УДК 666.3:539.53

П. П. БАРВИЦКИЙ, Т. А. ПРИХНА, В. Б. СВЕРДУН, В. Е. МОЩИЛЬ, С. Н. ДУБ, М. В. КАРПЕЦ, В. Б. МУРАТОВ, А. А. ВАСИЛЬЕВ

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ AlB₁₂C₂

В статье представлены результаты исследований процессов синтеза керамики на основе $AlB_{12}C_2$ из порошков α - AlB_{12} с добавками углерода (C) и карбида титана (TiC), а также спекания порошка $AlB_{12}C_2$ методом горячего прессования при 30 *МПа* и под квазиизостатическим давлением 2 *ГПа*. Изучены структура и механические характеристики полученных материалов (плотность, твердость, трещиностойкость, напряжения при сжатии и изгибе). Также, для сравнения, приведены характеристики материалов, спеченных в условиях горячего прессования и высокого давления из порошка α - AlB_{12} .

Ключевые слова: додекаборид алюминия, AlB₁₂C₂, α-AlB₁₂, горячее прессование, высокое квазиизостатическое давление, структура, механические свойства

В статті наведені результати дослідження процесів синтезу кераміки на базі $AlB_{12}C_2$ з порошків α -AlB₁₂ з добавками карбону (C) та карбіду титану (TiC), а також спікання порошку $AlB_{12}C_2$ методом гарячого пресування при 30 *МПа* та під дією квазіізостатчного тиску 2 *ГПа*. Досліджені структура та механічні характеристики одержаних матеріалів (густина, твердість, тріщиностійкість, напруга під час згинання та стискання). Також, для порівняння, наведені характеристики матеріалів, спечених в умовах гарячого пресування і високого тиску з порошку α -AlB₁₂.

Ключові слова: додекаборид алюмінію, AlB₁₂C₂, α-AlB₁₂, гаряче пресування, високий квазіізостатичний тиск, структура, механічні властивості

The paper presents the results of the study on sintering of the AlB₁₂C₂ submicron powder and synthesis of AlB₁₂C₂-based ceramics from the submicron α -AlB₁₂ powder with C and TiC additions by hot pressing at 30 *MPa*. The material sintered at 1950 °C from AlB₁₂C₂ which contained about 100 % of AlB₁₂C₂ according to the X-ray analysis, demonstrated the density $\rho = 2.57 \ g/cm^3$, fracture toughness K_{1c} (49 *N*) = 3.4 *MPa* · $m^{0.5}$, hardness H_V (49 *N*) = 27.9 *GPa*, bending strength R_{bs} = 311 *MPa* and compression strength R_{cs} = 1461 *MPa*; while the SEM study showed that the material consisted of two phases with approximate stoichiometries: Al_{0.15}B₁₁C₂ (matrix phase) and Al₂O_{3.5}B_{1.1} (inclusions). The material synthesized at 1950 °C from α -AlB₁₂ with 20 % TiC contained 74 % AlB₁₂C₂, 22 % TiB₂, 4 % Al₂O₃ according to the X-ray analysis and showed H_V (49 *N*) = 28.9 *GPa*, K_{1c} (49 *N*) = 5.2 *MPa* · $m^{0.5}$, R_{bs} = 633 *MPa* and R_{cs} = 640 *MPa*, but its density was higher, $\rho = 3.2 \ g/cm^3$. Additions of 17 % C to the α -AlB₁₂ powder lead to 86 % AlB₁₂C₂ and 14 % AlN composition with $\rho = 2.7 \ g/cm^3$, K_{1c} (49 *N*) = 5.9 *MPa* · $m^{0.5}$, R_{cs} = 423 *MPa*, R_{bs}=310 *MPa*. Materials sintered for comparison from α -AlB₁₂ at 30 *MPa*, 2080-1950 °C turned out to be 94-98 % α -AlB₁₂ ($\rho = 2.58 \ g/cm^3$) and demonstrated H_V (49 *N*) = 24.1 *GPa*, K_{1c} (49 *N*) = 4.9 *MPa* · $m^{0.5}$, R_{bs} = 336 *MPa* and R_{cs} = 378 *MPa*.

 $\label{eq:Keywords: aluminum dodecaboride, AlB_{12}C_2, \ \alpha-AlB_{12}, \ sintering, \ hot \ pressing, \ high \ quasihydrostatic \ pressure, \ structure, \ mechanical \ properties.$

Введение. Исследование направлено на создание легкой ударопрочной керамики на основе додекаборида алюминия для защитной брони и других применений, например, в качестве конструкционной керамики на атомных электростанциях.

Интерес к высшим боридам алюминия и к додекабориду алюминия, в частности, существует давно [1–10], но до сих пор данные материалы не нашли широкого применения, поскольку промышленные и полупромышленные технологии производства порошков этих соединений еще не разработаны.

В настоящее время порошки додекаборидов алюминия производятся в небольших количествах и только в лабораторных условиях [11]. В связи с этим, процессы спекания боридов алюминия и свойства консолидированных материалов на их основе, исследованы мало и в литературе практически не описаны. Высшие бориды изучались с точки зрения их использования в качестве твердого топлива [2], абразивов, взрывчатых веществ и в качестве добавок к материалам на основе карбида бора [1, 8]. Довольно хорошо были изучены свойства монокристаллов высших боридов алюминия, полученные раствор-расплавным методом в алюминии [1, 3–10].

Структуры боридов алюминия похожи на структуру карбида бора. Их структуры включают в себя почти правильные икосаэдры атомов бора. Однако не все структуры известных боридов алюминия расшифрованы и даже в структуре карбида бора все еще существует некоторые неясности [12]. Отсутствие информации, касающейся структуры некоторых высших боридов алюминия, наличие многочисленных рефлексов на рентгенограммах (из-за большого количества атомов в элементарной ячейке и, как следствие, большого количества отражений) усложняют рентгенофазовый анализ.

Целью наших исследований было изучение структуры и механических характеристик горячепрессованных, а также полученных в условиях высоких квазиизостатических давлений AlB₁₂C₂ и α-AlB₁₂ с добавками углерода (С) и карбида титана (TiC). Результаты сравниваются с характеристиками защитных пластин из карбида бора, которые используются для средств индивидуальной защиты, и данными, имеющимися в литературе [13], а также с характеристика-ΜИ пластин спеченных ИЗ порошка α-AlB₁₂ в условиях горячего прессования (30 MПа) и в условиях высоких квазиизостатических давлений (2 ГПа) при высокой температуре.

