

NEWS

OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

SERIES CHEMISTRY AND TECHNOLOGY

ISSN 2224-5286

Volume 2, Number 410 (2015), 82 – 85

COMPOSITES BASED ON TITANIUM NITRIDE PREPARED BY SHS IN CONDITION OF HIGH PRESSURE NITROGEN

A. N. Alipbaev, R. G. Abdulkarimova, Zh. Korkembay,
S. M. Fomenko, V. E. Zarko, Z. A. Mansurov

Kazakh national university named after al-Farabi, Almaty, Kazakhstan.
E-mail: tulepov@rambler.ru

Keywords: titanium nitride, self-propagating high-temperature synthesis (SHS), composite materials (CM).

Abstract. The article investigated the recovery processes of aluminothermic solid combustion in the mode under a nitrogen atmosphere in the installation of high pressure to obtain nitride composites. The properties of the synthesis products obtained at various nitrogen pressures

УДК 666.76.666.9.043.2

КОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ НИТРИДА ТИТАНА, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ СВС В УСЛОВИЯХ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ АЗОТА

А. Н. Алипбаев, Р. Г. Абдулкаримова, Ж. Көркембай,
С. М. Фоменко, В. Е. Зарко, З. А. Мансуров

Казахский национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан

Ключевые слова: нитрида титана, самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), композиционных материалов (КМ).

Аннотация. В работе исследованы процессы алюмотермического восстановления в режиме твердофазного горения в среде азота в установке высокого давления с целью получения нитридсодержащих композитов. Определены свойства продуктов синтеза, полученных при различных давлениях азота.

Введение. Композиционные материалы, на основе тугоплавких соединений – это материалы в которых весьма заинтересовано современное материаловедение, благодаря таким свойствам, как высокая вязкость разрушения, повышенная термостойкость и высокая износостойкость. Кроме того, большое количество научных исследований в последнее время посвящено нанокристаллическим тугоплавким материалам, в связи с так называемым размерным эффектом, который позволяет повышать технологические свойства в несколько раз [1]. Поэтому особое внимание уделяется именно наноразмерным композиционным материалам, на основе тугоплавких соединений. Методом, который позволяет получать композиции на основе нитридов, карбидов и карбонитридов является самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) с использованием неорганических азидов (СВС-Аз) и галоидных солей. Перспективы его использования обусловлены простотой технологического оборудования, небольшой продолжительностью, экономичностью процесса и высокой степенью чистоты целевых продуктов, что главным образом сказывается на физико-химических и механических свойствах конечного изделия [2].

Нитрид титана и композиционные материалы на его основе широко используется в современной промышленности. Но существующие способы его получения (сжигание титановых

образцов в специальных реакторах в среде азота при избыточном давлении до 100 атм.) не могут удовлетворять всем запросам современной техники. [3]. Нитриды и лигатуры на их основе нашли применение как источники азота при выплавке перспективных высокоазотистых сталей [4]. Наиболее высокопроизводительным и экономичным способом получения нитридов переходных металлов IV-VI групп является самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) [5], в основе которого лежит экзотермическая реакция горения металлических порошков в атмосфере азота. В последние годы возник интерес к проблеме влияния наноструктурированности исходных реагентов, достигаемой с помощью механоактивации (МА) в высокоэнергетических активаторах, на параметры СВС и структурно-фазовое состояние продуктов [6]. Актуальной задачей получения высокотемпературной нитридной керамики при высоких давлениях реагирующего азота входит не только синтез соединений, но также и формирование структуры материала, его геометрической формы [7]. В работе приведены результаты исследований некоторых особенностей образования нитрид титана композитов в прессованных образцах в системе Al – TiO₂ – C при различных давлениях азота.

Экспериментальная часть

СВ-синтез в условиях высокого давления азота проводился на цилиндрических образцах диаметром 2 см и высотой 4 см, изготовленных прессованием порошковых смесей с добавлением золя кремнезема. Эксперименты проводились на исследовательской установке высокого давления. Основным элементом служит корпус реактора, выполненный из толстостенной стали емкостью 45 литров, снабженный верхней и нижней крышкой. Для термодарных выводов и подачи электроэнергии в нижней крышке установлены токоподводные штуцеры. Подача и выпуск газа осуществляется через гибкие шланги высокого давления, снабженные быстроразъемными соединениями, установленными на верхней крышке. Для увеличения концентрационных пределов проведения СВ-синтеза внутри реактора размещена трубчатая нагревательная печь, позволяющая предварительно нагреть исследуемый образец до 1000 °С. Для контроля измерения температурных данных процессов СВ-синтеза использовалась компьютерная установка регистрации температур. Топографию и микроструктуру поверхности образцов, а также качественный и количественный анализ состава в точечных областях осуществляли на растровом электронном микроскопе JSM-6510LA «JEOL».

Результаты и обсуждение

Тщательно перемешиваем на воздухе исходной порошок. Загружали цилиндрическую прессформу и методом прессования приготавливали образцы. Эксперименты проводились в реакторе высокого давления, где в процессе нагрева до температуры 950–1000 °С происходило самовоспламенение образцов.

Давление азота изменялось от 0 до 20 атмосфер. Составы экспериментальных образцов приведены в таблице.

Составы исходных экспериментальных образцов

Компонент	Содержание, % масс.			
	20	25	30	35
Al	20	25	30	35
TiO ₂	65	60	55	50
C	10	10	10	10
Si	5	5	5	5

Важнейшим параметром, влияющим на формирование структуры композита и его физических свойств, является температура горения (рисунок 1). С увеличением давления азота температура горения монотонно убывает. Это обусловлено тем, что тепловыделение экзотермических составов происходит за счет алюмотермического восстановления оксида металла. А с увеличения давления азота теплоотдача образцов увеличивается, что приводит к увеличению теплотерь и снижению температуры горения в системе.

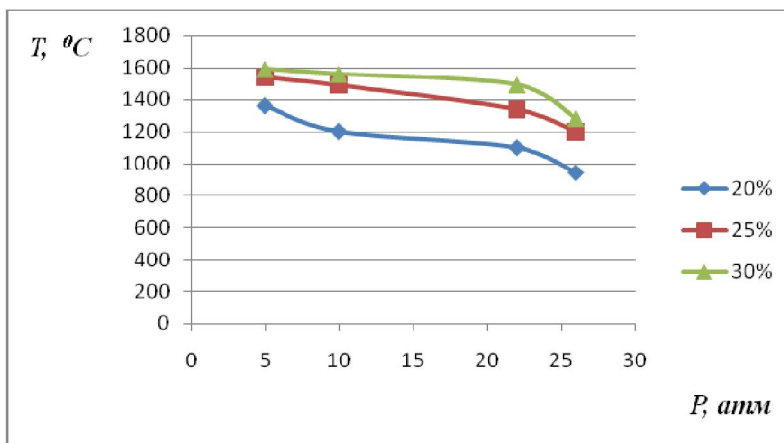


Рисунок 1 – Зависимости температуры горения от давления азота в системе Al – TiO₂ – C – N₂

Определены основные физико-механические характеристики синтезированных нитридсодержащих композитов. На синтезированных образцах (рисунок 2) определялись пределы прочности на сжатие. Увеличение давления азота и содержания алюминия для всех образцов приводит к возрастанию прочности во всем интервале изменения давления азота.

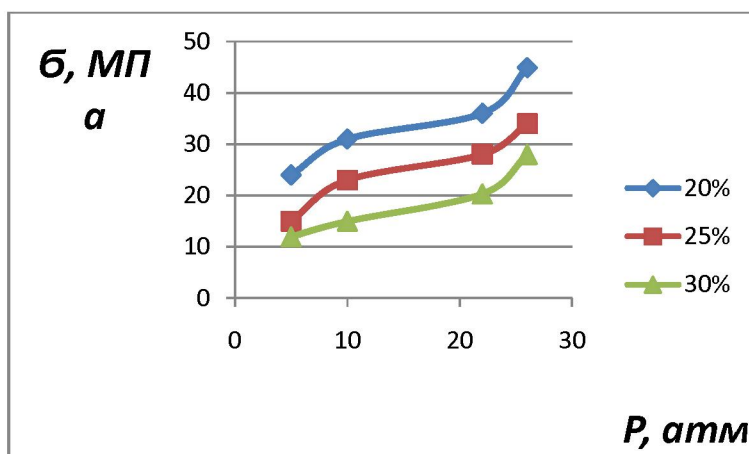


Рисунок 2 – Зависимости прочности образцов от давления азота

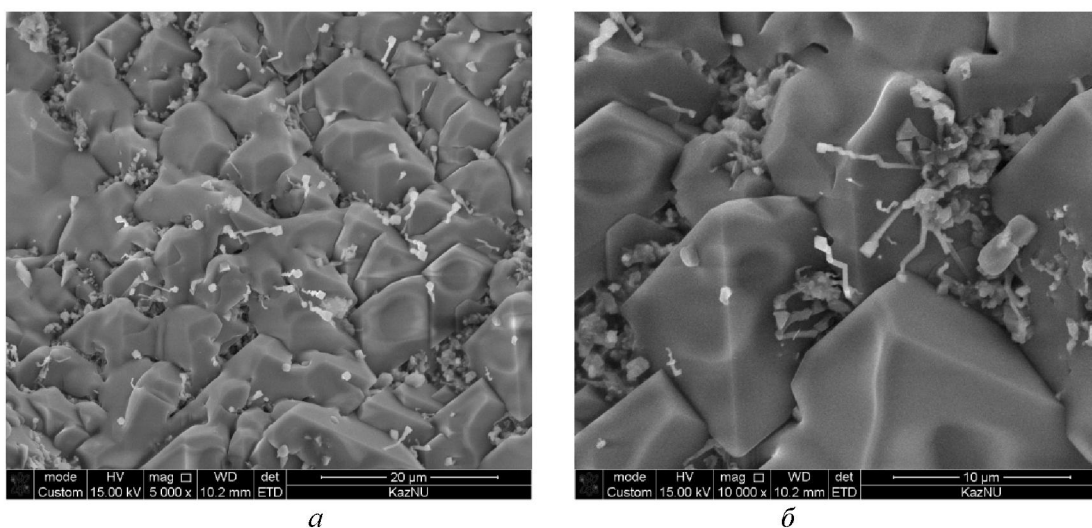


Рисунок 3 – Микроструктура участка поверхностного слоя при различном увеличении: *a* – увеличение в 5000 раз; *б* – увеличение в 10 000 раз

Изучение микроструктур на сколах исследуемых образцов показало не только морфологическое отличие структуры композита от поверхности к центру, но и различие в фазовом и химическом составе продуктов синтеза. Микроструктура поверхностного слоя (рисунок 3) представлена в виде угловатых и объемных кристаллов серого цвета предположительно сложных нитридов, размером 5–10 мкм между которыми расположены наноразмерные продолговатые кристаллы ломаной формы силицида титана.

Полученные результаты показывают, что процессы СВС в многокомпонентных системах в азотной среде под высоким давлением позволяют получать нитридосодержащие композиционные материалы, обладающими не только высокой огнеупорностью, но и высокими прочностными характеристиками.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Амосов А.П., Бичуров Г.В. Азидная технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза микро- и нанопорошков нитридов // *Машиностроение*. – М., 2007. – № 1. – 526 с.
- [2] Хусаинова Т.Н., Титова Ю.В. Получение композиции нитридов титана и алюминия методом СВС-Аз из системы «Ti-xAl-Na₃-NH₄F» // Сб. тезисов: Фундаментальные проблемы создания новых материалов и технологий. – 2014. – 232 с.
- [3] Королев Д.В., Суворов А.К., Суворов К.А., Панов И.А. Механизм синтеза нитрида титана из гидрида методом СВС // *Россия: Санкт-Петербургский государственный технологический журнал*. – 2013. – С. 181-182.
- [4] Рашев Ц. Высокоазотистые стали. – София : Изд-во болгарской АН, 1995. – 286 с.
- [5] Merzhanov A.G. The chemistry of self-propagating high-temperature synthesis // *J. Mater. Chem.* – 2004. – Vol. 14. – P. 1779-1786.
- [6] Сычев А.Е., Мержанов А.Г. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез наноматериалов // *Успехи химии*. – 2004. – № 72. – С. 157-171.
- [7] Фоменко С.М., Дильмухамбетов Е.Е., Мансуров З.А., Көркембай Ж., Алипбаев А.Н. Получение нитридосодержащих композитов на основе циркона и оксида кремния в установке высокого давления методом СВС // VIII Международной симпозиум «Физика и химия углеродных материалов», 2014 г. – Алматы. 2014. – С. 360-365.

REFERENCES

- [1] Amosov A.P., Bichura G.V. Azide technology SHS micro- and nano nitrides. *Mechanical engineering*. M., **2007**, 1, 526 p.
- [2] Khusainova T.N., Titov V. Preparation of a composition of titanium and aluminum nitride by SHS-Az system of «Ti-xAl-Na₃-NH₄F». *Fundamental Problems of the new materials and technologies. Collection of abstracts* **2014**, 232 p.
- [3] Korolev D., Suvorov A.K., Suvorov K.A., Panov I.A. The mechanism of the synthesis of titanium nitride hydride by SHS. *Russia: St. Petersburg State Technological Journal*, **2013**, 181-182.
- [4] Rashev Ts. *High-Carbon Steels*. Sofia: Publishing House of the Bulgarian Academy of Sciences, **1995**, 286 p.
- [5] Merzhanov A.G. The chemistry of self-propagating high-temperature synthesis. *J. Mater. Chem.* **2004**, 14, 1779-1786.
- [6] Sychev A.E., Merzhanov A.G. Propagating high-temperature synthesis of nanomaterials. *Usp.* **2004**, 72, 157-171.
- [7] Fomenko S.M., Dilmuhambetov E.E., Mansurov Z.A., Korkembay Zh., Alipbaev A.N. Getting nitride composites based on zircon and silicon oxide in a high-pressure method SHS. *VIII International Symposium and Physics chemistry of carbon materials in 2014. Almaty*, **2014**, 360-365.

ЖОҒАРЫ ҚЫСЫМДАҒЫ АЗОТ ГАЗЫ ҚАТЫСЫМЕН ӨЖС ӘДІСІМЕН АЛЫНҒАН ТИТАН НИТРИДІ НЕГІЗДЕГІ КОМПОЗИТТЕР

А. Н. Алипбаев, Р. Г. Абдулкаримова, Ж. Көркембай, С. М. Фоменко, В. Е. Зарко,
З. А. Мансұров

Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан

Тірек сөздер: титан нитриді, өздігінен таралатын жоғары температуралық синтез (ӨЖС), композициялық материалдар (КМ).

Аннотация. Жұмыста қатты фазалы жану (ӨЖС) режимінде жоғары қысымдағы азот атмосферасында алюминийлік тотықсыздану процесінде нитридті композиттерді зерттеу баяндалған. Алғынған синтез өнімінің қасиеттерін әртүрлі азот қысымымен анықтау нәтижесі көрсетілген.

Поступила 03.04.2015г.