

## СИНТЕЗ НАНОКОМПОЗИТА «ГАМ-МЕТАЛЛ-ГРАФЕН»

В.Г. Конаков<sup>1,2,3\*</sup>, И.Ю. Арчаков<sup>1,3,4</sup>, Е.Н. Соловьева<sup>3</sup>, С.Н. Голубев<sup>3</sup>, А.В. Орлов<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,  
Санкт-Петербург, 195251, Россия

<sup>2</sup>Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, 199034, Россия

<sup>3</sup> Научно-технический центр «Стекло и керамика», 199004, Санкт-Петербург, Россия

<sup>4</sup>Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург, 199178, Россия

\*e-mail: glasscer@yandex.ru

**Аннотация.** В настоящей работе с помощью методов порошковой металлургии впервые синтезирован наноккомпозит «гам-металл-графен» с матрицей из гам-металла (сплава Ti-Nb-Ta-Zr-O), содержащей нановключения графена. Создана новая методика синтеза образцов «гам-металл» и «гам-металл-графен». В случае синтеза образцов «гам-металл-графен», дополнительной стадией процесса является микромеханическое расщепление терморасширенного графена (ТРГ), обеспечивающее конверсию ТРГ в графен. По результатам исследования методом рентгеноструктурного анализа показано, что фазовый состав образцов «гам-металл» и матрицы наноккомпозита «гам-металл-графен» соответствует результатам, приводимым в литературе для гам-металлов.

### 1. Введение

Гам-металлы (особые титановые сплавы с уникальными механическими свойствами) составляют новый класс материалов, что обусловлено сочетанием высокой упругости материалов с их высокой прочностью и хорошей пластичностью [1-5]. Как правило, такие сплавы синтезируются на основе тройной титан-ниобий-танталовой (Ti-Nb-Ta) системы, содержащей также добавки циркония (Zr) и ванадия (V). Как отмечалось в работе [5], сочетание высоких механических характеристик гам-металлов и их химический состав делают такие металлы перспективными материалами для имплантов в стоматологии, челюстно-лицевой хирургии и ортопедии. Так, низкие значения модуля Юнга гам-металлов (около 50 ГПа) значительно более близки к таковым для костной ткани, чем значения, типичные для современных металлических материалов, применяемых для изготовления имплантов. Существенная упругость, свойственная гам-металлам и обусловленная наличием обратимого мартенситного превращения  $\beta \leftrightarrow \alpha''$  также приближает свойства изготовленных из них имплантов к свойствам костной ткани. Немаловажно и то обстоятельство, что металлы, используемые при синтезе сплавов с памятью формы (Ti, Nb, Ta, Zr, V), являются биосовместимыми.

Отметим, что традиционные подходы к синтезу гам-металлов, позволяющие в полной мере использовать вышерассмотренные механические свойства материалов, включают в себя в качестве финальных этапов различные виды термомеханической обработки:ковки или холодной прокатки с пост-деформационным отжигом (ПДО), обеспечивающей требуемую структуру материала и размеры ее элементов. При этом, согласно [1-4], синтезировались гам-металлы с различными химическими составами,

например, Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-O, Ti-12Ta-9Nb-3V-6Zr-O, Ti-20Nb-3.5Ta-3.4Zr-1.2O (мол.%). (Последний состав был выбран в качестве основного в настоящей работе.) Следует обратить внимание, что финальная обработка гам-металлов с ПДО приводит к вхождению в состав материала некоторого количества кислорода (до 2.5-3 мол.%), при этом кристаллическая структура данных материалов продолжает оставаться объемноцентрированной кубической.

В последние годы особое внимание уделяется модификации/улучшению механических свойств металлических материалов посредством внедрения в них графеновых нановключений и создания таким образом нанокомпозитов «металл-графен» [6-15]. В данном контексте, с учетом уникальных свойств гам-металлов, особый интерес представляет создание нанокомпозитов «гам-металл-графен». Основная цель настоящей работы – получение (впервые в науке о металломатричных композитах) нанокомпозита «гам-металл-графен». Для достижения указанной цели нами были разработаны методики синтеза гам-металла и композита «гам-металл-графен» с использованием модифицированных методик порошковой металлургии, что позволило упростить процедуру синтеза, исключив из него трудоемкие финальные операцииковки или холодной прокатки с ПДО.

## 2. Методика синтеза

В качестве исходных материалов для синтеза образцов «гам-металла» (образца сравнения) и образца «гам-металл-графен» использовались порошки металлов производства компании НПО «Русредмет»: титан (марки ПТОМ-1, содержание Ti $\geq$ 99,3 вес.%, характерный размер частиц  $\leq$ 45 мкм), ниобия (марки НБП-2б, содержание Nb $\geq$ 99,6 вес.%, характерный размер частиц 40-65 мкм), тантала (марки ТаПМ, содержание Ta $\geq$ 98,6 вес.%, характерный размер частиц  $\leq$ 5 мкм) и циркония (марки ПЦрК-1, содержание Zr $\geq$ 99,6 вес.%, характерный размер частиц  $\leq$ 10 мкм).

