

**М. П. Гадзира^{1, *}, Н. К. Давидчук¹, Я. Г. Тимошенко¹,
М. О. Пінчук¹, О. О. Бочечка^{2, **}.**

¹Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича
НАН України, м. Київ, Україна

²Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля
НАН України, м. Київ, Україна

*m.gadzyra@ipms.kyiv.ua

**obochechka@gmail.com

Синтез нанорозмірного композиційного порошку SiC–TiC та дослідження процесу його консолідації під високим тиском

Досліджено процес синтезу твердого розчину вуглецю в карбіді кремнію (SiC–C) в умовах “тліючого” самопоширювального високотемпературного синтезу (СВС) у присутності діоксиду титану (TiO₂), а також структуру та властивості кераміки, сформованої в умовах спікання під високим тиском. Встановлено, що синтез композиційного порошку SiC–TiC відбувається із суміші терморозширеного графіту (ТРГ) та кремнію за масового співвідношення від 1:2,7 до 1:4 та вмістом TiO₂ 35 % (за масою) за температури 1200 °С. Розвиток “тліючого” СВС карбиду кремнію характеризується нерівноважністю процесів у мікрооб’ємах, обумовлених структурним станом ТРГ і протіканням газотранспортних реакцій. Підвищення температури в мікрооб’ємі завдяки екзотермічній реакції між ТРГ та кремнієм формує сприятливі термодинамічні умови синтезу карбиду титану в системі ТРГ–Si–TiO₂. Аналіз рентгенографічних даних показав, що параметри ґраток обох карбідів мають менші значення в порівнянні зі значеннями для стехіометричних карбідів. Спечена за високих тисків кераміка на основі синтезованих композиційних порошків характеризується високою твердістю (43,4 ГПа) внаслідок дисперсійно-деформаційного зміцнення.

Ключові слова: терморозширений графіт, твердий розчин вуглецю в карбіді кремнію, діоксид титану, карбід титану, спікання під високим тиском.

ВСТУП

В багатьох дослідженнях було доведено, що композиційні матеріали (КМ) на основі двохкомпонентних карбідів дозволяють компенсувати недоліки індивідуальних карбідів і що механічні властивості КМ можуть бути значно вищими за властивості однокомпонентних аналогів [1, 2]. У [3] описано напівмолекулярний розвиток золь-гель синтезу, що викликає формування нанометричних гомогенних композитів. Отриманий нанокompозитний порошок з карбідів кремнію і титану (SiC–TiC) було спечено за різних температур для отримання зразків з різною (від 57 до 96 %) відносною густиною. У [4] проведено флеш-піроліз, який поєднує звичайний піроліз із флеш-спіканням, для отримання полімерних нанокompозитів SiC–TiC, у [5] для синтезу наночастинок SiC розроблено мікрохвильовий плазмовий процес, що відбувається за атмосферного тиску і використовує метилтрихлорсилан (MTS) як попередник (діє як джерело вуглецю та кремнію), а також додатко-

ву подачу водню для забезпечення повного відновлення реакційного середовища. Композитні порошки SiC–TiC [6] було синтезовано в атмосфері аргону методом карботермічного відновлення з використанням золю кремнезему, TiO_2 і різних джерел вуглецю (графіту та крохмалю) як сировини; досліджено вплив різних джерел вуглецю та температур реакції на фазовий склад, розподіл частинок за розмірами та мікроструктуру композитних порошків SiC–TiC. У [7] композитні порошки SiC–TiC синтезовано в аналогічних умовах з використанням золю кремнезему, TiO_2 та глюкози як сировини. Обговорено вплив різних температур реакції на фазовий склад, розподіл частинок за розмірами та мікроструктуру композитних порошків SiC–TiC.

