

## ИССЛЕДОВАНИЕ УПЛОТНЕНИЯ ПОРОШКОВ TiN И TiV<sub>2</sub> ПРИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЯХ

Урбанович В.С., Копылов А.В., Шкатуло Г.Г., Неронов В.А.\*

Институт физики твердого тела и полупроводников НАН Беларуси  
220072, Минск, ул. Бровки, 17.

\*Институт теоретической и прикладной механики СО РАН,  
630090, Новосибирск, ул. Институтская, 4/1.

Спекание при высоких давлениях позволяет получать плотные керамические материалы на основе тугоплавких карбидов, нитридов и боридов с высоким уровнем их физико-механических свойств [1-4]. В последнее время наблюдается возрастание интереса к использованию высоких давлений для спекания нанокристаллических материалов на основе указанных соединений [5-7]. Это связано с надеждами на получение новых высокотвердых материалов за счет формирования наноструктуры и достижения высокой степени уплотнения нанопорошка при спекании под высоким давлением [8]. Ранее была показана возможность получения этим методом нанокристаллической керамики на основе TiN с высоким уровнем физико-механических свойств [9, 10]. При этом температура спекания была на 600-800 °С ниже, чем в случае обычного спекания без давления [11]. Поэтому интенсивного роста зерен не наблюдалось. Показано также, что в случае нанокompозитов на основе нитрида и диборида титана наблюдается торможение рекристаллизационных процессов [10, 12].

Важную роль в процессе формирования структуры материала, спекаемого в условиях высоких давлений и температур, играет стадия холодного сжатия порошка в аппарате высокого давления, предшествующая нагреву. Информация о состоянии поверхности частиц, о степени их деформации в местах контакта в зависимости от размера частиц и скорости нагружения представляет большой научный и практический интерес для разработки технологий получения материалов с заданными свойствами. Однако процессы уплотнения порошков тугоплавких соединений в условиях высоких давлений еще недостаточно изучены.

Целью данной работы являлась разработка методики исследования уплотнения порошков металлоподобных тугоплавких соединений на примере нитрида и диборида титана в процессе сжатия в аппарате высокого давления.

В качестве исходных материалов использовались порошки TiN и TiV<sub>2</sub> производства Донецкого завода химреактивов в состоянии поставки. Сжатие контейнера с исследуемым порошком производилось в аппарате высокого давления типа наковальни с углублениями [13] в диапазоне усилий пресса 0-4 МН (давление в гидросистеме пресса 0-26 МПа) при двух различных скоростях нагружения (0,01 МПа/с и 2 МПа/с). О степени уплотнения порошков судили по изменению их электросопротивления в процессе сжатия, так же, как в [14, 15]. Непрерывное измерение электросопротивления (через каждую 0,1 с) в процессе нагружения осуществлялось с использованием автоматизированной системы контроля и управления термобарическими условиями спекания, являющейся модернизацией разработанного ранее контроллера КС-4 [16]. Результаты исследований приведены на рис. 1 и 2.

Как видно из рис. 1, зависимость давления в гидросистеме (усилия) пресса от времени нагружения имеет одинаковый характер, как при низкой (рис. 1а), так и при высокой скорости (рис. 1б) нагружения. В начальной стадии уплотнения давление растет довольно медленно, но, начиная с определенного момента времени (~1600 с при V = 0,01 МПа/с и ~7 с при V = 2 МПа/с), наблюдается значительное увеличение скорости сжатия контейнера. При

этом в обоих случаях рост давления происходит более быстро при использовании порошка нитрида титана.

