

УДК 538.9

EDN: VLVBK

© Г. Ю. Мотин, 2026

СИНТЕЗ Fe_3N И Fe_4N , И КАРБИДА ЖЕЛЕЗА МЕТОДОМ ИМПУЛЬСНОГО НАГРЕВА

В работе исследован синтез карбида (Fe_3C) и нитрида железа (Fe_3N) с использованием метода импульсного джоулева нагрева. Данным методом можно достигать экстремальных температур (до ~ 3000 К) за миллисекунды, что позволяет формировать соединения, недоступные при применении традиционных методов синтеза. В качестве исходных компонентов использовались порошки технического железа, графита и диоксида титана. Элементный состав и фазовая идентификация полученных продуктов подтверждены комбинированным применением энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии и качественным анализом. Полученные результаты демонстрируют перспективность метода импульсного джоулева нагрева для энергоэффективного и высокоскоростного синтеза функциональных материалов.

Ключевые слова: порошковые структуры, импульсный нагрев, наноструктурированные материалы, аллотропы углерода, карбид железа, нитриды железа, дисперсные среды

ВВЕДЕНИЕ

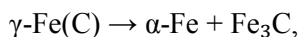
Нитриды и карбиды железа представляют собой перспективные материалы с уникальными физико-химическими свойствами, которые благодаря высокой износостойкости и коррозионной стойкости активно используются для создания защитных покрытий в авиационной промышленности, судостроении и машиностроении. Особый интерес к ним проявляется в последние десятилетия: ведь высокоазотистые (Fe-N) и высококарбидные (Fe-C) фазы железа являются, в свою очередь, основой для получения функциональных материалов с заданными характеристиками, такими как высокая твердость, износостойкость и магнитные свойства [1–3]. В работе [1] методами глобального поиска структур и расчетов предсказаны новые термодинамически стабильные нитриды железа, включая FeN_4 , FeN_6 и FeN_8 , устойчивые при высоких давлениях, а также показано поэтапное формирование полинитрогенных видов — от изолированных атомов азота до бесконечных N_∞ -цепочек, что связано с резким ростом энергетической плотности (до 2.02 кДж/г). Обнаружено, что некоторые из предсказанных фаз, такие как марказит — FeN_2 , FeN_3 и FeN_4 , — проявляют ультранесжимаемость, сравнимую с алмазом, а их механические свойства открывают возможности для создания сверхтвердых покрытий. Изучение фазовых превращений и свойств этих соединений проводится преимущественно на ультрадисперсных порошках или тонких пленках. Высокоазотистые и высококарбидные фазы железа являются термически нестабильными при стандартных условиях синтеза и обработки. Обусловлено это их метастабильной при-

родой: нитриды железа склонны к разложению при нагреве, а цементит (Fe_3C) — к разложению при длительном нагреве, что создает серьезные трудности при их получении и последующем использовании. Традиционные методы, такие как нитрирование в аммиаке или карбидизация в углеродсодержащих средах, позволяют получать преимущественно соединения с низким содержанием азота или углерода (Fe_4N , Fe_3C), но сталкиваются с серьезными трудностями при попытках синтеза фаз с высоким содержанием неметалла, таких как FeN_3 , FeN_4 и др.

Авторы исследования [2] получили образцы нитрида железа; в качестве источника азота использовался (применялся) аммиак, нитрирование железа проводилось в аммиак-водородной газовой смеси при температуре 500 °С для получения частиц и тонких пленок Fe_4N . Соединения FeN_3 и FeN_4 не обладают магнитными свойствами в отличие от таких фаз, как Fe_4N (γ -фаза) и Fe_{16}N_2 (α -фаза), которые демонстрируют выдающиеся магнитные характеристики. Нитриды железа ценятся за свою доступность и низкую стоимость в отличие от современных магнитных материалов, содержащих редкоземельные элементы. Существует мнение [3], что следующее поколение магнитных материалов — за нитридами железа, в особенности для применения таких материалов в таких устройствах, как трансформаторы, индукторы, электродвигатели, генераторы. Согласно экспериментальным данным и теоретическим расчетам, магнитные моменты нитридов железа должны значительно превосходить характеристики современных магнитных материалов [3].

Получение нитридов железа с высоким содержанием азота, таких как FeN_3 и FeN_4 , представляет собой сложную научную задачу из-за их термодинамической нестабильности при стандартных условиях синтеза. Традиционные методы, основанные на использовании аммиака в качестве источника азота, как правило, позволяют получить только Fe_3N и Fe_4N , но не более насыщенные азотом фазы. При попытках получения FeN_3 и FeN_4 традиционными методами происходит частичное разложение соединения с выделением азота, что приводит к снижению концентрации азота в конечном продукте и образованию примесных фаз.

