

## СИНТЕЗ И РАСПАД МАХ-ФАЗЫ $Ti_2AlN$ В РЕЖИМЕ ФИЛЬТРАЦИОННОГО ГОРЕНИЯ

А.А. Кондаков\*, И.А. Студеникин, А.В. Линде, В.В. Грачев

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

\*[kondakov@ism.ac.ru](mailto:kondakov@ism.ac.ru)

Тройная система титан–алюминий–азот представляет интерес, как с научной точки зрения, так и с точки зрения практического использования получаемых продуктов горения. Научный интерес состоит в экспериментальном определении закономерностей фильтрационного горения системы, в которой возможно одновременное протекание нескольких конкурирующих реакций. Помимо двух параллельных реакций газ–твердое, таких как титан–азот и алюминий–азот с образованием нитридов, возможна реакция между твердыми реагентами титан–алюминий с образованием интерметаллидов различного состава, которые, в свою очередь, также могут вступать в реакцию с азотом. Кроме этого, возможно образование тройных соединений титан–алюминий–азот, относящихся к семейству МАХ-фаз, которые в последнее время являются объектом повышенного интереса различных групп исследователей.

Ранее в работе [1] была показана принципиальная возможность получения МАХ-фазы  $Ti_2AlN$  в режиме фильтрационного горения, но ее содержание в конечном продукте не превышало 50 % масс. Известно, что при температурах выше 1400°C происходит распад МАХ-фазы [2]. Соответственно, для предотвращения распада образующейся при горении МАХ-фазы необходимо, чтобы максимальная температура процесса не превышала температуру начала ее распада. Стандартный прием понижения температуры горения в процессах СВС – введение в состав исходной шихты конечного продукта реакции. Поскольку интерес состоял в увеличении содержания МАХ-фазы в конечном продукте, то по логике исследования ее и надо было добавлять в исходную шихту.

Так как порошок  $Ti_2AlN$  коммерчески недоступен, то была предпринята попытка получить его спеканием в вакуумной печи. В результате проведенных исследований [3] были определены параметры процесса спекания и получен спеченный брикет массой 500 г, состав которого по данным рентгенофазового и рентгеноструктурного анализов представлял собой 100% МАХ-фазы  $Ti_2AlN$  (рис. 1). Из

части брикета был приготовлен порошок  $Ti_2AlN$ , который далее использовали как один из компонентов для приготовления исходных составов.

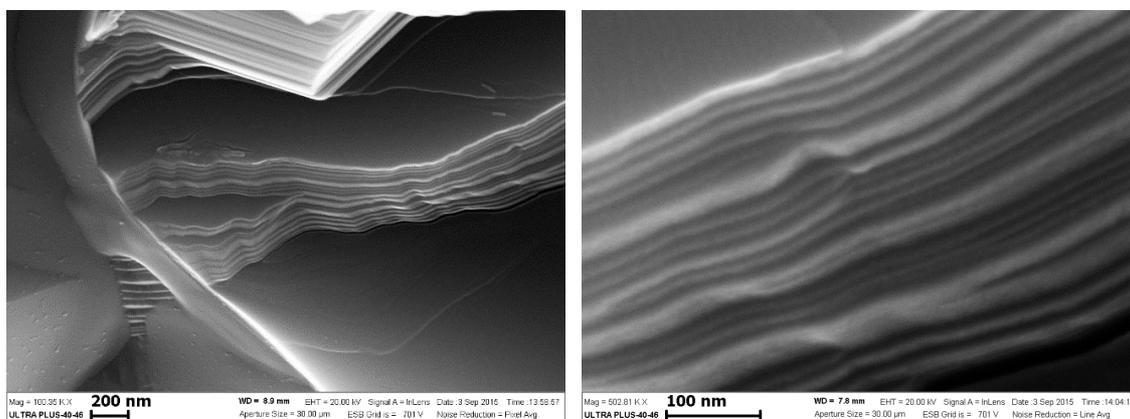


Рис. 1. Микрофотографии полученной МАХ-фазы  $Ti_2AlN$ .

Эксперименты по горению в атмосфере азота при давлении 0,1 МПа были выполнены для двух смесей порошков состава  $2Ti+Al+xTi_2AlN$  с содержанием в шихте МАХ-фазы соответственно 50% и 75% масс. Рентгенофазовый анализ продуктов горения этих составов показал полное отсутствие МАХ-фазы в продуктах, т.е. в процессе горения произошел полный распад МАХ-фазы. Это можно объяснить тем, что максимальная температура процесса  $T_{max}=1580$  °С, показанная термопарой, превышала температуру начала распада МАХ-фазы, как это было зафиксировано при горении состава с содержанием в исходной шихте МАХ-фазы 50% масс. С другой стороны при горении состава с содержанием в исходной шихте МАХ-фазы 75% масс. измеренные температуры не превышали 1300°С. Отсюда следует, что температура распада МАХ-фазы в атмосфере азота ниже, чем в вакууме. Поскольку ее содержание в исходной шихте 75% масс. было достаточно высокое, то возникла гипотеза о возможной реакции азотирования  $Ti_2AlN$  в режиме горения.