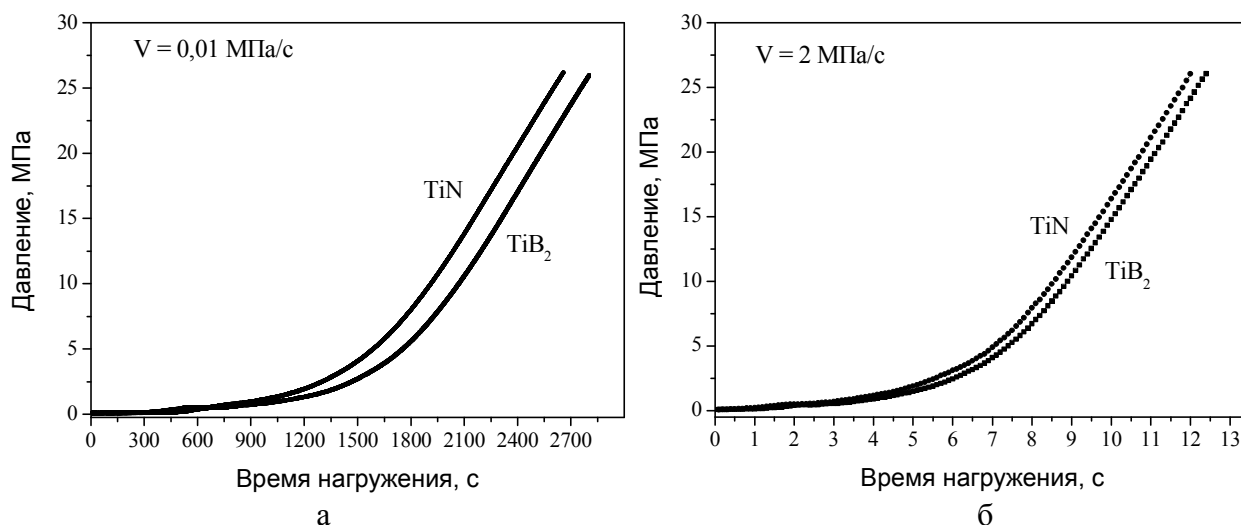


Рис. 1. Изменение давления в гидросистеме пресса со временем в процессе сжатия порошков TiN и TiB<sub>2</sub> при различных скоростях нагружения: 0,01 МПа/с (а) и 2 МПа/с (б).

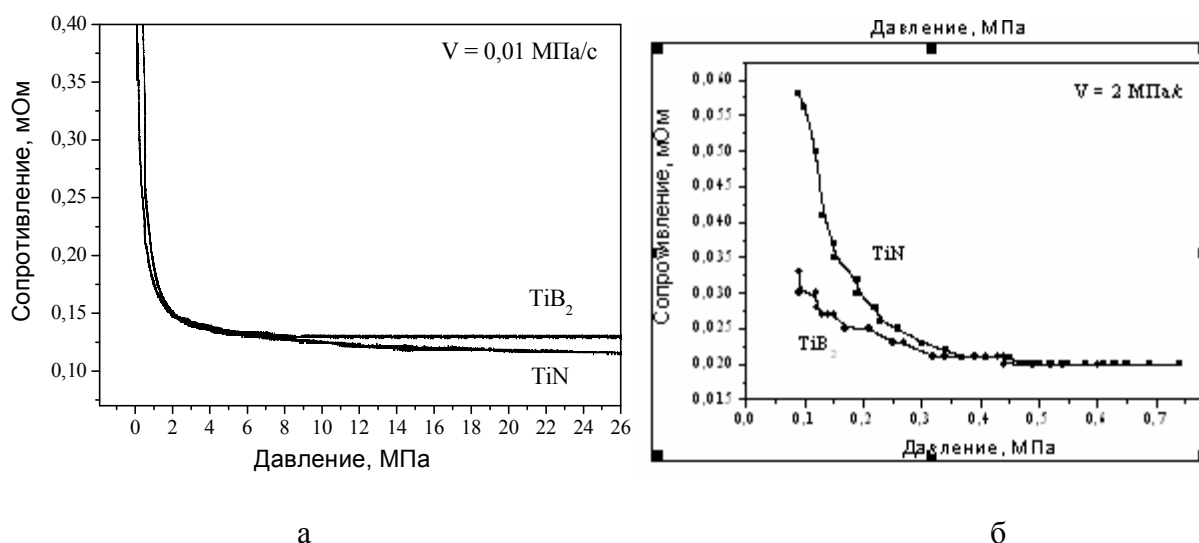


Рис. 2. Зависимость электросопротивления порошков TiN и TiB<sub>2</sub> от давления в гидросистеме пресса при различных скоростях нагружения: а - 0,01 МПа/с; б - 2 МПа/с.

На рис. 2 показана зависимость электросопротивления порошков TiN и TiB<sub>2</sub> от давления в гидросистеме (усилия) пресса при различных скоростях нагружения. Видно, что при скорости нагружения, равной 0,01 МПа/с, основное изменение электросопротивления порошков TiN и TiB<sub>2</sub> происходит в интервале давлений 0-5 МПа, а при V = 2 МПа/с – этот интервал уменьшается до 0-0,5 МПа, то есть, почти в десять раз. При этом при низкой скорости сжатия контейнера электросопротивление обоих порошков продолжает незначительно уменьшаться с дальнейшим ростом давления (рис. 2а), а в случае быстрого сжатия – уменьшение сопротивления порошков заканчивается при давлении 0,5 МПа (рис. 2б). Полученные результаты показывают, что в обоих случаях основное уплотнение

порошков происходит уже в начальной стадии их сжатия в аппарате высокого давления, а увеличение скорости сжатия позволяет завершить процесс уплотнения при более низком усилии прессы.