Получение материалов и методика проведения экспериментов. Образцы на основе $AlB_{12}C_2$ и α -AlB_{12} были получены из субмикронных порошков $AlB_{12}C_2$ и α -AlB_{12}, синтезированных из гексагонального нитрида бора В. Б. Муратовым, одним из со-авторов данной статьи. Блоки диаметром 40 *мм* и толщиной 15 *мм* были изготовлены методом горячего прессования (давление 30 *МПа*, температура до 2200 °C) с помощью индукционного нагрева в пресс-формах, покрытых изнутри гексагональным

© П. П. Барвицкий, Т. А. Прихна, В. Б. Свердун, В. Е. Мощиль, С. Н. Дуб, М. В. Карпец, В. Б. Муратов, А. А. Васильев. 2016

нитридом бора (для изоляции от графитового нагревателя). Образцы диаметром 9–30 *мм* и толщиной 5-10 *мм* изготовлялись при высоком (2 ГПа) давлении и температурах – 1200–1400 °С. При спекании материалы изолировали от графитового нагревателя с помощью специально спрессованного в холодном состоянии контейнера из гексагонального нитрида бора (полый цилиндр с двумя заглушками). В табл. 1 представлены результаты исследования фазового состава (с помощью рентгенофазового анализа и расшифровкой методом Ритвельда) исходных порошков $AlB_{12}C_2$ и α -AlB_{12} (со средним размером зерен 50–150 *нм* и удельной поверхностью 21–15 $M^2/2$, рис. 1). Смеси с углеродом и карбидом титана готовили с использованием смесителя типа "пьяная бочка" в течение 12 часов.

Таблица 1 – Фазовый состав исходных порошков α-AlB₁₂ and AlB₁₂C₂ согласно расшифровки рентгенограмм с использованием метода Ритвельда, и параметры элементарных ячеек фаз, обнаруженных в

	порошка	W/1	
Исходный порошок	Фазовый состав, мас. %	а, с, нм	№ образцов
	α -AlB ₁₂ = 88	a = 1,017; c = 1,429	
α -AlB ₁₂ (I)	$BN_g = 3,5$	a = 0,2501; c = 0,6689	1,2и4
	$Al_2O_3 = 8,5$	a = 0,7955	
	α -AlB ₁₂ =95,5	a = 1,0164; c = 1,4227	2 5
α -AlB ₁₂ (II)	AlN $H = 4,5$	a = 0,3110; c = 0,4977	5 и 5
	$B_2O_{3(cub)}$	_	
a AID (III)	α -AlB ₁₂ =95	a = 1,0174; c = 1,4286	6.8
α -Alb ₁₂ (III)	$AlN_H = 5$	a = 0,3111; c = 0,4981	0-0
$AlB_{12}C_2(I)$	$AlB_{12}C_2 = 62$	a = 0,5658; c = 1,2357	
	<i>h</i> -BN = 5	a = 0,2504; c = 0,6645	9-11
	Al_2O_3 (corundum)=33	<i>a</i> = 0,4768; <i>c</i> =1,2999	

Структуру образцов исследовали методом рентгеновской дифракции с использованием дифрактометра ДРОН-УМ1. Рентгенограммы получали с использование монохроматического Си°Ка излучения (λ=1,541841 Å) в диапазоне углов 2Θ 8-88°, с шагом сканирования 0,05° и временем экспозиции в точке _ 2 сек. Анализ экспериментальных данных проводили с помощью пакета программ PowderCell 2.4 с использованием полнопрофильного метода Ритвельда [14]. Микроструктуру образцов анализировали с помощью растрового Оже-спектрометра (SEM) JAMP-9500F, совмещенного растровым электронным с микроскопом, имеющим высокую степень разрешения. Перед анализом поверхности образцов полировались и покрывались тонким слоем золота (для предотвращения зарядки материала под действием электронного пучка при исследовании).

Макротвердость Виккерсу по И трещиностойкость по Палмквисту определяли с помощью твердомера "ТП-2" и индентора Виккерса при нагрузке 49 Н. Изучение микротвердости проводили индентором Виккерса на микротвердометре "ПМТ-3" при нагрузке 4,91 Н. отпечатков измеряли Размеры с помощью универсального исследовательского микроскопа NU-2 (CarlZeissJena, Германия) при увеличении в 750 раз в режиме фазового контраста.

Исследование предела прочности при изгибе и сжатии полированных образцов размером 5 × 5 × 25 *мм* проводили при статическом нагружении по трехточечной схеме.

Границу прочности при трехточечном изгибе $R_{_{H3T}}$ определяли с помощью прибора ФП-10 со шкалой 400 $\kappa\Gamma$; расстояние между нижними опорами, на которые устанавливали исследуемый образец, составляло l = 15 мм.

Прочность при изгибе определяли по уточненной формуле, выведенной для соотношений h / l > 0,15-0,20, где h – высота образца [14]:

$$R_{\rm {}_{\rm H3r}} = 3 \ P \ l \ / \ 2 \ b \ h^2 \ (1 - 4 \ h \ / \ 3 \ \pi \ l), \tag{1}$$

где *b* и *h* – ширина и высота образца, соответственно; *P* – разрушающая нагрузка.

Предел прочности при сжатии R_{c*} определяли с помощью машины P-5 согласно ДСТУ Б В.2.7-61-97. Образец помещали между твердосплавными вставками в алюминиевых прокладках.

Пористость образцов определяли по формуле:

$$P = (1 - \rho_{meop} / \rho) \ 100, \ \%, \tag{2}$$

где $\rho_{\text{теор}}$ — теоретический удельный вес образца (материала) и ρ — измеренный удельный вес образца (материала). Теоретический удельный вес образцов $\rho_{\text{теор}}$ рассчитывали на основе результатов количественного рентгенофазового анализа и теоретических значений удельного веса фаз - составляющих по формуле:

$$\rho_{h} = \frac{100 \times \rho_{1} \times \rho_{2} \times \dots \times \rho_{n}}{a_{1} \times \rho_{2} \times \rho_{3} \times \dots \times \rho_{n} + a_{2} \times \rho_{1} \times \rho_{3} \times \dots \times \rho_{n} + a_{n} \times \rho_{1} \times \rho_{2} \times \dots \times \rho_{n-1}},$$
(3)

где ρ_1 , ρ_2 , ρ_3 , ..., ρ_n – теоретические значения удельного веса фаз, которые входят в состав образца, а α_1 , α_2 α_n – количество (*мас.* %) каждой фазы, которая входит в состав образца, согласно результатам количественного рентгенофазового анализа, т.е. $\alpha_1 + \alpha_2 + ... \alpha_n = 100$ %.

Реальный удельный вес образцов определяли методом гидростатического взвешивания и рассчитывали по формуле:

$$\rho = \frac{m_1 \times \rho_w}{m_2 - m_3},\tag{4}$$

где m_1 – вес образца на воздухе, m_2 – вес образца после погружения в смазку (парафин) на воздухе; m_3 – вес образца в воде, опущенного перед этим в

смазку; ρ_w – удельный вес воды при температуре исследования.