Также существует и другое перспективное и ключевое соединение в системе железо – углерод, имеющее фундаментальное значение для промышленности, — цементит (Fe_3C). Цементит обладает сложной орторомбической решеткой и проявляет магнитные свойства до температуры 210°C , а при длительном нагреве (500°C) происходит его разложение. Карбид железа (Fe_3C) рассматривается как привлекательная альтернатива элементарному железу, сочетающая высокую магнитную насыщенность и химическую стабильность. Карбид железа (Fe_3C), являясь основным компонентом в черной металлургии, обеспечивает высокую твердость и износостойкость сталей и чугунов, его часто применяют при изготовлении режущего инструмента. Однако синтез чистой фазы Fe_3C представляет значительную трудность, поскольку высокотемпературные и восстановительные условия, характерные для многих методов получения карбидов, часто приводят к образованию металлического железа или смесей железа и Fe_3C . В современной науке цементит классифицируется по способу образования. Так, первичный цементит кристаллизуется непосредственно из расплава при охлаждении сплавов с содержанием углерода более 2.14%. Вторичный цементит формируется при охлаждении аустенита в процессе превращения



что соответствует одному из основных механизмов, используемых в металлургии. Третичный цементит образуется при охлаждении феррита. Помимо этих классических механизмов также цементит можно формировать при отпуске закаленных на мартенсит сталей и через механическое сплавление смесей порошков железа и углерода в высокоэнергонапряженных мельницах [4]. Исследования [5, 6] демонстрируют возможность формирования карбида железа методом термовакuumного напыления с последующим отжигом.

Существующие методы синтеза нитридов железа и карбидов железа требуют многоступенчатых процедур или высоких энергозатрат на процесс синтеза,

не говоря уже о дорогостоящих химических реактивах. Осложняется процесс также из-за работы при экстремальных высоких давлениях, что осложняет технологический процесс и делает его более дорогостоящим. При условии успешного синтеза данных соединений их еще необходимо очищать, не стоит забывать, что при высоких температурах и при длительном нагреве нитриды и карбиды железа разлагаются. А синтез фазово-чистого карбида железа представляет собой значительную сложность, поскольку традиционные методы, такие как микроэмульсии или осаждение, не подходят для формирования карбидных структур. Таким образом, точное управление параметрами процесса, включая состав газовой среды, давление и температурный режим, становится критически важным для получения качественных карбидных соединений с заданными свойствами. Однако существует более дешевый и простой метод для формирования композитов, и это — импульсный джоулев нагрев.

Таким образом, несмотря на продолжающиеся исследования [5, 7] в области синтеза нитридов и карбидов переходных металлов, получение метастабильных фаз железа с высоким содержанием азота, таких как FeN_3 и FeN_4 , а также управляемое формирование карбидных структур, остаются сложной научной задачей из-за их термической нестабильности при стандартных условиях. Целью настоящего исследования является разработка и оптимизация метода синтеза нитридов (FeN_3 , FeN_4) и карбида железа с использованием импульсного джоулевого нагрева как высокоскоростного и энергоэффективного подхода, позволяющего достичь экстремальных температур за миллисекунды.

ИДЕИ И МЕТОДЫ

Метод быстрого джоулевого нагрева (Fast Joule Heating) представляет собой перспективный подход к синтезу материалов, основанный на сверхбыстром разряде конденсаторной батареи с высоким током. Этот метод обеспечивает локальный и интенсивный нагрев (до $\sim 3000\text{ K}$) за короткий промежуток времени (20–100 мс) и, следовательно, быстрое охлаждение после теплового удара, что существенно снижает риск образования дефектов в получаемых материалах. Чаще всего образец помещается в вакуумную камеру (при давлении около 0.3 бар), где и подвергается воздействию импульсного тока высокой плотности [7]. Также этот метод позволяет достичь экстремально высоких скоростей нагрева (до $10^5\text{--}10^6\text{ K/s}$) и обеспечивает уникальные условия для синтеза метастабильных фаз, которые невозможно получить традиционными методами. Типичное оборудование для быстрого джоулевого нагрева включает

конденсаторную батарею, кварцевую трубку, куда помещается образец, токопроводы [8]. При импульсном джоулевом нагреве используют батарею конденсаторов различных емкостей от 30 до 180 мФ, заряжаемых до напряжения 100–500 В, длительность импульса варьируется от 10 мс до 1 с [7–9], зачастую параметры подбираются с учетом состава образцов. За счет резкого охлаждения образцов снижается риск появления различных дефектов в конечном материале.

Для получения карбидов и нитридов железа применялся порошок железа с размером частиц 0–250 мкм; предварительно подготавливался в ступке порошок малоуглеродистого графита и порошок диоксида титана. Для исследования поверхности, элементного состава и распределения компонентов в получаемых порошковых материалах применялась энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (ЭДС). Процедура анализа включает несколько этапов. Предварительно проводится первичная визуализация поверхности образца с использованием сканирующего электронного микроскопа, что позволяет определить области для последующего детального ЭДС-анализа (рис. 1). Изображение демонстрирует агрегатную структуру порошковых частиц, которые имеют неровную, фрагментированную поверхность и неоднородную морфологию. Размеры отдельных зерен варьируются в диапазоне от ~100 до 400 мкм, что подтверждается нанесенными на изображение измерительными линейками. Например, наиболее крупные агрегаты достигают размеров около 400 мкм, в то время как более мелкие составляют порядка 100–200 мкм.

