

Неизотермический синтез трибологических композиционных материалов на основе МАХ-фаз и соединения AlMgB_{14}

О.К. Лепакова, Н.И. Афанасьев, Р.В. Минин*

Томский научный центр СО РАН, Томск, Россия

**klavdievna.K@yandex.ru*

Реферат. В последнее время в качестве новых антифрикционных материалов большой интерес представляют материалы на основе МАХ-фаз, которые имеют слоистую структуру, схожую со структурой графита и нитрида бора. Представлены результаты получения методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) композитов на основе МАХ-фазы Ti_3SiC_2 , модифицированной боридом алюминия-магния AlMgB_{14} . Рассмотрены продукты синтеза, образующиеся при различных соотношениях исходных компонентов. Представлены рентгенофазовый, микроструктурный анализы продуктов синтеза. Показано, что оптимальное количество вводимой добавки (AlMgB_{14}) для синтеза должно составлять 5–10 мас. %.

Ключевые слова: самораспространяющийся высокотемпературный синтез, МАХ-фазы, борид алюминия-магния AlMgB_{14} , трибологические материалы

1. Введение

Развитие современной техники связано с разработкой и внедрением новых материалов, демонстрирующих высокие эксплуатационные характеристики в экстремальных условиях. К числу таких материалов относятся материалы антифрикционного назначения, которые должны характеризоваться низким коэффициентом трения (не более 0.5), высокой износостойкостью [1]. В связи с этим в качестве новых антифрикционных материалов большой интерес представляют материалы на основе МАХ-фаз. МАХ-фазы представляют собой семейство тройных наноламинатных карбидов или нитридов с гексагональной структурой, химическая формула $\text{Mn}+1\text{AXn}$, где М – переходный металл; А – элемент IIIA – VIA подгрупп, а Х – углерод и/или азот, $n = 1-3$ (в настоящее время имеются соединения с $n > 3$). Благодаря структурным особенностям МАХ-фазы обладают уникальной комбинацией свойств, поскольку сочетают в себе характеристики металлов и керамик [1]. Всё это позволяет рассматривать их как перспективные материалы для конструкционных применений во многих областях.

В последние годы активно исследуется карбид титана кремния Ti_3SiC_2 . В ряде исследований показано, что керамика на основе Ti_3SiC_2 является перспективным трибологическим материалом, что обусловлено его слоистой структурой, которая схожа со структурой графита, нитрида бора [2]. Проводятся исследования влияния различных присадок (TiC , BN , SiC) в композитах на основе Ti_3SiC_2 на трибологические характеристики с целью использования их в высокотемпературных узлах трения и механических узлах, связанных с износом [3, 4].

Борид алюминия-магния AlMgB_{14} представляет собой химическое соединение алюминия, магния и бора, которое характеризуется высокой твердостью (25–35 ГПа), низкой плотностью (2.66 г/см^3), чрезвычайно низким коэффициентом трения – 0.04–0.05, высоким индексом пластичности $\text{H/E}-0.14$ [5]. Высокие механические и, в первую очередь, трибологические характеристики открывают широкие перспективы его практического применения в качестве износостойких покрытий, а также в составе композиционных материалов.

Целью данного исследования являлось получение методом СВС композиционного материала на основе Ti_3SiC_2 с добавками боридов – алюминия магния AlMgB_{14} , исследование влияния добавки на фазовый состав, микроструктуру и свойства (в первую очередь, трибологические) синтезируемых композитов.