В качестве графеновой составляющей использовали терморасширенный графит (ТРГ, марка АДТ501, поставка компании ТД "Джей Эл Эс Кемикал") с насыпной плотностью  $0.6 \pm 0.05$  г/см<sup>3</sup>, относительной плотностью 2.2—2.3 г/см<sup>3</sup>, содержание воды менее 0,5 % и содержанием серы менее 300 ppm. Как было показано в работе [16] и предыдущей работе авторов [17], микромеханическое расщепление терморасширенного графита путем помола с механоактивацией в планетарной мельнице обеспечивает достаточно высокий уровень конверсии ТРГ в графен, являясь, тем самым, достаточно надежным и эффективным способом введения графена в матрицу металлических композитов.

Следует отметить, что используемые в качестве исходных материалов порошки металлов обладают высокой реакционной способностью (в первую очередь, склонностью к окислению), в связи с чем к процессу синтеза предъявлялись особые требования по предотвращению контакта порошков металла с атмосферным воздухом. В связи с этим, все операции с порошками проводились в боксе с контролируемой атмосферой (бокс из оргстекла, заполненный азотом марки «ОСЧ», предварительно дополнительно осушенным жидким азотом). Отметим, что на протяжении всего процесса работы с материалами, в боксе поддерживалось небольшое избыточное давление для предотвращения попадания воздуха в бокс.

На первом этапе работы взвешивали и предварительно перемешивали основные компоненты синтезируемых образцов – порошки Ti и Nb, приготовленная в требуемых пропорциях смесь помещалась в пластиковую тару и тщательно перемешивалась вручную. Затем производилось взвешивание требуемого количества добавок (Ta и Zr), данные порошки добавляли к титан-ниобиевой смеси, после чего повторно перемешивали итоговую смесь вручную.

Следующим этапом синтеза являлось окончательное смешение порошков путем помола с механической активацией. Для этого в том же боксе осуществляли загрузку смеси порошков в агатовый стакан планетарной мельницы, в который также помещали агатовые мелющие тела. После этого стакан закрывали штатной крышкой и помещали в герметично закрываемый пластиковый контейнер для переноски на мельницу.

Смешение с механоактивацией осуществлялось с использованием планетарной мельницы Pulverizette 6, которая в данном случае также была помещена в объем с избыточным давлением азота марки «ОСЧ». Отметим, что до начала работы сама мельница и ее бокс были продуты осушенным азотом. Продолжительность процесса окончательного смешения с механоактивацией составляла 30 минут при скорости вращения 150 об./мин.

Вышеописанная процедура подготовки и смешения порошков применялась при изготовлении образцов «гам-металла», синтез образцов «гам-металл-графен» имел некоторые отличия. Так, на первом этапе работы приготавливалась смесь порошка титана с ТРГ. Для этого в боксе с инертной атмосферой (азот марки «ОСЧ») к предварительно взвешенному количеству порошка титана добавляли ТРГ в количестве 0,1 вес.% от рассчитанного веса конечной смеси порошков (Ti, Nb, Ta, Zr). Смесь порошка титана и ТРГ предварительно перемешивалась, после чего, по процедуре описанной выше, загружалась в агатовый стакан планетарной мельницы и перемещалась в мельницу Pulverizette 6 для предварительного помола с механоактивацией. В данном случае помол осуществляли в течение 480 минут со скоростью вращения 400 об./мин. Как показано в работе [17], данный режим помола обеспечивает достаточно высокую (в большинстве случаев – практически полную) конверсию терморасширенного графита в графен. Таким образом, в отличие от вышеописанной процедуры синтеза образцов «гам-металл», первым этапом изготовления образцов «гам-металл-графен» была подготовка основы образца (порошка титана) с равномерно распределенной в нем графеновой добавкой.

По окончании помола агатовый стакан планетарной мельницы помещался в герметичный пластиковый контейнер и переносился в бокс с контролируемой атмосферой для приготовления конечной смеси порошков. Для этого титан-графеновую смесь помещали в пластиковый сосуд и добавляли требуемые количества порошков Nb, Ta и Zr, проводили предварительное перемешивание итоговой смеси вручную, после чего загружали итоговую смесь в стакан планетарной мельницы. Окончательное смешение порошков для образцов «гам-металл-графен» проводилось в режиме, аналогичном режиму для образцов «гам-металла»: 30 минут при скорости вращения 150 об./мин.

Окончательным этапом работы с порошковыми смесями являлась загрузка смесей в пресс-форму, для чего агатовые стаканы планетарной мельницы перемещали в бокс с контролируемой атмосферой и загружали в пресс-формы двух типов, обеспечивавших итоговый размер образцов с диаметром 10 мм при высоте 10 мм (образцы для отработки режима отжига, вес образца ~ 4 г) и с диаметром 30 мм при высоте 15 мм (образцы для исследований, вес образца ~ 50 г). По мере загрузки порошки в пресс-формах уплотнялись вручную, по окончании загрузки и предварительного уплотнения, пресс-формы в герметичных контейнерах переносили на пресс, где и проводили прессование в течение 15 минут при давлении прессования 5 т/см<sup>2</sup>; прессование осуществлялось в струе особо чистого азота, по окончании прессования заготовки (отпрессованные смеси порошков) переносили в вакуумную печь.

