

*Д.А. СТРАТИЙЧУК*, канд. техн. наук, ст. науч. сотр., ИСМ НАНУ, Киев,  
*В.З. ТУРКЕВИЧ*, д-р хим. наук, проф., ИСМ НАНУ, Киев,  
*Т.В. КОЛАБЫЛИНА*, асп., инж., ИСМ НАНУ, Киев,  
*А.С. ОСИПОВ*, канд. техн. наук, ст. научн. сотр., ИСМ НАНУ, Киев,  
*Т.И. СМИРНОВА*, канд. техн. наук, ст. научн. сотр., ИСМ НАНУ, Киев

## **ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ НА ПОЛУЧЕНИЕ МЕЛКОДИСПЕРСНЫХ КОМПОЗИТОВ В СИСТЕМЕ $C_{\text{АЛМ.}} - \text{Ti}_4\text{WC}_5$**

В данном исследовании в условиях высоких давлений (7,7 ГПа) и температур (1700 – 2100 °С) изучены процессы фазового взаимодействия в квазибинарной системе  $C_{\text{АЛМ.}} - \text{Ti}_4\text{WC}_5$ . Оптимальной температурой формирования прочных связей алмаз- $\text{Ti}_4\text{WC}_5$  является 1800 °С. При этой температуре двойной карбид  $\text{Ti}_4\text{WC}_5$  является стабильным и не распадается согласно данным XRD-анализа. Композит, который показал наиболее высокие физико-механические свойства, содержит около 8 % об.  $\text{Ti}_4\text{WC}_5$  и может быть рекомендован для использования при камнеобработке.

**Ключевые слова:** высокие давления, сверхтвёрдая керамика, алмаз, двойные карбиды.

В современной промышленности большую часть сверхтвёрдых композитов на основе алмаза получают в условиях высоких давлений и температур с использованием жидкофазного спекания. Среди наиболее распространённых систем следует выделить:  $C_{\text{АЛМ.}} - \text{Co}$ ,  $C_{\text{АЛМ.}} - \text{Si}$ ,  $C_{\text{АЛМ.}} - \text{Ca}(\text{Mg})\text{CO}_3$  [1, 2]. Ранее также были предприняты попытки получать высокопрочные керамики в системах  $C_{\text{АЛМ.}} - \text{TiC}$  [3],  $C_{\text{АЛМ.}} - \text{WC}$  [4, 5] и пр. Во всех случаях основное внимание уделялось формированию прочных границ алмаз-алмаз и алмаз-связующая фаза.

В представленной работе в условиях высоких давлений (7,7 ГПа) и температур (1700 – 2100 °С) были исследованы процессы формирования высокопрочных алмазсодержащих композитов в системе  $C_{\text{АЛМ.}} - \text{Ti}_4\text{WC}_5$ . В работе также представлены некоторые физико-механические свойства композитов. Твёрдофазное спекание в указанной системе было проведено в аппарате высокого давления типа “тороид-20” в танталовой капсуле, что позволило значительно снизить риск загрязнения образцов.

В качестве исходных компонентов в работе были использованы микропорошки алмаза марок АСМ 28/20 и АСМ 7/5 и двойного карбида  $\text{Ti}_4\text{WC}_5$  со

© Д.А. Стратийчук, В.З. Туркевич, Т.В. Колабылина, А.С. Осипов, Т.И. Смирнова, 2014

средним размером частиц 3 мкм (рис. 1а).