2. Материалы и методика эксперимента

Для синтеза Ti_3SiC_2 использовали порошок титана ПТС-2 (0–280 мкм), кремния КР-1 (размер частиц <20 мкм), углерода (сажа марки ПМ-15 с размером частиц <0.5 мкм). Для синтеза AlMgB_{14} брали порошки алюминия АСД-4 (размер частиц <10 мкм), магния МПФ-3 (размер частиц менее 250 мкм), бора чёрного аморфного (размер частиц 1–5 мкм). Готовили смеси с содержанием в реакционных шихтах 1, 5 и 20 мас.% AlMgB_{14} . Процесс самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) проводили в реакторе постоянного давления в атмосфере аргона. Фазовый состав синтезированных продуктов определяли с помощью дифрактометра ДРОН – 2 (излучение $\text{CoK}\text{-}\alpha$). Микроструктуру изучали с помощью оптической и растровой электронной микроскопии. AlMgB_{14} получали методом СВС с помощью химической печи [6]. СВС-образцы системы Al-Mg-14B представляли пористые спёки, которые легко измельчались до размера частиц ~10 мкм.

3. Результаты

AlMgB_{14} получали методом СВС с помощью химической печи [6]. СВС-образцы представляли пористые спёки, которые легко измельчались до размера частиц ~ 10 мкм. По данным рентгенофазового анализа основной фазой СВ-синтезированного продукта является MgAlB_{14} . (~95 мас.%). На дифрактограмме фиксируется также алюмомагнезиальная шпинель MgAl_2O_4 (~5 мас.%) (рис.1) На рис.2 приведена структура поверхности излома. Видно, что СВС – продукт представляет из себя пористый спёк, состоящий из частиц AlMgB_{14} , размер которых не превышает 2 мкм.

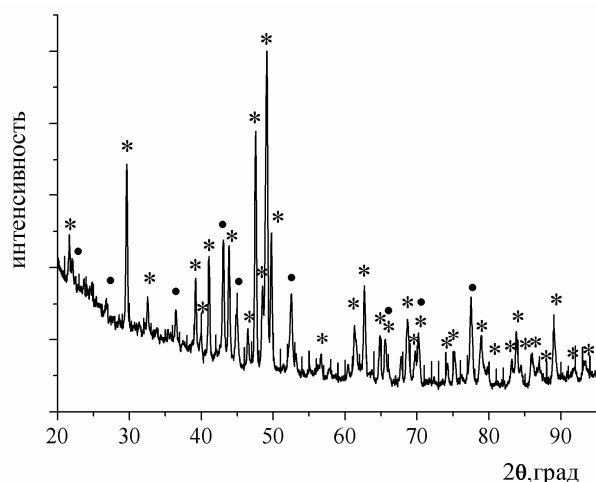


Рис.1. Дифрактограмма синтезированного продукта, точки * – AlMgB_{14} , • – MgAl_2O_4 .

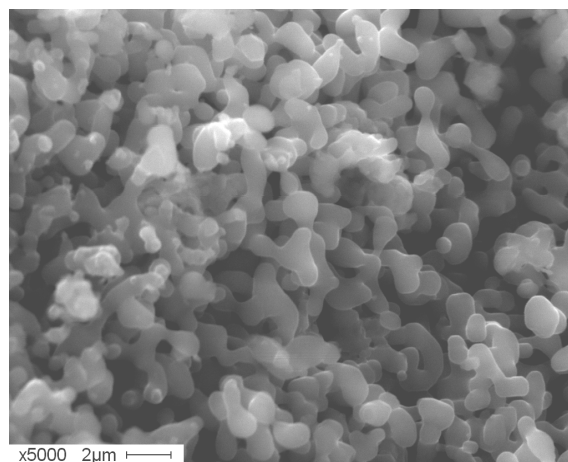


Рис.2. РЭМ – поверхность излома СВС-продукта AlMgB_{14} .

