

等通道转角挤压制备 Ag/Ti₃AlC₂ 复合材料及其热处理研究

汪丹丹¹, 田无边¹, 丁健翔², 马爱斌³, 张培根¹, 何 炜¹, 孙正明¹

(1. 东南大学 材料科学与工程学院, 南京 211189; 2. 安徽工业大学 材料科学与工程学院, 马鞍山 243002; 3. 河海大学 材料科学与工程学院, 南京 210098)

摘 要: 采用等通道转角挤压(Equal Channel Angular Pressing, ECAP)并结合热处理制备了 Ag/Ti₃AlC₂ 复合材料。通过 XRD、SEM 分析物相和形貌, 探讨了不同热处理条件下 Ag/Ti₃AlC₂ 材料的电阻率和力学性能。结果表明: 采用 ECAP 可以明显致密化 Ag/Ti₃AlC₂ 疏松坯体, 且在 ECAP 的剪切作用下, 层片状 Ti₃AlC₂ 颗粒沿基面分层并按一定方向排列。Ti₃AlC₂ 的定向排列使材料性能呈现各向异性: 垂直于 Ti₃AlC₂ 排列方向时, Ag/Ti₃AlC₂ 材料的电阻率和压缩强度更高。后续热处理提升了 Ag/Ti₃AlC₂ 的电阻率和压缩强度, 并发现在 800 °C 时增幅显著。这主要归因于 Ag 与 Ti₃AlC₂ 在高温下明显增强的界面反应。本研究表明采用 ECAP 方法可以在致密化 Ag/MAX 复合材料的同时调控其显微组织, 而结合热处理可以进一步调控界面反应并优化材料性能。

关 键 词: 等通道转角挤压; Ag/Ti₃AlC₂; 取向; 热处理

中图分类号: TB333 文献标识码: A

Ag/Ti₃AlC₂ Composites Prepared by Equal Channel Angular Pressing Followed by Heat Treatment

WANG Dan-Dan¹, TIAN Wu-Bian¹, DING Jian-Xiang², MA Ai-Bin³,
ZHANG Pei-Gen¹, HE Wei¹, SUN Zheng-Ming¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Southeast University, Nanjing 211189, China; 2. School of Materials Science and Engineering, Anhui University of Technology, Ma'an Shan 243002, China; 3. College of Mechanics and Materials, Hohai University, Nanjing 210098, China)

Abstract: Equal channel angular pressing (ECAP) followed by heat treatment was carried out to prepare Ag/Ti₃AlC₂ composites. Effects of heat treatment on the electrical resistivities and mechanical properties of the Ag/Ti₃AlC₂ composites were investigated. Results show that ECAP effectively densifies the Ag/Ti₃AlC₂ compacts, and layered Ti₃AlC₂ particles are delaminated and aligned due to shearing effect during ECAP. Alignment of Ti₃AlC₂ particles resulted in anisotropy of electrical and mechanical properties of the composites. Perpendicular to the alignment of Ti₃AlC₂ particles displayed high resistivity and compressive strength. Moreover, resistivity and compressive strength increased with following heat treatment, yielding the maximum at 800 °C. These increments are attributed to the enhanced interfacial reactions between Ag and Ti₃AlC₂ at high temperatures. Findings in this study indicate that densification and microstructural control of Ag/MAX composites can be achieved simultaneously by ECAP, while the following heat treatment can tailor their properties.

收稿日期: 2019-05-23; 收到修改稿日期: 2019-06-24

基金项目: 国家自然科学基金(51731004, 51671054); 中央高校基本科研专项资金(2242019K40056); 江苏省自然科学基金(BK20181285)

National Natural Science Foundation of China (51731004, 51671054); Fundamental Research Funds for the Central Universities in China (2242019K40056); Natural Science Foundation of Jiangsu Province (BK20181285)

作者简介: 汪丹丹(1990-), 女, 博士研究生. E-mail: ddwang1111@163.com

WANG Dan-Dan(1990-), female, PhD candidate. E-mail: ddwang1111@163.com

通讯作者: 孙正明, 教授. E-mail: zmsun@seu.edu.cn; 田无边, 副教授. E-mail: wbtian@seu.edu.cn

SUN Zheng-Ming, professor. E-mail: zmsun@seu.edu.cn; TIAN Wu-Bian, associate professor. E-mail: wbtian@seu.edu.cn

Key words: equal channel angular pressing (ECAP); Ag/Ti₃AlC₂; alignment; heat treatment

