

**Механохимический синтез интерметаллического соединения TiFe
из элементарных порошков железа и титана**

М.Ю. Михня¹, Е.В. Абдульменова²

Научный руководитель: к.т.н. Е.В. Абдульменова²

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055

E-mail: mym9@tpu.ru

**Mechanochemical Synthesis of TiFe of intermetallic compound
from elementary iron and titanium powders**

M.Yu. Mikhnya¹, E.V. Abdulmenova²

Scientific Supervisor: PhD., E.V. Abdulmenova²

¹Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

²Institute of Strength Physics and Materials Science, Russia, Tomsk, Academic str., 2/4, 634055

E-mail: mym9@tpu.ru

Abstract. *It has been studied the structure and phase composition of the intermetallic compound TiFe, obtained by mechanochemical synthesis from elemental iron and titanium powders. After mechanical treatment, the Ti-Fe powder mixture (50 wt. %) contained α -Ti and α -Fe. The cell size of the α -Ti phase after mechanical treatment remained unchanged and was equal to $0.2867 \pm 5 \cdot 10^{-4}$ nm. The cell size of the α -Fe phase decreased as the treatment duration increased. The TiFe intermetallic compound is formed at 300 seconds of mechanical treatment.*

Key words: *mechanical processing, phase composition, FeTi intermetallic compound*

Введение

Механоактивированные материалы за счёт своих особых свойств имеют большую значимость при создании высокоэффективных сплавов для обратимого хранения водорода [1].

Интерметаллическое соединение TiFe заслуживает особого внимания с точки зрения хранения водорода, поскольку сочетает высокую ёмкость хранения водорода (1,86 % масс.) и относительно низкую стоимость по сравнению с выпускаемыми сплавами типа AB5 на рынке (1,4 % масс.) [2, 3]. Традиционно интерметаллид TiFe получают высокотемпературным сплавлением компонентов железа и титана в инертной атмосфере с последующим продолжительным гомогенизирующим отжигом при температуре 800–900 °С [3]. Измельчение в шаровой мельнице интерметаллида TiFe, полученного традиционным способом, значительно облегчает его взаимодействие с водородом [4].

Альтернативным способом получения высокоактивного дисперсного носителя водорода может являться механохимический синтез из элементарных порошков железа и титана. Однако, существуют противоречивые данные по получению интерметаллида TiFe из отдельных порошков: 1) аморфизация системы, 2) возможность получения монофазного порошкового сплава TiFe [5, 6]. Таким образом, целью работы являлось исследование структуры и фазового состава интерметаллического соединения TiFe, полученного методом механохимического синтеза из элементарных порошков железа и титана.

Экспериментальная часть

Механохимический синтез интерметаллического соединения TiFe из элементарных порошков железа (Fe) марки ПЖРВ 2 и титана (Ti) марки ПТОМ-1 заключался в

высокоинтенсивной механической обработке порошковых смесей Ti-Fe (50 % масс.) в планетарно шаровой мельнице «АГО-2» в течение 10, 60 и 300 секунд в атмосфере аргона (1820 об/мин). Исследование распределения частиц по размерам выполняли методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) (TESCAN VEGA 3SBH). Частицы порошков Fe и Ti в исходном состоянии имели средний размер 39,1 мкм (дисперсия по размеру составляла 61,3 мкм) и 11,2 мкм (дисперсия по размеру составляла 6,1 мкм) соответственно.

Анализ фазового состава и параметров кристаллической структуры порошков проводили на дифрактометре с $\text{CuK}\alpha$ излучением.

Результаты и их обсуждение

На рис.1 показаны СЭМ изображения порошковых смесей Ti-Fe (50 % масс.) после механической обработки разной длительности. После механической обработки порошковой смеси Ti-Fe (50 % масс.) в течение 10 секунд средний размер частиц уменьшился до 5,7 мкм (Std. Dev = 4,6 мкм) по сравнению со средним размером порошков Ti и Fe в исходном состоянии. При дальнейшем увеличении длительности механической обработки порошковой смеси Ti-Fe (50 % масс.) средний размер частиц увеличился и составил 8,4 и 238,4 мкм при 60 и 300 секундах обработки соответственно.