На рис.3 приведены дифрактограммы продуктов синтеза смесей на основе Ti_3SiC_2 с различным содержанием добавки AlMgB_{14} . На рис.3а приведена дифрактограмма продукта, рассчитанного на образование Ti_3SiC_2 . Продукт состоит из Ti_3SiC_2 , TiC и TiSi_2 . На рис.3б приведена дифрактограмма СВС-продукта состава 99 мас.% Ti_3SiC_2 + 1 мас.% AlMgB_{14} . Дополнительно к фазам Ti_3SiC_2 , TiC и TiSi_2 на дифрактограмме появились слабые линии, принадлежащие дибориду титана TiB_2 . Введение в исходную смесь 5мас.% AlMgB_{14} привело к заметному снижению интенсивности основных линий карбосилицида титана и появлению на дифрактограмме линий диборида титана (рис.3в). Увеличение содержания AlMgB_{14} до 20 мас.% привело к существенному изменению фазового состава конечного продукта. В продукте фиксируются диборид титана, карбид титана, карбид кремния и в небольшом

количестве Ti_3SiC_2 (рис.3г). Снижение содержания Ti_3SiC_2 и появление новых фаз при введении в реакционную смесь алюмо – магниевого борида можно объяснить взаимодействием AlMgB_{14} с компонентами реакционной смеси в волне горения, что приводит к нарушению соотношений компонентов для синтеза карбосилицида титана.

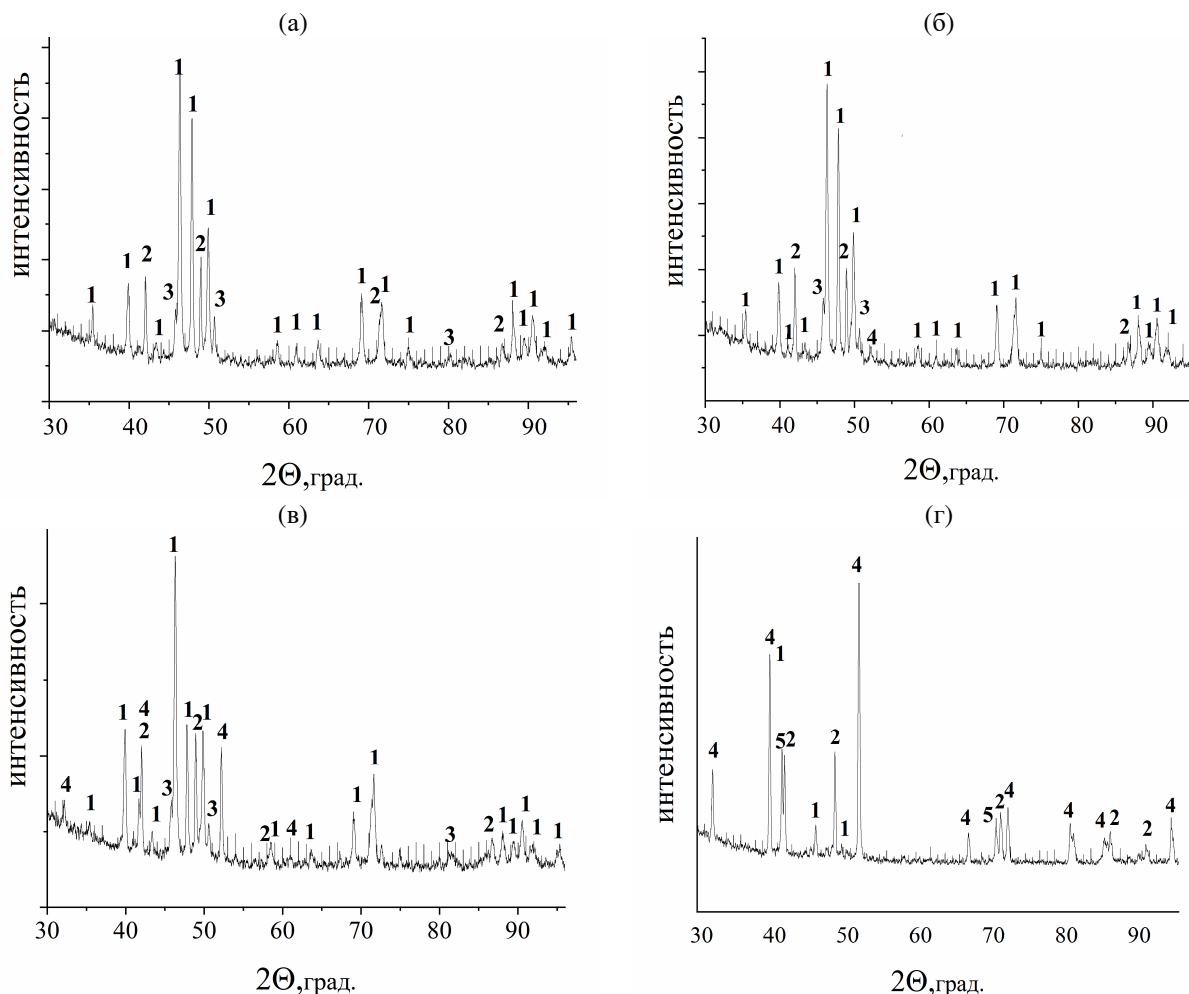
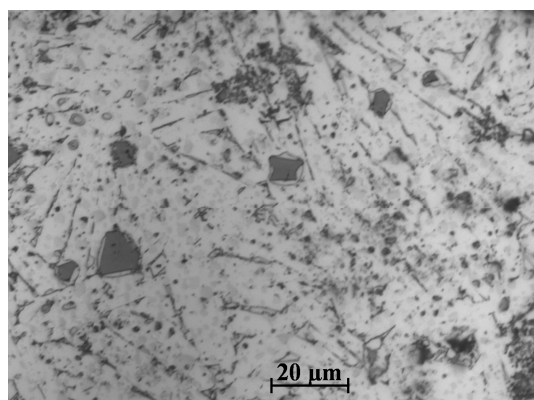