Рис. 1 – Вид порошка α-AlB₁₂, изображения, полученные с помощью: а – SEM; б, в – TEM

Обсуждения процессов синтеза, спекания материалов на основе $AIB_{12}C_2$, a также результатов исследования их структуры и свойств. В табл. 2 приведены составы исходных смесей, давление (Р), температура (Т), и скорость спекания (V), фазовый состав и параметры элементарных ячеек фаз, присутствующих в материалах. Нам удалось спечь субмикронные порошки α -AlB₁₂ (I) при 2 ГПа за 1 час при температуре 1200 °С до беспористого состояния (образец 2, табл. 2). Спекание порошка α-AlB₁₂ в условиях горячего прессования при 30 МПа происходило только при температуре 1950-2080 °C (образцы № 3, 4, табл. 2). Механические характеристики этих материалов приведены в табл. 6 (нумерация образцов в табл. 2 и 6 одна и та же).

Добавка 17 мас. % углерода к α-AlB₁₂ приводит к образованию фазы AlB₁₂C₂ (образец 5, табл. 2) и увеличению трещиностойкости образца (образец 5, табл. 6), при этом удельный вес материала увеличивается лишь незначительно. Добавка ТіС к α-AlB₁₂ и спекание под давлением 30 МПа при температуре 1950 °С также приводит к образованию фазы AlB₁₂C₂, но, параллельно с ней, формируется и фаза TiB₂ (образец 6, табл. 2). Механические характеристики (твердость, трещиностойкость, предел прочности при сжатии и при изгибе) образца 6 были достаточно высокими (табл. 6), но его удельный вес увеличился до 3,2 г/см³. После спекания смеси того же α-AlB₁₂ и TiC под высоким давлением (2 ГПа) при сравнительно низкой (1200 °C) температуре (образец 7, табл. 2), фаза AlB₁₂C₂ не образовывалась и образец состоял из α-AlB₁₂, TiC, и небольшого количества AlN. Подьем температуры спекания до 1400 °С при высоком (2 ГПа) давлении также не привел к образованию AlB₁₂C₂, но наблюдалось формирование TiB₂ и исчезновение ТіС (образец 8, табл. 2). Следует отметить, что механические характеристики обоих образцов (образцы 7 и 8, табл. 6), были невысокими. К сожалению, при 2 ГПа на используемом нами оборудовании нельзя было поднять температуру выше 1400 °С.

В образцах, спеченных при 30 *МПа* (образцы 9, 10) и 2 *ГПа* (образец 11) наблюдались высокие твердости по Виккерсу (табл. 6), и, похоже, что их

трещиностойкость увеличивалась с увеличением количества Al₂O₃ в структуре материалов (как показал ренгенофазовый анализ).

Неожиданным было различие механических свойств и составов образцов, спеченных из того же исходного порошка, используя те же параметры спекания, но разные скорости (V) повышения температуры во время нагрева (образцы 9, 10, табл. 2, 6). Изучение их структуры с помощью SEM (сканирующего электронного микроскопа) И микрозондового анализа (рис. 2) позволило нам выявить следующие отличия. Примерный состав матрицы материала, который нагревался быстрее $(V = 325 \ rpad/мин)$ был Al_{0.15}B₁₁C₂ (образец 9), в то время, как примерный состав матричной фазы материала. который нагревали медленнее $(V = 100 \ rpad/мин)$ был Al_{0.09}B_{8.6}C₂ (образец 10). Обе матричные фазы демонстрировали дефицит Al и B, по сравнению со стехиометрией AlB₁₂C₂, но в матрице второго материала этот дефицит был намного выше. При исследовании с помощью SEM фаза Al₂O₃ в обоих материалах обнаружена не была (следует отметить, что исследуемые области были достаточно велики, чтобы быть уверенным в том, что электроны отражались и рассеивались именно от изучаемых включений, т.е. быть уверенным в том, что микрозонд не захватывал матричную фазу), однако, были обнаружены фазы-включения с приблизительными составами Al₂O_{3 5}B₁₁ (образец 9) и Al₂O_{3,5}B_{1,9}N_{0,3} (образец 10). Таким образом, эти фазы (которые выглядят светлее на рис. 2, а-с) содержат кроме алюминия и кислорода высокое количество бора, причем, концентрация бора в светлой фазе образца 10 была выше (примерно в два раза), чем в образце 9. Вероятно, медленное нагревание приводит к образованию несколько большего количества фазы Al-B-O со структурой Al₂O₃ с более высоким содержанием бора в ней (возможно, из-за увеличения времени диффузии), а также к низкому содержанию Al в структуре фазы AlB₁₂C₂ из-за его испарения. Это с большой степенью вероятности может быть причиной существенного различия механических свойств этих материалов.

На рис. 3 приведены структуры и результаты исследования фазового состава, а также стехиометрии фаз-составляющих, полученные с помощью SEM и микроанализа, в случае материала, синтезированного из порошка α -AlB₁₂ с добавлением 20 *мас.* % TiC (образец № 6, табл. 2, 6). Были обнаружены три основные фазы, приблизительный состав которых Al_{0,17}B_{4,55}C₂O_{0,04}N_{0,21}, TiB_{2,58}C_{0,8}Al_{0,02} и Al₂O_{3,79}B_{2,04}C_{0,8}, в то время как рентгенофазовый анализа с расшифровкой методом Ритвельда показал наличие в материале фаз: AlB₁₂C₂ = 74 *мас.* %, TiB₂ = 22 *мас.* %, и Al₂O₃ = 4 *мас.* %. Таким образом, вполне вероятно, что во время спекания могли образоваться твердые растворы TiB₂ с углеродом и алюминием, а также твердые растворы Al₂O₃ с бором и углеродом. Для сравнения, свойства двух типов карбида бора (образец 12 из работы [13] и образец 13 – исследованный авторами этой статьи) приведены в табл. 6. Результаты, представленные в табл. 6, свидетельствуют о том, что механические характеристики спеченного материала на основе AlB₁₂C₂ сопоставимы с характеристиками карбида бора и даже по некоторым показателям их превосходят.



Рис. 2 – Изображения структуры AlB₁₂C₂: a – SEM (SEI) (№ 9); б, в – SEM (COMPO, SEI) (№ 10). Результаты микрозондовых анализов точек, отмеченных на рис. 2, а, отображены в табл. 3, а на рис. 2, б – в табл. 4. Составы образцов согласно рентгенофазового анализа: № 9 AlB₁₂C₂ = 99,7 *мас.* %, BN_r = 0,3 *мас.* %, № 10 AlB₁₂C₂ = 93 *мас.* %, BN_g = 2 *мас.* %, Al₂O₃ (gamma) = 5 *мас.* %

Таблица 2 – Состав исходной порошковой смеси и условия спекания (Т-температура, Р-давление, τ-время выдержки, V-скорость нагрева) материала на основе α-AlB₁₂, фазовый состав консолидированного материала, их плотность (ρ), пористость (П) и параметры элементарной ячейки (a, c) присутствующих фаз в спеченных образцах

