

Синтез мах-фазы Ti_2AlN

М.А. Лугинина, Д.Ю. Ковалев, А.Е. Сычев

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения
Российской академии наук

Фаза Ti_2AlN является соединением, относящимся к новому классу тугоплавких материалов, обладающих слоистой структурой и уникальным сочетанием свойств металла и керамики, описываемых в общем виде формулой $M_{n+1}AX_n$, где M – переходный металл, A – элемент IIIA или IVA подгруппы периодической системы, X – углерод или азот. Подобные материалы, названные МАХ фазами, обладают свойствами, комбинирующими достоинства металлов и керамики: имеют тепловую и электрическую проводимость, низкий удельный вес, высокий модуль упругости, низкий коэффициент теплового расширения, высокую теплостойкость и жаростойкость. Среди более 60 материалов на основе МАХ-фаз, синтезированных к настоящему времени, наибольший интерес, с позиций уровня их свойств, представляют соединения на основе систем $Ti-Al-C$ и $Ti-Al-N$. Синтез таких соединений проводится, как правило, методами горячего изостатического прессования (HIP), спеканием в разряде плазмы (SPS) и методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (SHS). В работе [1], методом HIP в среде аргона ($T=1400^{\circ}C$, $P=40$ МПа, $t=48$ часов) смеси Ti и AlN был синтезирован материал на основе Ti_2AlN , содержащий 10–15% по объему TiN . Практически однофазный материал с содержанием до 3% по массе TiN удалось получить методом SPS ($T=1450^{\circ}C$, $P=50$ МПа, $t=5$ минут) [2]. Принципиальная возможность синтеза Ti_2AlN методом SHS в режиме фильтрационного горения была показана в работе [3], однако в состав полученного материала, помимо Ti_2AlN , входили фазы TiN , AlN и $TiAl_3$. Таким образом, при различных методах синтеза в составе конечного продукта практически всегда обнаруживается присутствие нитридных (TiN и AlN) и интерметаллидных фаз системы $Ti-Al$. Решение проблемы минимизации содержания примесных фаз в синтезируемых материалах на основе МАХ-фаз титана является актуальной. Принципиально важным является получение однофазного материала Ti_2AlN , когда он используется далее в качестве прекурсора для синтеза $MXen$ фазы Ti_2N . Цель настоящей работы состоит в поиске оптимальных составов смесей, способов их предварительной обработки и температурно-временных режимов синтеза соединения Ti_2AlN .

Синтез Ti_2AlN проводился методом реакционного спекания, порошковых смесей, в состав которых входили фазы AlN , Ti и TiN . Смешивание компонентов осуществлялось в шаровой мельнице в течение 1 часа в среде воздуха. Для определения влияния механической активации на выход конечного продукта, проводилась активационная обработка смеси в планетарной мельнице (ускорение 90 g, 5 минут, соотношение масс шаров и шихты 20:1). Цилиндрические образцы диаметром 10 мм и высотой 15 мм готовили прессованием. Относительная плотность составляла 50%. Спекание проводилось в средах аргона при давлении 0.3 МПа и вакуума 10^{-8} МПа при температурах $1100^{\circ}C$, $1300^{\circ}C$ и $1500^{\circ}C$.

Длительность процесса варьировалась от 15 до 180 мин. Рентгенофазовый анализ синтезированного материала выполнялся на дифрактометре ДРОН-3М, излучение $\text{Cu-K}\alpha$, шаг сканирования 0.02° , время набора в точке 2 сек.

В результате полученных данных установлено, что оптимальный состав исходной смеси для максимального выхода целевого продукта Ti_2AlN при реакционном спекании смеси $\text{Ti}+\text{AlN}$ 2:1 в мольном соотношении. Определен режим, обеспечивающий выход целевого продукта Ti_2AlN более 98% – изотермический отжиг в среде аргона при температуре 1300°C в течение 2 часов. Рентгенограмма материала, синтезированного в этих условиях, характеризуется минимальным содержанием примесной фазы TiN (рис.1). При меньших временах и температуре выдержки содержание примесных фаз, основной из которых является TiN , увеличивается. Увеличение температуры и продолжительности отжига не приводит к изменению соотношения фаз в конечном продукте.