Таким образом, показана возможность исследования уплотнения порошков TiN и TiB<sub>2</sub> в аппарате высокого давления путем непрерывного измерения их электросопротивления в процессе сжатия с использованием разработанной автоматизированной системы контроля и управления термобарическими условиями спекания. Полученные результаты свидетельствуют о более интенсивном уплотнении порошков в камере высокого давления при большей скорости сжатия. В дальнейшем предполагается исследовать влияние размера частиц на характер уплотнения нанодисперсных порошков TiN и TiB<sub>2</sub> и композитов на их основе с различным соотношением компонентов.

Работа выполнена при финансовой поддержке ГПОФИ «Наноматериалы и нанотехнологии» и Президиума НАН Беларуси (грант Г05-02).

### Литература

1. R.A. Andrievski. *Materials Science of Carbides, Nitrides and Borides* (Eds. Y.G. Gogotsi and R.A. Andrievski), Kluwer Academic Publishers, Dordrecht (1999). С. 1-18.
2. H.A. Ma, X. P. Jia, L.X. Chen, P.W. Zhu, G.Z. Ren, W.L. Guo, X.Q. Fu, G.T. Zou, Z.A. Ren, G.C. Che, Z.X. Zhao. *J. Phys.: Condens. Matter.* **14**, 11181 (2002).
3. А.А.Шульженко, Д.А.Стратийчук, Г.С.Олейник, Н.Н.Белявина, В.Я.Марков. *Порошковая металлургия*, **1-2**, 90 (2005).
4. P. Klimczyk, E. Benko, K. Lawniczka-Jablonska, E. Piskorska, M. Heinonen, A. Ormaniec, W. Gorczynska-Zawislan, V.S. Urbanovich. *J. Alloys and Compounds.* **382**, 195 (2004).
5. Urbanovich V.S. *Nanostructured Materials, Science and Technology* (Eds. G.-M. Chow, N.I. Noskova), Kluwer Academic Publishers, Dordrecht (1998). P. 405-424.
6. G.A.Voronin, T.W. Zerda, J. Gubicza, T. Ungar, S.N. Dub. *J. Mater. Res.* **19**, 9, 2703 (2004).
7. W. Gorczynska-Zawislan, E. Benko, P. Klimczyk, V.S. Urbanovich. *Наноструктурные материалы-2004: Беларусь-Россия, Материалы III Международного семинара, Минск, ИТМО им. А.В.Лыкова НАН Беларуси* (2004). С. 156-157.
8. RA Andrievski, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* **19**, 447 (2001).
9. Р.А.Андриевский, В.С. Урбанович, Н.П. Кобелев, В.И. Торбов. *Докл. РАН* **356**, 1, 39 (1997).
10. V.S. Urbanovich. *Functional Gradient Materials and Surface Layers Prepared by Fine Particles Tecnology* (Eds M.-I. Baraton and I.Uvarova). Kluwer Academic Publishers, Dordrecht (2001) P. 179-186.
11. R.A. Andrievski, V.S. Urbanovich, N.P. Kobelev, V.M. Kuchinski. *Fourth Euro Ceramics, Basic Sciences: Trends in Emerging Materials and Applications* (Ed. A. Bellosi), Gruppo Edit. Faenza, Italy. Vol. 4 (1995). P. 307-312.
12. R. A. Andrievski, V. S. Urbanovich, Y. Ogino, T. Yamasaki, K. I. Yanushkevich. *Physics, Chemistry and Application of Nanostructures*, (Eds. V.E.Borisenko et al.), Syngapore (1999) P. 326-329.
13. Мазуренко А.М., Урбанович В.С., Кучинский В.М. *Весці АН Беларусі, сер. фіз.-тэхн. навук*, **1**, 42 (1994).
14. А.К. Бутыленко, В.Н. Соколовский. *Порошковая металлургия*. **1**, 28 (1978).
15. А.К. Бутыленко, В.Н. Соколовский. *Порошковая металлургия*. **7**, 28 (1981).
16. Г.Г. Шкатуло, А.Г. Шкатуло. *Контроллер синтеза сверхтвердых материалов КС-4. Industrial Computer News* - <http://www.icn.ru/i/a.nsf/u/kc4>.