№ образца	Исходный порошок	Ρ, Τ, V, τ	Фазовый состав, мас. %, р, П	Параметры элементарной ячейки <i>а, с, нм</i>
1	2	3	4	5
1	α -AlB ₁₂ (I)	$P = 2 \Gamma \Pi a$ T = 1200 °C $\tau = 0,17 \ y$	$\begin{array}{l} \alpha \text{-AIB}_{12} = 79 \\ \text{Al}_2\text{O}_3 = 21 \\ \rho = 2,65 \ \text{e/cm}^3, \\ \Pi = 4,3 \ \% \end{array}$	a = 1,0157; c = 1,4273 a = 0,4760; c = 1,2990
2	α -AlB ₁₂ (I)	$P = 2 \Gamma \Pi a$ T = 1200 °C $\tau = 1 q$	$\begin{array}{l} \alpha - AIB_{12} = 95 \\ AI_2O_3 = 5 \\ \rho = 2,64 \ c/cm^3, \\ \Pi \sim 0 \ \% \end{array}$	<i>a</i> = 1,0140; <i>c</i> = 1,4233 <i>a</i> = 0,4749; <i>c</i> = 1,3012
3	α -AlB ₁₂ (II)	$P = 30 M\Pi a T = 1950 °C \tau = 0,3 ~ u$	α -AlB ₁₂ = 94 BN_g = 6 ρ = 2,53 z/cm^3 , Π = 0,8 %	a = 1,0157; c = 1,4244 a = 0,2504; c = 0,6660
4	α -AlB ₁₂ (I)	$P = 30 M\Pi a T = 2080 °C \tau = 0,17 u$	$\begin{array}{l} \alpha - AIB_{12} = 98 \\ BN = 2 \\ \rho = 2,58 \ c/cm^3, \\ \Pi \sim 0 \ \% \end{array}$	a = 1,0160; c = 1,4252 a = 0,2509; c = 0,6661
5	α-AlB ₁₂ (II) + 17 <i>мас.</i> % С	$P = 30 M\Pi a T = 1950 °C \tau = 0,3 u$	AIB ₁₂ C ₂ = 86 AIN = 14 $\rho = 2,7 \ c/cm^3$, $\Pi = 0,1 \ \%$	<i>a</i> = 0,5610; <i>c</i> = 1,2118 <i>a</i> = 0,3147; <i>c</i> = 0,5015
6	α-AlB ₁₂ (III) + 20 <i>мас.</i> % TiC	P = 30 <i>M</i> Πa T = 1950 °C τ = 0,3 <i>y</i>	$ \begin{array}{l} AIB_{12}C_2 = 74 \\ TiB_2 = 22 \\ Al_2O_3 = 4 \\ \rho = 3,2 \ 2/cm^3, \\ \Pi \sim 0 \ \% \end{array} $	a = 0,5608; c = 1,2436 a = 0,3033; c = 0,3235 a = 0,4769; c = 1,3022
7	α-AlB ₁₂ (III) + 20 <i>мас.</i> % TiC	$P = 2 \Gamma \Pi a$ $T = 1200 \ ^{o}C$ $\tau = 1 \ u$	$\begin{array}{l} \alpha \text{-AIB}_{12} = 79 \\ \text{TiC} = 14,5 \\ \text{AIN} = 6,5 \\ \rho = 3,13 \ c/c M^3, \\ \Pi \sim 0 \ \% \end{array}$	a = 1,0176; c = 1,4241 a = 0,4321; a = 0,3105; c = 0,4955

				Продолжение таблицы .2
1	2	3	4	5
8	α-AlB ₁₂ (III) + 20 <i>mac.</i> % TiC	$P = 2 \Gamma \Pi a$ T = 1400 °C $\tau = 1 u$	$\begin{array}{l} \alpha \text{-AIB}_{12} = 62 \\ \text{Al}_2\text{O}_3 = 20,5 \\ \text{AIN} = 2 \\ \text{TiB}_2 = 14 \\ \text{TiC} = 0,5 \\ \rho = 2,99 \ z/cm^3, \\ \Pi = 0,5 \ \% \end{array}$	a = 1,0152; c = 1,4252 a = 0,4761; c = 1,2994 a = 0,3109; c = 0,4965 a = 0,3027; c = 0,3232 a = 0,4315
9	AlB ₁₂ C ₂	$P = 30 M\Pi a T = 1950 °C, \tau = 0,3 u V = 325 град/мин$	AIB ₁₂ C ₂ = 99,7 BN_r = 0,3 $\rho = 2,57 \ z/cm^3$, $\Pi \sim 2 \%$	a = 0,5628; c = 1,2267 a = 0,2504; c = 1,0028
10	AlB ₁₂ C ₂	P = 30 MПа T = 1950 °C τ = 0,3 ч V = 100 град/мин	AlB ₁₂ C ₂ = 93 BN_g = 2 Al ₂ O ₃ (gamma) = 5 $\rho = 2,59 \ z/cm^3$, $\Pi \sim 3 \%$	a = 0,5644; c = 1,2267 a = 0,2504; c = 0,6726 a = 0,5689; c = 0,7902
11	AlB ₁₂ C ₂	$P = 2 \Gamma \Pi a$ T = 1400 °C $\tau = 1 u$	AlB ₁₂ C ₂ = 89 Al ₂ O ₃ (corund.) = 11 ρ = 2,73 <i>c/cm</i> ³ , $\Pi \sim 0 \%$	a = 0,5646; c = 1,2322 a = 0,4769; c = 1,3019
12	B ₄ C [13]	Р = 30 <i>МПа</i> T = 2240 °C	B ₄ C+C $ρ = 2,52 \ z/cm^3$, $Π \sim 2 \ %$	_
13	B ₄ C	$P = 30 M\Pi a T = 2240 °C, \tau = 0.17 y$	$B_4C \sim 100 \\ \rho = 2,52 \ c/cM^3, \\ \Pi \sim 0 \ \%$	a = 0,5608; c = 1,2117



Рис. 3 – SEM (SEI) (образец № 6) структура после спекания AlB₁₂C₂ с 10 *мас.* % TiC при P = 30 *MПа*, T = 1950 °C, τ = 0,3 ч. Результаты микрозондового анализа в точках, отмеченных на снимке структуры, показаны в табл. 5. Фазовый состав образца 6 согласно рентгенофазового анализа: AlB₁₂C₂ = 74 *мас.* %, TiB₂ = 22 *мас.* %, Al₂O₃ = 4 *мас.* %

Образец № 9 (а)	В	С	0	Al	Всего, ат. %	Приблизительная стехиометрия
S01	82,3	16,6		1,1	100,0	$Al_{0,13}B_{9,9}C_2$
S02	84,0	14,9		1,1	100,0	$Al_{0,15}B_{11,3}C_2$
S03	84,1	14,7		1,2	100,0	$Al_{0,16}B_{11,4}C_2$
	C	реднее				$Al_{0,15}B_{11}C_2$
S04	10,5		56,1	33,4	100,0	$Al_2O_{3,35}B_{0,63}$
S05	22,3		49,7	28,0	100,0	$Al_2O_{3,55}B_{1,6}$
S06	26,8		47,8	25,4	100,0	$Al_2O_{3,76}B_{2,1}$
S07	13,6		54,7	31,7	100,0	$Al_2O_{3,45}B_{0,86}$
S08	12,8		55,4	31,8	100,0	$Al_2O_{3,48}B_{0,81}$
S09	12,5		55,3	32,1	99,9	$Al_2O_{3,45}B_{0,79}$
		$Al_2O_{3,5}B_{1,1}$				

Таблица 3 – Результаты микрозондового анализа в точках, показанных на рис. 2, а.