Показано, что предварительная механоактивационная обработка смесей приводит к существенному увеличению содержания TiN в синтезированном материале.

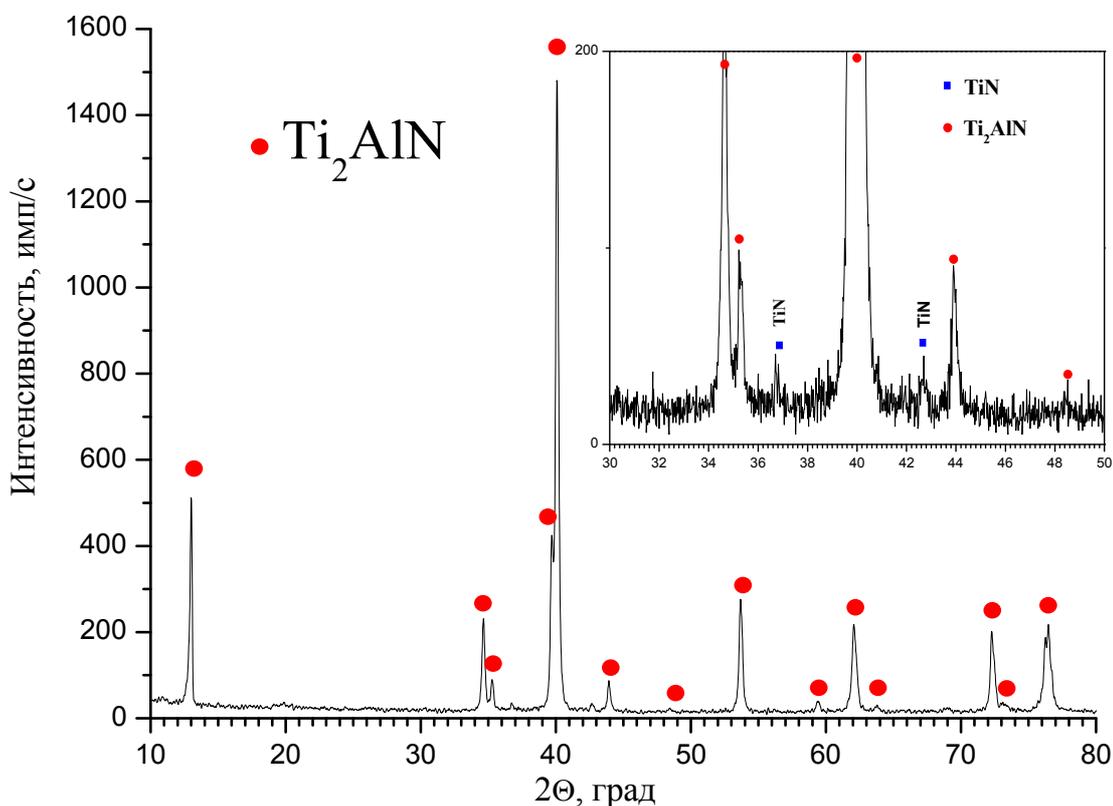


Рис.1 Рентгенограмма продукта, полученного спеканием смеси $2\text{Ti}+\text{AlN}$ при 1300°C в течение 2 часов в среде Ag . На вставке приведен увеличенный участок рентгенограммы, показывающий наличие слабых линий TiN .

Литература

1. Barsoum M. W., Ali M, El-Raghy T. Processing and Characterization of Ti_2AlC , Ti_2AlN , $Ti_2AlC_{0.5}N_{0.5}$. J. Metallurgical and Materials Transactions A, 2000, 31, p.1857-1865.
2. Yan M., Mei B, Zhu J, Tian C, Wang P Synthesis of high-purity bulk Ti_2AlN by spark plasma sintering (SPS). Ceramic Int., 2008, 34(6), 1439-1442.
3. С.И.Колесников, А.А.Кондаков, Милосердов П.А., И.М.Новицкий, М.А. Бардин. Определение оптимальных условий синтеза в тройной системе Ti–Al–N для получения продуктов, содержащих наибольшее количество MAX фаз. Башкирский химический журнал. 2012. Том 19. № 4, с.162-165.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 15-08-02331 А.