

**Д.А. СТРАТИЙЧУК**, канд. техн. наук, ст. науч. сотруд.,

**В.З. ТУРКЕВИЧ**, д-р хим. наук, проф.,

**М.А. ТОНКОШКУРА**, асп.,

**А.С. ОСИПОВ**, канд. техн. наук, ст. науч. сотруд.,

**Т.И. СМИРНОВА**, канд. техн. наук., ст. науч. сотруд.,

ИСМ НАН Украины, Киев

## **ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ДИСПЕРСНЫХ КОМПОЗИТОВ В СИСТЕМЕ $C_{\text{АЛМ.}} - B_4C - AlB_2$**

В работе рассмотрены процессы формирования высокопрочных композитов в системе  $C_{\text{АЛМ.}} - B_4C - AlB_2$  при условии высокого давления (7,7 ГПа) и температуры (2200 °С). Выявлено, что высокие статические давления приводят к разрушению зерен микропорошков путем самоиндентирования и формирования мелкодисперсной матрицы. Показано, что нагревание полеченных таким способом систем при условиях высокого давления позволяет формировать мелкодисперсные структуры и получать композиты с высокими физико-механическими свойствами.

Использование высокого давления как инструмента для создания высокопрочных композитов с мелкозернистой зёрненной структурой давно известно и описано в ряде монографий и обзорных статей [1 – 4]. Проводя спекание микропорошков хрупких ковалентных веществ ( $B_4C$ ,  $cBN$ ,  $SiC$ ,  $TiB_2$ ,  $C_{\text{АЛМ.}}$ ) в условиях сильного одноосного сжатия за счёт хрупкого разрушения, а также первичной рекристаллизации, удаётся получать полидисперсные композиты с высокими эксплуатационными характеристиками [5]. Однако широкое использование высоких давлений для получения керамических изделий ограничено высокой стоимостью техники высокого давления, а также невозможностью получать изделия больших размеров [6]. На сегодняшний день только изделия на основе  $cBN$  и  $C_{\text{АЛМ.}}$  изготавливают в условиях высоких  $p$ ,  $T$  – параметров, что обусловлено их областью термодинамической стабильности [7]. В данной работе представлены результаты формирования композитов в тройной  $C_{\text{АЛМ.}} - B_4C - AlB_2$  системе, а также изучено влияние высокого давления на дисперсность исходного микропорошка алмаза и боридных фаз. Представленная работа является частью научно-поискового исследования по созданию мелкозернистых высокопрочных композитов в системе  $Al - B - C$  в условиях высоких давлений и температур [8].

Выбор связующих фаз ( $B_4C$ ,  $AlB_2$ ) для спекания алмазных микропорошков связан с их высокомодульностью и способностью к микрорастрескиванию, что важно при проведении экспериментов в условиях высокого давления.

В качестве исходных алмазных микропорошков был выбран микропорошок марки АСМ 40/28,  $B_4C$  Запорожского абразивного комбината, просеянный через медное сито с диаметром ячеек 40 мкм, а также диборид алюминия в виде микропорошка со средним размером частиц 35 мкм. Выбранные порошки были смешаны между собой путём протираания через медные сита без использования жидких сред.

Эксперименты по спеканию исходных порошков осуществляли в аппарате высокого давления (АВД) типа "тороид-20" на прессовой установке ДО-044 усилием в 10 МН. В качестве нагревателя использованы полые графитовые цилиндры.

Спекаемый порошок был изолирован от графитового нагревателя втулкой из гексагонального нитрида бора (hBN). АВД был предварительно градуирован по давлению и температуре в зависимости от усилия прессовой установкой и мощности тока. В качестве реперного материала использован висмут. Градуировка по температуре получена с использованием Pt/Pt – 10 % Rh термпары.

После проведения экспериментов в условиях высоких давлений и температур были получены хорошо сформированные цилиндрические образцы, которые были в дальнейшем исследованы методами рентгеновской дифракции и *SEM*-микроскопии.

Как показали результаты предварительных исследований, на начальной стадии создания высокого давления (до включения нагрева) происходит уменьшение среднего размера зерна частиц на 30 – 50 % (рис. 1), что связано с эффектами самомикроиндентирования и растрескивания.

Таким образом, появляется два типа частиц: частицы из основной фракции от 20 до 30 мкм и мелкие 1 – 10 мкм, которые образовались при разрушении в условиях статического нагружения.

С помощью оптического микроскопа удалось установить, что крупные частицы образуют каркас, в то время, как образовавшиеся мелкие осколочные частицы заполняют полости и пустоты, тем самым равномерно "обволакивая" основные крупные зёрна.

В дальнейшем этот ансамбль частиц под воздействием высокой темпе-

ратуры проходит стадию спекания, в которой можно выделить несколько этапов.