Затем, фокусируя электронный пучок на выбранных участках, регистрируется характеристическое рентгеновское излучение, возникающее при взаимодействии электронов с атомами образца. Так, на рис. 2 представлен спектр рассеяния порошка железа, который использовался в малых

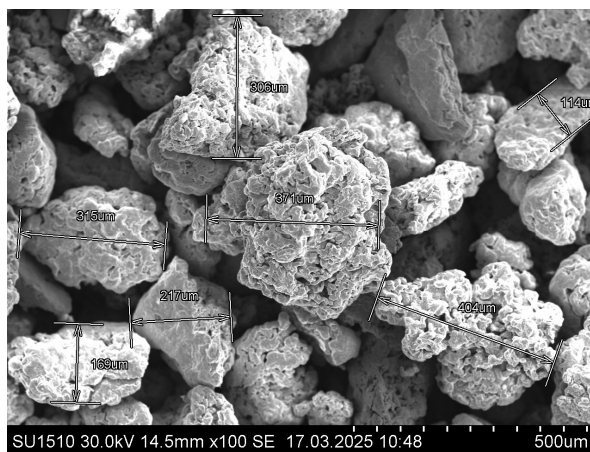


Рис. 1. СЭМ-изображение порошка технического железа. Увеличение $\times 100$, ускоряющее напряжение 30 кВ, рабочее расстояние 14.5 мм

количествах как присадка к порошкам графита и диоксида титана. В диоксиде титана присутствовал азот, порядка 5%; изначально образцы применялись в качестве основы для получения карбида титана. Однако в ходе эксперимента при напряжениях разряда от 100 до 500 В всего было подготовлено 3 образца с изменением концентрации диоксида титана от 50–70% от общей массы.

На рис. 2 представлен энергодисперсионный рентгеновский анализ исходного порошка железа, а также уже спеченного порошка с добавлением диоксида титана. Как видим из пиков, на рис. 2, б, есть пики, коррелирующие с исходными компонентами, добавляемыми в порошковую смесь (Ti, O, C), однако также виден пик N K α , который свидетельствует о наличии нитридов в образце. Также наличие нитридов подтверждается качественным анализом, проведенным на дифрактометре ДРОН-6, где было обнаружено 2.3% Fe₃N.

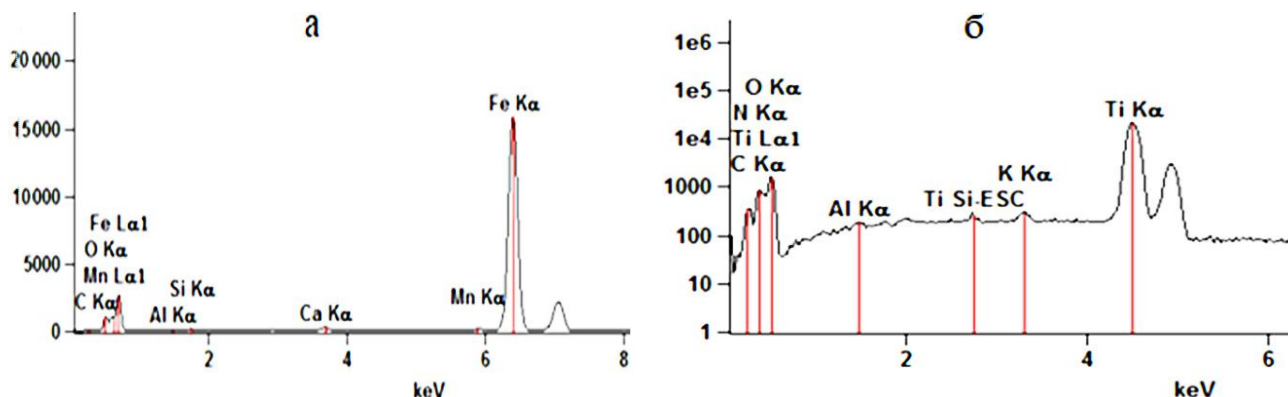


Рис. 2. Экспериментальные картины рассеяния.

а — порошок железа и б — порошок диоксида титана после импульсного нагрева

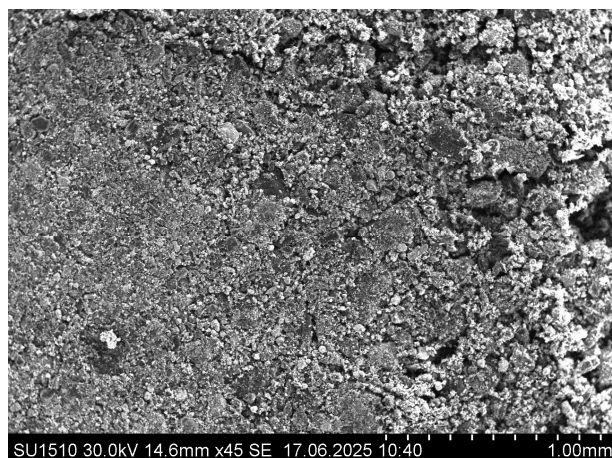


Рис. 3. Образец № 1 диоксида титана, железа, графита при увеличении $\times 45$.
Рабочее расстояние 14.6 мм, ускоряющее напряжение 30 кВ

