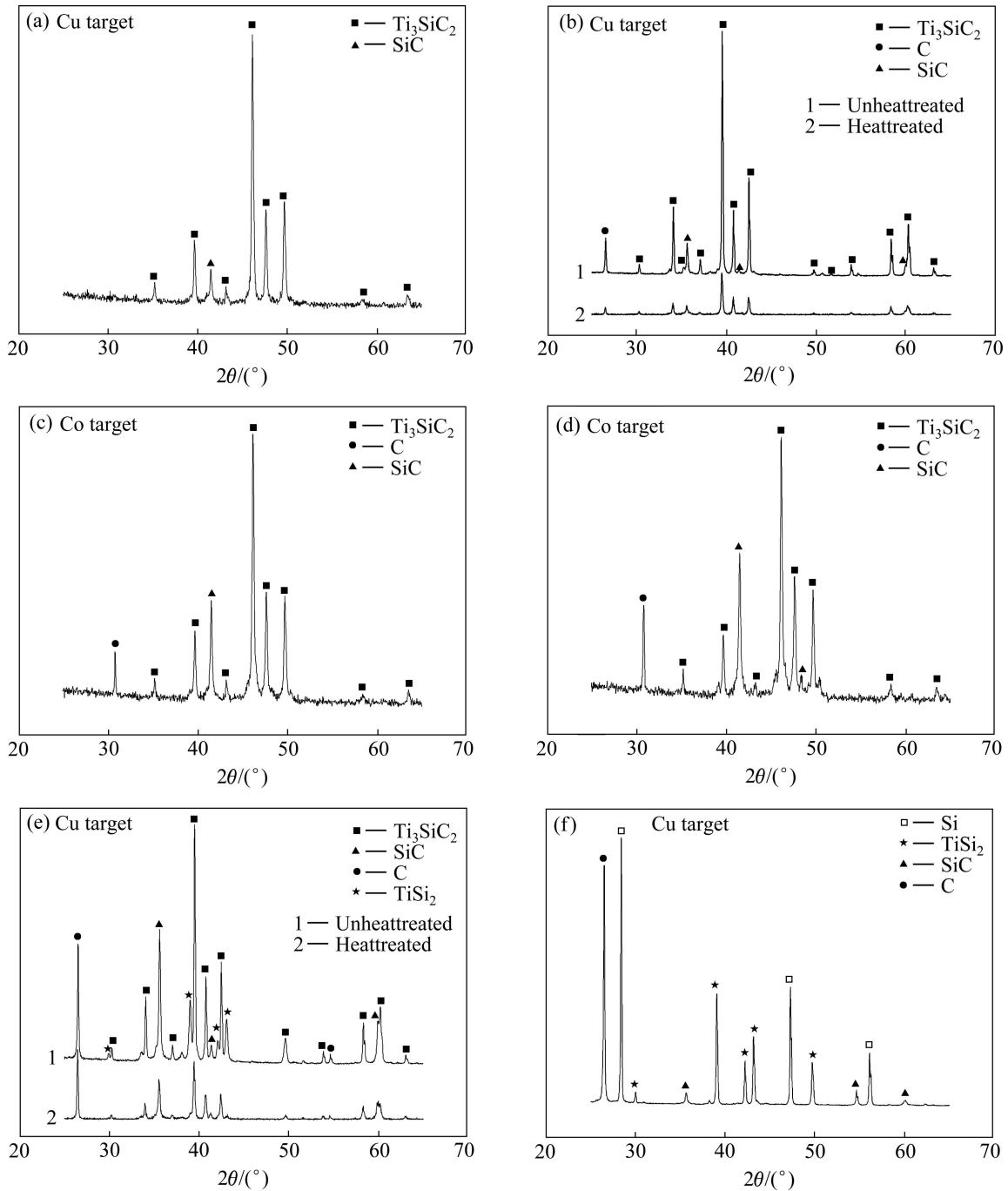


图1 SPS 烧结样品的 XRD 谱

Fig.1 XRD patterns of SPS samples: (a) Sample 1; (b) Sample 2; (c) Sample 3; (d) Sample 4; (e) Sample 5; (f) Sample 6

洞的产生,降低材料的密度。图2所示为样品1、3和5的金相照片。图中灰白色的是 $Ti_3SiC_2$ 相,灰黑色的是SiC相,黑色的是孔洞。从图2可以清楚看到,孔洞量随着SiC含量的增加而增加,而且孔洞都产生在SiC相附近,其原因是 $Ti_3SiC_2$ 先于SiC生成。文献[18]报道,在850℃左右, $Ti_3SiC_2$ 便开始生成,在烧结温度还没有达到1300℃或Si的熔点时, $Ti_3SiC_2$ 便大量生成,而随后在更高的温度下,SiC也开始出现,