Ag 基电接触材料广泛应用于低压电器如开关、接触器、断路器等, 是低压电器的“心脏”, 要求材料具有良好的导电导热性、合适的硬度、较小的接触电阻、良好的耐电弧侵蚀性能、不容易发生熔焊, 易加工且环保无害^[1]。M_{n+1}AX_n(M: 早期过渡金属元素, A: IIIA 或 IVA 主族元素, X: C 或 N, n=1~3)相, 简称 MAX 相, 是一类三元层状化合物相, 兼具金属和陶瓷的优良性能, 具有高的弹性模量, 良好的导电导热性, 易于加工且环保^[2]。有研究报道采用粉末冶金或热压方法制备 Ag/Ti₃AlC₂^[1, 3-6]、Ag/Ti₃SiC₂^[7]、Ag/Ti₂SnC^[8-9]、Ag/Ti₂AlC^[10]复合材料, 这些 Ag/MAX 复合材料均展现了优良的导电性和耐电弧侵蚀性能。其中, 粉末冶金制备的 Ag/10wt% Ti₃AlC₂ 复合材料具有与商业 Ag/CdO 材料相当的耐电弧侵蚀性能^[3], 但是粉末冶金方法制备的 Ag/Ti₃AlC₂ 复合材料相对密度较低, 约 95.5%。

烧结挤压法是近些年制备 Ag 基复合材料的新工艺, 是在传统粉末冶金法基础上增加挤压、拉拔或轧制工序。已有研究报道采用烧结挤压法制备 Ag/C^[11]、Ag/SnO₂^[12-13]等 Ag 基复合材料。经过塑性变形后, 增强相在 Ag 基体中分布更均匀, 材料致密度、硬度和导电性均得到提高。但是, 挤压、拉拔和轧制都改变了试样的尺寸, 并且需要较大的变形力或较高的变形温度。等通道转角挤压(ECAP)是一种大塑性变形工艺, 可以通过多道次挤压增大应变量而不改变试样形状, 并且由于纯剪切作用, 所需的压力相比传统挤压较小^[14-15]。其中, 旋转模等通道转角挤压无需多道次间将试样脱模, 从而可以提高 ECAP 工作效率^[16]。在前期研究报道中^[6], 本课题组采用粉末冶金结合旋转模 ECAP 的方法制备了 Ag/10wt% Ti₃AlC₂ 复合材料, 发现 ECAP 后层状 Ti₃AlC₂ 颗粒沿基面分层, 在 Ag 基体中沿特定方向排列, 并且 Ag 晶粒明显细化, 材料的密度和硬度均明显提高, 其耐电弧侵蚀性能比粉末冶金方法制备的 Ag/Ti₃AlC₂ 材料性能更优异。但是, 该方法的不足之处在于利用粉末冶金方法致密化粉体时所需压力达 1 GPa, 有损模具寿命。有学者报道采用 ECAP 方法致密化纯 Al 或 Al 基复合材料粉末^[17-18], 发现 ECAP 可以在较低压力下使其密度接近理论密度, 材料的力学性能较优。Lapovok 等^[19]研究发现, 在 ECAP 塑性变形过程中, 试样受近乎纯剪切变形, 这种剪切方式改变气孔尺寸, 有利于气孔在压力作用下闭合。此外, Nagasekhar 等^[20]研究发现 Cu 粉在

ECAP 过程中, 粉体由于机械结合、机械互锁作用发生变形, 且这种作用会进一步增强结合效果。正是由于这种循环现象使得坯体致密化, 使其密度达到接近理论密度。所以, ECAP 方法可以在较低压力下致密化疏松坯体。

本研究采用 ECAP 方法致密化 Ag/10wt% Ti₃AlC₂ 混合粉末, 并探索后续热处理工艺对该复合材料性能的影响, 以期开发一种经济有效的 Ag/MAX 复合材料的制备新途径并揭示该过程中的材料组织演化规律及其对性能影响的机理。

1 实验方法

1.1 样品制备

将 Ag 粉(99.9%)和 Ti₃AlC₂ 粉末(99.0%)按重量比 9:1 比例称取, 采用湿法球磨混合 0.5 h, 实现均匀混粉。混合均匀后的粉末在室温下使用 100 MPa 压力加压, 保压 1 min, 得到一个高为 30 mm、直径为 15 mm 的致密度约为 75%的块体, 将其装入纯 Al 包套内。然后将装有 Ag/Ti₃AlC₂ 疏松块体的纯 Al 包套放入旋转模等通道转角挤压模具中(如图 1 所示), 在 200 °C 下使用 37 MPa 压力挤压 8 道次, 挤压速率为 0.2 mm/s, 使用石墨润滑剂润滑。模具的内转角(Φ)为 90°, 外圆角(Ψ)为 0°, 每挤压 1 道次, 模具顺时针旋转 90°, 实现多道次无脱模挤压。挤压 8 道次后将样品脱模, 线切割取出 Ag/Ti₃AlC₂, 在管式炉中、Ar 保护气氛下对样品进行热处理, 热处理条件分别为: 400 °C 保温 2 h、600 °C 保温 2 h、700 °C 保温 2 h、800 °C 保温 2 h。