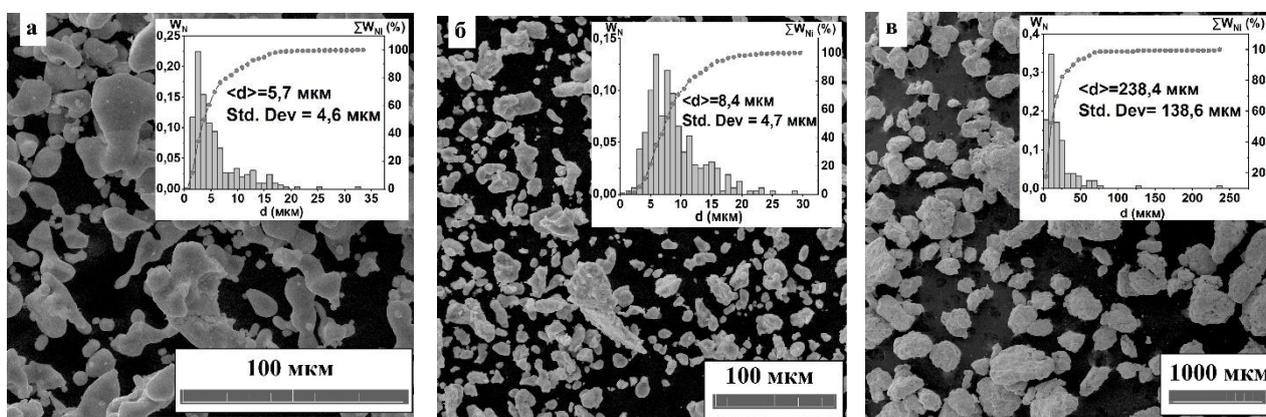


Рис. 1. СЭМ изображения порошковых смесей Ti-Fe (50 % масс.) после механической обработки в течение: 10 (а), 60 (б) и 300 (в) секунд

На рис. 2 представлены рентгенограммы порошков Fe, Ti в исходном состоянии и порошковых смесей Ti-Fe (50 % масс.) после механической обработки. На рентгенограмме порошка Fe в исходном состоянии присутствовали дифракционные отражения, характерные фазе α -Fe с объёмно-центрированной кубической структурой. На рентгенограмме порошка Ti в исходном состоянии присутствовали дифракционные отражения, характерные фазе α -Ti с гексагональной ячейкой. После механической обработки все порошковые смеси Ti-Fe (50 % масс.) состояли из фаз α -Ti и α -Fe. В результате механической обработки порошковых смесей параметр решетки a фазы α -Fe не изменялся и составлял $0,2867 \pm 5 \cdot 10^{-4}$ нм, параметр решетки a фазы α -Ti увеличился от $0,2962 \pm 5 \cdot 10^{-4}$ нм до $0,3015 \pm 5 \cdot 10^{-4}$ нм, параметр решетки c уменьшился от $0,4696 \pm 5 \cdot 10^{-4}$ нм до $0,4667 \pm 5 \cdot 10^{-4}$ нм. Увеличение длительности механической обработки порошковых смесей привело к уширению дифракционных отражений всех фаз. Обращает на себя внимание расщепление дифракционного отражения при угловом положении $\sim 44,7^\circ$ фазы α -Fe (вставка справа) в результате формирования рентгеноаморфного состояния, что согласуется с [7]. Полуширина, соответствующая рентгеноаморфной фазе, возрастала с $0,1896^\circ$ до $0,599^\circ$ с увеличением длительности механической обработки от 10 до 60 секунд. При 300 секундах механической обработки её полуширина уменьшилась до $0,3442^\circ$, а угловое положение дифракционного отражения сместилось в левую сторону, что соответствует формированию фазы TiFe в рентгеноаморфном

состоянии, что согласуется с [5]. На формирование фазы TiFe также указывает появление малой интенсивности дифракционного отражения при угловом положении $59,9^\circ$. Известно, что коэффициент диффузии Fe в Ti значительно выше ($6,8 \cdot 10^{-34} \text{ см}^2/\text{с}$), чем Ti в Fe ($1,1 \cdot 10^{-41} \text{ см}^2/\text{с}$) [5], по-видимому Fe диффундирует в кристаллическую решётку Ti, тем самым нарушая его симметрию, в результате чего начинает формироваться фаза TiFe в рентгеноаморфном состоянии.

