

К. С. Кампос¹, Г. Ф. Б. Ленц е Сильва², Э. Х. М. Нуньес¹,
В. Л. Васконселос¹

¹ Факультет металлургии и технологии материалов Федерального университета штата Минас-Жерайс, Бразилия

² Факультет металлургии и технологии материалов Университета Сан-Паулу, Сан-Паулу, Бразилия

УДК 666.762.92.094.2(81)

ПОЛУЧЕНИЕ ДИБОРИДОВ ЦИРКОНИЯ, ТИТАНА И МАГНИЯ МЕТАЛЛОТЕРМИЧЕСКИМ ВОССТАНОВЛЕНИЕМ

Керамические композиции на основе карбидов, нитридов и боридов широко используются вследствие их исключительной устойчивости к износу, ползучести при высоких температурах, термоудару и окислению. Чтобы обеспечить эти свойства, необходимо получить бездефектную микроструктуру из порошкообразных исходных материалов, характеризующихся однородностью и высокой удельной поверхностью. В этой работе дибориды циркония, титана и магния были изготовлены методом металлотермического восстановления. Полученные материалы проанализировали с помощью рентгеновской дифракции (X-ray diffraction XRD), лазерной гранулометрии, сканирующей электронной микроскопии (SEM) и энергодисперсионной спектроскопии (EDS). Термодинамические расчеты были проведены с использованием термохимического программного комплекса и баз данных FactSage®. Наблюдали, что значительная часть образцов, полученных в этой работе, имела высокое содержание MgO в структурах. Потенциальной областью применения этих материалов может быть их использование как антиоксидантов в периклазоуглеродистых огнеупорах, поскольку такое промышленное применение не требует удаления оксида магния. Точно установлено, что дибориды магния, циркония и титана обладают высокой стабильностью в восстановительной среде.

Ключевые слова: бориды, огнеупоры, металлотермическое восстановление, характеристика.

ВВЕДЕНИЕ

Основные преимущества керамических композиций на основе карбидов, нитридов и боридов по сравнению с металлами состоят в их исключительной устойчивости к износу, ползучести при высоких температурах, термоудару и окислению [1–3]. Согласно Chorley и Lednor [4], чтобы обеспечить эти свойства, необходимо получить бездефектную микроструктуру из однородных исходных материалов с высокой удельной поверхностью.

Точно установлено, что металлические элементы из четвертого, пятого и шестого столбцов Периодической системы элементов образуют относительно большое количество разнообразных соединений на основе бора. Они составляют класс перспективных материалов для высокотемпературных областей применения в нескольких отраслях промышленности, таких как литейное производство и огнеупорная промышленность [5]. TiB₂ широко используется как баллистическая броня (ballistic armour), катоды и кожухи термопар (thermocouple sheaths) в электролизерах для плавки алюминия по технологии Hall-Heroult, тигли для расплавленных металлов, лодочки для термовакуумной металллизации (metal evaporation boats) и износостой-

кие покрытия для режущих инструментов [6–8]. ZrB₂ — материал, представляющий особый интерес для использования в ракетах-носителях многоразового применения (reusable launch vehicles) и гиперзвуковых летательных аппаратах (hypersonic vehicles), особенно в острых передних кромках (sharp leading edges) и других поверхностях с высокой температурой [9–11]. MgB₂*¹ хорошо известен как важный сверхпроводящий материал [12–14]. Также заслуживает внимания использование этих материалов в качестве антиоксидантов для углеродсодержащих огнеупорных материалов [15–17].

Для обработки TiB₂, ZrB₂ и MgB₂ используют несколько методов. Tani и Wada [18] получили образцы на основе TiB₂ с помощью карботермической реакции между материалами TiO₂, B₄C и C. Chamberlain и др. [19] изготовили образцы из ZrB₂ спеканием без давления. В этом процессе для увеличения движущей силы спекания используются такие спекающие добавки, как карбид бора и углерод. Однако механическая стабильность материалов, изготовленных таким образом, ниже, чем у горячепрессованных образцов [20]. Giunchi [21] сообщил о синте-

*¹ Mg находится во втором столбце Периодической системы элементов.

зе MgB₂ по технологии, основанной на реактивной инфильтрации жидкого Mg в порошкообразный брикет бора. Процесс самораспространяющегося высокотемпературного синтеза также широко применяется при изготовлении этих материалов [22–25]. Технология базируется на том принципе, что при зажигании исходные реагенты самопроизвольно трансформируются в продукты вследствие экзотермического характера реакции [26].

В этой работе дибориды циркония, титана и магния изготовили с использованием процесса металлотермического восстановления. Полученные материалы проанализировали с помощью рентгеновской дифракции, лазерной гранулометрии, сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионной спектроскопии. Термодинамические расчеты были проведены с применением термохимического программного комплекса и баз данных FactSage® [27, 28].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Исходные материалы (табл. 1) взвешивали и затем перемешивали в планетарной шаровой мельнице Fritsch Pulverisette 7 с частотой вращения 400 об/мин в течение 30 мин. Полученную смесь помещали в графитовый тигель и нагревали в печи Lindberg/Blue furnace. Термическая обработка была проведена в среде аргона при 1400 °С в течение 1 ч при скорости нагрева 10 °С/мин. Аргон, использованный в этой работе, был получен от компании «White Martins».