1.2 性能测试和表征

采用 XRD((D8 Discover, Bruker)分析样品物相, 以 Cu K α ($\lambda=0.1547$ nm)为射线源, 扫描步长为 0.02°。样品抛光后, 采用 30%H₂O₂: NH₃·H₂O 体积比为 1:1 的混合液对样品进行金相刻蚀。采用场发射扫描电子显微镜(FE-SEM, FEI/Philips Sirion 2000, Netherlands)观察样品的微观形貌。

根据阿基米德法使用直读电子比重计(DH-300, China)测定样品密度 ρ , 每个样品测定 7 次, 取平均值。根据 $\rho_{\text{相对}} = \rho / \rho_{\text{理论}}$ (Ag/10wt% Ti₃AlC₂ 的理论密度 $\rho_{\text{理论}}=9.13$ g/cm³) 计算得出样品的相对密度。采用维氏硬度计(FM-700, Japan)测定样品的硬度, 加载压力为 1 kg, 保压时间 5 s。采用万能试验机(CMT5105, China)测试样品的室温压缩性能, 试样

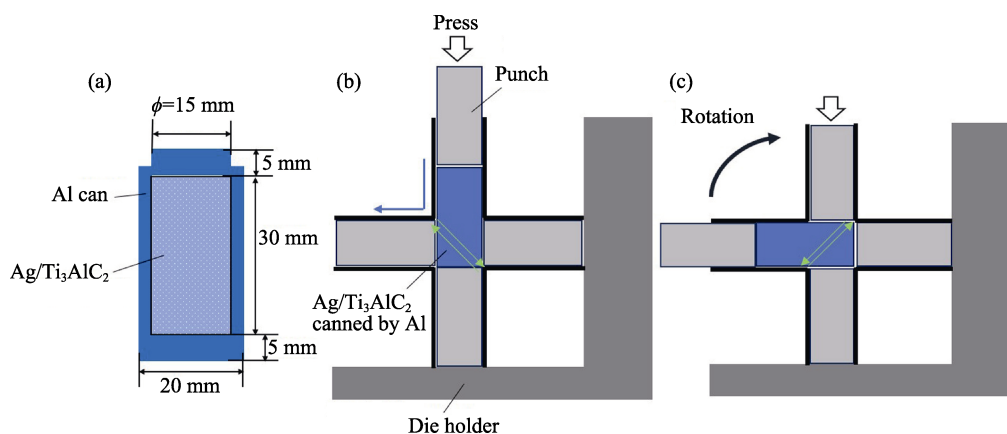


图 1 ECAP 过程示意图

Fig. 1 Schematic diagram of ECAP process

(a) Al can and Ag/Ti₃AlC₂ compact; (b, c) Operation procedures of rotary-die ECAP

尺寸为 $\phi 3 \text{ mm} \times 7.5 \text{ mm}$, 加载速率为 0.45 mm/min 。采用电阻测试仪(METRAHIT 27 I, Germany)测试样品的电阻率, 电阻率试样为 $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$ 的长条。

2 结果与讨论

2.1 微观组织

原料 Ag 粉与 Ti₃AlC₂ 粉末的 SEM 照片如图 2 所示。可以看出 Ag 粉呈近似等轴状晶粒, Ti₃AlC₂ 颗粒具有典型的层片状结构。经测定, Ag 粉的晶粒大小为 $(0.91 \pm 0.28) \mu\text{m}$, Ti₃AlC₂ 粉的粒径为 $(6.5 \pm 3.0) \mu\text{m}$ 。

图 3 为 ECAP 后未热处理态和热处理态 Ag/Ti₃AlC₂ 样品的 XRD 谱图, 可以看出样品均只含有两种物相: Ag 和 Ti₃AlC₂, 没有检测到其他物相。

图 4(a)为 Ag/Ti₃AlC₂ 样品经过 ECAP 后的微观组织, 可以看出 Ti₃AlC₂ 沿一定方向排列并呈长条状, 与 Ti₃AlC₂ 原始粉末的无规则状不同。经统计, ECAP 后 Ag/Ti₃AlC₂ 样品中 Ti₃AlC₂ 的长度为 $(5.9 \pm 3.4) \mu\text{m}$, 宽度为 $(2.1 \pm 1.0) \mu\text{m}$, 相比原始粉末, Ti₃AlC₂ 的长度变化不大, 宽度明显细化。

图 5 为 Ti₃AlC₂ 原始粉末和 ECAP 后 Ag/Ti₃AlC₂ 样品中 Ti₃AlC₂ 的长径比分布图, 两者平均长径比分别为 (1.8 ± 0.7) 、 (3.1 ± 1.6) , 经过 ECAP 后 Ti₃AlC₂ 颗粒的长径比最高可达 8。在 ECAP 过程中, 在挤压力作用下, Ag/Ti₃AlC₂ 粉末在模具内流动, 并在 90° 转角处受到近似纯剪切作用, 层片状 Ti₃AlC₂ 沿基面分层, 从而使 Ti₃AlC₂ 宽度细化而长度不变。此外, 通过图 4(b)可以观察到 Ag 晶界, 晶粒大小为 $(0.86 \pm 0.23) \mu\text{m}$, 与初始 Ag 粉基本相同。