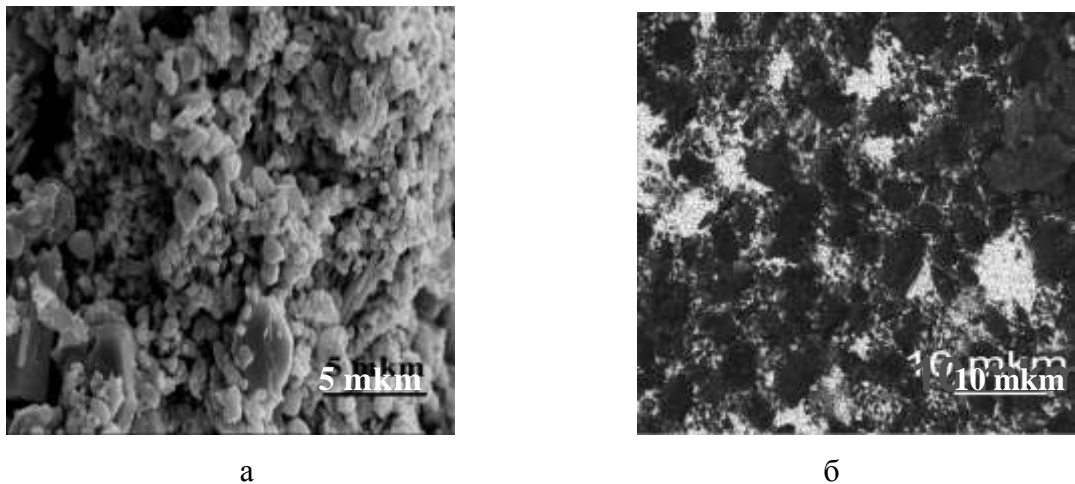


Рис. 1 – SEM-изображение: а – исходного порошка  $Ti_4WC_5$ , б – полученного сверхтвёрдого композита, содержащего 8 % об.  $Ti_4WC_5$ .

Исходные смеси готовились в 2 этапа путём ситового и мокрого барабанного смешивания.

На первом этапе была приготовлена полидисперсная смесь микропорошков АСМ 28/20 и АСМ 7/5, в которой массовая доля АСМ 7/5 составляла 25 %.

На втором этапе, используя низкоэнергетический смеситель с барабаном, имеющим тефлоновое покрытие, в среде обезвоженного ацетона была приготовлена исходная смесь  $S_{ALM} + Ti_4WC_5$  (18 масс. %). Рабочими телами служили шары из керамики на основе SiC. Согласно данным элементного микроанализа, конечная смесь содержала не более 0,5 масс. % материала размольных тел.

Исходя из результатов гранулометрического анализа при выбранном режиме смешивания: скорость 60 об/мин, время смешивания 3 ч, объём барабана 200 мл, заполненность шарами из SiC 33 % объёма – видимого уменьшения среднего размера частиц не наблюдалось. Полученный таким образом микропорошок подвергался дегазации в условиях вакуума от адсорбированных молекул ацетона и остаточной воды, компактировался и размещался в ячейке высокого давления (рис. 2).

В результате воздействия высоких давлений и температур были получены хорошо сформированные цилиндрические образцы. В соответствии с данным XRD-анализа (рис. 3) в выбранном температурном интервале не обнаружено образование новых соединений, а двойной карбид  $Ti_4WC_5$  не испытывает термической диссоциации.



Рис. 2 – Внешний вид смеси: а – в защитной Та-капсуле, б – размещение образца в ячейке высокого давления перед проведением экспериментов.

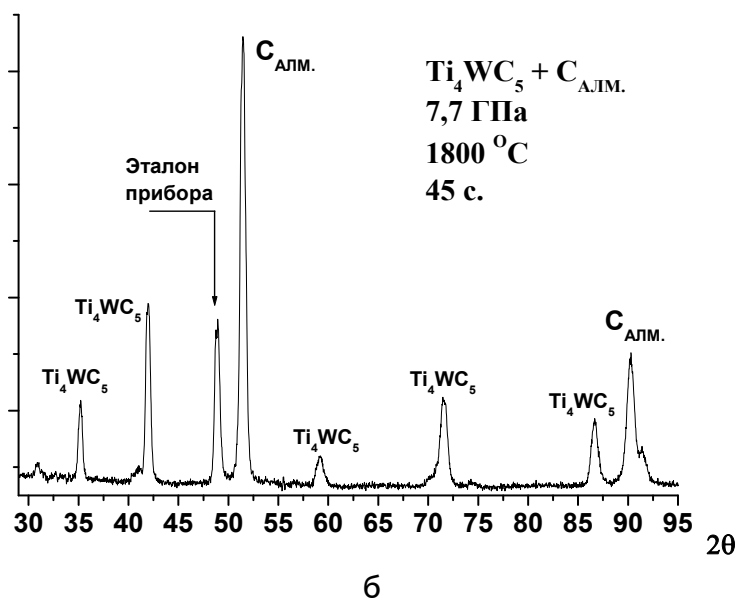
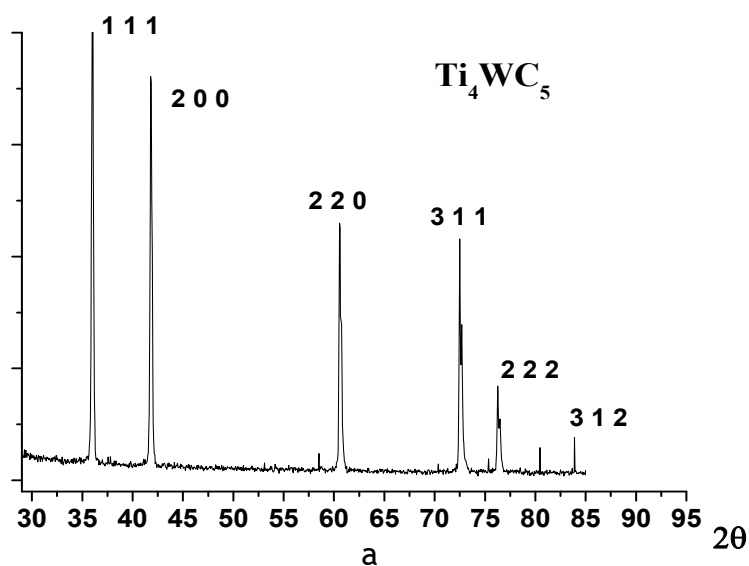