Для отработки режима отжига образцов использовали заготовки диаметром 10 мм и высотой 10 мм, которые помещали в алундовые тигли. Объем печи откачивался до остаточного давления менее 0,003 атм., тестировались следующие режимы отжига:

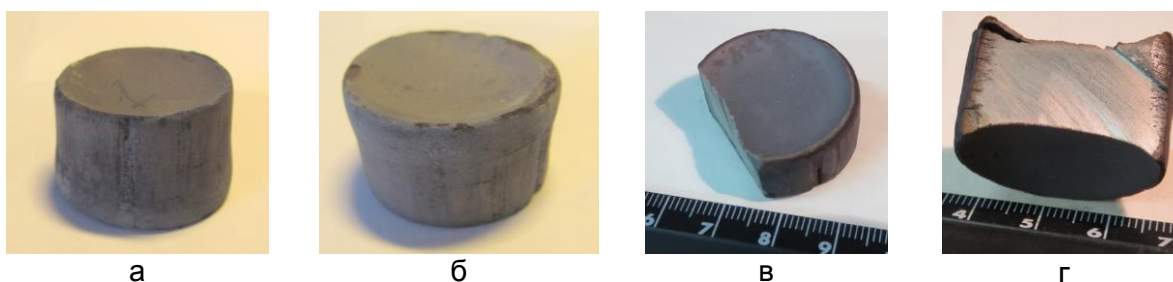
(1) температура печи повышалась со скоростью 10 °С/мин, по достижении температуры в 1300 °С подъем температуры прекращали и выдерживали образец при данной температуре в течение 30 минут. По окончании выдержки образец охлаждали вместе с печью при постоянной откачке.

(2) температурный режим разогрева и охлаждения был аналогичен режиму (1), однако, выдержка при температуре 1300 °С проводилась в течение 1 часа.

Как показали исследования фазового состава полученных образцов методом рентгеноструктурного анализа (XRD, приведены ниже в разделе 3 «Экспериментальные исследования структуры»), полученные образцы содержали значительное количество оксидной фазы, содержание кислорода в образцах превышало предельную величину в 1,5 % ат.% О. В связи с этим была предпринята попытка устранения возможности контакта заготовок с остаточным кислородом в процессе обжига в вакуумной печи, для чего применяли следующий режим обжига:

(3) заготовки, помещенные, как и ранее, в алундовый тигель, засыпали сверху порошком карбида кремния (SiC, марка ОСЧ), данный слой уплотнялся вручную, толщина уплотненного слоя карбида кремния составляла 10-15 мм. На поверхность слоя SiC помещали порошок тонкодисперсного графита толщиной 2-4 мм, который в процессе нагрева и высокотемпературной выдержки образцов реагировал с остаточным кислородом с образованием газообразных оксидов углерода. Таким образом, наличие на поверхности слоя тонкодисперсного графита обеспечивало существенное уменьшение количества остаточного кислорода при обжиге, в то время как слой химически инертного при данных температурах карбида кремния предотвращал доступ остаточных газов к поверхности спекаемых заготовок. Собственно режим нагрева в данном случае был аналогичен использованному в случае №2, а именно: скорость нагрева 10 °С/мин., температура выдержки 1300 °С, продолжительность выдержки – 1 час, охлаждение вместе с печью при постоянной откачке.

Как показали исследования фазового состава образца методом XRD и анализ химического состава образцом методом атомно-абсорбционной спектроскопии (AAS, результаты приведены ниже в разделе 3 «Экспериментальные исследования структуры и механических характеристик»), данный режим отжига обеспечил требуемое содержание кислорода в итоговых образцах, в связи с чем с использованием данного режима были изготовлены образцы «гам-металл» и «гам-металл-графен» для исследования физико-химических свойств. Типичный вид изготовленных образцов приведен на Рис. 1.