На первой стадии под воздействием высокой температуры (2200 °С) происходит спекание  $V_4C$  и  $AlB_2$  в местах контактов с образованием твёрдых растворов.

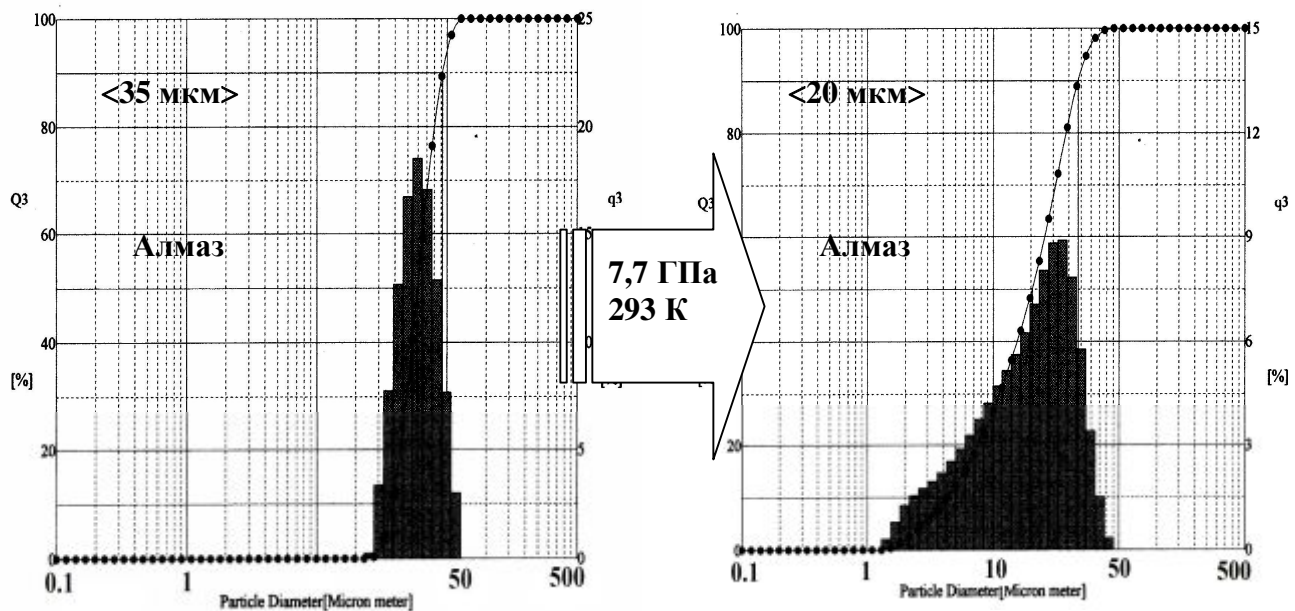


Рис. 1 – Гранулометрический состав алмазного микропорошка до и после воздействия статического давления 7,7 ГПа

Затем имеет место рекристаллизация (рис. 2), которая приводит к уменьшению размера частиц и образованию мелкозернистой структуры (0,1 – 5 мкм). Процессы рекристаллизации в данном случае отчётливо выражены для  $V_4C$  10 масс. % и  $AlB_2$  и, в меньшей степени, для зёрен алмаза.

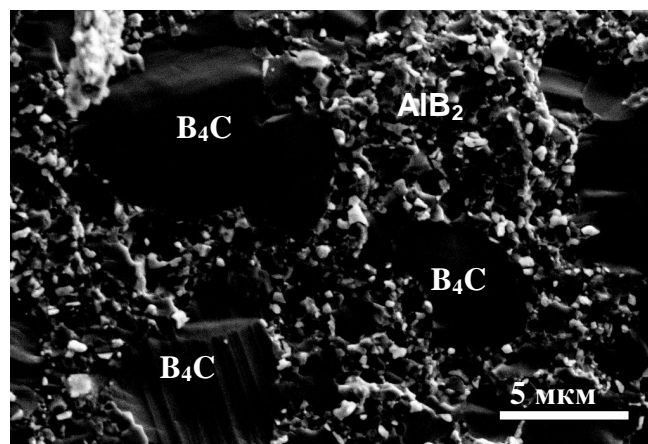


Рис. 2 – SEM-изображение поверхности излома композита полученного из системы  $C_{алм.} - V_4C - AlB_2$  при 7,7 ГПа и 2200 °С

Для выбранного нами состава: алмаз 80 масс. %,  $\text{B}_4\text{C}$  10 масс. % и  $\text{AlB}_2$  10 масс. % в условиях высокого давления 7,7 ГПа и температуры 2200 °С происходит формирование высокопрочного композита, в котором алмазные зёрна скреплены мелкозернистыми фазами из системы  $\text{B}_4\text{C} - \text{AlB}_2$ .