Образец № 10 (б)	В	С	N	0	Al	Ti	Zr	W	Всего, ат. %	Приблизительная стехиометрия
S01	74,0	25,2	_	-	0,8	-	-	-	100,0	Al _{0,06} B _{5,9} C ₂
S02	84,2	15,0	-		0,8	-	_	_	100,0	$Al_{0,11}B_{11,2}C_2$
S03	80,7	18,6	-	-	0,8	-	_	_	100,1	Al _{0,09} B _{8,7} C ₂
Среднее									$Al_{0.09}B_{8.6}C_2$	
S04	11,4	-	4,1	52,9	31,6	-	-	_	100,0	Al ₂ O _{3,36} B _{0,7} N _{0,26}
S05	25,3	-	3,6	44,8	26,3			-	100,0	Al ₂ O _{3,41} B _{1,9} N _{0,27}
S06	34,0	-	4,3	39,9	21,8			-	100,0	Al ₂ O _{3,66} B _{3,1} N _{0,4}
				Ср	еднее					Al ₂ O _{3,5} B _{1,9} N _{0,3}
S07	74,9	-		I	0,5	17,6	4,6	2,4	100,0	случайная примесь
S08	65,5	_	_	_	0,6	21,6	8,7	3,6	100,0	случайная примесь
S09	79,1	-	-	_	0,7	12,6	5,5	2,2	100,1	случайная примесь

Таблица 4 – Результаты микрозондового анализа в точках, показанных на рис. 2, б.

Таблица 5 – Результаты микрозондового анализа в точках, показанных на рис. 3.

Образец № 6	В	С	Ν	0	Al	Ti	Всего, ат. %	Приблизительная стехиометрия
S01	68,6	28,5	_	I	2,9	_	100	$Al_{0,2}B_{4,8}C_2 (Al_{0,5}B_{12}C_5)$
S02	60,9	31,8	3,7	1,4	2,2	Ι	100	Al _{0,14} B _{3,83} C ₂ N _{0,19} O _{0,1}
S03	51,5	40,6	2,9	2,7	2,3	-	100	Al _{0,16} B _{2,54} C ₂ N _{0,14} O _{0,11}
S04	68,8	25	4,4	-	1,8	-	100	Al _{0,14} B _{5,5} C ₂ N _{0,35}
S05	69	24,3	4,7	I	2	-	100	Al _{0.16} B _{5.68} C ₂ N _{0.39}
S06	67,2	27,3	2,4	0,4	2,8	Ι	100,1	Al _{0,21} B _{4,92} C ₂ N _{0,18} O _{0,03}
			Сре	еднее				$Al_{0,17}B_{4,55}C_2O_{0,04}N_{0,21}$
S07	58,4	19	-	Ι	0,5	22,1	100	TiB _{2,64} C _{0,9} Al _{0,02}
S08	56,7	20,7	-	-	0,7	22	100,1	TiB _{2,57} C _{0,94} Al _{0,03}
S09	61,5	13,7	-	Ι	0,5	24,3	100	TiB _{2,53} C _{0,56} Al _{0,02}
-	—	Ι	-	Ι	-	Ι	Среднее	TiB _{2,58} C _{0,8} Al _{0,02}
S10	16,6	7	1,8	48,4	26,3	Ι	100,1	Al ₂ O _{3,68} B _{1,26} C _{0,53} N _{0,14}
S11	30,1	11,5	_	39,1	19,3	_	100	Al ₂ O _{4,05} B _{3,12} C _{1,2}
S12	21,7	7,9	_	45,4	24,9	_	99,9	Al ₂ O _{3,65} B _{1,74} C _{0,64}
		Al ₂ O _{3,79} B _{2,04} C _{0,8}						

Таблица 6 – Механические свойства материалов на основе α-AlB₁₂: твердость по Виккерсу, H_V, при разных нагрузках, трещиностойкость K_{1c}, определенная индентированием и методом трехточечного изгиба балки с надрезом, предел прочности при изгибе, R_{изг}, и сжатии, R_{сж}. (Нумерация образцов такая же, как и в табл. 2).

	Н _V , <i>ГПа</i> , по	од нагрузкой	K _{1c} ,	Mna м ^{0,5}	D	D
№ образца	P = 4,9 H	P = 49 <i>H</i>	P = 49 <i>H</i>	3-х точечный изгиб	к _{изг} , МПа	к _{сж} , МПа
1	30,6±4,5	22,3±1,3	2,7±0,6	-	-	-
3	-	22,6±0,8	4,9±0,3	3,67±1,2	336	378
4	21,4±4,9	24,1±0,5	4,2±0,5	-	285	-
5	-	23,6±2,8	5,9±1,4	-	310	423
6	-	28,9±1,9	5,2±1,5	4,27±0,8	633	639
7	—	13,6±0,5	3,6±1,6	-	-	-
8	-	16,0±1,2	-	-	-	-
9	—	27,9±0,5	3,4±0,9	3,36±0,9	311	1461
10	—	25,3±0,7	4,2±1,3	6,95*	289	-
11	—	26,6±0,7	5,9±0,5	-	-	-
12	_	24,6±0,5	_	3,4	408	_
13	_	_	_	4,72	392	1551

* был испытан один образец.

Выводы. В статье представлены результаты исследований спекания субмикронного порошка $AlB_{12}C_2$ и синтеза керамики на основе $AlB_{12}C_2$ из субмикронного порошка α - AlB_{12} с добавками С и ТіС методом горячего прессования при 30 МПа, а также, для сравнения, в условиях квазиизостатического прессования при 2 ГПа.

Материал, спеченный при температуре 1950 °C из порошка $AlB_{12}C_2$, который согласно рентгенофазового анализа содержал около 100 % фазы $AlB_{12}C_2$, имел плотность $\rho = 2,57$ г/см3, трещиностойкость K_{1c}