Перспективним способом отримання нових композиційних керамічних матеріалів є самопоширювальний високотемпературний синтез (СВС), суть якого полягає в локальному ініціюванні екзотермічних реакцій між вихідними реагентами, що дозволяє генерувати значну кількість тепла для поширення фронту фізико-хімічних перетворень з утворенням продуктів синтезу. У [8] досліджено макрокінетику процесу фільтраційного горіння реакційноздатних сумішей Ti–Si–C у середовищі азоту. Було помічено, що збільшення тиску азоту привело до підвищення температури горіння від 150 до 600 °C і швидкості горіння в 2–8 разів завдяки покращенню доступу азоту у фронт горіння. Під час спалювання одержали керамічні порошки $\text{Ti}(\text{C},\text{N})\text{--Si}_3\text{N}_4\text{--SiC}$ з композитними частинками багатогранної форми та вузьким розподілом частинок за розміром.

Інший підхід передбачає використання вихідних композицій, що містять сполуки замість окремих елементів. Наприклад, композити $\text{TiN--SiC--Si}_3\text{N}_4$ було синтезовано із суміші $\text{TiSi}_2\text{--SiC}$ у процесі реакції горіння під тиском азоту 130 МПа. Як вихідну сировину використовували різні силіциди титану (TiSi , Ti_5Si_3 , TiSi_2) [9, 10].

Важливою задачею є дослідження методів консолідації СВС-порошків TiC–SiC з метою отримання матеріалів з унікальними властивостями для нових застосувань. Композити TiC–SiC було отримано методом іскрового плазмового спікання (ІПС) в [11, 12]. Алмаз–SiC–TiC композити було виготовлено методом іскрового плазмового спікання, який зменшив ймовірність графітизації алмазу через короткий час спікання. Порошок Ti і Si у процесі спікання реагував з вуглецем з утворенням хімічно зв'язаних алмазних композитів SiC і TiC. Результати свідчать про відсутність графітової фази в композитах, спечених за температур 1200–1650 °C [13].

Для виготовлення композиту TiC–SiC, а також монолітної кераміки TiC використовують метод гарячого пресування [14]. Матеріали з TiC–SiC, отримані гарячим пресуванням, мають високі значення твердості та зносостійкості й використовуються для виготовлення деталей, що працюють в умовах сильного зносу (наприклад, елементів піскоструминного апарата).

Значно покращити механічні властивості кераміки можна через застосування високих тисків під час спікання [15]. Швидкість процесів спікання під високим тиском обумовлена високим рівнем механічних впливів, що викликають пластичну деформацію, за якої можуть значно інтенсифікуватися дифузійні процеси. У [16] та [17] розглянуто механізм спікання кераміки на основі порошку твердого розчину вуглецю в SiC, а також вивчено кінетичні аспекти процесу спікання під високим тиском. Основною причиною зміцнення такої кераміки є зростання щільності дислокацій у кристалічній структурі (SiC–C) у процесі спікання під високим тиском за рахунок їхнього гальмування на планарних вуглецевих дефектах.

Однак в описаних методах синтезу та спікання часто використовують дорогі та малопоширені вихідні компоненти синтезу. Навіть у разі використання недорогих вихідних речовин застосовують складні технологічні процеси з використанням високих температур, тисків та специфічних середовищ (карботермічна обробка, азотування та ін.). Для деяких способів синтезу необхідно використовувати дороге та складне, малопоширене устаткування. Цікавою є технічна реалізація сумісного синтезу SiC та TiC із застосуванням мало-затратної економічної технології. Вирішення цієї проблеми можливе через використання як вихідного вуглецевого компонента терморозширеного графіту зі специфічною (стільниковою) структурою, яка складається з локальних осередків, які утворилися з декількох атомних площин графіту. У таких локальних об'ємах за встановлених технологічних параметрів реалізується синтез твердого розчину вуглецю в карбіді кремнію (SiC–C).

Проте, дослідження умов та технологічних параметрів сумісного синтезу композиційного порошку TiC–SiC та вивчення структуроутворення утвореного керамічного матеріалу під час спікання під високим тиском раніше не проводили.

Метою роботи є дослідження можливості застосування методу “тілючого” СВС для одержання нано- та мікророзмірних композиційних порошків TiC–SiC в умовах одночасної взаємодії між терморозширеним графітом (ТРГ), кремнієм та оксидом титану та ущільнення синтезованих порошків в умовах спікання під високими тисками та температурами.

МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

В процесі виконання роботи було проведено експеримент з реалізації синтезу твердого розчину SiC–C в умовах “тілючого” СВС у присутності діоксиду титану (TiO₂). Також досліджено ущільнення синтезованих порошків в умовах спікання за високого тиску. В якості вуглецевої компоненти синтезу використовували високодефектний ТРГ, який було отримано експериментально. Процес окислювальної інтеркаляції графіту проводили в лабораторний умовах згідно методики [18]. Розмір частинок кремнію складав 15–20 мкм, порошок оксиду титану мав середній розмір частинок 5–7 мкм. Гомогенізацію продуктів здійснювали в планетарному млині, футерованому твердосплавними пластинками, та з використанням твердосплавних кульок.

Процес взаємодії ТРГ із кремнієм у присутності TiO₂ проводили за температури 1200 °C упродовж 60 хв. Маса вихідної суміші становила 2 кг. У процесі синтезу вміст TiO₂ в сумішах витримували постійним, що дорівнював 35 %¹ за зміни співвідношення мас ТРГ і кремнію від 1:2,7 до 1:4. В іншому разі синтез проводили за постійного співвідношення ТРГ до кремнію 1:3 за зміни вмісту TiO₂ від 20 до 35 %. Синтезований порошок після очищення в NaOH та HF відпалювали за температури 700 °C у водні. Фазовий рентгеноструктурний аналіз проводили за рентгенограмами полікристалічних матеріалів, отриманих на дифрактометрі ДРОН-УМ1 (CuKα випромінювання), в якому було реалізовано схему зйомки за Бреггом–Бретано з монохроматором на дифрагованому пучку. Мікротвердість визначали на приладі ПМТ-3 за навантаження 1,96 Н.

Спікання дослідних зразків проводили на установці одноосного стиснення в камері високого тиску типу “тороїд” на пресовій установці ДО-044 упродовж 60 с. Тиск у камері високого тиску визначали опосередковано за кімнатної температури у відповідності до відомої методики [19].

¹ Тут і далі вміст матеріалів приведено в % (за масою),

Мікроструктуру утворених зразків досліджували за допомогою електронного мікроскопа ПЕМУ-125.

РЕЗУЛЬТАТИ ЕКСПЕРИМЕНТУ ТА ОБГОВОРЕННЯ

Синтез TiC за відносно невисоких температур з TiO₂ та вуглецю базується на використанні екзотермічного ефекту під час взаємодії ТРГ з дисперсним кремнієм. Розвиток “тілючого” CBC SiC характеризується нерівноважністю процесів у мікрооб’ємах, обумовлених структурним станом ТРГ і протіканням газотранспортних реакцій за температури 1200 °C [22]. У даному експерименті було розглянуто можливі реакції взаємодії у системі TiO₂–C з метою визначення термодинамічної ймовірності їхнього протікання. Критерієм спрямованості процесу є значення вільної енергії Гіббса:

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S,$$

де ΔG , кДж/моль – вільна енергія Гіббса; ΔH , кДж/моль – ентальпія утворення; ΔS , кДж/(моль·К) – ентропія. Основними вихідними величинами для обчислення енергії Гіббса та її зміни в результаті ізотермічної реакції є ентальпія та ентропія речовин

$$\Delta H = \Delta H_{\text{прод}} - \Delta H_{\text{вих}}, \quad \Delta S = \Delta S_{\text{прод}} - \Delta S_{\text{вих}},$$

де $\Delta H_{\text{прод}}$ і $\Delta S_{\text{прод}}$ – теплота утворення і ентропія продукту взаємодії реакції; $\Delta H_{\text{вих}}$ і $\Delta S_{\text{вих}}$ – теплота утворення і ентропія сполук вихідного складу реакції.

Згідно із цими рівняннями самовільному протіканню реакцій сприяють великі від’ємні значення ΔH (значне виділення енергії в ході реакції) та великі додатні значення ΔS (збільшення ентропії). Необхідні для розрахунків значення вказаних величин реагентів наведено в [20]. Результати розрахунків вільної енергії Гіббса в інтервалі 298–1900 К показано на рис. 1.