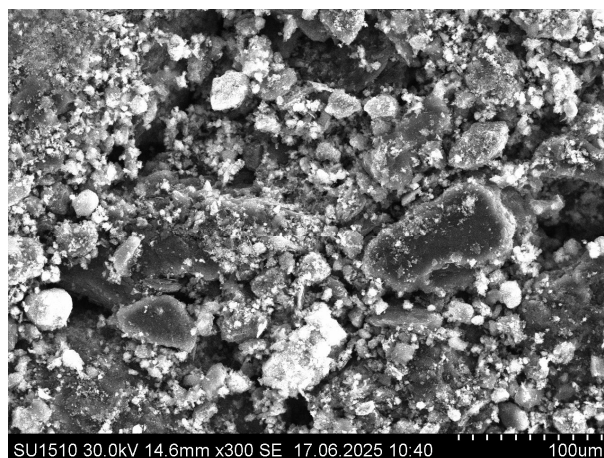


Рис. 4. Образец № 1 диоксида титана, железа, графита при увеличении $\times 300$.
Рабочее расстояние 14.6 мм, ускоряющее напряжение 30 кВ

Получались нитриды, скорее всего, из-за проведения эксперимента на открытом воздухе, отсюда можно и объяснить увеличение содержание кислорода в сравнении с исходными образцами.

На рис. 3 и 4 представлены электронно-микроскопические изображения образца № 1, полученные при увеличении $\times 45$ и $\times 300$ соответственно. Микроструктура образца демонстрирует неоднородное распределение компонентов: наблюдаются отдельные агрегаты диоксида титана, вкрапления частиц железа и области, обогащенные графитом. На рис. 4 при большем увеличении становится заметной более детализированная морфология поверхности частиц — выраженная зернистая структура у оксидных фаз и пластинчатые формы у графита, что характерно для его кристаллической решетки.

Сравнение трех подготовленных образцов с различным содержанием диоксида титана (50, 60 и 70%) показало, что с увеличением доли TiO_2 возрастает однородность распределения оксида в матрице, однако при концентрации 70% наблюдаются локальные агломерации, снижающие однородность смеси.

Рентгенографирование образцов проводилось на дифрактометре ДРОН-6 в $\text{Cu-K}\alpha$ излучении. Интеграл углов сканирования 2° – 145° с шагом 0.05° .

На картине рассеяния (рис. 5) заметен небольшой фон от аморфной углеродной составляющей. Качественный анализ, выполненный в программе QUAL, показал небольшое наличие в образце карбида железа и углерода. Последний имеет гексагональную решетку.

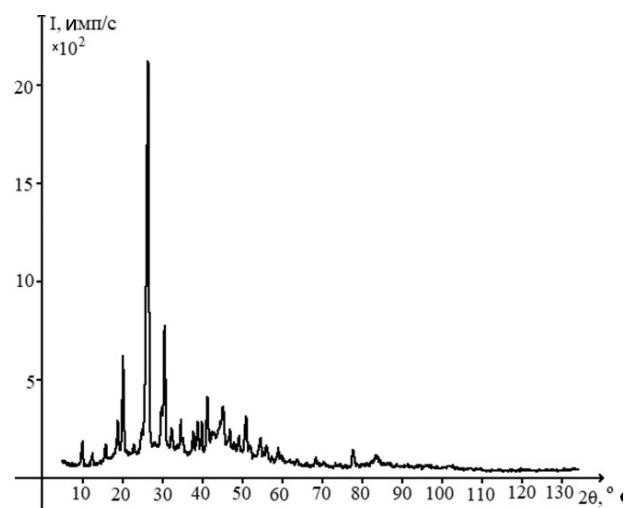


Рис. 5. Картина рассеяния рентгеновских лучей на образце

На рис. 6 приведено качественное сравнение дифракционных данных модели карбида железа и экспериментального образца. Как видим, из положения и визуального совпадения пиков можно сделать вывод о наличии в образце кристаллической фазы карбида железа.

ВЫВОДЫ

В ходе проведения быстрого джоулева нагрева получены как карбиды железа, так и нитриды