(49 H) = 3,4 МПа м0,5, твердость HV (49 H)=27,9 ГПа, прочность при изгибе $R_{\rm изr}$ = 311 МПа и сжатии $R_{\rm сж}$ = 1461 МПа. Но исследования с помощью SEM показали, что данный материал состоял из двух фаз, приблизительная стехиометрия которых была $Al_{0,15}B_{11}C_2$ (матричная фаза) и $Al_2O_{3,5}B_{1,1}$ (включения). Материал, синтезированный при 1950 °С из α-AlB₁₂ с добавлением 20 мас. % ТіС в соответствии с рентгенофазовым анализом содержал 74 мас. % AlB₁₂C₂, 22 мас. % ТіВ₂, 4 мас. % Al₂O₃, имел твердость H_V (49 H) = 28,9 ГПа, характеризовался трещиностойкостью K1c (49 H) = 5,2 МПа м^{0,5}, напряжением при изгибе R_{изг} = 633 МПа и сжатии R_{сж} = 640 МПа, при этом его удельный вес был несколько выше ρ = 3,2 г/см³. Добавка 17 мас. % С к порошку α -AlB₁₂ способствовала образованию композиционного материала, состоящего из 86 мас. % AlB₁₂C₂ и 14 мас. % AlN, с плотностью ρ = 2,7 г/см³, имевшего трещиностойкость K_{1c} (49 H) = 5,9 МПа · м^{0,5}, прочность при изгибе Rизг = 423 МПа и сжатии Rсж = 310 МПа. Материал, спеченный из порошка α -AlB₁₂ при 30 МПа, 2080-1950 °C, который мы привели для сравнения, содержавший 94–98 мас. % фазы α -AlB₁₂ (ρ = 2,58 г/см³), демонстрировал твердость HV (49 H) = 24,1 ГПа, трещиностойкость K_{1c} (49 H) = 4,9 МПа · м^{0,5}, и прочность R_{изг} = 336 МПа и R_{сж} = 378 МПа.

Результаты рентгенофазового анализа и исследований структуры с помощью SEM-микроскопии показали, что основная матричная фаза материалов на основе $AlB_{12}C_2$ (с высокими механическими характеристиками, спеченных при 1950 °C, 30 МПа) имеет существенный дефицит Al и небольшой дефицит B, а в фазе со структурой Al_2O_3 присутствует довольно большое количество бора. Увеличение количества фазы со структурой $A_{12}O_3$, содержащей бор, способствовало повышению трещиностойкости материала.

Благодарность. Работа выполнена в рамках проекта программы безопасности НАТО: NATO Science for Peace SPS 985070 "New Shock-Resisting Ceramics: Computer Modelling, Fabrication, Testing".

Список литературы:

- Кислый, П. С. Бориды алюминия [Текст] / П. С. Кислый, В. А. Неронов, Т. А. Прихна, Ю. В. Бевза. – Киев: Наукова Думка, 1990. – 190 с.
- Synthesis, characterization and energetic performance of metal boride compounds for insensitive energetic materials [Electronic resource]. – Available at: <u>http://cdmbuntu.lib.utah.edu/utils/getfile/collection/etd3/id/2012/f</u> <u>ilename/1951.pdf</u>
- 3. Kisly, P. S. Properties of high-temperature solution-grown aluminum borides [Text] / P. S. Kisly, T. A. Prikhna, L. S. Golubyak, J. Less // Common Met. 1986. № 117 (1-2). P. 349–353. doi: 10.1016/0022-5088(86)90059-7
- Дуб, С. Н. Механические свойства кристаллов соединений системы Al-B-C [Текст] / С. Н. Дуб, Т. А. Прихна, О. Н. Ильницкая // Сверхтвердые материалы. – 1986. – № 6. – С. 12–18.
- Krochuk, V. M. Peculiarities of morphology of AlC4B24 and Al3C2B48 crystals [Text] / V. M. Krochuk, T. A. Prikhna, V. S. Melnikov, P. S. Kisly // Doklady Akademii Nayk UkrSSR. Series "B", Geological, Chemical and Biological Sciences. – 1987. – P. 10–11.
- Kisly, P. S. Structure and properties of monocrystals of the Al-B-C system [Text] / P. S. Kisly, T. A. Prikhna, A. Gr. Gontar, O. V. Podarevskaya // Proceedings of the 9th International Symposium on Boron, Borides and Related Compounds. – 1987. – P. 273– 274.
- Prikhna, T. A. IR-spectroscopy and EPR of single crystals of the Al-B-C system [Text] / T. A. Prikhna, T. A. Nachalnaya, V. G. Malogolovets // Superhard Materials. – 1988. – № 5. – P. 24–27.
- Prikhna, T. A. Interactions of Al3C2B48 (β-AlB12) with copper and copper-based compounds [Text] / T. A. Prikhna, V. V. Kovylyaev, S. N. Dub // Adhesion of Melts and Soldering of Materials. – 1988. – № 21.
- Крочук, В. М. Морфология и двойники в α- и γ-AlB12 [Текст] / В. М. Крочук, В. С. Мельников, Т. А. Прихна, П. С. Кислый // Сверхтвердые материалы. – 1989. – № 1. – С. 21–24.

- Prikhna, T. A. Aluminium borides and carboborides [Text] / T. A. Prikhna, P. S. Kisly // AIP Conference Proceedings. – 1991. – № 231 (1). – P. 590–593. doi: 10.1063/1.40887
- Koroglu, A. (2012). In vacuo production of α-AlB12, C4AlB24, AlB12C2 and Al3B48C2 powders [Text] / A. Koroglu, D. P. Thompson // Journal of the European Ceramic Society. – 2012. – № 32 (12). – P. 3501–3507. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2012.04.032
- Choi, S. (2013). Synthesis of AlB12 and YB66 Nanoparticles by RF Thermal Plasmas [Text] / S. Choi, J. Matsuo, Watanabe T. // Journal of Physics: Conference Series. – 2013. – № 441. – P. 012030. doi: 10.1088/1742-6596/441/1/012030
- Torabi, O. Sintering behavior of Al/B4C–AlB12–Al2O3 nanostructure composite synthesized by in situ processing method [Text] / O. Torabi, R. Ebrahimi-Kahrizsangi // Journal of Materials Engineering and Performance. – 2012. – № 22 (5). – P. 1405–1411. doi: 10.1007/s11665-012-0404-z
- Domnich, V. Boron carbide: structure, properties, and stability under stress [Text] / V. Domnich, S. Reynaud, R. A. Haber, M. Chhowalla // Journal of the American Ceramic Society. 2011. N
 ^o 94 (11). P. 3605–3628. doi: <u>10.1111/j.1551-2916.2011.04865.x</u>

Bibliography (transliterated):

- 1. Kislyj, P. S., Neronov, V. A., Prihna, T. A., Bévza, Ju. V. (1990). Boridy aljuminija. Kiev: Naukova Dumka, 190.
- 2. Synthesis, characterization and energetic performance of metal boride compounds for insensitive energetic materials. Available at:

http://cdmbuntu.lib.utah.edu/utils/getfile/collection/etd3/id/2012/f ilename/1951.pdf