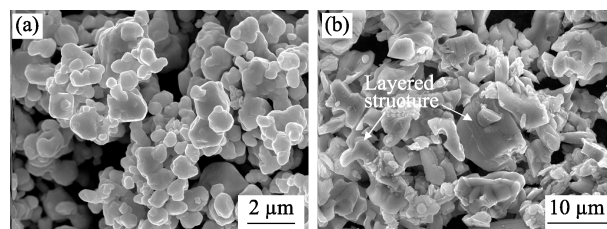
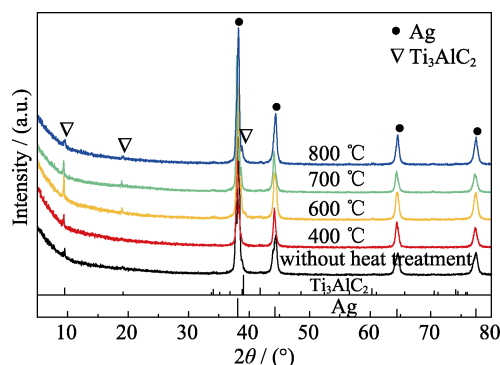
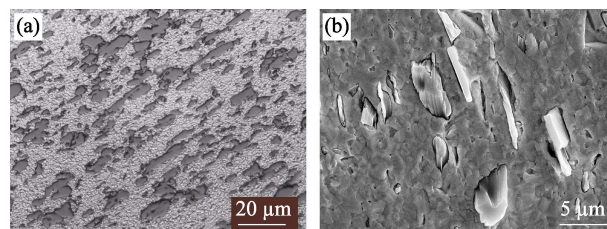


图 2 原料的 SEM 照片

Fig. 2 SEM images of raw materials

(a) Ag powders; (b) Ti₃AlC₂ powders图 3 Ag/Ti₃AlC₂ ECAP 后未热处理和 400、600、700 及 800 °C 热处理的 XRD 图谱Fig. 3 XRD patterns of ECAPed Ag/Ti₃AlC₂ samples without and with heat treatment at 400, 600, 700, 800 °C图 4 ECAPed Ag/Ti₃AlC₂ 未热处理样品的微观组织形貌Fig. 4 Microstructure of the ECAPed Ag/Ti₃AlC₂ sample

(a) Optical micrograph; (b) SEM image

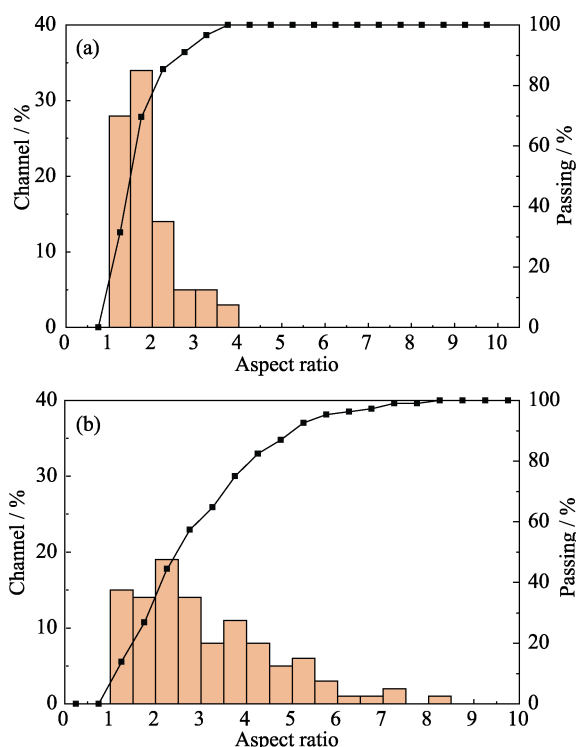
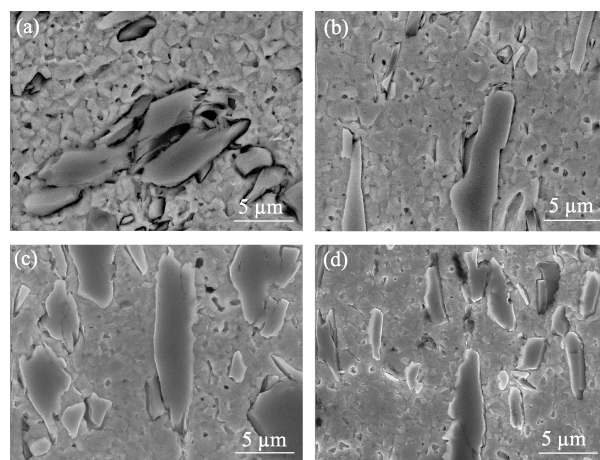
图 5 Ti₃AlC₂ 颗粒的长宽比分布图Fig. 5 Aspect ratio distributions of Ti₃AlC₂ particles(a) Un-ECAPed; (b) ECAPed Ag/Ti₃AlC₂ sample