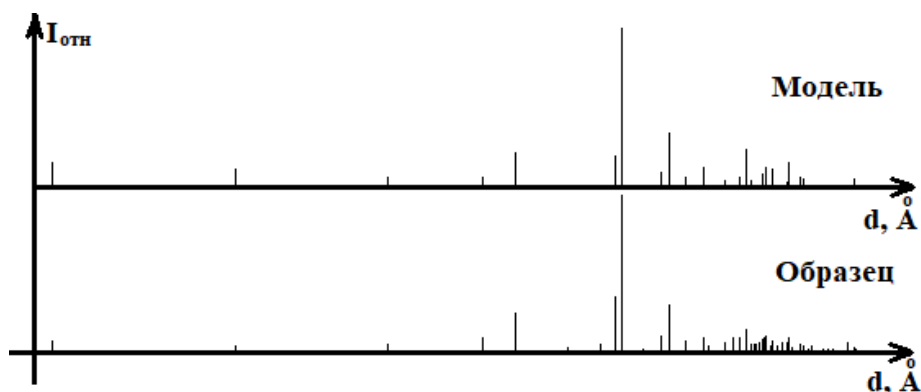


Рис. 6. Сравнение штрих-диаграмм модели и образца

железа, что свидетельствует о достижении необходимых температур для диффузии и протекания фазовых превращений. Наличие фаз подтверждается энергодисперсионным рентгеновским анализом СЭМ изображений, где зафиксировано присутствие характерных элементов — Fe, C и N. А также, расчетом условных концентраций в программе PDWin, показавшим совпадение экспериментальных дифракционных пиков с теоретическими штрих-диаграммами соответствующих фаз. Достижение высоких температур за миллисекунды, а также резкое охлаждение позволяют стабилизировать метастабильные соединения и получать требуемые соединения.

Работа выполнена в рамках Государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации № 075-00444-25-00 (от 26.12.2024), тема НИР FFZM-2025-0006.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Wu L., Tian R., Wan B., Liu H., Gong N., Chen P., Shen T., Yao Y., Gou H., Gao F. Prediction of Stable Iron Nitrides at Ambient and High Pressures with Progressive Formation of New Polynitrogen Species // *Chemistry of Materials*. 2018. Vol. 30, is. 23. P. 8476–8485. DOI: 10.1021/acs.chemmater.8b02972
2. Yamaguchi T., Sakita M., Nakamura M., Kobira T. Synthesis and characteristics of Fe₃N powders and thin films // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2000. Vol. 215–216. P. 529–531. DOI: 10.1016/S0304-8853(00)00210-9
3. Monson T., Lavernia E.J., Zheng B., Zhou Y. Method to Synthesize Bulk Iron Nitride. 2018. US Patent 9963344B2.
4. Дорофеев Г.А., Елсуков Е.П., Фомин В.М. и др. Твердофазные реакции в системе Fe-C при механическом сплавлении // *Химия в интересах устойчивого развития*. 2002. Т. 10, № 1. С. 53–58. URL: <https://www.sibran.ru/upload/iblock/4ad/4ad4ba6d64392df7a1a24f0ba891f0df.pdf>
5. Шоканов А.К., Верещак М.Ф., Манакова И.А. и др. Мессбауэровские исследования карбидов железа, сформированных термовакuumным напылением // *Кристаллография*. 2020. Т. 65, № 3. С. 375–378. DOI: 10.31857/S0023476120030327
6. Штанский Д.В., Левашов Е.А., Шевейко А.Н. и др. Способ вакуумной карбидизации поверхности металлов. 2020. Пат. РФ № RU2725941C1. URL: <https://patents.google.com/patent/RU2725941C1/ru> (дата обращения: 09.09.2025).
7. Прокопьев А.Р., Лоскин Н.Н., Попов Д.Н. Быстрый джоулев нагрев для синтеза графенсодержащих порошков из пластиковых отходов // *Радиоэлектроника. Наносистемы. Информационные технологии*. 2025. Т. 17, № 3. С. 305–312. DOI: 10.17725/rensit.2025.17.305
8. Chen W., Li J.T., Wang Z., Algozeeb W.A., Luong D.X., Kittrell C., McHugh E.A., Advincula P.A., Wyss K.M., Beckham J.L., Stanford M.G., Jiang B., Tour J.M. Ultrafast and controllable phase evolution by flash Joule heating // *ACS Nano*. 2021. Vol 15, is. 7. P. 11158–11167. DOI: 10.1021/acsnano.1c03536

9. Мотин Г. Ю., Олещук О. В. Моделирование тепловых процессов при импульсном джоулевом нагреве // Электроэнергетика, электротехника и информационные технологии: материалы Всероссийской научно-технической конференции (30–31 мая 2024 г., Петрозаводск) / под общ. ред. А. А. Тихомирова. Петрозаводск: издательство ПетрГУ, 2024. С. 67–69. URL: <http://elibrary.petrstu.ru/books/76340>

**Петрозаводский государственный университет,
Физико-технический институт, Петрозаводск**

Контакты: Мотин Георгий Юрьевич,
georgii_motin@mail.ru

Материал поступил в редакцию 22.01.2026

SYNTHESIS OF Fe_3N AND Fe_4N AND IRON CARBIDE BY PULSE HEATING

G. Y. Motin

Petrozavodsk State University, Institute of Physics and Technology, Petrozavodsk, Russia

The synthesis of carbide (Fe_3C) and iron nitride (Fe_3N) using the method of pulsed Joule heating is investigated. This method allows you to reach extreme temperatures (up to ~ 3000 K) in milliseconds, which makes it possible to form compounds that are not available using traditional synthesis methods. Powders of technical iron, graphite and titanium dioxide were used as the initial components. The elemental composition and phase identification of the obtained products were confirmed by the combined use of energy dispersive X-ray spectroscopy and qualitative analysis. The results obtained demonstrate the promise of the pulsed Joule heating method for energy-efficient and high-speed synthesis of functional materials.