但由于此时的温度已接近Si的熔点,因此,在SiC旁的Si还未来得及反应便熔化流走,从而形成孔洞。从热力学方面分析,在850℃时,SiC的吉布斯生成自由能为-67 kJ/mol左右,而 $Ti_3SiC_2$ 的吉布斯生成自由能则约为-510 kJ/mol<sup>[19]</sup>,可见 $Ti_3SiC_2$ 是先于SiC生成。

热压是最常用的 $Ti_3SiC_2$ -SiC制备方法<sup>[5-8]</sup>。其缺点是烧结时间长,晶粒粗大。采用SPS技术虽然可以

克服这个问题, 但烧结高 SiC 含量的复合材料时要注意减少孔洞的产生。从上述结果可总结出, Si 是孔洞的主要来源, 以 SiC 作为 Si 源理论上可以减少孔洞, 但具体效果还需要实验的证明。

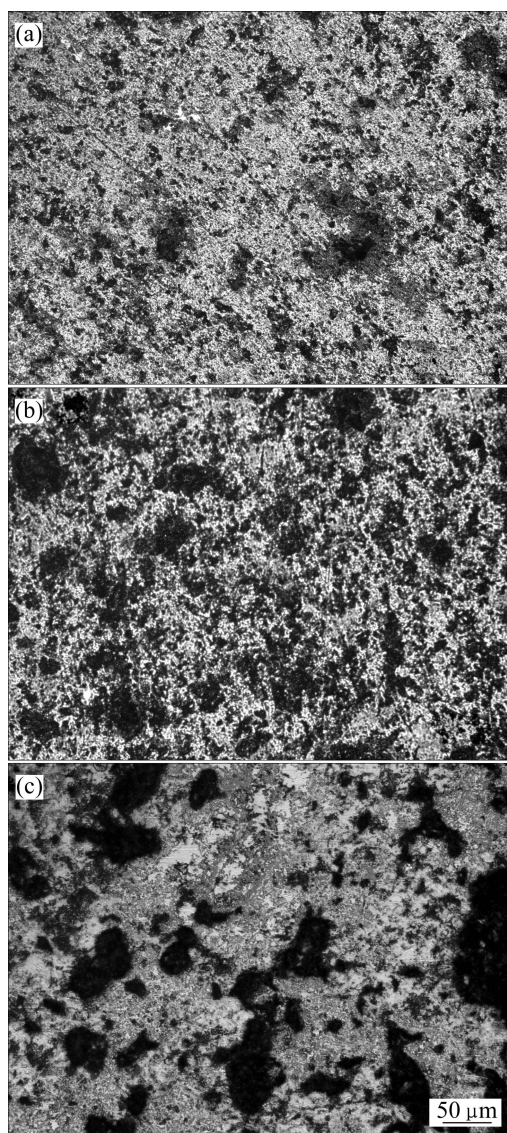


图2 样品的金相照片

Fig.2 Micrographs of samples: (a) Sample 1; (b) Sample 3; (c) Sample 5

### 3 结论

1) 以 Ti、Si 和 C 等元素粉为原料, 并用 Al 粉作为烧结助剂, 以  $1300\text{ }^\circ\text{C}$  SPS 烧结 15 min 可以制备纯净的  $0.9\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.1\text{SiC}$  复合材料和含有少量残存石墨的  $0.8\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.2\text{SiC}$  复合材料。

2)  $0.9\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.1\text{SiC}$  和  $0.2\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.8\text{SiC}$  复合材

料的显微硬度分别为 8.8 和 10.5 GPa, 均明显高于  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$  的(4 GPa)。

3) 由于在烧结过程中 Si 会流失, 因此, 随着 Si 含量的增加, 复合材料中残存的 C 和孔洞也逐渐增加。当样品中 SiC 含量增加到  $0.5\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.5\text{SiC}$  时, 由于流失的 Si 较多, 杂质相  $\text{TiSi}_2$  的含量和孔洞率明显增加。当样品中 SiC 含量增加到  $0.2\text{Ti}_3\text{SiC}_2-0.8\text{SiC}$  时, 由于流失的 Si 太多, 烧结失败。