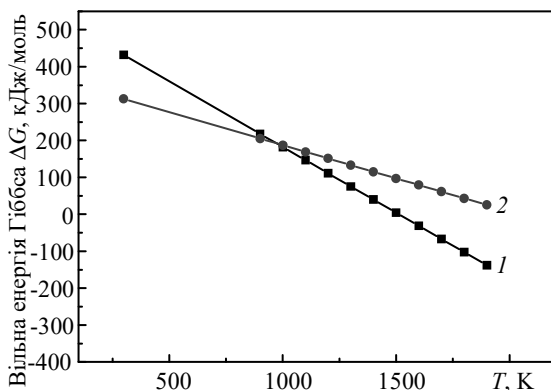


Рис. 1. Температурна залежність зміни вільної енергії Гіббса реакцій у системі TiO₂–C: реакція TiO₂ + 3C → TiC + 2CO (1), реакція TiO₂ + 2C → TiC + CO₂ (2).

Підвищення температури в мікрооб’ємі за рахунок CBC SiC [21, 22] приводить до сприятливих термодинамічних умов синтезу TiC у системі ТРГ–TiO₂ за реакцією (1), тому що нульового значення енергія Гіббса набуває за температур 1250–1280 °C (див. рис. 1).

Ріст зерен TiC у таких умовах ускладнений завдяки конкуренції двох процесів карбідоутворення. Екзотермічність реакції між ТРГ і TiO₂ відсутня, що може впливати на характер процесу карбідоутворення кремнію і формування наноконпозиційного складу двох карбідів. Синтез у такій системі відбувається

в присутності атомів азоту, оскільки використання захисного середовища не проводили.

Слід зазначити, що вміст залишкового вуглецю в продуктах синтезу не перевищує 0,5 % навіть за співвідношення ТРГ до Si рівного 1:4. За меншого співвідношення продукт синтезу містить більш високий відсоток непрореагованого ТРГ, а також менший вміст TiC, що ймовірно пов'язано з меншим проявом екзотермічного ефекту під час взаємодії ТРГ із кремнієм.

Аналіз рентгенівських дифрактограм (рис. 2) показав, що параметри ґраток обох карбідів мають менші значення в порівнянні зі значеннями для стехіометричних карбідів. Менше значення параметра ґратки SiC (табл. 1) пов'язане з розчиненням атомів вуглецю і формуванням структури твердого розчину вуглецю в SiC. Його менше значення в порівнянні з досягнутим раніше в системі ТРГ–Si ($a = 0,4352$ нм) [17], ймовірно, зумовлено впливом процесу карбідоутворення титану на процес розчинення вуглецю в ґратці SiC.

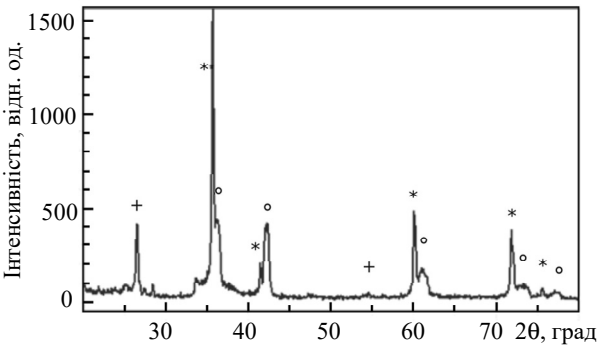


Рис. 2. Фрагмент рентгенівської дифрактограми порошку, синтезованого в системі ТРГ–Si–TiO₂ за температури 1200 °C: TiC (○), SiC (*), C (+).