图 6 为 ECAP 后 Ag/Ti₃AlC₂ 样品经过 400、600、700 和 800 °C 热处理后的 SEM 形貌, Ag 晶粒尺寸分别为 $(0.87 \pm 0.25) \mu\text{m}$ 、 $(0.91 \pm 0.25) \mu\text{m}$ 、 $(0.85 \pm 0.26) \mu\text{m}$ 、 $(0.78 \pm 0.15) \mu\text{m}$, 可以看出 Ti₃AlC₂ 形貌不变, Ag 晶粒尺寸基本不变。

2.2 密度、导电及力学性能

图 7 为 ECAP 后未热处理态和热处理态 Ag/Ti₃AlC₂ 样品的密度。可以看出 ECAP 后样品的密度显著提高, 由 ECAP 前约 75% 提高到 $(97.8 \pm 0.4)\%$, 说明 ECAP 对 Ag/10wt% Ti₃AlC₂ (Ag/22vol%Ti₃AlC₂) 有明显的致密化作用。此外, 通过图 7 可以看出, Ag/Ti₃AlC₂ 样品经过热处理后, 密度先略微下降后略微上升, 但是变化基本不大。在热处理过程中, 原本存在于生坯中的气孔受热膨胀, 使材料密度下降, 但是随热处理温度升高, 材料的界面反应增强, 密度略微上升。

图 8 为 Ag/Ti₃AlC₂ 样品的电阻率, 可以看出平行于 Ti₃AlC₂ 排列方向的 Ag/Ti₃AlC₂ 材料的电阻率均比垂直于 Ti₃AlC₂ 定向排列方向的电阻率低。此外, 随着热处理温度升高, 电阻率先略微下降(400 °C 时)后逐渐增大, 并且在 800 °C 热处理后, 材料电阻率明显增大。以导电路径平行于 Ti₃AlC₂ 定向排列方向为例, 800 °C 热处理后, Ag/Ti₃AlC₂ 的电阻率由生坯的 $(29.3 \pm 0.9) \times 10^{-9} \Omega \cdot \text{m}$ 增大到 $(65.1 \pm 1) \times 10^{-9} \Omega \cdot \text{m}$, 增加了约 122%。

图 6 Ag/Ti₃AlC₂ ECAP 后在不同热处理条件下的 SEM 照片Fig. 6 SEM images of the ECAPed Ag/Ti₃AlC₂ heat-treated at different temperatures

(a) 400 °C; (b) 600 °C; (c) 700 °C; (d) 800 °C

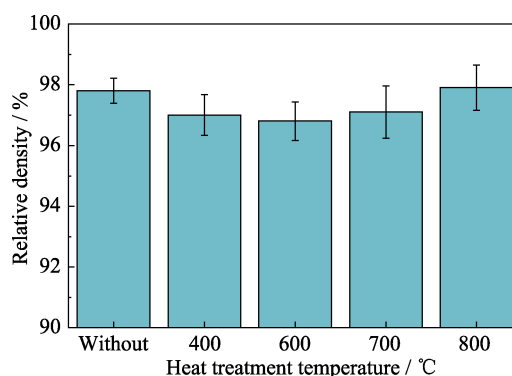
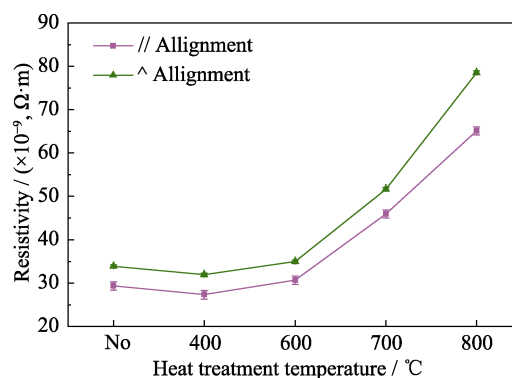
图 7 Ag/Ti₃AlC₂ ECAP 后的相对密度Fig. 7 Relative density of the ECAPed Ag/Ti₃AlC₂ samples图 8 Ag/Ti₃AlC₂ ECAP 后平行和垂直于 Ti₃AlC₂ 颗粒取向的电阻率Fig. 8 Resistivity of the ECAPed Ag/Ti₃AlC₂ samples tested parallel to and perpendicular to the alignment of Ti₃AlC₂ particles

图 9 为 Ag/Ti₃AlC₂ 在不同热处理条件下的维氏硬度。未经热处理时, 样品的维氏硬度为 $(77.5 \pm 4.4) \text{HV}$, 经过热处理后, 样品的硬度先下降后上升, 但上升幅度较小。