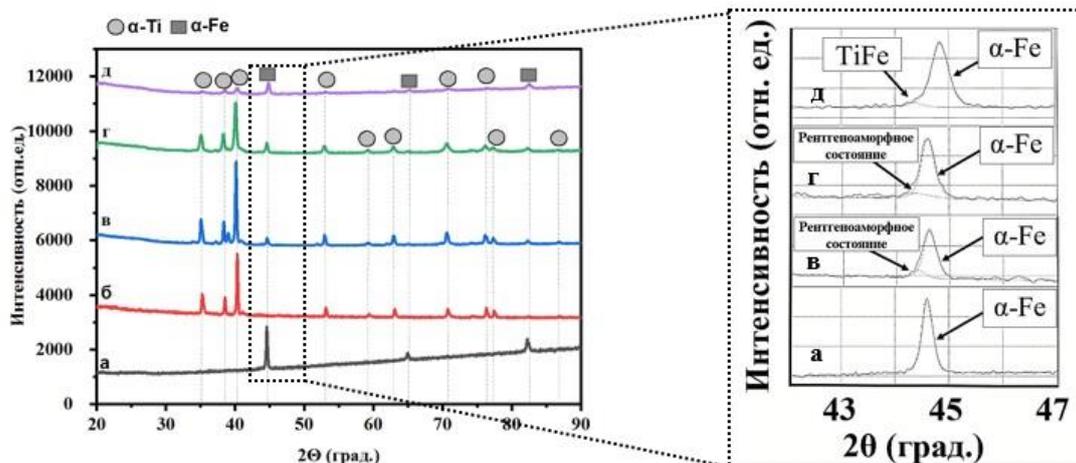


Рис. 2. Рентгенограммы порошков Fe (а), Ti (б) в исходном состоянии и порошковой смеси Ti-Fe (50 % масс.) после механической обработки: 10 (в), 60 (з) и 300 секунд (д)

Заключение

Таким образом, показано, что при механической обработке порошковой смеси состава Ti-Fe (50 % масс.) в течение 300 секунд формируется фаза TiFe в рентгеноаморфном состоянии. Для увеличения его содержания и полноты реакции между железом и титаном необходимо провести гомогенизирующую термическую обработку.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН проекта FWRW-2021-0009.

Список литературы

1. Delogu F., Cocco G. Compositional effects on the mechanochemical synthesis of Fe-Ti and Cu-Ti amorphous alloys by mechanical alloying // Journal of Alloys and Compounds. – 2003. – Vol. 352. – P. 92–98.
2. Sandrock G. A panoramic overview of hydrogen storage alloys from a gas reaction point of view // Journal of Alloys and Compounds. – 1999. – Vol. 293–295. – P. 877–888.
3. Li C., Gao X., Liu B.J. Effects of Zr doping on activation capability and hydrogen storage performances of TiFe based alloy // International Journal of Hydrogen Energy. – 2023. – Vol. 48. – P. 2256–2270.
4. Morris S., Dodd S.B. The effect of novel processing on hydrogen uptake in FeTi and magnesium-based alloys // Journal of Alloys and Compounds. – 1999. – Vol. 293–295. – P. 458–462.
5. Adelfar R., Mirzadeh H. Amorphization and mechano-crystallization of high-energy ball milled Fe-Ti alloys // Journal of Non-Crystalline Solids. – 2019. – Vol. 520. – P. 119466.
6. Прибытков Г., Барановский А.Б. Синтез интерметаллидов системы Ti-Fe из смесей элементарных порошков // Обработка металлов. – 2023. – Т. 25, № 3. – С. 126–136.
7. Berdonosova E.A., Zadorozhnyy V.Y. Hydrogen storage properties of TiFe-based ternary mechanical alloys with cobalt and niobium. A thermochemical approach // Journal of Alloys and Compounds. – 2019. – Vol. 44, № 55. – P. 29159–29165.