Таблица 1. **Использованные исходные материалы**

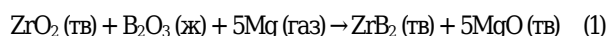
Исходный материал	Химическая чистота, % ^{*1}	Средний размер частиц, мкм ^{*2}	Поставщик
ZrO ₂	≥99	4,8	Universal American Inc. (США)
TiO ₂	≥94	0,4	Cristal Global (США)
B ₂ O ₃	97	86,4	Brasilbor (Бразилия)
Металлический Mg	99	110,4	Rima (Бразилия)
Аморфный элементарный В	95–97	6,2	SB Boron Corporation (США)

^{*1} Данные, предоставленные поставщиками.
^{*2} Данные, полученные гранулометрическим анализом.

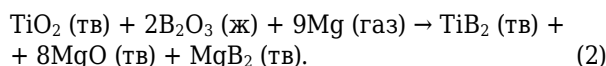
Таблица 2. **Файлы JCPDS, использованные в этой работе**

Кристаллическая фаза	Карта JCPDS	Кристаллическая фаза	Карта JCPDS
ZrO ₂	00-024-1165	MgB ₄	00-015-0299
ZrB ₂	00-034-0423	Mg ₂ B ₂ O ₅	00-015-0537
TiB ₂	00-008-0121	Mg ₃ B ₂ O ₆	00-038-1475
MgO	00-043-1022 / 00-045-0946	C	00-025-0284
MgB ₂	00-006-0640	B ₈ C	00-026-0232

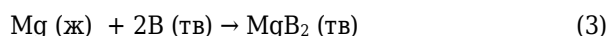
Согласно данным поставщика, он содержит около 2 ppm кислорода. Химические реакции, связанные с синтезом диборидов циркония и титана при 1400 °С, представлены ниже:



и



Диборид магния был также получен путем взвешивания, перемешивания и нагрева исходных материалов (см. табл. 1). Этап перемешивания был осуществлен в вышеупомянутой планетарной шаровой мельнице при частоте вращения 400 об/мин в течение 5 мин. Термическую обработку выполняли в трубной печи (Analógica Instrumentação e Controle, модель AN1080) при скорости нагрева 10 °С/мин. Образцы подвергали термообработке в среде аргона при 950 °С в течение 2 ч. Химические реакции, связанные с синтезом образцов диборида магния MgB₂ при 950 °С, представлены ниже:



и



Определение кристаллических фаз, присутствующих в полученных материалах, было выполнено с помощью дифрактометра PANalytical X'Pert Pro, при Cu Kα-излучении и скорости сканирования 0,127 град/с. В табл. 2 приведены использованные файлы JCPDS^{*2}. Морфологические исследования были проведены на сканирующем электронном микроскопе JEOL JSM-6360 LV. Структурный анализ выполнен с использованием системы NORAN EDS, имеющейся на оборудовании сканирующего электронного микроскопа SEM. Исследования гранулометрического состава проведены на гранулометре CILAS 1064. Термодинамические расчеты выполнены с использованием термохимического программного комплекса и баз данных FactSage®.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В табл. 3 приведены термодинамические данные, относящиеся к реакциям (1) – (4). Расчеты проведены с использованием термохимического программного обеспечения FactSage®. Следует отметить, что эти реакции возможны с точки

^{*2} JCPDS — Joint Committee on Powder Diffraction Standards, Объединенный комитет по химическому анализу с использованием порошковых дифракционных методов при Национальном бюро стандартов США.

Таблица 3. Термодинамические данные, относящиеся к реакциям (1) – (4)*

Химическая реакция	Температура, °С	ΔH , кДж	ΔG , кДж	ΔC_p , Дж/К
(1)	1400	-1692,46	-566,61	39,15
(2)	1400	-3019,37	-1004,66	83,52
(3)	950	-128,64	-94,46	-9,97
(4)	950	-723,67	-526,34	-33,34

* Расчеты выполнены с использованием FactSage® (термохимическая программа и базы данных).

зрения термодинамики. Наблюдали также, что реакция (3) термодинамически менее предпочтительна для изготовления материалов на основе MgB_2 .