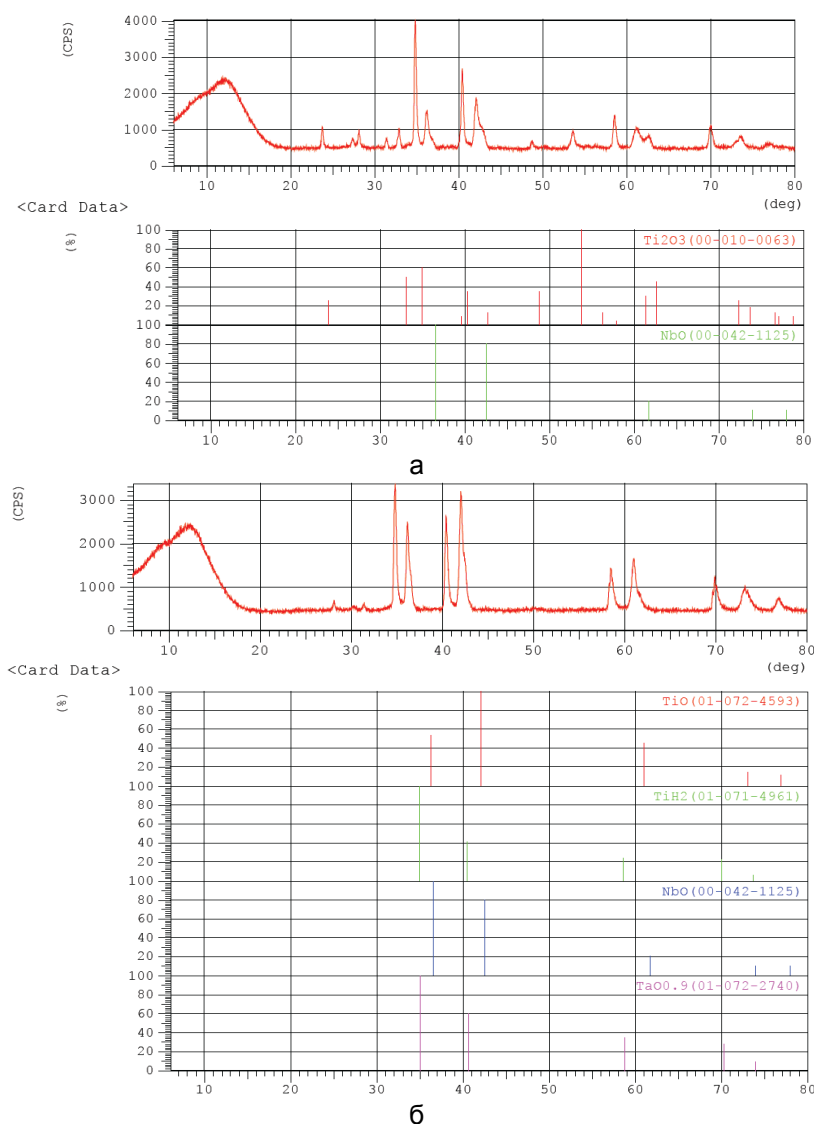
**Рис. 1.** Фотографии образцов: (а) и (б) – образцы диаметром 10 мм и высотой 10 мм, полученные при испытании режимов спекания 1 и 2, соответственно. (в) и (г) – образцы «гам-металл» и «гам-металл-графен», соответственно, изготовлены при режиме отжига 3, размер образцов: диаметр 35 мм, высота 15 мм, приведен вид после отреза пластины для XRD исследований.

Таким образом, была отработана методика синтеза образцов «гам-металл» и «гам-металл-графен», включающая в себя стадии подготовки навесок, их смешения,

прессования и отжига. В случае синтеза образцов «гам-металл-графен», дополнительной стадией процесса является микромеханическое расщепление терморасширенного графена, обеспечивающее конверсию ТРГ в графен.

### 3. Экспериментальные исследования структуры образцов

**3.1. Результаты исследования методом рентгеноструктурного анализа.** Как отмечалось в разделе 2, образцы «гам-металла», полученные в ходе отработки режимов отжига (режимы (1) и (2)) были исследованы методом XRD с использованием рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD-6000 (Cu-K $\alpha$ ,  $\lambda=1.54$  Å, исследования проводили при комнатной температуре), полученные рентгенограммы приведены на Рис. 2. Как следует из Рис. 2а, образец в значительной степени содержит оксидные фазы Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и NbO (низшие степени окисления), что свидетельствует о влиянии остаточного кислорода на структуру конечного образца. Рис. 2б показывает, что при увеличении продолжительности отжига относительное содержание кислорода несколько уменьшается – наблюдаются окислы TiO и нестехиометрический TaO<sub>0.9</sub>, а также NbO, тем не менее, имеет место существенное окисление металлов в ходе синтеза.



**Рис. 2.** Дифрактограммы образцов «гам-металла», полученных при отработке режимов отжига: (а) и (б) – режимы (1) и (2), соответственно.

В связи с этим была предпринята модификация процедуры обжига (см. раздел 2), в соответствии с модифицированной методикой были изготовлены образцы «гам-металла» диаметром 35 мм и высотой 15 мм. Рентгенограммы данного образца приведены на Рис. 3, полученные результаты (уширенные и смещённые рефлексy, отвечающие смеси Ti, Nb, и Ta, а также следовая примесь оксидных фаз, отвечающих за необходимое количество кислорода) хорошо коррелируют как с требуемым составом «гам-металла», так и с имеющимися литературными данными, позволяющими интерпретировать данную рентгенограмму как высокотемпературную форму гам-металла. Действительно, полученная рентгенограмма хорошо совпадает с данными, полученными для альфа-фазы гам-металла (см. Рис. 4 – рентгенограмму гам-металла по данным работы [5]).