Таблиця 1. Параметри ґратки спільно синтезованих SiC і TiC у разі постійного вмісту TiO₂ (35 %) у вихідній шихті

Співвідношення мас ТРГ до Si	Параметр ґратки сполук, нм	
	SiC	TiC
1:2,7	0,4346(1)	0,4292(1)
1:3,0	0,4348(2)	0,4283(1)
1:3,5	0,4348(1)	0,4283(2)
1:4,0	0,4351(1)	0,4277(2)

Як видно з табл. 1, простежуються тенденції незначного зростання параметра ґратки SiC і більш істотного зменшення параметра ґратки TiC у разі збільшення співвідношення мас ТРГ до Si. Аналіз значень параметрів ґратки TiC показав, що таке істотне його низьке значення, ймовірно, може бути пов'язане з розчиненням атомів азоту в ґратці і формуванням структури карбонітриду титану стехіометричного складу TiC_{0.4}N_{0.6}. За постійного співвідношення ТРГ та кремнію (1:3) та збільшення вмісту TiO₂ в складах вихідних шихт від 20 до 35 % також спостерігали формування карбідів SiC та TiC з меншим параметром ґратки. Для SiC параметр ґратки практично не залежить від вмісту TiO₂ і не відрізняється від значення параметра ґратки, сформованого в умовах попереднього синтезу зі сталим вмістом TiO₂ у складі вихідної шихти. Спостерігали монотонне зменшення параметра ґратки TiC в умовах синтезу

за сталого співвідношення між ТРГ та кремнієм та зростанні вмісту TiO_2 від 20 до 35 %.

Таблиця 2. Параметри ґраток спільно синтезованих SiC і TiC у разі постійного співвідношення мас ТРГ до Si (1: 3) у вихідній шихті

Вміст TiO_2 , %	Параметр ґратки сполук, нм	
	SiC	TiC
20	0,4348(3)	0,4260(4)
25	0,4348(2)	0,4258(5)
30	0,4348(2)	0,4257(3)
35	0,4349(3)	0,4254(5)

Аналіз ПЕМ зображень частинок порошку (рис. 3) показав наявність агломератів високодисперсних частинок та нанострижнів.

Агломерати складаються як з частинок SiC, так і з частинок TiC, причому останні є найбільш високодисперсною фракцією. Аналіз світлопольних ПЕМ зображень композиційного порошку (див. рис. 3) дозволив оцінити середні розміри частинок. Найбільш високодисперсна фракція частинок має середній розмір ~ 20 нм, нанострижні – до 50 нм у поперечному перерізі і довжину до 0,5 мкм. Частинки SiC характеризуються дефектністю росту, про що свідчить смугастий контраст на їхніх зображеннях.

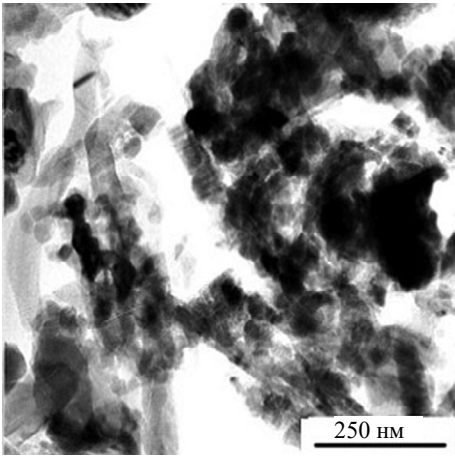


Рис. 3. ПЕМ картина композиційного порошку, синтезованого в системі ТРГ–Si– TiO_2 .

Синтезовані таким способом наноконпозиційні порошки не можуть бути придатними до спікання в апаратах високого тиску без попереднього їхнього очищення від залишкових вуглецю, кремнію та оксиду кремнію. З метою виділення найбільш дисперсної фракції порошку була проведена операція його сепарації за допомогою обробки в розчинах NaOH та HF і відмивання до певного рН, коли відбувається процес “зависання” нанодисперсних частинок порошку за рахунок утворення в структурі простежуються тенденції незначного зростання параметра ґратки SiC. Утворення міцел пов’язано з найбільш дисперсними частинками порошку. Це дозволило виділити практично однорідні за розміром частинки наноконпозиційного порошку, фазовий склад яких відповідав двом фазам – твердому розчину SiC–C та твердому розчину азоту в TiC (TiCN).