Следует отметить, что микрорастрескивание вносит весомый вклад в гранулометрический состав только в случае хрупких материалов со значительным ( $\geq 20$  мкм) размером исходных частиц.

Полученные компакты после спекания в условиях высокого давления были очищены от остатков материалов камеры высокого давления и из них путём механической шлифовки были изготовлены режущие пластины.

В табл. приведены некоторые их физические характеристики. Как видно из представленных данных, полученный композит является сверхтвёрдым материалом с высокой твёрдостью и трещиностойкостью и может быть применён как режущая вставка в инструменте.

Таблица – Некоторые физические характеристики композита, полученного при 7,7 ГПа и 2200 °С

HV10, ГПа	45,2
$K_{1C}$ , МПа·м <sup>1/2</sup>	5,1
Плотность, г/см <sup>3</sup>	2,86
Термостойкость, °С	1300
Средний размер частиц, мкм	15

Таким образом, выбирая в качестве объекта такой высокохрупкий материал, как зёрна алмаза, мы можем достигать их измельчения в условиях статического сжатия, а добавки  $\text{B}_4\text{C}$  и  $\text{AlB}_2$  способствуют реакционному спеканию, что приводит к формированию высокотвёрдых прочных композитов инструментального назначения.

**Список литературы:** 1. *Haines J.* The search for superhard materials: a new approach / *J. Haines, J.M. Leger* // Сверхтвёрдые материалы. – 1998. – № 2. – С. 3 – 9. 2. *Lowther J.E.* Symmetric structures of ultrahard materials / *J.E. Lowther* // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 2002. – Vol. 85. – P. 55 – 58. 3. *Evans A.G.* Perspective on the development of high-toughness ceramics / *A.G. Evans* // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 1990. – Vol. 73, № 2. – P. 187 – 206. 4. *Lutz E.H.*  $K^R$ -curve behavior of duplex ceramics / *E.H. Lutz, N. Claussen* // *Ibid.* – 1991. – Vol. 74, № 1. – P. 11 – 18. 5. *Гордеев С.К.* Композиты алмаз-карбид кремния – новые сверхтвёрдые конструкционные материалы для машиностроения / *С.К. Гордеев* // Вопросы материаловедения. – 2001. – № 3. – С. 31 – 40. 6. *Шульженко А.А.* Кристаллическая структура и свойства сверхтвёрдых фаз, образующихся в системе В –  $\text{B}_2\text{O}_3 - \text{BN}_r$  в условиях высоких давлений и температур / [А.А. Шульженко, А.Н. Соколов, С.Н. Дуб и др.] //

Сверхтвердые материалы. – 2000. – № 2. – С. 30 – 35. **7. Шульженко А.А.** Алмазный поликристаллический композиционный материал и его свойства / [А.А. Шульженко, В.Г. Гаргин, Н.А. Русина и др.] // Сверхтвердые материалы. – 2010. – № 6. – С. 3 – 13. **8. Solozhenko V.** 300-K Equation of State and High-Pressure stability of  $Al_3BC_3$  / V. Solozhenko, F. Meyer, H. Hillebrecht // Journal of solid State chemistry. – 2000. – № 154. – P. 254 – 256.

*Поступила в редколлегию 25.06.12*

УДК 621.762

**Использование высоких давлений для получения дисперсных композитов в системе  $C_{ALM} - B_4C - AlB_2$  / Д.А. СТРАТИЙЧУК, В.З. ТУРКЕВИЧ, М.А. ТОНКОШКУРА, А.С. ОСИПОВ, Т.И. СМЕРНОВА** // Вісник НТУ «ХПІ». – 2012. – № 59 (965). – (Серія: Хімія, хімічна технологія та екологія). – С. 127 – 131. – Бібліогр.: 8 назв.

В роботі розглянуто процеси формування високоміцних композитів в системі  $C_{ALM} - B_4C - AlB_2$  за умов високого тиску (7,7 ГПа) та температури (2200 °С). Виявлено, що високі статичні тиски призводять до руйнування зерен мікропорошків шляхом самоіндентування та формування дрібнодисперсної матриці. Показано, що нагрівання отриманих в такий спосіб систем в умовах високого тиску дозволяє формувати дрібнодисперсні структури та отримувати композити з високими фізико-механічними властивостями.

In this work the processes of high-strength composites formation in the  $C_{diam} - B_4C - AlB_2$  system at high pressure (7,7 GPa) and high temperature (2200 °C) were considered. It was found that high static pressure leads to the destruction of the micropowders grains by self-indentation and by formation of fine-dispersed matrix. It is shown that heating of the systems obtained by stated technique at high pressure allow to form a fine structure and to obtain composites with high physicommechanical properties.