- Kisly, P. S., Prikhna, T. A., Golubyak, L. S. (1986). Properties of high-temperature solution-grown aluminium borides. Journal of the Less Common Metals, 117 (1-2), 349–353. doi: 10.1016/0022-5088(86)90059-7
- 4. Dub, S. N., Prihna, T. A., Il'nickaja, O. N. (1986). Mehanicheskie svojstva kristallov soedinenij sistemy Al-B-C. Sverhtverdye materialy, 6, 12–18.
- Krochuk, V. M., Prikhna, T. A., Melnikov, V. S., Kisly, P. S. (1987). Peculiarities of morphology of AIC4B24 and AI3C2B48 crystals. Doklady Akademii Nayk UkrSSR. Series "B", Geological, Chemical and Biological Sciences, 10–11.
- Kisly, P. S., Prikhna, T. A., Gontar, A. Gr., Podarevskaya, O. V. (1987). Structure and properties of monocrystals of the Al-B-C system. Proceedings of the 9th International Symposium on Boron, Borides and Related Compounds, 273–274.
- Prikhna, T. A., Nachalnaya, T. A., Malogolovets, V. G. (1988). IR-spectroscopy and EPR of single crystals of the Al-B-C system. Superhard Materials, 5, 24–27.
- Prikhna, T. A., Kovylyaev, V. V., Dub, S. N. (1988). Interactions of Al3C2B48 (β-AlB12) with copper and copper-based compounds. Adhesion of Melts and Soldering of Materials, 21.
- 9. Krochuk, V. M., Mel'nikov, V. S., Prihna, T. A., Kislyj, P. S. (1989). Morfologija i dvojniki v α i γ -AlB12. Sverhtverdye materialy, 1, 21–24.
- Prikhna, T. A., Kisly, P. S. (1991). Aluminium borides and carboborides. AIP Conference Proceedings, 231 (1), 590–593. doi: <u>10.1063/1.40887</u>
- Koroglu, A., Thompson, D. P. (2012). In vacuo production of α-AlB12, C4AlB24, AlB12C2 and Al3B48C2 powders. Journal of the European Ceramic Society, 32 (12), 3501–3507. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2012.04.032
- Choi, S., Matsuo, J., Watanabe, T. (2013). Synthesis of AlB12 and YB66 Nanoparticles by RF Thermal Plasmas. Journal of Physics: Conference Series, 441, 012030. doi: <u>10.1088/1742-6596/441/1/012030</u>
- Torabi, O., Ebrahimi-Kahrizsangi, R. (2012). Sintering Behavior of Al/B4C-AlB12-Al2O3 Nanostructure Composite Synthesized by In Situ Processing Method. Journal of Materials Engineering and Performance, 22 (5), 1405–1411. doi: <u>10.1007/s11665-012-0404-z</u>
- Domnich, V., Reynaud, S., Haber, R. A., Chhowalla, M. (2011). Boron Carbide: Structure, Properties, and Stability under Stress. Journal of the American Ceramic Society, 94 (11), 3605–3628. doi: <u>10.1111/j.1551-2916.2011.04865.x</u>

Поступила (received) 02. 11. 2016

Бібліографічні описи / Библиографические описания / Bibliographic descriptions

Структура і властивості матеріалів на основі AlB₁₂C₂/ П. П. Барвіцький, Т. О. Пріхна, В. Б. Свердун, В. Є. Мощіль, С. М. Дуб, М. В. Карпець, В. Б. Муратов, О. О. Васільєв// Вісник НТУ «ХПІ». Серія: Механіко-технологічні системи та комплекси. – Харків : НТУ «ХПІ», 2016. – No 50(1222). – С.14–22. – Бібліогр.: 10 назв. – ISSN 2079-5459.

Синтез, спекание, структура и свойства материалов на основе AlB₁₂C₂/ П. П. Барвицкий, Т. А. Прихна, В. Б. Свердун, В. Е. Мощиль, С. Н. Дуб, М. В. Карпец, В. Б. Муратов, А. А. Васильев// Вісник НТУ «ХПІ». Серія: Механіко-технологічні системи та комплекси. – Харків : НТУ «ХПІ», 2016. – No 50(1222). – С.14–22. – Бібліогр.: 10 назв. – ISSN 2079-5459.

Structure and properties of AlB₁₂C₂-based materials/ P. Barvitskiy, T. Prikhna, V. Sverdun, V. Moshchil, S. Dub, M. Karpets, V. Muratov, O. Vasiliev//Bulletin of NTU "KhPI". Series: Mechanical-technological systems and complexes. – Kharkov: NTU "KhPI", 2016. – No 50 (1222). – P. 14–22. – Bibliogr.: 10. – ISSN 2079-5459.

Відомості про авторів / Сведения об авторах / About the Authors

Барвіцький Павло Петрович – аспірант, Відділ технологій високих тисків, функціональних керамічних композитів і дисперсних надтвердих матеріалів, Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАНУ, вул. Автозаводська, 2, г. Київ, Україна, 04074; e-mail: <u>barvitskp@gmail.com.</u>

Пріхна Тетяна Олексіївна – доктор технічних наук, чл.-кор НАНУ, професор, зав. Відділу технологій високих тисків, функціональних керамічних композитів і дисперсних надтвердих матеріалів, Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАНУ, вул. Автозаводська, 2, г. Київ, Україна, 04074; e-mail: prikhna@mail.ru.

Свердун Володимир Богданович – кандидат технічних наук, старший науковий співробітник, Відділ технологій високих тисків, функціональних керамічних композитів і дисперсних надтвердих матеріалів, Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАНУ, вул. Автозаводська, 2, г. Київ, Україна, 04074; e-mail: <u>sverdun@mail.ru</u>.

Мощіль Віктор Євгенович – науковий співробітник, Відділ технологій високих тисків, функціональних керамічних композитів і дисперсних надтвердих матеріалів, Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАНУ, вул. Автозаводська, 2, г. Київ, Україна, 04074, e-mail: <u>sverdun@mail.ru</u>.

Дуб Сергій Миколайович – доктор технічних наук, провідний науковий співробітник, Відділ фізикомеханічних досліджень і нанотестування матеріалів, Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАНУ, вул. Автозаводська, 2, г. Київ, Україна, 04074; e-mail: <u>lz@ism.kiev.ua</u>.

Карпець Мирослав Васильович – доктор фізико-математичних наук, провідний науковий співробітник, Відділ структурної хімії твердого тіла, Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАНУ, вул. Кржижановського, 3, г. Київ, Україна, 03680; e-mail: <u>mkarpets@ukr.net</u>.

Муратов Валерій Борисович – кандидат технічних наук, старший науковий співробітник, Відділ тонкого неорганічного синтезу, термодинаміки і кінетики гетерофазних процесів, Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАНУ, вул. Кржижановського, 3, г. Київ, Україна, 03680; e-mail: <u>v.b.muratov@gmail.com</u>.

Васільєв Олександр Олекісійович – кандидат технічних наук, старший науковий співробітник, Відділ тонкого неорганічного синтезу, термодинаміки і кінетики гетерофазних процесів, Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАНУ, вул. Кржижановського, 3, г. Київ, Україна, 03680; e-mail: vasalexandr@gmail.com.

Барвицкий Павел Петрович – аспирант, Отдел технологий высоких давлений, функциональных керамических композитов и дисперсных сверхтвердых материалов, Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАНУ, ул. Автозаводская, 2, г. Киев, Украина, 04074; e-mail: <u>barvitskp@gmail.com.</u>

Прихна Татьяна Алексеевна – доктор технических наук, чл.-кор НАНУ, профессор, зав. Отдела технологий высоких давлений, функциональных керамических композитов и дисперсных сверхтвердых материалов, Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАНУ, ул. Автозаводская, 2, г. Киев, Украина, 04074; e-mail: prikhna@mail.ru.