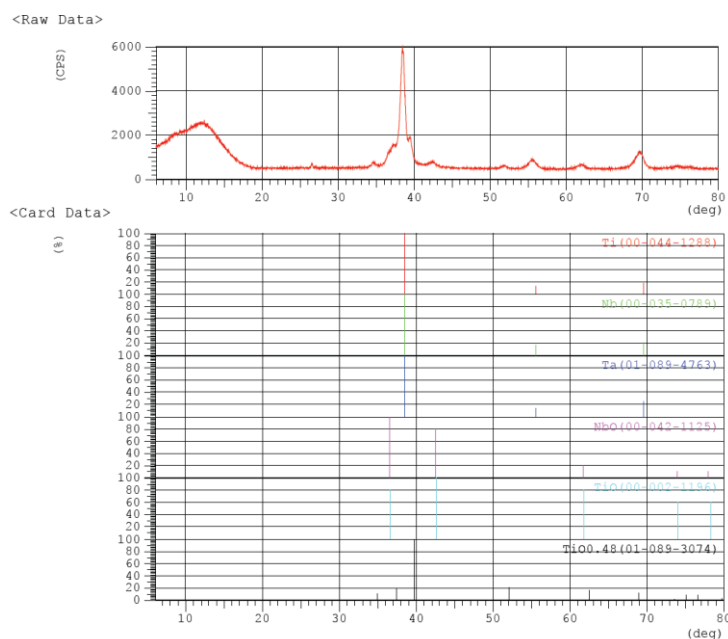


Рис. 3. Дифрактограмма образца «гам-металла».

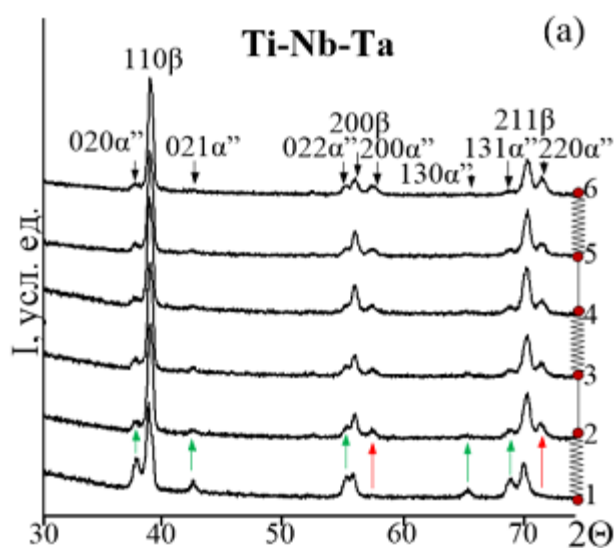


Рис. 4. -Рентгенограммы, полученные для Ti-Nb-Ta гам-металла после постдеформационного отжига при 600 °С в течение 1 ч (1-6 – номера точек на поверхности образца), данные работы [5].

Таким образом, было показано, что разработанный вариант синтеза гам-металла позволяет получать гам-металлы в рамках модифицированного метода порошковой металлургии; фазовый состав полученных образцов соответствует литературным данным (см, например, работу [5]).

Дифрактограмма образца «гам-металл-графен» представлена на Рис. 5. Как видно из сравнения Рис. 3 и 5, приведенные на рисунках рентгенограммы практически идентичны, единственным отличием является слабо выраженный рефлекс в области 27-28°, наблюдаемый в случае графен-содержащего образца. Этот рефлекс, свидетельствующий о наличии в образце углерод-содержащей фазы, свидетельствует о вхождении графена в материал; однако, тот факт, что количество углерод-содержащей фазы близко к пределу обнаружения метода, не позволяет наблюдать этот рефлекс более отчетливо. Таким образом, можно констатировать, что фазовый состав образца «гам-металл-графен» практически совпадает с таковым в случае образца сравнения - «гам-металла», единственным отличием является присутствие в образце углерод-содержащей фазы.

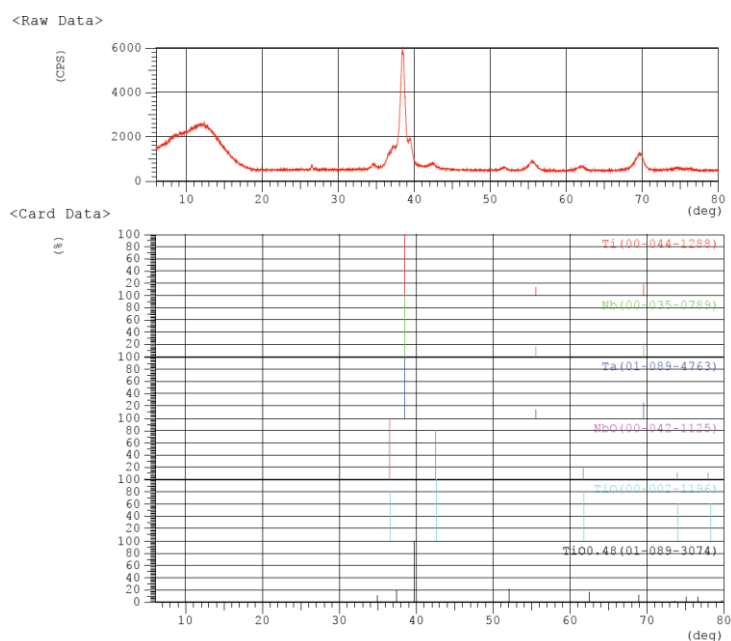


Рис. 5. Дифрактограмма образца «гам-металл-графен».