Keywords: powder structures, pulsed heating, nanostructured materials, carbon allotropes, iron carbide, iron nitrides, dispersed media

REFERENCES

1. Wu L., Tian R., Wan B., Liu H., Gong N., Chen P., Shen T., Yao Y., Gou H., Gao F. Prediction of Stable Iron Nitrides at Ambient and High Pressures with Progressive Formation of New Polynitrogen Species. *Chemistry of Materials*, 2018, vol. 30, is. 23, pp. 8476–8485. DOI: 10.1021/acs.chemmater.8b02972
2. Yamaguchi T., Sakita M., Nakamura M., Kobira T. Synthesis and characteristics of Fe_4N powders and thin films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2000, vol. 215–216, pp. 529–531. DOI: 10.1016/S0304-8853(00)00210-9
3. Monson T., Lavernia E.J., Zheng B., Zhou Y. Method to Synthesize Bulk Iron Nitride. 2018. *US Patent 9963344B2*.
4. Dorofeev G.A., Elsukov E.P., Fomin V.M. et al. [Solid-phase reactions in the Fe-C system during mechanical alloying]. *Khimiya v interesakh ustoichivogo razvitiya* [Chemistry for Sustainable Development], 2002, vol. 10, is. 1, pp. 53–58. (In Russ.). URL: <https://www.sibran.ru/upload/iblock/4ad/4ad4ba6d64392df7a1a24f0ba891f0df.pdf>
5. Shokanov A.K., Vereshchak M.F., Manakova I.A. et al. [Mössbauer study of iron carbides formed by thermal vacuum deposition]. *Kristallografiya* [Crystallography Reports], 2020, vol. 65, is. 3, pp. 375–378. DOI: 10.31857/S0023476120030327
6. Shtansky D.V., Levashov E.A., Sheveiko A.N. et al. Sposob vakuumnoi karbidizatsii poverkhnosti metallov [Method of vacuum carbidisation of metal surfaces]. *Patent RF no. RU2725941C1*. Prioritet 18.12.2019. URL: <https://patents.google.com/patent/RU2725941C1/ru> (accessed: 09.09.2025). (In Russ.).
7. Prokopev A.R., Loskin N.N., Popov D.N. [Fast joule heating for the synthesis of graphene-containing powders from plastic waste]. *Radioelektronika. Nanosistemy. Informa-*

- tsionnye tekhnologii* [Radioelectronics. Nanosystems. Information technology], 2025, vol. 17, is. 3, pp. 305–312. (In Russ.). DOI: 10.17725/rensit.2025.17.305
8. Chen W., Li J.T., Wang Z., Algozeeb W.A., Luong D.X., Kittrell C., McHugh E.A., Advincula P.A., Wyss K.M., Beckham J.L., Stanford M.G., Jiang B., Tour J.M. Ultrafast and controllable phase evolution by flash Joule heating. *ACS Nano*, 2021, vol. 15, is. 7, pp. 11158–11167. DOI: 10.1021/acsnano.1c03536
9. Motin G.Y., Oleshchuk O.V. [Modeling of thermal processes during pulsed Joule heating]. Tikhomirov A.A., editor. *Materialy Vserossiiskoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii: "Ehlektroehnergetika, ehlektrotehnika i informatsionnye tekhnologii" (30–31 maya 2024 g., Petrozavodsk)* [Proc. All-Russ. Sci-tech. conf. "Electric power, electrical engineering and information technology" (30–31 May 2024 Petrozavodsk)]. Petrozavodsk: PetrGU Publ., 2024. P. 67–69. (In Russ.). URL: <http://elibrary.petsu.ru/books/76340>

Contacts: *Motin Georgiy Yuryevich*,
georgii_motin@mail.ru

Article received by the editorial office on 22.01.2026

INTRODUCTION

Iron nitrides and carbides are promising materials with unique physicochemical properties. Due to their high wear and corrosion resistance, they are widely used to create protective coatings in the aviation, shipbuilding, and mechanical engineering industries. They have attracted particular interest in recent decades, as high-nitrogen (Fe-N) and high-carbide (Fe-C) iron phases are, in turn, the basis for producing functional materials with desired characteristics, such as high hardness, wear resistance, and magnetic properties [1–3]. In [1], global structure search and calculation methods were used to predict new thermodynamically stable iron nitrides, including FeN_4 , FeN_6 , and FeN_8 , stable at high pressures, and to demonstrate the step-by-step formation of polynitrogen species — from isolated nitrogen atoms to infinite N_∞ chains — which is associated with a sharp increase in energy density (up to 2.02 kJ/g). It was found that some of the predicted phases, such as marcasite — FeN_2 , FeN_3 , and FeN_4 — exhibit ultraincompressibility comparable to diamond, and their mechanical properties open up possibilities for creating superhard coatings. The study of phase transformations and properties of these compounds is carried out mainly on ultradispersed powders or thin films. High-nitrogen and high-carbide iron phases are thermally unstable under standard synthesis and processing conditions. This is due to their metastable nature: iron nitrides are prone to decomposition upon heating, while cementite (Fe_3C) decomposes upon prolonged heating, creating significant difficulties in their production and subsequent use. Traditional methods, such as nitridation in ammonia or carburization in carbon-containing environments, produce predominantly compounds with low nitrogen or carbon content (Fe_4N , Fe_3C), but encounter significant difficulties when attempting to synthesize phases with high non-metal content, such as FeN_3 , FeN_4 , and others.