Підвищення тиску під час спікання приводить до розширення дифракційних максимумів як TiC, так і SiC. Це відображається в зменшенні областей когерентного розсіювання (ОКР) фазових складових за збільшення тиску від 4 до 8 ГПа (табл. 3). Водночас значення розмірів ОКР для карбіду кремнію завжди менші за відповідні величини для TiC, також для TiC реєстрували менший період ґратки (0,4276–0,4285 нм) порівняно зі значенням для стехіометричного TiC (0,4328 нм). Це може свідчити про наявність у ґратці TiC атомів азоту, які заміщують вуглець.

Таблиця 3. Значення періодів ґратки SiC і TiC та розміри ОКР у зразках SiC–TiC, спечених під високим тиском

Режим спікання		Період ґратки, нм		ОКР, нм
Тиск, ГПа	Температура, °C	SiC	TiC	SiC/TiC
4	1100	0,4348	0,4280	31/35
	1200	0,4350	0,4276	43/47
6	1100	0,4347	0,4278	26/31
	1200	0,4347	0,4283	32/34
8	1100	0,4353	0,4285	23/25
	1200	0,4350	0,4282	18/24

Таблиця 4. Мікротвердість спеченого за високого тиску та високої температури наноконпозиційного порошку SiC–TiC (виділена за допомогою сепарації нанофракція)

Режим спікання			Мікротвердість (HV0,2), ГПа
Тиск, ГПа	Температура, °C	Витримка, с	
4	1200	60	33,8
6	1200	60	38,2
8	1200	60	43,4

Як видно на зображеннях мікроструктури, спікання за тиску 8 ГПа та температури 1200 °C (рис. 4) сприяє збереженню нанорозмірності частинок SiC та TiC. Практично не спостерігали рекристалізованих зерен. Зерна TiC ідентифікували як більш контрастні окремі зображення, що зумовлено більшою поглинаючою здатністю атомів Ti до електронного пучка. Однак більш інформаційними стосовно розміру зерен у спечених зразках є темнопольні зображення (рис. 5).

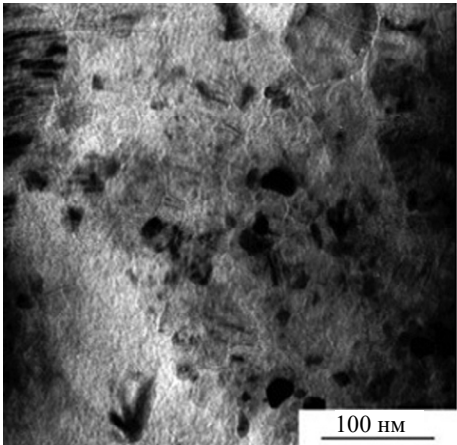


Рис. 4. Фрагмент структури спеченого SiC–TiC зразка (сепарована нанофракція) за тиску 8 ГПа та температури 1200 °C.

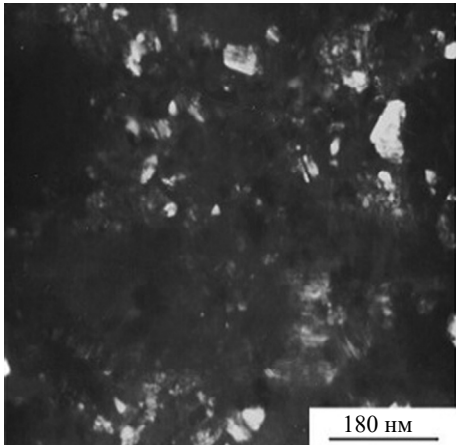


Рис. 5. Фрагмент темнопольного зображення спеченого SiC–TiC зразка (сепарована нанофракція) за тиску 8 ГПа та температури 1200 °C.

Такі зображення утворюються дифрагованим електронним пучком, що дає змогу спостерігати на темному фоні світлі фрагменти, що утворюються дифрак-

цією електронів на атомних площинах зерен. На цих зображеннях чітко можна спостерігати не тільки самі зерна, а також їхню субструктуру, що виникає через зростання дислокацій у процесі дії високого тиску завдяки розчиненню атомів вуглецю та азоту в зернах SiC та TiC відповідно. Монотонне зменшення ОКР у структурі SiC та TiC (див. табл. 3) за зростання тиску від 4 до 8 ГПа свідчить про суттєве деформаційне зміцнення.