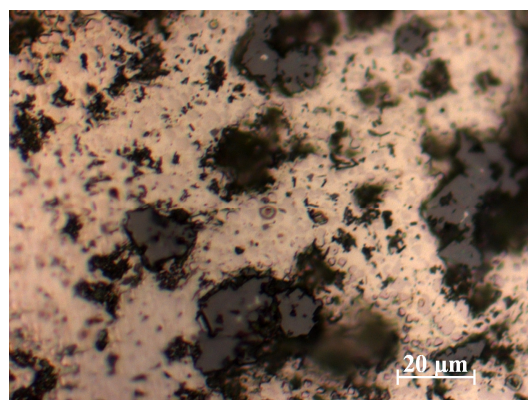
Рис.3. Дифрактограммы СВС – продуктов на основе Ti_3SiC_2 с добавками б – 1, в – 5, г – 20 мас.% AlMgB_{14} . 1 – Ti_3SiC_2 , 2 – TiC , 3 – TiSi_2 , 4 – TiB_2 , 5 – SiC .

Исследования микроструктуры подтверждают результаты рентгенофазового анализа. На рис.4 приведены микроструктуры СВС-продуктов на основе Ti_3SiC_2 с добавками AlMgB_{14} . На микрофотографии микроструктуры образца с добавкой 1 мас.% AlMgB_{14} (рис.4а) можно выделить следующие структурные составляющие: пластинчатые кристаллы Ti_3SiC_2 , мелкие округлые частицы светло-серого цвета – карбид титана и более крупные кристаллы тёмного цвета – алюмо-магний борид AlMgB_{14} . Кристаллы AlMgB_{14} окружены светлыми ободками, что является результатом взаимодействия AlMgB_{14} с компонентами реакционной шихты. Микроструктура образца с добавкой в исходную шихту 5 мас.% AlMgB_{14} показана на рис.4б. Пластинчатые кристаллы Ti_3SiC_2 травлением выявляются менее чётко. Согласно данным рентгенофазового анализа (рис.3в), в продукте фиксируется достаточно большое количество диборида титана. Однако металлографически выявить его не удалось. Наблюдаемые крупные серые частицы – AlMgB_{14} . При введении в исходную смесь 20 мас.% AlMgB_{14} в структуре образцов исчезли пластинчатые кристаллы Ti_3SiC_2 . Структура состоит