The authors of the study [2] obtained iron nitride samples using ammonia as the nitrogen source. Iron nitridation was carried out in an ammonia-hydrogen gas mixture at 500°C to produce Fe_4N particles and thin films. Compounds FeN_3 and FeN_4 do not have magnetic properties, unlike such phases as Fe_4N (γ' -phase) and Fe_{16}N_2 (α'' -phase), which demonstrate outstanding magnetic characteristics. Iron nitrides are valued for their availability and low cost, in contrast to modern magnetic materials containing rare earth elements. There is an opinion [3] that the next generation of magnetic materials beyond iron nitrides is especially suitable for the use of such materials in devices such as transformers, inductors, electric motors, and generators. According to experimental data and theoretical calculations, the magnetic moments of iron

nitrides should significantly exceed the characteristics of modern magnetic materials [3].

The production of iron nitrides with high nitrogen content, such as FeN_3 and FeN_4 , is a complex scientific challenge due to their thermodynamic instability under standard synthesis conditions. Traditional methods, based on the use of ammonia as a nitrogen source, typically yield only Fe_3N and Fe_4N , but not more nitrogen-rich phases. Attempts to produce FeN_3 and FeN_4 by traditional methods result in partial decomposition of the compounds with the release of nitrogen, which leads to a decrease in the nitrogen concentration in the final product and the formation of impurity phases.

Cementite (Fe_3C), another promising and key compound in the iron-carbon system, is of fundamental industrial importance. Cementite has a complex orthorhombic lattice and exhibits magnetic properties up to 210 °C, and decomposition occurs with prolonged heating (500 °C). Iron carbide (Fe_3C) is considered an attractive alternative to elemental iron, combining high magnetic saturation and chemical stability. Iron carbide (Fe_3C), a key component in ferrous metallurgy, provides high hardness and wear resistance to steels and cast irons and is often used in the manufacture of cutting tools. However, synthesizing a pure Fe_3C phase presents significant difficulties, as the high-temperature and reducing conditions characteristic of many methods for producing carbides often result in the formation of metallic iron or mixtures of iron and Fe_3C . In modern science, cementite is classified by its formation method: primary cementite crystallizes directly from the melt upon cooling of alloys with a carbon content greater than 2.14%. Secondary cementite forms during the cooling of austenite through the transformation $\gamma\text{-Fe}(\text{C}) \rightarrow \alpha\text{-Fe} + \text{Fe}_3\text{C}$, which corresponds to one of the main mechanisms used in metallurgy. Tertiary cementite forms during the cooling of ferrite. In addition to these classical mechanisms, cementite can also be formed during the tempering of martensite-hardened steels and through the mechanical alloying of iron and carbon powder mixtures in high-energy mills [4]. Research [5, 6] demonstrates the possibility of forming iron carbide by thermal vacuum deposition followed by annealing.

Existing methods for synthesizing iron nitrides and iron carbides require multi-step procedures or high energy consumption for the synthesis process, not to mention expensive chemical reagents. The process is also complicated by the need to operate at extremely high pressures, which complicates the manufacturing process and makes it more expensive. Even if these compounds are successfully synthesized, they still need to be purified. It's important to remember that iron nitrides and carbides decompose at high temperatures and with prolonged heating. Synthesizing phase-pure iron carbide presents significant challenges, as

traditional methods such as micro-emulsions or precipitation are unsuitable for forming carbide structures. Thus, precise control of process parameters, including gas composition, pressure, and temperature, becomes critical for obtaining high-quality carbide compounds with the desired properties. However, a cheaper and simpler method for forming composites is pulsed Joule heating.

Thus, despite ongoing research [5, 7] in the field of synthesis of transition metal nitrides and carbides, the production of metastable nitrogen-rich iron phases such as FeN_3 and FeN_4 , as well as the controlled formation of carbide structures, remains a challenging scientific task due to their thermal instability under standard conditions. The aim of this study is to develop and optimize a method for the synthesis of nitrides (FeN_3 , FeN_4) and iron carbide using pulsed Joule heating as a high-speed and energy-efficient approach that allows reaching extreme temperatures in milliseconds.

IDEAS AND METHODS

Fast Joule heating is a promising approach to materials synthesis based on the ultrafast discharge of a capacitor bank with a high current. This method provides localized and intense heating (up to ~ 3000 K) in a short period of time (20–100 ms) and, consequently, rapid cooling after thermal shock, significantly reducing the risk of defect formation in the resulting materials. Most often, the sample is placed in a vacuum chamber (at a pressure of approximately 0.3 bar), where it is exposed to a high-density pulsed current [7]. This method also enables extremely high heating rates (up to 10^5 – 10^6 K/s) and provides unique conditions for the synthesis of metastable phases that cannot be obtained by traditional methods. Typical equipment for fast Joule heating includes a capacitor bank, a quartz tube into which the sample is placed, and electrical leads [8]. Pulsed Joule heating utilizes a capacitor bank with various capacitances ranging from 30 to 180 mF, charged to a voltage of 100–500 V, and pulse durations ranging from 10 ms to 1 s [7–9]. The parameters are often selected based on the sample composition. Rapid cooling of the samples reduces the risk of various defects in the final material.