На рис. 1, а показана типичная дифрактограмма ZrB_2 -материалов, полученных при 1400 °С. Мы наблюдали, что ZrB_2 — это преобладающая фаза; присутствует также значительное количество MgO ; ZrO_2 , $Mg_2B_2O_5$ и $Mg_3B_2O_6$ зарегистрировали как второстепенные компоненты. На рис. 1, б изображена фазовая диаграмма, полученная с по-

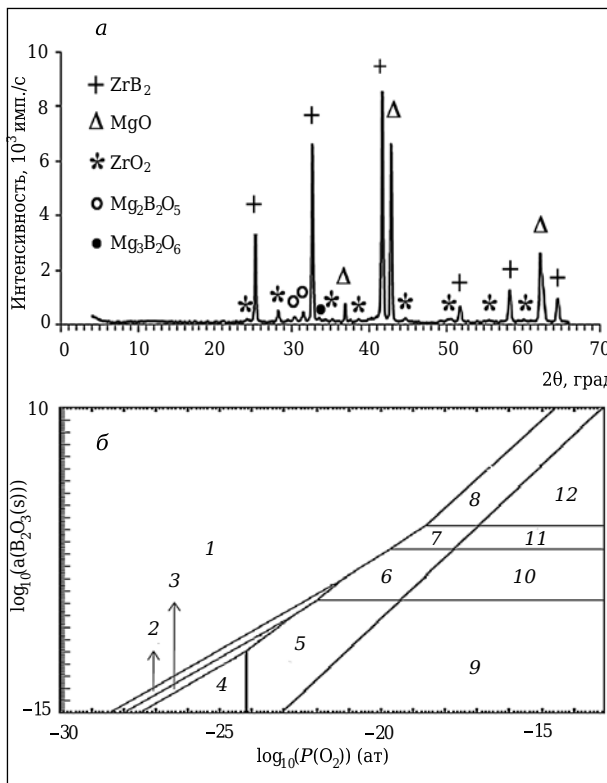


Рис. 1. Типичная дифрактограмма (XRD pattern) ZrB_2 -материалов, полученных при проведении этой работы (а), и фазовая диаграмма, которая получена из FactSage® для системы $Mg-Zr-B-O$ при 1400 °С (б). Диаграмма построена с учетом молярного соотношения $[Zr/(Mg+Zr)]$ между 0 и 1: 1 — $Mg(B_6)_2$ (тв) + ZrB_2 (тв); 2 — MgB_2 (тв) + ZrB_2 (тв); 3 — MgB_4 (тв) + ZrB_2 (тв); 4 — Mg (газ) + ZrB_2 (тв); 5 — MgB_2 (тв) + ZrB_2 (тв); 6 — $Mg_3B_2O_6$ (тв) + ZrB_2 (тв); 7 — $Mg_2B_2O_5$ (ж) + ZrB_2 (тв); 8 — MgB_4O_7 (тв) + ZrB_2 (тв); 9 — MgO (тв) + ZrO_2 (тв); 10 — $Mg_3B_2O_6$ (тв) + ZrO_2 (тв); 11 — $Mg_2B_2O_5$ (ж) + ZrO_2 (тв); 12 — MgB_4O_7 (тв) + ZrO_2 (тв)

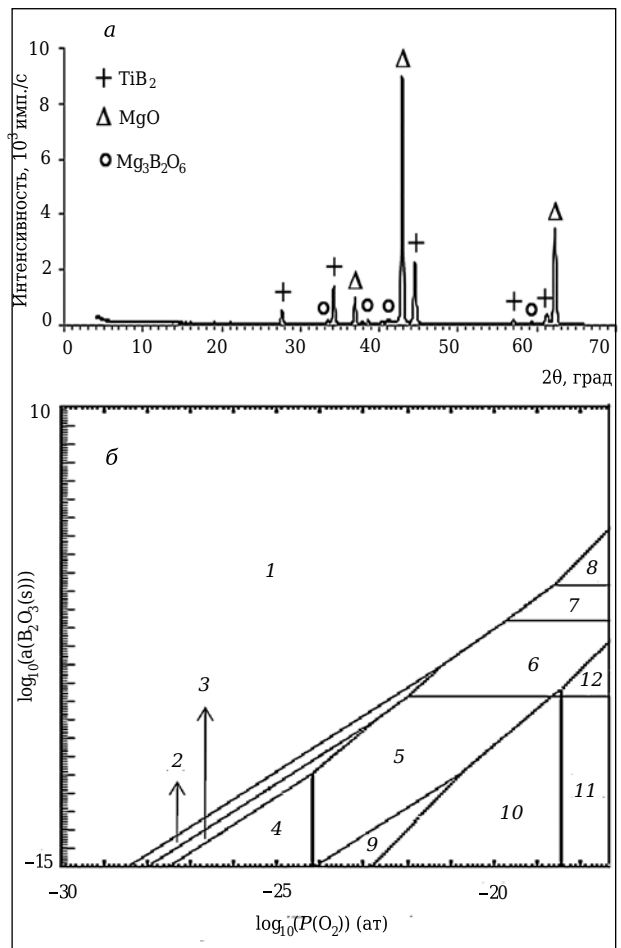


Рис. 2. Типичная дифрактограмма образцов TiB_2 , полученных при проведении этой работы (а), и фазовая диаграмма, которая получена из FactSage® для системы $Mg-Ti-B-O$ при 1400 °С (б). Диаграмма построена с учетом молярного соотношения $[Zr/(Mg+Zr)]$ между 0 и 0,3: 1 — $Mg(B_6)_2$ (тв) + TiB_2 (тв); 2 — MgB_2 (тв) + TiB_2 (тв); 3 — MgB_4 (тв) + TiB_2 (тв); 4 — Mg (газ) + TiB_2 (тв); 5 — MgB_2 (тв) + TiB_2 (тв); 6 — $Mg_3B_2O_6$ (тв) + TiB_2 (тв); 7 — $Mg_2B_2O_5$ (ж) + TiB_2 (тв); 8 — MgB_4O_7 (тв) + ZrB_2 (тв); 9 — MgO (тв) + TiB_2 (тв); 10 — MgO (тв) + TiO_2 (тв); 11 — MgO (тв) + Ti_2O_2 (тв); 12 — $Mg_3B_2O_6$ (тв) + Ti_2O_2 (тв)