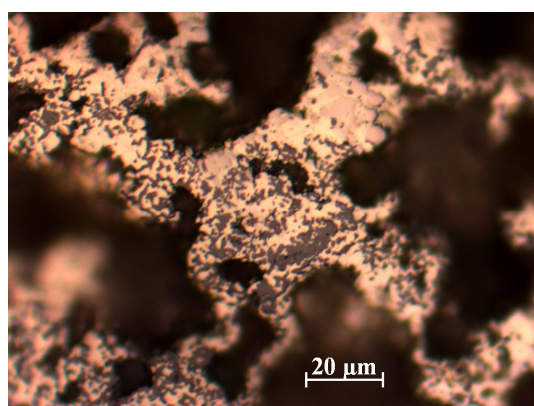
из мелкодисперсных кристаллов TiB_2 (светлые кристаллы), TiC (розоватого цвета) и SiC (тёмно-серого цвета) (рис.3г).



(a)



(б)



(в)

Рис.4. Микроструктуры СВС-продуктов на основе Ti_3SiC_2 с добавками: а – 1, б – 5, в – 20 мас.% AlMgB_{14} .

Формирование гетерофазной структуры при введении в исходную шихту 20 мас.% AlMgB_{14} можно объяснить разложением в волне горения борида алюминия-магния и взаимодействием продуктов разложения с компонентами шихты. При этом температура в волне горения должна быть $>2250^\circ\text{C}$, так как, по данным [7] температура разложения образца « AlMgB_{14} » (94.2 мас.% AlMgB_{14} – 5.8 мас.% MgAl_2O_4) составляет $2250\pm 30^\circ\text{C}$.

4. Заключение

Исследованиями показано взаимодействие добавки (AlMgB_{14}) с компонентами исходной шихты – 3Ti-Si-2C . Показано, что при введении в исходную смесь 20 мас. % AlMgB_{14} изменяются фазовый состав и микроструктура конечного продукта. Оптимальное количество вводимой добавки (AlMgB_{14}) для синтеза должно составлять 5–10 мас.%. Для получения материалов на основе МАХ-фаз с более высокими физико-механическими свойствами (включая трибологические) необходимо продолжение данной работы с целью оптимизации как параметров проведения СВС, так и составов исходной шихты.

5. Список литературы

- [1] Barsom M., *J. Prog. Solid State Ch.*, **28**, 201, 2000; doi:10.1016/BI0079-6786(00)00006-6
- [2] Yuanyuan Z., Aigua Z., Yiqiu J., Jin J., Libo W., Bin W., Qingfeng Z., Myhra S., Summers J., *J. Ceramic International*, **41**, 6950, 2015; doi: 10.1016/j.ceramint.2015.01.150
- [3] Yang I., Gu W., Pan L., Song K., Chen X., Qiu T., *J. Wear*, **271**, 2940, 2011;

- doi: 10.1016/j.wear.2011.06.017
- [4] Shi X., Wang M., Hu Z., Zhai W., Zhang Q., *J. Mater. Des.*, **45**, 179, 2013;
doi: 10.1016/j.matdes.2012.08.069
- [5] Cook B., Harring J., Lewis T., Russell A., *Scripta materialia*, **42**, 2000, P. 597,
doi: 10.1016/S.1359 6462(99)00400-5
- [6] Лепакowa О.К., Браверман Б.Ш., Афанасьев Н.И. Голобоков Н.Н., *Патент РФ*
№26971146.
- [7] Несмелов Д., Удалов Ю., Орданьян С., Данилович Д., Перевислов С., *Четвёртый междисциплинарный научный форум с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии»*, Сборник материалов, том III, Москва, Россия, 27–30 ноября, 233, 2018.