To obtain iron carbides and nitrides, iron powder with a particle size of 0–250 μm was used, along with low-ash graphite powder (pre-treated in a mortar) and titanium dioxide powder. Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) was used to study the surface, elemental composition, and component distribution in the resulting powder materials. The analysis procedure involves several steps. Initial visualization of the sample surface is performed using a scanning electron microscope (SEM), which allows identifying areas for subsequent detailed EDS analysis (Fig. 1). The image

demonstrates the aggregate structure of powder particles, which have an uneven, fragmented surface and non-uniform morphology. The sizes of individual grains vary from ~ 100 to 400 μm , as confirmed by measuring rulers applied to the image. For example, the largest aggregates reach sizes of approximately 400 μm , while smaller ones are approximately 100–200 μm .

Fig. 1. SEM image of technical iron powder. Magnification $\times 100$, accelerating voltage 30 kV, working distance 14.5 mm

Then, by focusing the electron beam on selected areas, the characteristic X-ray emission generated by the interaction of electrons with sample atoms is recorded. For example, Figure 2 shows the scattering spectrum of iron powder, which was used in small quantities as an additive to graphite and titanium dioxide powders. The titanium dioxide contained approximately 5% nitrogen: the samples were initially used as a base for producing titanium carbide. However, during the experiment, at discharge voltages from 100 to 500 V, a total of three samples were prepared with varying titanium dioxide concentrations ranging from 50–70% of the total mass.

Fig. 2. Experimental scattering patterns of (a) iron powder and (б) titanium dioxide powder after pulsed heating.

Figure 2 shows the energy-dispersive X-ray analysis of the original iron powder, as well as the sintered powder with the addition of titanium dioxide. As can be seen from the peaks in Fig. 2, there are peaks that correlate with the initial components added to the powder mixture (Ti, O, C), but an $\text{N K}\alpha$ peak is also visible, indicating the presence of nitrides in the sample. The presence of nitrides is also confirmed by qualitative analysis conducted using a ДРОН-6 diffractometer, where 2.3% Fe_3N was detected.

Nitrides were most likely obtained due to the experiment being conducted in open air, which may explain the increased oxygen content compared to the original samples. Figures 3 and 4 show electron microscopic images of sample #1, obtained at $\times 45$ and $\times 300$ magnification, respectively. The sample's microstructure demonstrates a non-uniform distribution of components: individual titanium dioxide aggregates, inclusions of iron particles, and graphite-rich areas are observed. In Figure 3, at higher magnification, a more detailed particle surface morphology becomes noticeable — a pronounced granular structure in the oxide

phases and lamellar forms in the graphite, which is characteristic of its crystal lattice.

Fig. 3. Sample No. 1, titanium dioxide, iron, graphite at $\times 45$ magnification, working distance 14.6 mm, accelerating voltage 30 kV.

Fig. 4. Sample No. 1, titanium dioxide, iron, graphite at $\times 300$ magnification, working distance 14.6 mm, accelerating voltage 30 kV.

A comparison of three prepared samples with various titanium dioxide contents (50, 60, and 70%) showed that growing the TiO_2 content increased the homogeneity of the oxide distribution in the matrix. However, at a concentration of 70%, localized agglomerations were observed, reducing the homogeneity of the mixture.

X-ray diffraction analysis of the samples was performed using a DPOH-6 diffractometer and $\text{Cu-K}\alpha$ radiation. The integral scan angles were 2° – 145° with a step of 0.05° .

The scattering pattern (Fig. 5) shows a slight background from the amorphous carbon component. Qualitative analysis performed using the QUAL software revealed a small presence of iron carbide and carbon in the sample. The latter has a hexagonal lattice.

Fig. 5. X-ray scattering pattern of a sample.

Figure 6 shows a qualitative comparison of the diffraction data for the iron carbide model and the experimental sample. As can be seen from the position and visual coincidence of the peaks, we can conclude that the sample contains a crystalline phase of iron carbide.

Fig. 6. Comparison of the bar diagram of the fitted curve and the experimental one.

CONCLUSIONS

Both iron carbides and iron nitrides were obtained during fast Joule heating, indicating that the required temperatures for diffusion and phase transformations were reached. The presence of the phases is confirmed by energy dispersive X-ray analysis of SEM images, which revealed the presence of characteristic elements — Fe, C, and N. Furthermore, calculation of relative concentrations in the PDWin program demonstrated a match between the experimental diffraction peaks and the theoretical bar diagrams of the corresponding phases. Achieving high temperatures in milliseconds, coupled with rapid cooling, allows for the stabilization of metastable compounds and the production of the desired compounds.