图 10 为 ECAP 后 Ag/Ti₃AlC₂ 材料未经热处理和 600、800 °C 热处理后的压缩应力-应变曲线,表 1 列出了其最大压缩强度和应变量。可以看出,相比于 Ti₃AlC₂ 排列方向平行于加载方向的样品, Ti₃AlC₂ 排列方向垂直于加载方向的样品的最大压缩应力和应变更大, Ti₃AlC₂ 的定向排列对样品的压缩性能有较大影响。此外,从图 10 和表 1 可以看出,未热处理时样品的最大压缩强度和应变量均较低,600 °C 热处理后样品的压缩性能略微提高,而 800 °C 热处理后样品的压缩强度和应变量均明显提高。

2.3 性能分析

Liu 等^[4,21]报道了 Ag 与 Ti₃AlC₂ 在 750、800、850 °C 热处理时的界面反应。较高的热处理温度使 Ti₃AlC₂ 中的 Al 原子脱插,750 °C 时界面形成非晶相,800 °C 时界面形成约 10 nm 的 TiC_x 颗粒,而 850 °C 热处理时 Ti₃AlC₂ 颗粒边缘形成由富 Ag 相和 TiC_x 交替排列组成的条纹状结构。正是由于热处理使 Ag 与 Ti₃AlC₂ 发生界面反应,界面反应产物对电子散射增强,并且随温度升高界面反应增强,从而使材料在较高温度(700, 800 °C)热处理时电阻率明显升高。此外,根据文献报道^[6, 22-23],平行于 Ti₃AlC₂ 定向排列方向时,电子行进的阻挡界面减少,其迂曲度较小,有利于电子传导。因此,Ag/Ti₃AlC₂ 材料的电阻率与 Ti₃AlC₂ 排列方向和烧结温度有关(图 8)。

热处理后,Ag/Ti₃AlC₂ 样品的硬度先下降后上升,这是由于 ECAP 过程引入应力,在热处理时应力释放,硬度下降,但在较高温度热处理时,由于 Ag 与 Ti₃AlC₂ 发生界面反应,界面反应使得材料的硬度增加。

Barsoum 等^[24]报道 Ti₃SiC₂ 的基面方向垂直和平行于压缩加载方向时,材料的压缩性能不同。当 Ti₃SiC₂ 的基面方向平行于压缩加载方向时, Ti₃SiC₂ 沿基面方向会形成扭折,而当 Ti₃SiC₂ 的基面方向垂直于压缩加载方向时,在基面方向没有分剪切应力,

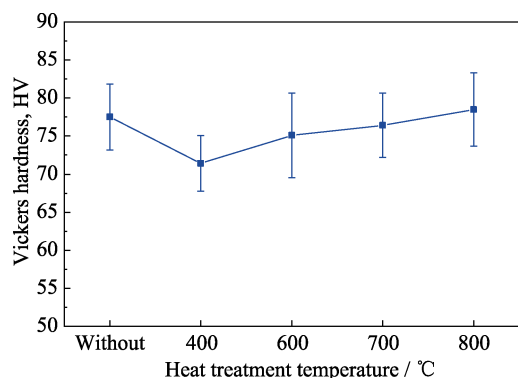


图 9 Ag/Ti₃AlC₂ ECAP 后的维氏硬度

Fig. 9 Vickers hardness of the ECAPed Ag/Ti₃AlC₂ samples

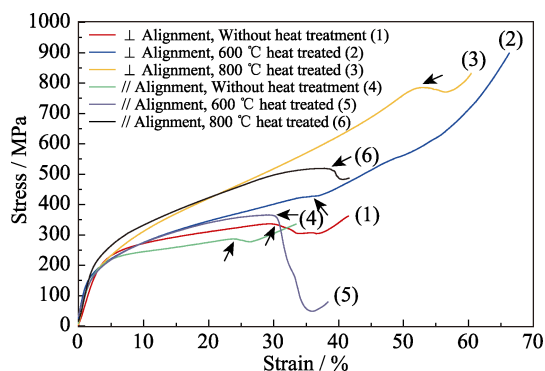


图 10 Ag/Ti₃AlC₂ ECAP 后平行和垂直于 Ti₃AlC₂ 颗粒取向时的压缩应力-应变曲线

Fig. 10 Compressive stress-strain curves of the ECAPed Ag/Ti₃AlC₂ samples tested parallel and perpendicular to the alignment of Ti₃AlC₂ particles

表 1 Ag/Ti₃AlC₂ ECAP 后最大压缩强度和应变量

Table 1 The maximum compressive strength and strain of the ECAPed Ag/Ti₃AlC₂ compacts

Heat treatment	Loaded // alignment		Loaded ⊥ alignment	
	σ_M /MPa	ε_M /%	σ_M /MPa	ε_M /%
N/A	287.5	23.9	336.9	29.2
600 °C	366.1	28.9	400.0	29.8
800 °C	519.2	37.9	784.0	52.8