ВИСНОВКИ

Синтез композиційного порошку SiC–TiC відбувається в системі ТРГ–Si–TiO₂ за температури 1200 °С внаслідок “тілючого” СВС SiC. Водночас формуються тверді розчини вуглецю в SiC та азоту в TiC. Зміна співвідношення між ТРГ та кремнієм та вміст діоксиду титану впливає на параметри ґраток SiC та TiC.

Під час спікання синтезованих нанопорошків за високих тисків (4–8 ГПа) та температур (1100–1200 °С) зберігається нанорозмірність частинок, що зумовлює високий рівень твердості (43,4 ГПа) сформованих полікристалів внаслідок дисперсійно-деформаційного зміцнення.

ФІНАНСУВАННЯ

Дана робота не мала зовнішнього фінансування.

КОНФЛІКТ ІНТЕРЕСІВ

Автори роботи заявляють, що не мають конфлікту інтересів.

M. P. Gadzyra¹, N. K. Davydchuk¹, Ya. G. Tymoshenko¹,
M. O. Pinchuk¹, O. O. Bochechka²

¹Frantsevich Institute for Problems of Materials Science,
National Academy of Science of Ukraine, Kyiv, Ukraine

²Bakul Institute for Superhard materials,
National Academy of Science of Ukraine, Kyiv, Ukraine
Synthesis of nanosized SiC–TiC composite powder and study
of its consolidation process under high pressure

The process of synthesis of a solid solution of carbon in silicon carbide (SiC–C) under conditions of “smoldering” self-propagating high-temperature synthesis (SHS) in the presence of titanium dioxide, as well as the structure and properties of ceramics formed under conditions of sintering under high pressure, was investigated. It was established that the synthesis of the SiC–TiC composite powder occurs from a mixture of thermally expanded graphite (TEG) and silicon in a mass ratio of 1:2.7 to 1:4 and a titanium dioxide content of 35 wt % at a temperature of 1200 °C. The development of “smoldering” SHS of silicon carbide is characterized by non-equilibrium processes in microvolumes, due to the structural state of TEG and the course of gas transport reactions. The increase in temperature in the microvolume due to the exothermic reaction between TEG and silicon creates favorable thermodynamic conditions for the synthesis of titanium carbide in the TEG–Si–TiO₂ system. Analysis of X-ray data showed that the lattice parameters of both carbides have underestimated values compared to the values for stoichiometric carbides. Ceramics sintered at high pressures based on synthesized composite powders are characterized by high hardness (43.4 GPa) due to dispersion-strain hardening.

Keywords: thermally expanded graphite, solid solution of carbon in silicon carbide, titanium dioxide, titanium carbide, high pressure sintering.

1. Luo Y., Li Sh., Pan W., Li L. Fabrication and mechanical evaluation of SiC–TiC nanocomposites by SPS. *Mater. Lett.* 2003. Vol. 58. P. 150–153.
2. Chen J., Li W.J., Jiang W. Characterization of sintered TiC–SiC composites. *Ceram. Int.* 2009. Vol. 35. P. 3125–3129.