Для проверки этой гипотезы были проведены эксперименты по горению образцов  $Ti_2AlN$  в атмосфере азота в бомбе постоянного давления. Образцы представляли собой параллелепипеды прямоугольного сечения 16x16 мм и высотой 28 мм, вырезанные из полученного спеканием брикета МАХ-фазы  $Ti_2AlN$ . Эксперименты проводились при разных давлениях азота, горение наблюдалось при давлении 1 МПа и 0,3 МПа, причем в последнем случае режим горения был нестационарный, с множеством перемещающихся очагов. При давлении азота 0,1 МПа после сгорания поджигающей таблетки из смеси титана с бором горение образца не наблюдалось. Рентгенофазовый анализ продуктов горения при 1 МПа показал наличие только

нитридных фаз 74% TiN и 26% AlN (рис. 2), а при давлении 0,3 МПа к нитридным фазам (76% TiN и 21% AlN) добавилось небольшое количество интерметаллида 3% TiAl<sub>3</sub>. Сопоставление микроструктуры продуктов на рисунках 1 и 2 показывает качественное изменение исходной структуры материала от наноламинатной к микрокомпозитной с волокнистыми включениями. Энергодисперсионный анализ показал, что микроконгломераты частиц состоят в основном из нитрида титана, а волокнистые включения это усы и волокна нитрида алюминия.

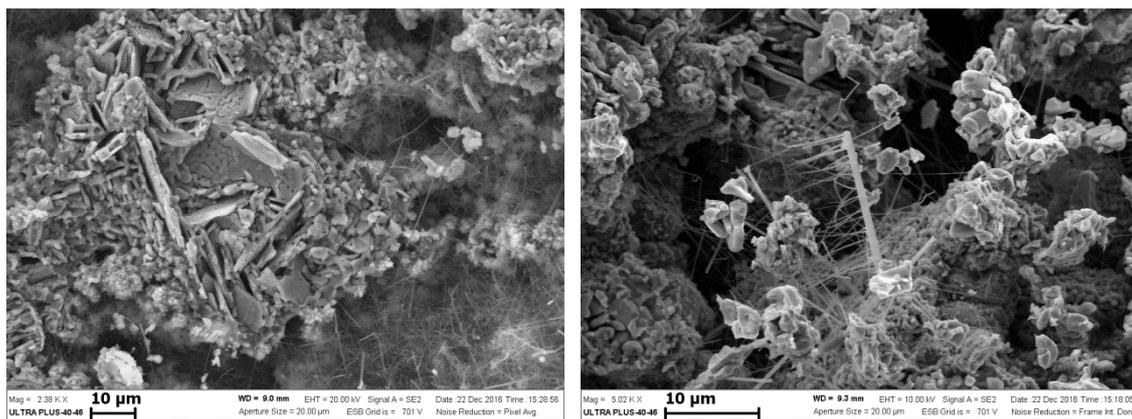


Рис. 2. Микроструктура продуктов горения МАХ-фазы в азоте при давлении 1 МПа.

Таким образом, в данной работе экспериментально наблюдался распад МАХ-фазы Ti<sub>2</sub>AlN в атмосфере азота в режиме самораспространяющейся волны реакции с образованием нитридов титана и алюминия. Этот результат с одной стороны открывает путь для синтеза микрокомпозитных порошков TiN–AlN, а с другой стороны имеет особое значение для практики эксплуатации в азотсодержащей среде при высоких температурах материала на основе Ti<sub>2</sub>AlN.

Для выполнения исследований было использовано оборудование распределенного центра коллективного пользования ИСМАН, авторы выражают благодарность сотруднику это центра Н.В. Сачковой за исследования на электронном микроскопе и энергодисперсионный анализ.

## Литература

1. А.А. Кондаков, В.В. Грачёв. Материалы третьей конференция по фильтрационному горению, Черноголовка, 18–21 июня 2013 г., стр. 35–38.
2. I.M. Low, W.K. Pang, S.J. Kennedy, R.I. Smith. *J. of the Europ. Cer. Soc.*, 2011, vol. 31, pp. 159–166.
3. А.А. Kondakov, I.A. Studenikin, A.V. Linde, N.A. Kondakova, and V.V. Grachev. In book: EPNM-2016, Explosive Production of New Materials: Science, Technology, Business, and Innovations. [Edited by A.A. Deribas, Yu.B. Scheck and R. L. Mendes], Coimbra, Portugal, 2016, pp. 76–78.