**3.2. Результаты исследования методом атомно-абсорбционной спектроскопии.** Исследование, проведенное методом атомно-абсорбционной спектроскопии с помощью спектрометра AA-7000 Shimadzu, позволило определить химический состав образцов «гам-металл» и «гам-металл-графен», результаты исследования приведены в Таблице 1.

Таким образом, результаты атомно-абсорбционной спектроскопии подтвердили соответствие химического состава итоговых образцов «гам-металл» и «гам-металл-графен» задаваемым при синтезе соотношениям.

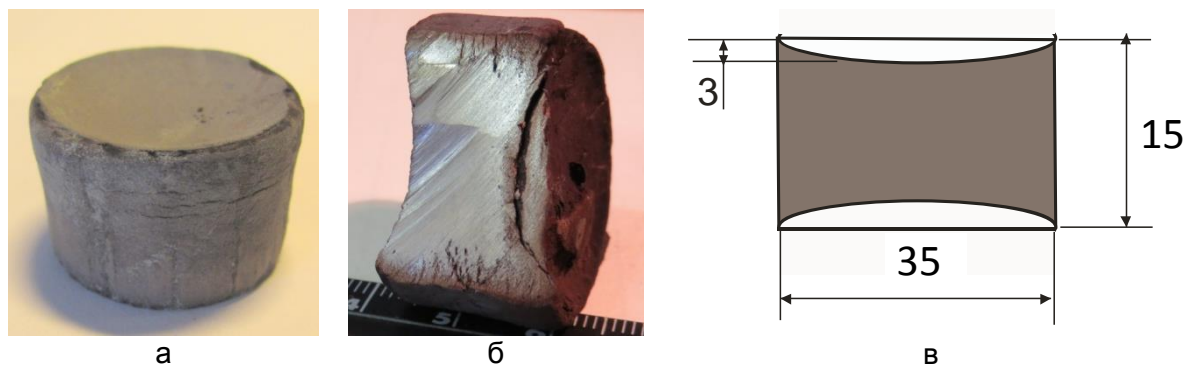
**3.3. Усадка синтезированных образцов.** Синтезированные образцы «гам-металл» и «гам-металл-графен» продемонстрировали сильную и неравномерную усадку при термообработке, связанную с фактом образования  $\alpha$ -фазы. Отметим, что усадка при термообработке направлена вдоль оси прессования, наибольший эффект наблюдается в центрах верхней и нижней плоскостей цилиндра. Типичный вид образца представлен на Рис. 6. Следует обратить внимание на тот факт, что усадка при термообработке наблюдалась как для образцов, синтезированных на этапе отработки процедуры

синтеза (режимы отжига (1) и (2)), см. Рис. 1а. таким образом, можно сделать вывод о том, несмотря на избыточное содержание кислорода, зафиксированное в образцах, полученных при отработке синтеза, тем не менее, характерная «память формы» присутствует и в данном случае. Для образцов «гам-металл» и «гам-металл-графен», синтезированных в рамках разработанной методики, усадка при термообработке практически идентична, пример такой усадки приведен на Рис. 6б для образца «гам-металл-графен». Как следует из типовой схемы усадки (Рис. 6в), типичная глубина усадки практически одинакова как для верхней, так и для нижней грани цилиндра, ее линейный размер в центре поверхности достигает 20 % от высоты образца.

Таблица 1. Химический состав образцов «гам-металл» и «гам-металл-графен», определенный по результатам атомно-абсорбционной спектроскопии (ат.%, погрешность измерения  $\leq 5\%$ ).

Образец	Содержание, ат.%						
	Ti	Nb	Ta	Zr	O	Баланс	
Образец «гам-металл», по синтезу	72	20	3,5	3,4	1,2	-	
Образец «гам-металла», по анализу	71,1	20,5	3,6	3,3	1,3	<0,2	
	Ti	Nb	Ta	Zr	O	C	Бал.
Образец «гам-металл-графен», по синтезу*	71,93	20	3,5	3,4	1,2	0,1	-
Образец «гам-металл-графен», по анализу	70,9	20,4	3,6	3,4	1,3	0,1	<0,3

\*Расчет с округлением до второго знака после запятой



**Рис. 6.** Усадка синтезированных образцов: (а) иллюстрация усадки для случая образцов «гам-металл» синтезированных на предварительном этапе (режим отжига (1)); (б) усадка образца «гам-металл-графен»; (в) типичная схема усадки.