3. Arena H., Coulibaly M., Soum-Glaude A. SiC–TiC nanocomposite for bulk solar absorbers applications: Effect of density and surface roughness on the optical properties. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*. 2019. Vol. 191, no 21. P. 199–208.
4. Zheng J., Lu K., Tech V. Electrically conductive and thermally stable SiC–TiC containing nanocomposites via flash pyrolysis. *J. Am. Ceram. Soc.* 2021. Vol. 104, no 6. P. 2460–2471.
5. Van Laar J.H.V., Slabber J.F.M., Meyer J.P., Van der Walt. I.J., Puts G.J., Crouse P.L. Microwave-plasma synthesis of nano-sized silicon carbide at atmospheric pressure. *Ceram. Int.* 2015. Vol. 41, no 3, Part B. P. 4326–4333.
6. Jilin H., Hongxia P., Chuanyue H., Wenming G., Xiuying T., Yangxi P. Effects of different carbon sources and reaction temperatures on the synthesis of SiC–TiC composite powders by carbothermal reduction. *J. Ceram. Process. Res.* 2017. Vol 18, no 1. P. 79–85.
7. Hu J.-L., Hu C.-Y., Guo W.-M. Synthesis of SiC–TiC composite powders using glucose as a carbon source. *J. Synth. Cryst.* 2017. Vol. 46, no 2. P. 311–315.
8. Patsera E.I., Pogozhev Y.S., Akopdzhanyan T.G., Levashov E.A. Combustion synthesis and consolidation of Ti (C, N)–Si₃N₄–SiC heterophase ceramic with YAG sintering additives. *Ceram. Int.* 2024. Vol. 3. P. 4513–4522.
9. Zhang X., Zhou L., Han J., Zheng Y. Effect of diluent content on Si₃N₄–SiC–TiN ceramics prepared by self-propagation high-temperature synthesis. *J. Chinese Ceram. Soc.* 2006. Vol. 34, no 6. P. 708–712.
10. Ravichandran K.C., Praseetha P.K., Thirumurugan A., Suyamprakasam G. Synthesis of nano-composites. *Synthesis of Inorganic Nanomaterials*. Sawston, Cambridge: Woodhead Publishing, 2018. Chapter 6. P. 141–168.
11. Cabrero J., Audubert F., Pailler R. Fabrication and characterization of sintered TiC–SiC composites. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2011. Vol. 31, no 3. P. 313–320.
12. Wang L., Jiang W., Chen L. Fabrication and characterization of nano-SiC particles reinforced TiC/SiC nanocomposites. *Mater. Lett.* 2004. Vol. 58, no 9. P. 1401–1404.
13. Wang Y.H., Li T., Li X. Production of diamond–SiC–TiC composite by spark plasma sintering-reactive synthesis. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2015. Vol. 35, no 1. P. 69–76.
14. Kok L., Mohammed F., Muazu A., Lyu Z. Effect of SiC whisker on densification and mechanical properties of hot-pressed TiC-based composites. *Ceram. Int.* 2020. Vol. 46, no 17. P. 27734–27741.
15. Гадзыра Н.Ф., Гнесин Г.Г., Михайлик А.А. Механизм упрочнения спеченного под высоким давлением материала на основе твердого раствора SiC–C. *Огнеупоры и техническая керамика*. 2001. № 1/2. С. 65–70.
16. Давидчук Н.К., Гадзыра Н.Ф., Гнесин Г.Г., Михайлик А.А. Структурообразование и механические свойства композиционной керамики (SiC–C)–Si₃N₄, спеченной под высоким давлением. *Порошковая металлургия*. 2001. № 11/12. С. 100–104.
17. Гадзыра Н.Ф., Гнесин Г.Г., Михайлик А.А. Спекание порошка твердого раствора углерода в карбиде кремния при высоком давлении. *Неорганические материалы*. 1999. Т. 35, № 10. С. 1237–1242.
18. Черныш И.Г., Карпов И.И., Приходько Г.П., Шай В.М. Физико-химические свойства графита и его соединений. Киев: Наук. думка. 1990. 200 с.
19. Бочечка О.О. Фізико-хімічні основи спікання алмазних порошків під дією високого тиску та високої температури. Київ: Наук. думка, 2019. 238 с.
20. Гурвич Л.В., Вейц И.В., Греднева Н.В. и др. Термодинамические свойства индивидуальных веществ: Справ. изд. В 4-х т. Москва: Наука, 1978–1982. 496 с.
21. Gadzyra M., Gnesin G., Mykhailik O., Shul'zhenko O., Bochechka O. SHS of new superhard material based on nonstoichiometric β-SiC. *Int. J. Self-Propagating High-Temperature Synth.* 2000. Vol. 9, no 1. P. 85–95.
22. Гадзыра Н.Ф., Гнесин Г.Г., Михайлик А.А. Механизм синтеза твердого раствора углерода в карбиде кремния. *Порошковая металлургия*. 2001. № 9/10. С. 90–97.

Надійшла до редакції 30.09.25

Після доопрацювання 16.10.25

Прийнята до опублікування 20.10.25