Рис. 3 – Результаты XRD- анализа (Cик α излучение): а – для исходного  $Ti_4WC_5$ , б – для керамической пластины, содержащей 8 % об.  $Ti_4WC_5$ .

При температурах выше 1900 °С зафиксирована незначительная графитизация алмаза, что является характерным для твёрдофазных алмазсодержащих систем. Согласно данным электронной микроскопии (рис. 1б), для полученного композита удалось достигнуть довольно хорошего распределения связующей фазы  $Ti_4WC_5$  между зёрнами алмаза, а также обеспечить в процессе спекания образование прочных межфазных границ. Для изучения физико-механических свойств из спечённого при  $T = 1800$  °С образца были изготовлены пластины диаметром 7,0 мм и высотой 3,18 мм. Согласно данным ультразвуковой диагностики образцы плотностью  $3,6$  г/см<sup>3</sup> обладают следующими характеристиками: модуль Юнга – 902 ГПа, модуль всестороннего сжатия – 340 ГПа, коэффициент Пуассона – 0,082. Микротвёрдость композита составляла  $HV10 = 51$  ГПа, а  $K_{IC} = 5,2$  МПа · м<sup>1/2</sup>. Термостойкость на воздухе была оценена как  $\sim 1100$  °С.

Таблица – Некоторые физические характеристики сверхтвёрдого композита, полученного при  $p = 7,7$  ГПа и  $T = 1800$  °С

HV10, ГПа	51,2
$K_{IC}$ , МПа · м <sup>1/2</sup>	7,1
Плотность, г/см <sup>3</sup>	3,1
Модуль Юнга, ГПа	920,7
Термостойкость, °С	$\sim 1200$
Средний размер частиц, мкм	15

### Вывод.

Таким образом, было показано, что при условии достаточной гомогенизации исходной смеси двойные карбиды тугоплавких металлов являются перспективной связкой для получения высокопрочных алмазсодержащих композитов. В дальнейшем планируется более детальное изучение микроструктуры материала, а также рассматривается возможность использования других тугоплавких соединений III и IV групп d-металлов.

**Список литературы:** 1. *Mlungwane K.* The development of a diamond-silicon carbide composite material / *K. Mlungwane, I.J. Sigalas, M. Hermann* // *Industrial diamond Review*. – 2005. – № 4. – P. 62 – 65. 2. *Zhao J.* Enhancement of fracture toughness in nanostructured diamond – SiC composites / [*J. Zhao, L. Qian, C. Daemen et all.*] // *Appl. Phys. Lett.* – 2004. – № 84. – P. 1356 – 1361. 3. *Haikuo Wang* Nanostructured diamond – TiC composites with high fracture toughness / *Haikuo Wang, Duanwei He* // *J. of Appl. Physics*. – 2013. – Vol. 113. – P. 043505–(1) – 043505–(4). 4. *Rudy E.* Constitution of Ternary Titanium–Tungsten–Carbon Alloys / *E. Rudy* // *J. Less-Common Met.* – 1984. – Vol. 33. – P. 245 – 273.