#### 4. Выводы

Таким образом, в настоящей работе впервые был синтезирован нанокompозит «гам-металл-графен». (Насколько известно авторам, ранее такой композиционный материал никем не был получен.) Создана методика синтеза образцов «гам-металл» и «гам-металл-графен», включающая в себя стадии подготовки навесок, их смешения, прессования и отжига. В случае синтеза образцов «гам-металл-графен», дополнительной стадией процесса является микромеханическое расщепление терморасширенного графена, обеспечивающее конверсию ТРГ в графен. По результатам исследования методом рентгеноструктурного анализа показано, что фазовый состав образцов «гам-металл» и матрицы нанокompозита «гам-металл-графен» соответствует результатам, приводимым в литературе для гам-металлов. Фазовый



состав образца «гам-металл-графен» практически совпадает с таковым в случае образца сравнения - «гам-металла», единственным отличием является присутствие в образце углерод-содержащей фазы. Исследования, проведенные методом атомно-абсорбционной спектроскопии показали соответствие химического состава синтезированных образцов требуемому. Показано наличие существенной усадки образцов «гам-металл» и «гам-металл-графен» в направлении оси прессования, его максимальная величина зафиксирована в центрах верхней и нижней граней цилиндра, она может достигать 20 % от высоты цилиндра.

*Данная работа выполнена при поддержке (для В.Г.К. и И.Ю.А.) Министерства образования и науки РФ (Задание № 9.1964.2014/К) и (для А.В.О.) Российского научного фонда (проект 14-29-00199).*

### Литература

- [1] T. Saito, T. Furuta, J.-H. Hwang, S. Kuramoto, K. Nishino, N. Suzuki, R. Chen, A. Yamada, K. Ito, Y. Seno, T. Nonaka, H. Ikehata, N. Nagasako, C. Iwamoto, Y. Ikuhara, T. Sakuma // *Science* **300** (2003) 464.
- [2] S. Kuramoto, T. Furuta, J.H. Hwang, K. Nishino, T. Saito // *Metallurgical and Materials Transactions A* **37** (2006) 657.
- [3] M.Yu. Gutkin, T. Ishizaki, S. Kuramoto, I.A. Ovid'ko // *Acta Materialia* **54** (2006) 2489.
- [4] T. Furuta, S. Kuramoto, J.W. Morris (Jr.), N. Nagasako, E. Withey, D.C. Chrzan // *Scripta Materialia* **68** (2013) 767.
- [5] В.А. Шереметьев, *Стабильность структуры и функциональных свойств термомеханически обработанных биосовместимых сплавов Ti-Nb-Zr и Ti-Nb-Ta* (Канд. дисс., МИСИС, Москва, 2015).
- [6] J. Wang, Z. Li, G. Fan, H. Pan, Z. Chen, D. Zhang // *Scripta Materialia* **66** (2012) 594.
- [7] L.-Y. Chen, H. Konishi, A. Fehrenbacher, C. Ma, G.-Q. Hu, H. Choi, H.-F. Hu, F.E. Pfefferkorn, X.-C. Li // *Scripta Materialia* **67** (2012) 29.
- [8] A.G. Nasibulin, T.S. Koltsova, L.I. Nasibulina, I.V. Anoshkin, A. Semencha, O.V. Tolochko, E.I. Kauppinen // *Acta Materialia* **61** (2013) 1862.
- [9] Y. Kim, J. Lee, M.S. Yeom, J.W. Shin, H. Kim, Y. Cui, J.W. Kysar, J. Hone, Y. Jung, S. Jeon, S.M. Yan // *Nature Communications* **4** (2013) 2114.
- [10] J. Hwang, T. Yoon, S.Y. Jin, J. Lee, T.-S. Kim, S.H. Hong, S. Jeon // *Advanced Materials* **25** (2013) 6724.
- [11] D. Kuang, L. Xu, L. Liu, W. Hu, Y. Wu // *Applied Surface Science* **273** (2013) 484.
- [12] C.L.P. Pavithra, B.V. Sarada, K.V. Rajulapoti, T.N. Rao, D. Sundararajan // *Scientific Reports* **4** (2014) 4049.
- [13] I.A. Ovidko // *Reviews on Advanced Material Science* **38** (2014) 190.
- [14] H. Algul, M. Tokur, S. Ozcan, M. Uysal, T. Cetinkaya, H. Akbulut, A. Alp // *Applied Surface Science* **359** (2015) 340.
- [15] V.G. Konakov, O.Yu. Kurapova, I.V. Lomakin, I.Yu. Archakov, E.N. Solovyeva, I.A. Ovidko // *Reviews on Advanced Material Science* **44** (2016) 361.
- [16] L. Kvetkova, A. Duszova, P. Hvizdoš, P. Kun, C. Balázsi // *Scripta Materialia* **66** (2012) 793.
- [17] V.G. Konakov, I.A. Ovid'ko, N.V. Borisova, E.N. Solovyeva, S.N. Golubev, O.Yu. Kurapova, N. N. Novik, I.Yu Archakov // *Reviews on Advanced Material Science*. **39** (2014) 41.