位错运动困难,不易增殖。在本研究中,ECAP 使 Ti₃AlC₂ 沿基面分层, Ti₃AlC₂ 排列方向垂直或平行于压缩加载方向相当于 Ti₃AlC₂ 基面方向垂直或平行于压缩加载方向。Ti₃AlC₂ 排列方向垂直于压缩加载方向时,可以更有效地阻止位错,增大材料的压缩强度;而当 Ti₃AlC₂ 排列方向平行于压缩加载方向时, Ti₃AlC₂ 发生分层或扭折,使得材料在较低压缩强度下发生断裂,材料的延展性也下降。此外,随热处理温度升高,材料的压缩强度和应变量增大,这主要归因于高温热处理时 Ag 与 Ti₃AlC₂ 间较强的界面反应提高了其界面结合力。

表 2 列出了本文制备的 Ag/Ti₃AlC₂ 材料和已报道的 Ag/MAX 复合材料的制备方法和基本性能。可以看出相比粉末冶金方法制备的 Ag/MAX 材料,本文制备的 Ag/Ti₃AlC₂ 材料相对密度高,导电性较好,硬度适中,压缩性能优异,并且较粉末冶金结合 ECAP 的制备方法,该制备方法较为简单,制备出的 Ag/Ti₃AlC₂ 材料有望作为 Ag 基电接触材料。

3 结论

采用等通道转角挤压方法制备 Ag/Ti₃AlC₂ 复合材料,并探究了热处理工艺对其密度、导电性、硬度和压缩性能的影响,结果表明:

表 2 Ag/10wt% MAX 复合材料的基本物理性能
Table 2 Basic physical property of Ag/10wt% MAX composites

Ag/MAX	Preparation method	Relative density/%	Resistivity/ ($\times 10^{-9}, \Omega \cdot \text{m}$)	Vickers hardness, HV	Maximum compressive strength and strain	Ref.
Ag/Ti ₃ AlC ₂	ECAPed at 37 MPa + 800 °C, 2 h	(97.8±0.8)	(65.1±1)(//alignment) (78.5±1)(⊥ alignment)	(79±5)	519 MPa, 37.9% (loaded // alignment) 784 MPa, 52.8% (loaded ⊥ alignment)	This work
Ag/Ti ₃ AlC ₂	Compacted at 800 MPa+800 °C, 2 h	(96.0±0.4)	(60.6±1)	(95±5)	(446±15) MPa, (32.9±2.8)%	[6]
Ag/Ti ₃ AlC ₂	Compacted at 800 MPa+800 °C, 2 h + ECAPed at 37 MPa	(99.8±0.2)	(59.3±1)(//alignment) (70.2±1)(⊥ alignment)	(132±5)	(656±17) MPa, (30.3±2.7)% (loaded // alignment) (805±19) MPa, (43.8±2.2)% (loaded ⊥ alignment)	[6]
Ag/Ti ₃ SiC ₂	Compacted at 800 MPa+950 °C, 1 h	(95.0)	(27.6±0.2)	(56)	N/A	[7]
Ag/Ti ₂ AlC	Compacted at 800 MPa+800 °C, 2 h	(95.7)	(79.5)	(88)	N/A	[10]
Ag/Ti ₂ SnC	Compacted at 800 MPa+800 °C, 2 h	(95.0)	(118.3)	(75)	N/A	[9]

1) 在 200 °C 采用 ECAP 方法致密化 Ag/Ti₃AlC₂ 坯体, 可以使其相对密度由约 75% 提高到 (97.8±0.4)%; ECAP 后, Ti₃AlC₂ 沿基面分层, 在 Ag 基体中按一定方向排列, 其长径比可达 (3.1±1.6)。

2) Ti₃AlC₂ 定向排列使得 Ag/Ti₃AlC₂ 材料性能呈各向异性, 沿 Ti₃AlC₂ 排列方向, 材料的电阻率更低, 但垂直于 Ti₃AlC₂ 排列方向, 材料的压缩性能更优异。

3) ECAP 制备后未经热处理的 Ag/Ti₃AlC₂ 样品的电阻率较低, 但压缩性能较差; 随热处理温度增高, 材料的电阻率、最大压缩强度和应变变量也逐渐增大, 并在 700、800 °C 增幅较大。

4) ECAP 方法是一种制备致密 Ag/Ti₃AlC₂ 复合材料的新技术, 具有成型压力小, 并能通过引入大塑性变形使 Ti₃AlC₂ 相分层且呈定向排列等优点。

参考文献:

- [1] DING J X, SUN Z M, ZHANG P G, *et al.* Current research status and outlook of Ag-based contact materials. *Materials Reports*, 2018, **32**(1): 58–66.
- [2] SUN Z M. Progress in research and development on MAX phases: a family of layered ternary compounds. *International Materials Reviews*, 2011, **56**(3): 143–166.
- [3] DING J X, TIAN W B, ZHANG P G, *et al.* Arc erosion behavior of Ag/Ti₃AlC₂ electrical contact materials. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018, **740**: 669–676.
- [4] LIU M M, CHEN J L, CUI H, *et al.* Ag/Ti₃AlC₂ composites with high hardness, high strength and high conductivity. *Materials Letters*, 2018, **213**: 269–273.
- [5] DING J X, TIAN W B, WANG D D, *et al.* Corrosion and degradation mechanism of Ag/Ti₃AlC₂ composites under dynamic electric arc discharging. *Corrosion Science*, 2019, **156**: 147–160.
- [6] WANG D D, TIAN W B, MA A B, *et al.* Anisotropic properties of Ag/Ti₃AlC₂ electrical contact materials prepared by equal channel angular pressing. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, **784**: 431–438.
- [7] ZHANG M, TIAN W B, ZHANG P G, *et al.* Microstructure and properties of Ag-Ti₃SiC₂ contact materials prepared by pressureless sintering. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 2018, **25**(7): 810–816.
- [8] DING J X, TIAN W B, ZHANG P G, *et al.* Preparation and arc erosion properties of Ag/Ti₂SnC composites under electric arc discharging. *Journal of Advanced Ceramics*, 2019, **8**(1): 90–101.
- [9] DING J X, TIAN W B, WANG D D, *et al.* Microstructure evolution, oxidation behavior and corrosion mechanism of Ag/Ti₂SnC composite during dynamic electric arc discharging. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, **785**: 1086–1096.
- [10] DING J X, TIAN W B, WANG D D, *et al.* Arc erosion and degradation mechanism of Ag/Ti₂AlC composite. *Acta Metallurgica Sinica*, 2019, **55**(5): 627–637.
- [11] AFONIN M P, BOIKO A V. Effect of structural anisotropy on contact properties in a silver-graphite composite. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 2005, **44**(1): 84–87.
- [12] XU C, YI D, WU C, *et al.* Microstructures and properties of silver-based contact material fabricated by hot extrusion of internal oxidized Ag-Sn-Sb alloy powders. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, **538**: 202–209.
- [13] CHEN YL, YANG CF, YEH JW, *et al.* A novel process for fabricating electrical contact SnO₂/Ag composites by reciprocating extrusion. *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 2005, **36A**(9): 2441–2447.

- [14] BALOG M, SIMANCIK F, BAJANA O, *et al.* ECAP vs. direct extrusion-techniques for consolidation of ultra-fine Al particles. *Materials Science and Engineering: A*, 2009, **504(1)**: 1–7.
- [15] SEGAL V M. Materials processing by simple shear. *Materials Science and Engineering: A*, 1995, **197(2)**: 157–164.
- [16] MA A, NISHIDA Y, SUZUKI K, *et al.* Characteristics of plastic deformation by rotary-die equal-channel angular pressing. *Scripta Materialia*, 2005, **52(6)**: 433–437.
- [17] HAGHIGHI R D, JAHROMI S A J, MORESEDGH A, *et al.* A comparison between ECAP and conventional extrusion for consolidation of aluminum metal matrix composite. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2012, **21(9)**: 1885–1892.
- [18] DERAKHSHANDEH H R, JAHROMI A J. An investigation on the capability of equal channel angular pressing for consolidation of aluminum and aluminum composite powder. *Materials & Design*, 2011, **32(6)**: 3377–3388.
- [19] LAPOVOK R. Damage evolution under severe plastic deformation. *International Journal of Fracture*, 2002, **115(2)**: 159–172.
- [20] NAGASEKHAR A V, TICK-HON Y, RAMAKANTH K S. Mechanics of single pass equal channel angular extrusion of powder in tubes. *Applied Physics A-Materials Science & Processing*, 2006, **85(2)**: 185–194.
- [21] LIU M, CHEN J, CUI H, *et al.* Temperature-driven deintercalation and structure evolution of Ag/Ti₃AlC₂ composites. *Ceramics International*, 2018, **44(15)**: 18129–18134.
- [22] SU L Y, WANG P F, XU Z B, *et al.* Oscillatory shear-induced alignment of ketjen black conductive particles in polylactic acid and its effect on the electrical anisotropy. *Journal of Polymer Science Part B-Polymer Physics*, 2016, **54(3)**: 369–373.
- [23] XU W X, JIA M K, GONG Z. Thermal conductivity and tortuosity of porous composites considering percolation of porous network: from spherical to polyhedral pores. *Composites Science and Technology*, 2018, **167**: 134–140.
- [24] BARSOUM M W. The M_{n+1}AX_n phases: a new class of solids; thermodynamically stable nanolaminates. *Progress in Solid State Chemistry*, 2000, **28(1-4)**: 201–281.