**Referens:** 1. *Mlungwane K.* The development of a diamond-silicon carbide composite material / *K. Mlungwane, I.J. Sigalas, M. Hermann* // *Industrial diamond Review*. – 2005. – № 4. – P. 62 – 65. 2. *Zhao J.* Enhancement of fracture toughness in nanostructured diamond–SiC composites / [*J. Zhao, L. Qian, C. Daemen et all.*] // *Appl. Phys. Lett.* – 2004. – № 84. – P. 1356 – 1361. 3. *Haikuo Wang* Nanostructured diamond – TiC composites with high fracture toughness / *Haikuo Wang, Duanwei He* // *J. of Appl. Physics*. – 2013. – Vol. 113. – P. 043505–(1) – 043505–(4). 4. *Rudy E.* Constitution of Ternary Titanium–Tungsten–Carbon Alloys / *E. Rudy* // *J. Less-Common Met.* – 1984. – Vol. 33. – P. 245 – 273.

*Поступила в редколлегию (Received by the editorial board) 01.07.14*

УДК 621.762

**Влияние высокого давления на получение мелкодисперсных композитов в системе  $C_{\text{АЛМ.}} - Ti_4WC_5$  / Д.А. СТРАТИЙЧУК, В.З. ТУРКЕВИЧ, Т.В. КОЛАБЫЛИНА, А.С. ОСИПОВ, Т.И. СМІРНОВА** // *Вісник НТУ «ХПІ»*. – 2014. – № 52 (1094). – (Серія: Хімія, хімічна технологія та екологія). – С. 136 – 140. – Бібліогр.: 4 назв. – ISSN 2079-0821.

В даному дослідженні в умовах високих тисків (7,7 ГПа) і температур (1700 – 2100 °С) вивчено процеси фазової взаємодії в квазібінарній системі  $C_{\text{АЛМ.}} - Ti_4WC_5$ . Оптимальною температурою формування міцних зв'язків алмаз –  $Ti_4WC_5$  є 1800 °С. За даної температури подвійний карбід  $Ti_4WC_5$  є стабільним і не розпадається згідно даних XRD-аналізу. Композит, який показав найбільш високі фізико-механічні властивості, містить близько 8 об. %  $Ti_4WC_5$  і може бути рекомендований для використання при каменеобробці.

**Ключові слова:** високий тиск, надтверда кераміка, алмаз, подвійні карбіди.

UDC 621.762

**Effect of high-pressure on the preparation of fine composites in the  $C_{\text{DIAM.}} - Ti_4WC_5$  system / D.A. STRATHICHUK, V.Z. TURKEVICH, T.V. KOLLABYLINA, A.S. OSIPOV, T.I. SMIRNOVA** // *Visnyk NTU «KhPI»*. – 2014. – № 52 (1094). – (Series: Khimiya, khimichna tekhnolohiya ta ecolohiya). – P. 136 – 140. – Bibliogr.: 4 names. – ISSN 2079-0821.

In this study, the processes of phase interaction in quasi-binary  $C_{\text{Diam}} - Ti_4WC_5$  system was studied under high pressure (7.7 GPa) at temperatures (1700 – 2100 °C). The optimum temperature of forming of strong bonds of diamond with  $Ti_4WC_5$  is 1800 °C. At this temperature binary carbide  $Ti_4WC_5$  is stable and doesn't decomposed according to data of the XRD-analysis. According to the ultrasound diagnosis data, the samples of 3.6 g/cm<sup>3</sup> density have the following characteristics: Young's modulus of 902 GPa, the bulk modulus of 340 GPa, Poisson's ratio of 0.082. Microhardness of the composite was  $HV_{10} = 51$  GPa and  $K_{IC} = 5.2$  MPa·m<sup>1/2</sup>. Thermal stability in air was estimated to be about 1100 °C. Thus, it was shown that the binary carbides of refractory metals, in the case of sufficient homogenization of the starting mixture, are promising binders for obtaining of high-strength diamond-containing composites. The ceramic, which shows the highest physical-mechanical properties, comprises about 8 vol. %  $Ti_4WC_5$ , and, it can be recommended for use in stone processing.

**Keywords:** high-pressure superhard ceramics, diamond, binary carbides.