## SYNTHESIS OF GUM-METAL-GRAPHENE NANOCOMPOSITE

V.G. Konakov<sup>1,2,3\*</sup>, I.Yu. Archakov<sup>1,3,4</sup>, E.N. Solovieva<sup>3</sup>, S.N. Golubev<sup>3</sup>, A.V. Orlov<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Peter the Great St Petersburg Polytechnic University, St. Petersburg, 195251, Russia

<sup>2</sup>St. Petersburg State University, St. Petersburg, 199034, Russia

<sup>3</sup>Scientific and Technical Center “Glass and ceramics”, St. Petersburg, 199004, Russia

<sup>4</sup>Institute for Problems of Mechanical Engineering, Russian Academy of Sciences,

St. Petersburg, 199178, Russia

\*e-mail: glasscer@yandex.ru

**Abstract.** For the first time in science of metal-matrix composite materials, “Gum-metal-graphene” nanocomposite is synthesized which has a Gum metal (Ti-Nb-Ta-Zr-O alloy) matrix containing graphene nano-inclusions. To do so, we created a novel method to synthesize Gum metal and “Gum-metal-graphene” nanocomposite. In the latter case, micromechanical splitting of thermo-exfoliated graphite is used as graphene source. With X-ray analysis, we demonstrated that the phase compositions of Gum metal specimens and the nanocomposite matrix are identical to one of typical Gum metal compositions reported in literature.

### Acknowledgements

*This work was supported, in part (for V.G.K. and I.Y.A.), by the Russian Ministry of Education and Science (Zadanie 9.1964.2014/K) and, in part (for A.V.O.), by the Russian Science Foundation (grant 14-29-00199).*

### References

- [1] T. Saito, T. Furuta, J.-H. Hwang, S. Kuramoto, K. Nishino, N. Suzuki, R. Chen, A. Yamada, K. Ito, Y. Seno, T. Nonaka, H. Ikehata, N. Nagasako, C. Iwamoto, Y. Ikuhara, T. Sakuma // *Science* **300** (2003) 464.
- [2] S. Kuramoto, T. Furuta, J.H. Hwang, K. Nishino, T. Saito // *Metallurgical and Materials Transactions A* **37** (2006) 657.
- [3] M.Yu. Gutkin, T. Ishizaki, S. Kuramoto, I.A. Ovid'ko // *Acta Materialia* **54** (2006) 2489.
- [4] T. Furuta, S. Kuramoto, J.W. Morris (Jr.), N. Nagasako, E. Withey, D.C. Chrzan // *Scripta Materialia* **68** (2013) 767.
- [5] V.A. Sheremet'ev, *Stability of the structure and functional properties of thermomechanically treated biocompatible Ti-Nb-Zr and Ti-Nb-Ta alloys* (PhD thesis, MISIS, Moscow, 2015).
- [6] J. Wang, Z. Li, G. Fan, H. Pan, Z. Chen, D. Zhang // *Scripta Materialia* **66** (2012) 594.
- [7] L.-Y. Chen, H. Konishi, A. Fehrenbacher, C. Ma, G.-Q. Hu, H. Choi, H.-F. Hu, F.E. Pfefferkorn, X.-C. Li // *Scripta Materialia* **67** (2012) 29.
- [8] A.G. Nasibulin, T.S. Koltsova, L.I. Nasibulina, I.V. Anoshkin, A. Semencha, O.V. Tolochko, E.I. Kauppinen // *Acta Materialia* **61** (2013) 1862.
- [9] Y. Kim, J. Lee, M.S. Yeom, J.W. Shin, H. Kim, Y. Cui, J.W. Kysar, J. Hone, Y. Jung, S. Jeon, S.M. Yan // *Nature Communications* **4** (2013) 2114.

- [10] J. Hwang, T. Yoon, S.Y. Jin, J. Lee, T.-S. Kim, S.H. Hong, S. Jeon // *Advanced Materials* **25** (2013) 6724.
- [11] D. Kuang, L. Xu, L. Liu, W. Hu, Y. Wu // *Applied Surface Science* **273** (2013) 484.
- [12] C.L.P. Pavithra, B.V. Sarada, K.V. Rajulapoti, T.N. Rao, D. Sundararajan // *Scientific Reports* **4** (2014) 4049.
- [13] I.A. Ovidko // *Reviews on Advanced Material Science* **38** (2014) 190.
- [14] H. Algul, M. Tokur, S. Ozcan, M. Uysal, T. Cetinkaya, H. Akbulut, A. Alp // *Applied Surface Science* **359** (2015) 340.
- [15] V.G. Konakov, O.Yu. Kurapova, I.V. Lomakin, I.Yu. Archakov, E.N. Solovyeva, I.A. Ovidko // *Reviews on Advanced Material Science* **44** (2016) 361.
- [16] L. Kvetkova, A. Duszova, P. Hvizdoš, P. Kun, C. Balázs // *Scripta Materialia* **66** (2012) 793.
- [17] V.G. Konakov, I.A. Ovid'ko, N.V. Borisova, E.N. Solovyeva, S.N. Golubev, O.Yu. Kurapova, N. N. Novik, I.Yu Archakov // *Reviews on Advanced Material Science*. **39** (2014) 41.