4) 在放电等离子烧结的过程中, 由于时间较短, 样品内的反应可能没有彻底完全, 因此, 在烧结后对试样进行适当的热处理可以优化复合材料的相组成。

### REFERENCES

- [1] HINOKI T, SNEAD L L, BLUE C A. Development of refractory armored silicon carbide by infrared transient liquid phase processing[J]. Journal of Nuclear Materials, 2005, 347(3): 207-216.
- [2] IZHEVSKYI V A, GENOVAL L A, BRESSIANI J C, BRESSIANI H A. Review article: Silicon carbide structure, properties and processing[J]. Ceramica, 2000, 46(297): 4-14.
- [3] 李世波. 新型层状陶瓷材料  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$ [J]. 材料导报, 2001, 15(9): 26-29.  
LI Shi-bo. A new layered ceramic material  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$ [J]. Materials Review, 2001, 15(9): 26-29.
- [4] BARSOUM M W, EL-RAGHY T J. Synthesis and characterization of remarkable ceramic:  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$ [J]. J Am Ceram Soc, 1996, 79(7): 1953-1956.
- [5] HO-DUC L H, EL-RAGHY T, BARSOUM M W. Synthesis and characterization of  $0.3\text{V}_7\text{TiC}-\text{Ti}_3\text{SiC}_2$  and  $0.3\text{V}_7\text{SiC}-\text{Ti}_3\text{SiC}_2$  composites[J]. J Alloys Compd, 2003, 350: 303-312.
- [6] RADHAKRISHNAN R, HENAGER JR C H, BRIMHALL J L, BHADURI S B. Synthesis of  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{SiC}$  and  $\text{TiSi}_2/\text{SiC}$  composites using displacement reactions in the Ti-Si-C system[J]. Scr Mater, 1996, 34(12): 1809-1814.
- [7] LI S B, XIE J X, ZHANG L T, CHENG L F. Mechanical properties and oxidation resistance of  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{SiC}$  composite synthesized by in situ displacement reaction of Si and TiC[J]. Mater Lett, 2003, 57: 3048-3056.
- [8] 陈秀华, 项金钟, 胡永茂, 李茂琼, 方静华, 吴兴惠, 陈敬超, 周晓龙, 甘国友. 制备  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{SiC}$  复合材料的动力学研究[J]. 云南大学学报: 自然科学版, 2002, 24(S1): 203-205.  
CHEN Xiu-hua, XIANG Jin-zhong, HU Yong-mao, LI Mao-qiong, FANG Jing-hua, WU Xing-hui, CHEN Jing-chao, ZHOU Xiao-long, GAN Guo-you. Study on kinetics of preparing  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{SiC}$  compound materials[J]. Journal of Yunnan University: Natural Science, 2002, 24(S1): 203-205.
- [9] 朱达炎, 朱教群, 梅炳初, 周卫兵.  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$  基复合材料的研究

- 现状及发展趋势[J]. 江苏陶瓷, 2005, 38(4): 23-26.
- ZHU Da-yan, ZHU Jiao-qun, MEI Bing-chu, ZHOU Wei-bing. Progress in research of  $Ti_3SiC_2$  composites[J]. Jiansu Ceramics, 2005, 38(4): 23-26.
- [10] ZHANG J, WU T, WANG L, WANG J, CHENG L. Microstructure and properties of  $Ti_3SiC_2/SiC$  nanocomposites fabricated by spark plasma sintering[J]. Composites Science and Technology, 2008, 68(2): 499-505.
- [11] ZHOU W B, MEI B C, ZHU J Q. Fabrication of high-purity ternary carbide  $Ti_3SiC_2$  by spark plasma sintering technique[J]. Mater Letters, 2005, 59(12): 1547-1551.
- [12] ZHU J Q, MEI B C, HE L P. Synthesis of  $Ti_3SiC_2$  by spark plasma sintering (SPS) of elemental powders[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2003, 13(1): 46-49.
- [13] ZOU Y, SUN Z M, TADA S. Synthesis reactions for  $Ti_3SiC_2$  through pulse discharge sintering  $TiH_2/Si/TiC$  powder mixture[J]. Materials Research Bulletin, 2008, 43: 968-975.
- [14] LIANG B Y, JIN S Z, WANG M Z. Low-temperature fabrication of high purity  $Ti_3SiC_2$ [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2008, 460: 440-443.
- [15] 叶大伦, 胡建华. 实用无机物热力学数据手册[M]. 2版. 北京: 冶金工业出版社, 2002: 1-3.
- YE Da-lun, HU Jian-hua. Practical handbook of thermodynamic data for inorganic compounds[M]. 2nd ed. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2002: 1-3.
- [16] GAO N F, MIYAMAMOTO Y, ZHANG D. Dense  $Ti_3SiC_2$ : Prepared by reactive HIP[J]. Journal of Materials Science, 1999, 34(10): 4385-4392.
- [17] SNEAD L L, NOZAWA T, KATOH Y, BYUN T S. Handbook of SiC properties for fuel performance modeling[J]. Journal of Nuclear Materials, 2007, 371(1/3): 329-377.
- [18] GOESMANN F, SCHMID-FETZER R. Temperature-dependent interface reactions and electrical contact properties of titanium on 6H-SiC[J]. Semicond Sci Technol, 1995, 10: 1652-1658.
- [19] PASUMARTHI V, CHEN Y, BAKSHI S R, AGARWAL A. Reaction synthesis of  $Ti_3SiC_2$  phase in plasma sprayed coating[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2009, 484: 113-117.

(编辑 李艳红)