мощью программного обеспечения FactSage® для системы $Mg-Zr-B-O$ при 1400 °С. Фазы, присутствующие на дифрактограмме, показанной на рис. 1, а, наблюдаются также на фазовой диаграмме, полученной с помощью FactSage® (см. рис. 1, б). Однако некоторые фазы, наблюдаемые на фазовой диаграмме, не идентифицировались на дифрактограмме. Вероятно, это можно связать с пределом чувствительности дифракционного рентгеновского анализа XRD (около 5 %) [29, 30]. Таким образом, некоторые фазы, наблюдаемые на фазовой диаграмме, полученной с помощью FactSage®, не идентифицировались на дифрактограмме, поскольку они могут присутствовать в материале в концентрациях ниже предела чувствительности дифракционного рентгеновского анализа XRD.

На рис. 2, *а* изображена типичная дифрактограмма образцов материала TiB_2 , изготовленных при проведении этой работы. Наблюдали, что MgO — главная присутствующая фаза. Кроме того, имеется значительное количество TiB_2 . Это наблюдение соответствует реакции (2). $Mg_3B_2O_6$ определили как второстепенный компонент. На рис. 2, *б* показана фазовая диаграмма, полученная из базы данных FactSage® для системы $Mg-Ti-B-O$ при $1400\text{ }^\circ\text{C}$. Фазы, присутствующие на дифрактограмме, показанной на рис. 2, *а*, наблюдаются также на этой диаграмме состояния.

Синтез MgB_2 из элементарных порошков Mg и B приводит к образованию значительных количеств MgB_4 и MgO (рис. 3, *а*). Вероятно, образование этих фаз может быть связано с разложением MgB_2 при температурах около $800\text{ }^\circ\text{C}$ [31, 32]:

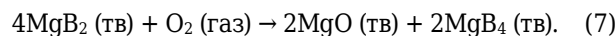


$Mg(\text{ж})$, полученный по реакции (5), может вступать в реакцию с остаточным кислородом

в атмосфере печи, что приводит к образованию MgO :



Этот оксид может образоваться по следующей реакции [31]:



Углеродсодержащие фазы (C и B_8C), обнаруженные в этом материале, могут быть связаны с графитовым тиглем, используемым на этапе термической обработки, т. е. графитовый тигель может являться источником углерода при образовании этих фаз. На рис. 3, *б* представлена диаграмма состояния, полученная из базы данных FactSage® для системы $Mg-B-O$ при $950\text{ }^\circ\text{C}$.

Материалы MgB_2 , полученные из Mg и B_2O_3 , содержали MgO как главный компонент, а также в значительном количестве MgB_2 (рис. 4, *а*). Это

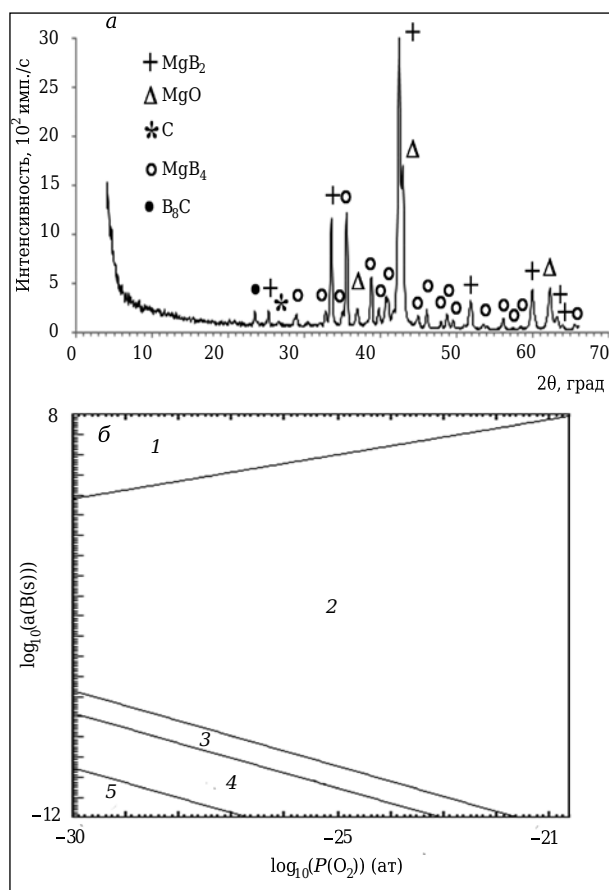


Рис. 3. Типичная дифрактограмма образца MgB_2 , изготовленного из элементарных порошков Mg и B (*а*), и фазовая диаграмма, которая получена из FactSage® для системы $Mg-B-O$ при $950\text{ }^\circ\text{C}$ (*б*). Диаграмма построена как функция активности B и парциального давления кислорода: 1 — $Mg(B_6)_2(\text{тв})$; 2 — $MgB_4O_7(\text{тв})$; 3 — $Mg_2B_2O_5(\text{тв})$; 4 — $Mg_3B_2O_6(\text{тв})$; 5 — $MgO(\text{тв})$

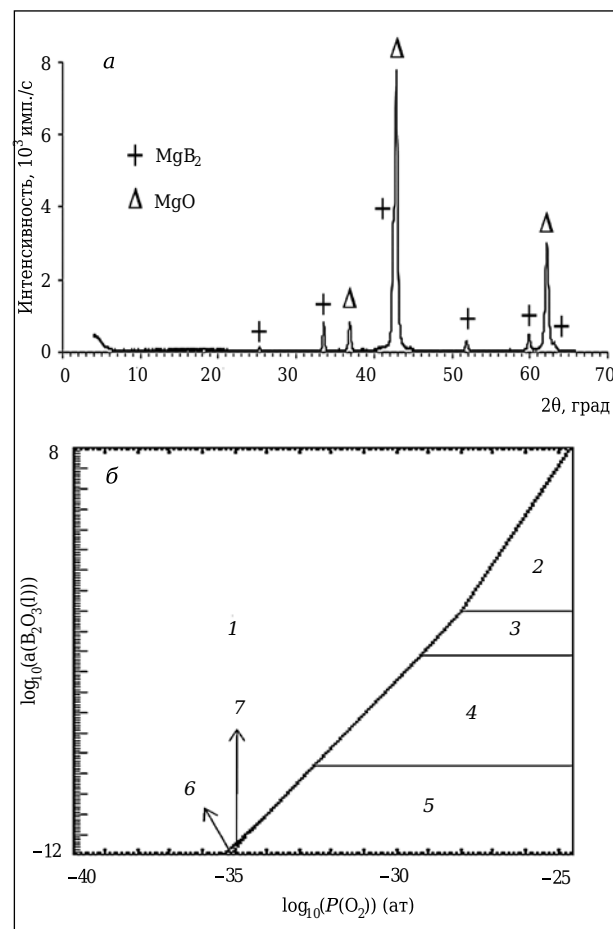


Рис. 4. Дифрактограмма образца MgB_2 , изготовленного из Mg и B_2O_3 (*а*) и фазовая диаграмма, которая получена из FactSage® для системы $Mg-B-O$ при $950\text{ }^\circ\text{C}$ (*б*). Диаграмма построена как функция активности B_2O_3 и парциального давления кислорода: 1 — $Mg(B_6)_2(\text{тв})$; 2 — $MgB_4O_7(\text{тв})$; 3 — $Mg_2B_2O_5(\text{тв})$; 4 — $Mg_3B_2O_6(\text{тв})$; 5 — $MgO(\text{тв})$; 6 — $MgB_2(\text{тв})$; 7 — $MgB_4(\text{тв})$

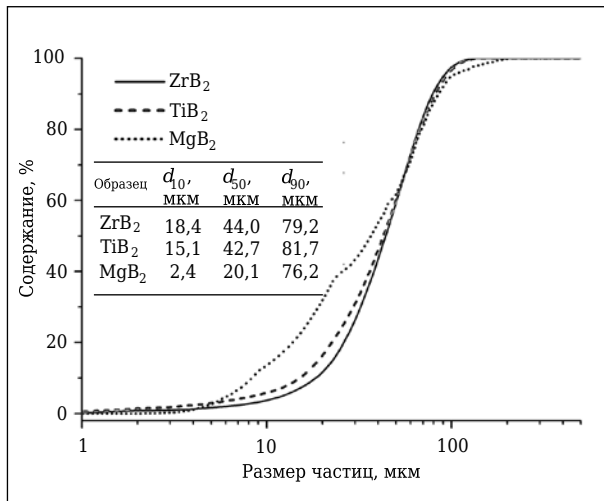
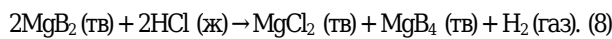


Рис. 5. Гранулометрический состав образцов, изготовленных методом магнийтермического восстановления

наблюдение согласуется с реакцией (4). Очистка MgB₂ хлорной кислотой — хорошо отработанная процедура [33, 34]. На этом этапе имеет место следующая реакция [31]:



Однако это не тривиальная методика. Рис. 4, б показывает фазовую диаграмму, полученную из FactSage® для системы Mg–B₂O₃–O при 950 °С.

Важно отметить, что реакции (1)–(4) описывают синтез материалов, изготовленных при проведении этой работы, только для конкретной активнос-

сти В/В₂O₃ без учета наличия кислорода в печной атмосфере. Фазовые диаграммы, полученные из FactSage®, были построены при рассмотрении различных величин активности В/В₂O₃ и парциального давления кислорода. Как указано выше, используемый в работе аргон содержит около 2 ppm кислорода. Из-за таких условий некоторые фазы, наблюдаемые на фазовых диаграммах, не были учтены в реакциях (1)–(4).

В структуре значительной части полученных образцов обнаружили большое количество MgO. Потенциальная область применения этих материалов — антиоксиданты для периклазоуглеродистых огнеупоров, поскольку такое промышленное применение не требует удаления оксида магния. Точно установлено, что дибориды магния, циркония и титана демонстрируют существенную стабильность в восстановительной среде [35, 36]. MgO–С-огнеупоры широко используются в кислородных конвертерах (BOF), шлаковом поясе сталеразливочных ковшей и дуговых печах (EAF).

На рис. 5 показан гранулометрический состав образцов изучаемых материалов. Образец MgB₂ имеет наименьший средний размер частиц среди исследуемых материалов. Образцы ZrB₂ и TiB₂ характеризуются похожим гранулометрическим составом. На рис. 6 показана микроструктура (SEM) образцов. На рис. 6, I, II наблюдаются агломераты частиц. По-видимому, температура термической обработки при синтезе ZrB₂ могла быть чрезмерной, что привело к образованию жидких фаз. Это наблюдение подтверждается гладкой поверхностью частиц, показанных на рис. 6, II. На

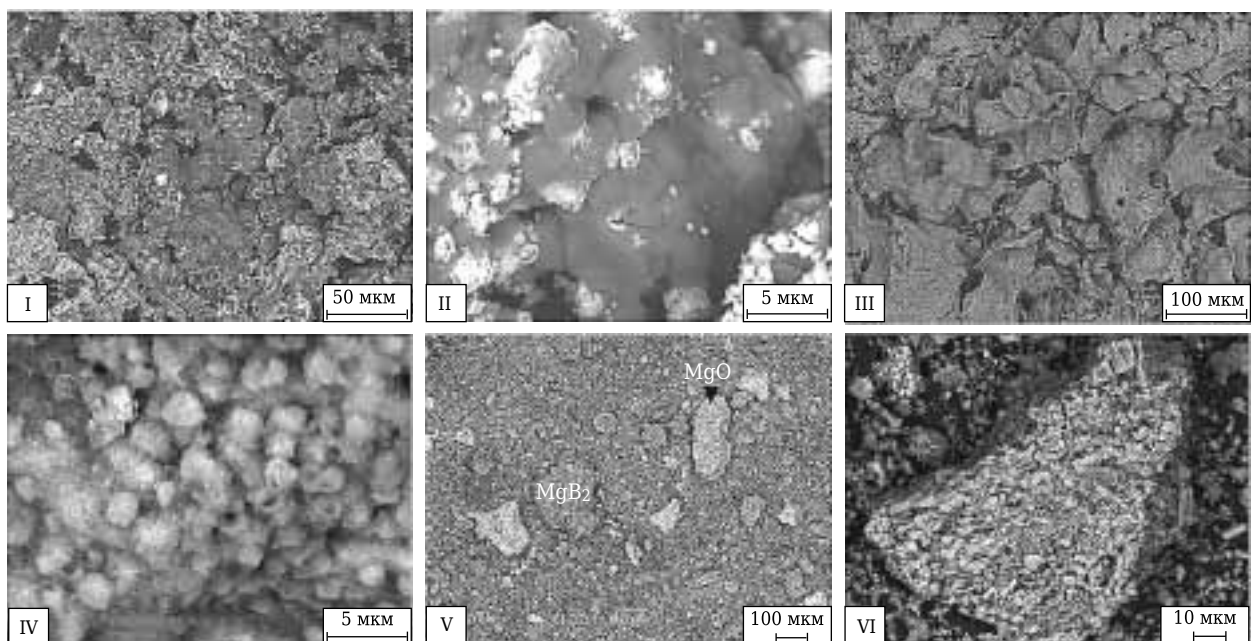


Рис. 6. Микроструктура образцов (SEM), изготовленных в этой работе: I, II — ZrB₂ (I — ×500, II — 5000); III, IV — TiB₂ (III — ×250, IV — ×5000); V, VI — MgB₂ (V — ×100, VI — ×1000)

рис. 6, III, IV в микроструктуре TiB_2 также имеются агломераты частиц. Согласно Nishiyama и др. [37], возможно получение материалов ZrB_2 и TiB_2 при температурах ниже 1400 °С. Микроструктура образцов MgB_2 показана на рис. 6, V, VI. На этих изображениях наблюдали наличие частиц MgB_2 и MgO . Эти утверждения подтверждаются также микроанализом с использованием системы NORAN EDS.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Рентгеноструктурный анализ полученных ZrB_2 -материалов показал совместное образование ZrB_2 и MgO ; ZrO_2 , $Mg_2B_2O_5$ и $Mg_3B_2O_6$ наблюдали как второстепенные компоненты. SEM-анализ показал, что температура термообработки, при которой происходит синтез этих образцов, может быть слишком высокой. Дифрактограммы образцов TiB_2 выявили большое количество MgO в этих материалах. $Mg_3B_2O_6$ наблюдали как второстепенный компонент. Нами отмечено, что синтез образцов MgB_2 из элементарных порошков Mg и B приводит к образованию значительного количества MgB_4 и MgO . Согласно термодинамическим расчетам, выполненным с помощью FactSage®, среди протестированных вариантов этот меньше всего подходит для изготовления материала MgB_2 с точки зрения термодинамики. Образцы MgB_2 , полученные из Mg и B_2O_3 , содержали MgO как основной компонент, а также в значительном количестве MgB_2 . Анализ гранулометрического состава показал, что образец MgB_2 имеет наименьший размер частиц среди исследуемых материалов.

В микроструктуре значительной части образцов, полученных при проведении этой работы, обнаружили большое количество MgO . Потенциальная область применения изученных материалов — антиоксиданты для периклазоуглеродистых огнеупоров, поскольку такое промышленное применение не требует удаления оксида магния.

* * *

Авторы благодарят *Magnesita S. A.* и *CAPES/FAPEMIG* за техническую и финансовую поддержку этого исследования, а также *UFMG Microscopy Center* за техническую поддержку в проведении SEM-испытаний.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Bellosi, A.** Design and process of non-oxide ceramics. Case study: Factors affecting microstructure and properties of silicon nitride / *A. Bellosi ; eds Y. G. Gogotsi and R. A. Andreievsk // Materials science of carbides, nitrides and borides. — Netherlands : Kluwer Acad. Publ., 1999. — P. 83–96.*

2. **Schwarzkopf, P.** Refractory hard metals: Borides, carbides, nitrides, and silicides / *P. Schwarzkopf, K. Kieffer. — N. Y. : MacMillan Co, 1953.*
3. **Budnikov, P. P.** The Technology of ceramics and refractories / *P. P. Budnikov. — Cambridge : M.I.T. press, 1964.*
4. **Chorley, R. W.** Synthetic routes to high surface area non-oxide materials / *R. W. Chorley, P. W. Lednor // Adv. Mater. — 1991. — Vol. 3, № 10. — P. 474–485.*
5. **Monteverde, F.** Processing and properties of zirconium diboride-based composites / *F. Monteverde, A. Bellosi, S. Guicciardi // J. Eur. Ceram. Soc. — 2002. — Vol. 22, № 3. — P. 279–288.*
6. **Wang, H.** MmM5/Mg multi-layer hydrogen storage thin films prepared by dc magnetron sputtering / *H. Wang, L. Z. Ouyang, C. H. Peng [et al.] // J. Alloys Compd. — 2004. — Vol. 370, № 1–2. — L4–L6.*
7. **Khanra, A. K.** Effect of NaCl on the synthesis of TiB_2 powder by a self-propagating high-temperature synthesis technique / *A. K. Khanra, L. C. Pathak, S. K. Mishra [et al.] // Mater. Lett. — 2004. — Vol. 58, № 5. — P. 733–738.*
8. **Demircan, U.** Effect of HCl concentration on TiB_2 separation from a self-propagating high-temperature synthesis (SHS) product / *U. Demircan, B. Derin, O. Yücel // Mater. Res. Bull. — 2007. — Vol. 42, № 2. — P. 312–318.*
9. **Opeka, M. M.** Oxidation-based materials selection for 2000 °C + hypersonic aerosurfaces: theoretical considerations and historical experience / *M. M. Opeka, I. G. Talmy, J. A. Zaykoski // J. Mater. Sci. — 2004. — Vol. 39, № 19. — P. 5887–5904.*
10. **Fahrenholtz, W. G.** Refractory diborides of zirconium and hafnium / *W. G. Fahrenholtz, G. E. Hilmas, I. G. Talmy [et al.] // J. Am. Ceram. Soc. — 2007. — Vol. 90, № 5. — P. 1347–1364.*
11. **Barcena, J.** Processing of carbon nanofiber reinforced ZrB_2 matrix composites for aerospace applications / *J. Barcena, J. Coletto, S. C. Zhang [et al.] // Adv. Eng. Mater. — 2010. — Vol. 12, № 7. — P. 623–626.*
12. **Buzea, C.** Review of the superconducting properties of MgB_2 / *C. Buzea, T. Yamashita // Supercond. Sci. Technol. — 2001. — Vol. 14, № 11. — P. R115–R146.*
13. **Zeng, X.** In situ epitaxial MgB_2 thin films for superconducting electronics / *X. Zeng, A. V. Pogrebniyakov, A. Kotcharov [et al.] // Nat. Mater. — 2002. — Vol. 1, № 1. — P. 35–38.*
14. **Slusky, J. S.** Loss of superconductivity with the addition of Al to MgB_2 and a structural transition in $Mg_{1-x}Al_xB_2$ / *J. S. Slusky, N. Rogado, K. A. Regan [et al.] // Nat. — 2001. — Vol. 410, № 1. — P. 343–345.*
15. **Yamaguchi, A.** Behavior and effects of ZrB_2 added to carbon-containing refractories / *A. Yamaguchi, H. Tanaka // Taikabutsu Overseas. — 1995. — Vol. 15, № 1. — P. 3–9.*
16. **Bamburov, V. G.** Antioxidants in carbon-bearing refractories / *V. G. Bamburov, O. V. Sivtsova, V. P. Semyannikov [et al.] // Refract. Ind. Ceram. — 2000. — Vol. 41, № 2. — P. 33–36.*
17. **Zhang, S.** Influence of additives on corrosion resistance and corroded microstructures of $MgO-C$ refractories / *S. Zhang, W. E. Lee // J. Amer. Ceram. Soc. — 2001. — Vol. 21, № 13. — P. 2393–2405.*

18. **Tani, T.** SiC matrix composites reinforced with internally-synthesized TiB₂ / *T. Tani, S. Wada* // *J. Mater. Sci.* — 1989. — Vol. 25, № 1. — P. 1132–1142.
19. **Chamberlain, A. L.** Pressureless sintering of zirconium diboride / *A. L. Chamberlain, W. G. Fahrenholtz, G. E. Hilmas* // *J. Amer. Ceram. Soc.* — 2006. — Vol. 89, № 2. — P. 450–456.
20. **Zhu, S.** Pressureless sintering of zirconium diboride using boron carbide and carbon additions / *S. Zhu, W. G. Fahrenholtz, G. E. Hilmas* [et al.] // *J. Amer. Ceram. Soc.* — 2007. — Vol. 90, № 11. — P. 3660–3663.
21. **Giunchi, G.** High density MgB₂ obtained by reactive liquid Mg infiltration / *G. Giunchi* // *Int. J. Mod. Phys. B.* — 2003. — Vol. 17, № 1. — P. 453–460.
22. **Pat. 255221 URSS** Synthesis of refractory inorganic compounds / *Merzhanov A. G., Shkiro V. M., Borovinskaya I. P.*; 1967.
23. **Merzhanov, A. G.** Self-propagating high-temperature synthesis of refractory inorganic compounds / *A. G. Merzhanov, I. P. Borovinskaya* // *Dokl. Akad. Nauk SSSR.* — 1972. — Vol. 204, № 2. — P. 366–369.
24. **Munir, Z. A.** Synthesis of high-temperature materials by self-propagating combustion methods / *Z. A. Munir* // *Amer. Ceram. Soc. Bull.* — 1988. — Vol. 67, № 2. — P. 342–349.
25. **Merzhanov, A. G.** Self-propagating high-temperature synthesis: Twenty years of research and findings / *A. G. Merzhanov*; eds. *J. B. Holt* and *Z. A. Munir* // *Combustion and plasma synthesis of high-temperature materials.* — N. Y. : VCH Publishers, 1990. — P. 1–53.
26. **Gotman, I.** Dense in situ TiB₂/TiN and TiB₂/TiC ceramic matrix composites: reactive synthesis and properties / *I. Gotman, N. A. Travitzky, E. Y. Gutmanas* // *Mater. Sci. Eng. A.* — 1998. — Vol. 244, № 1. — P. 127–137.
27. **Bale, C.** FactSage thermochemical software and databases / *C. Bale, P. Chartrand, S. A. Degterov* [et al.] // *Calphad.* — 2002. — № 26. — P. 189–228.
28. **Bale, C. W.** FactSage thermochemical software and databases — recent developments / *C. W. Bale, E. Belisle, P. Chartrand* [et al.] // *Calphad.* — 2009. — Vol. 33, № 2. — P. 295–311.
29. **Dold, B.** Speciation of the most soluble phases in a sequential extraction procedure adapted for geochemical studies of copper sulfide mine waste / *B. Dold* // *J. Geochem. Explor.* — 2003. — Vol. 80, № 1. — P. 55–68.
30. **Hong, N. H.** Transparent Cr-doped SnO₂ thin films: ferromagnetism beyond room temperature with a giant magnetic moment / *N. H. Hong, J. Sakai, W. Prellier* [et al.] // *J. Phys.: Condens. Matter.* — 2005. — Vol. 17, № 10. — P. 1697–1702.
31. **Yadong, Y.** Synthesis and characterization of MgO nanowires through a vapor-phase precursor method / *Y. Yadong, Z. Guangtao, X. Younan* // *Adv. Funct. Mater.* — 2002. — Vol. 12, № 4. — P. 293–298.
32. **Guo, Y.** Decomposition and oxidation of magnesium diboride / *Y. Guo, W. Zhang, D. Yang* [et al.] // *J. Amer. Ceram. Soc.* — 2012. — Vol. 95, № 2. — P. 754–759.
33. **Setoudeh, N.** Formation of zirconium diboride (ZrB₂) by room temperature mechanochemical reaction between ZrO₂, B₂O₃ and Mg / *N. Setoudeh, N. J. Welham* // *J. Alloys Compd.* — 2006. — Vol. 420, № 1/2. — P. 225–228.
34. **Akkas, B.** Effect of HCl concentration on ZrB₂ separation from a self-propagating high-temperature synthesis (SHS) product / *B. Akkas, M. Alkan, B. Derin* [et al.] // *Materials Processing and Energy Materials.* — