

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ МЕТОДОМ АЗИДНОГО СВС КОМПОЗИЦИИ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ TiN-SiC ПРИ ГОРЕНИИ В СИСТЕМЕ Si-Ti-NaN<sub>3</sub>-(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>TiF<sub>6</sub>-C

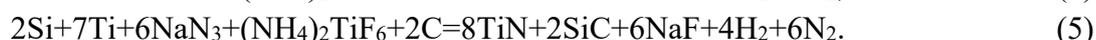
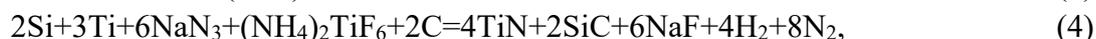
Титова Ю.В., Амосов А.П., Майдан Д.А., Белова Г.С., Самборук А.Р.

Самарский государственный технический университет, г. Самара, [titova600@mail.ru](mailto:titova600@mail.ru)

*Ключевые слова: горение, азид натрия, галоидная соль, синтез, нитрид титана, нитрид кремния, карбид кремния, ультрадисперсная порошковая композиция*

Микро- и нанопорошки TiN и SiC весьма перспективны для создания новых керамических композиционных материалов TiN-SiC, придавая им комплекс уникальных свойств [1-3]. При спекании этих композитов используются механические смеси микро- и нанопорошков TiN и SiC, что достаточно трудоемко и дорого, так как нанопорошки дороги, а механическое смешивание является длительным и не гарантирует образования однородных смесей с нанопорошками. В этом отношении более перспективно применение химических методов получения смесей высокодисперсных порошков с высокой однородностью из недорогих реагентов, среди которых важное место занимает простой энергосберегающий метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) или синтеза горением [4].

В настоящей работе исследуется применение для синтеза композиции TiN-SiC метода азидного СВС с использованием в качестве азотирующего реагента азиды натрия NaN<sub>3</sub>, а также галоидной соли (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>TiF<sub>6</sub> [5, 6]. Известны составы смесей для получения этим методом однофазных порошков TiN и SiC, из анализа которых для синтеза композиции TiN-SiC с мольным соотношением фаз от 1:4 до 4:1 использовались следующие уравнения:



Экспериментальные исследования возможности получения композиции TiN-SiC проводились в лабораторном реакторе СВС в атмосфере азота при сравнительно небольшом давлении 4 МПа и при насыпной плотности смесей исходных порошков. Результаты исследования микроструктуры на сканирующем электронном микроскопе и количественного рентгенофазового анализа показали, что продукты горения исходных смесей уравнений (1), (4) и (5) состоят только из волокон нитрида кремния диаметром 100-150 нм и равноосных частиц нитрида титана размером от 100 до 400 нм. Так при горении смеси (1) образуется три фазы (указываются в массовых %): TiN – 45,8 %, α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – 49,8 %, β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – 4,4 %. Продукты горения смеси (4) представляют собой TiN – 80,0 %, α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – 14,0 %, β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – 6,0 %. В результате горения смеси (5) синтезируются TiN – 87,7 %, α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – 5,6 %, β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – 6,7 %. Целевая фаза SiC образуется только в результате горения смесей (2) и (3) и представляет собой сферические частицы размером от 100 до 300 нм. Продукты горения смеси (2) состоят уже из пяти фаз: SiC – 6,4 %, TiN – 41,2 %, α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – 43,9 %, β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – 7,6 %, а также свободного кремния – 0,9 %. При горении смеси (3) также образуется пять фаз: SiC – 19,9 %, TiN – 28,8 %, α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – 42,5 %, β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – 7,4 %, а также свободного кремния – 1,4 %.

Таким образом, рассмотренное применение метода азидного СВС не позволило синтезировать целевую композицию порошков TiN-SiC, но показало возможность получения композиций ультрадисперсных керамических порошков TiN-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> и TiN-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-SiC с размером частиц от 100 до 400 нм. Последнее является заметным достижением, так как до этого с применением метода СВС удавалось получить композиции TiN-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> и TiN-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-SiC только значительно более крупных порошков с размером частиц 5-10 мкм при сжигании силицидов титана и карбида кремния в газообразном азоте при высоком давлении [7, 8]. Планируется

дальнейшее проведение исследований в этом направлении с целью получения нанопорошковой композиции TiN-SiC.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках проекта № 20-08-00298.

Acknowledgments: The reported study was funded by RFBR, project number 20-08-00298.

### Список литературы

1. Guo X., Yang H., Zhang L., Zhu X. Sintering behavior, microstructure and mechanical properties of silicon carbide ceramics containing different nano-TiN additive. *Ceram. Int.* 2010. Vol. 36. P. 161-165.
2. Wing Z.N. TiN modified SiC with enhanced strength and electrical properties. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2017. Vol. 37. P. 1373-1378.
3. Zhang L., Yang H., Guo X., Shen J., Zhu X. Preparation and properties of silicon carbide ceramics enhanced by TiN nanoparticles and SiC whiskers. *Scr. Mater.* 2011. Vol. 65. P. 186-189.
4. Palmero P. Structural ceramic nanocomposites: a review of properties and powders' synthesis methods. *Nanomaterials.* 2015. Vol. 5. P. 656-696.
5. Bichurov G.V. Halides in SHS azide technology of nitrides obtaining. In: *Nitride Ceramics: Combustion synthesis, properties, and applications.* Eds. A.A. Gromov, L.N. Chukhlomina. Weinheim: Wiley, 2015. P. 229-263.
6. Titova Yu.V., Amosov A.P., Maidan D.A., Belova G.S., Minekhanova A.F. Physical and chemical features of combustion synthesis of nanopowder composition AlN-SiC using sodium azide. *AIP Conf. Proceedings.* 2020. Vol. 2304. No. 020008. <https://doi.org/10.1063/5.0034318>.
7. Manukyan K.V., Kharatyan S.L., Blugan G., Kuebler J. Combustion synthesis and compaction of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/TiN composite powder. *Ceram. Int.* 2007. Vol. 33. P. 379–383.
8. Han J.C., Chen Q.C., Du S.Y., Wood Y.V. Synthesis of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-TiN-SiC composites by combustion reaction under high nitrogen pressures. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2000. Vol. 20. P. 927–932.

### Сведения об авторах

Титова Юлия Владимировна, канд. техн. наук, доцент. Область научных интересов: самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) нитридов, карбидов и их композиций с применением азидов натрия и галоидных солей.

Амосов Александр Петрович, д. ф.-м. н., профессор, зав. кафедрой. Область научных интересов: горение, СВС, порошковая металлургия, композиционные материалы.

Майдан Дмитрий Александрович, канд. техн. наук, доцент. Область научных интересов: СВС нитридов металлов с применением неорганических азидов.

Белова Галина Сергеевна, аспирант, младший научный сотрудник. Область научных интересов: СВС нитридно-карбидных композиций с применением азидов натрия.

Самборук Анатолий Романович, д-р техн. наук, профессор. Область научных интересов: СВС карбидов из гранулированных шихт.

## EXPLORING THE POSSIBILITY OF SYNTHESIS OF TiN-SiC ULTRAFINE POWDER COMPOSITION DURING COMBUSTION IN Si-Ti-NaN<sub>3</sub>-(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>TiF<sub>6</sub>-C SYSTEM

Titova Yu.V., Amosov A.P., Maidan D.A., Belova G.S., Samboruk A.R.  
Samara State Technical University, Samara, Russia, [titova600@mail.ru](mailto:titova600@mail.ru)

*Keywords: combustion, sodium azide, halide salt, synthesis, titanium nitride, silicon nitride, silicon carbide, ultrafine powder composition*

This work shows the possibility of combustion synthesis of the ultrafine powder compositions of TiN-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and TiN-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-SiC using initial charge of Si-Ti-NaN<sub>3</sub>-(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>TiF<sub>6</sub>-C.