Свердун Владимир Богданович – кандидат технических наук, старший научный сотрудник, Отдел технологий высоких давлений, функциональных керамических композитов и дисперсных сверхтвердых материалов, Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАНУ, ул. Автозаводская, 2, г. Киев, Украина, 04074; e-mail: <u>sverdun@mail.ru</u>.

Мощиль Виктор Евгеньевич – научный сотрудник, Отдел технологий высоких давлений, функциональных керамических композитов и дисперсных сверхтвердых материалов, Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАНУ, ул. Автозаводская, 2, г. Киев, Украина, 04074; e-mail: <u>vik_ism@ukr.net</u>.

Дуб Сергей Николаевич – доктор технических наук, ведущий научный сотрудник, Отдел физикомеханических исследований и нанотестирования материалов, Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАНУ, ул. Автозаводская, 2, г. Киев, Украина, 04074; e-mail: <u>lz@ism.kiev.ua</u>. *Карпец Мирослав Васильевич* – доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник, Отдел структурной химии твердого тела, Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАНУ, ул. Кржижановского, 3, г. Киев, Украина, 03680; e-mail: mkarpets@ukr.net.

Муратов Валерий Борисович – кандидат химических наук, старший научный сотрудник, Отдел тонкого неорганического синтеза, термодинамики и кинетики гетерофазных процессов, Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАНУ, ул. Кржижановского, 3, г. Киев, Украина, 03680

Васильев Александр Алексеевич – кандидат химических наук, старший научный сотрудник, Отдел тонкого неорганического синтеза, термодинамики и кинетики гетерофазных процессов, Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАНУ, ул. Кржижановского, 3, г. Киев, Украина, 03680; e-mail: vasalexandr@gmail.com.

Barvitskiy Pavlo – PhD-student, Department of Promising technologies of superhigh pressures, dispersed materials and sintering of ceramics, V. Bakul Institute for Superhard Materials of NASU; Avtozavodskaya str., 2, Kyiv, Ukraine, 04074; e-mail: <u>barvitskp@gmail.com</u>.

Prikhna Tatiana – Doctor of technical sciences, Corresponding member of the NASU, Professor, Head of the Department of Technologies of High Pressures, Functional Ceramic Composites and Dispersed Superhard Materials, V. Bakul Institute for Superhard Materials of NASU; Avtozavodskaya str., 2, Kyiv, Ukraine, 04074; e-mail: prikhna@mail.ru.

Sverdun Vladimir – PhD, senior researcher, Department of Technologies of High Pressures, Functional Ceramic Composites and Dispersed Superhard Materials, V. Bakul Institute for Superhard Materials of NASU; Avtozavodskaya str., 2, Kyiv, Ukraine, 04074, e-mail: <u>sverdun@mail.ru</u>.

Moshchil Victor – researcher, Department of Technologies of High Pressures, Functional Ceramic Composites and Dispersed Superhard Materials, V. Bakul Institute for Superhard Materials of NASU; Avtozavodskaya str., 2, Kyiv, Ukraine, 04074; e-mail: <u>vik_ism@ukr.net.</u>

Dub Sergiy – doctor of technical sciences, leading researcher, Department of physical-mechanical research and materials nano-testing, V. Bakul Institute for Superhard Materials of NASU; Avtozavodskaya str., 2, Kyiv, Ukraine, 04074; <u>lz@ism.kiev.ua</u>.

Karpets Miroslav – doctor of physical and mathematical sciences, leading researcher, Department of structural chemistry of solid state, Institute for Problems in Material Science of NASU; Ukraine, Krzhizhanovsky str., 3, Kyiv, Ukraine, 03680; e-mail: <u>mkarpets@ukr.net.</u>

Muratov Valeriy – PhD, senior researcher, Department of fine inorganic synthesis, thermodynamics and kinetics of heterophase processes, Institute for Problems in Material Science of NASU; Krzhizhanovsky str., 3, Kyiv, Ukraine, 03680; <u>v.b.muratov@gmail.com</u>.

Vasiliev Olexandr – PhD, senior researcher, Department of fine inorganic synthesis, thermodynamics and kinetics of heterophase processes, Institute for Problems in Material Science of NASU; Krzhizhanovsky str., 3, Kyiv, Ukraine,

УДК 006.91:004.942

I. В. ПРОКОПОВИЧ, М. О. ДУХАНІНА, І. І. СТАНОВСЬКА, Х. ВАЛІД ШЕР, В. В. ДОБРОВОЛЬСЬКА, О. В. ТОРОПЕНКО

МЕТРОЛОГІЧНЕ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ КОНТРОЛЮ ЩІЛЬНОСТІ ГЕТЕРОГЕННИХ МАТЕРІАЛІВ

Важливим етапом виготовлення гетерогенних матеріалів із суттєвою різницею властивостей окремих компонентів, на якому закладається якість майбутніх виробів, є заповнення рідкою частиною суміші формообразуючої оснастки. Пряме вимірювання щільності виробів конче необхідне як в системах управління процесом заповнення, так і при технічному контролі. Запропоновано та практично реалізований ємнісний метод вимірювання щільності матеріалів подібного типу.

Ключові слова: гетерогенні матеріали, заповнення оснастки, контроль якості, вимірювання щільності, ємнісний метод.

Важным этапом изготовления гетерогенных материалов с существенной разницей свойств отдельных компонентов, на котором закладывается качество будущих изделий, является заполнение жидкой частью смеси формообразующей оснастки. Прямое измерение плотности изделий крайне необходимо как в системах управления процессом заполнения, так и при техническом контроле. Предложен и практически реализован емкостный метод измерения плотности материалов подобного типа.

Ключевые слова: гетерогенные материалы, заполнение оснастки, контроль качества, измерение плотности, емкостный метод.

An important step in the manufacture of heterogeneous materials with a significant difference of properties of the individual components, which includes the quality of future products, is to fill the liquid part of the mix snap which forms form. Direct density measurement products are extremely necessary as in the management systems process for filling and inspection. Proposed and practically implemented by a capacitive method of measuring the density of materials of this type.

The aim of this work is to improve the quality of production and reduce the percentage of defective products in the manufacture of centrifuged reinforced concrete cylindrical pillars for the supports of high-voltage power lines through the development and implementation of metrological provision for density control of concrete parts such stands electro-capacitive method.

To achieve this goal in the work were put forward and decisions related to the following tasks: the theoretical basis for the capacitive measurement of the density of concrete tubular concrete structures created by measuring the density of the concrete has developed a system of quality control, performed practical testing of research results with positive technical and economic effect.

Keywords: heterogeneous materials, equipment filling, quality control, density measurement, capacitive method.

© І. В. Прокопович, М. О. Духаніна, І. І. Становська, Х. Валід шер, В. В. Добровольська, О. В. Торопенко.2016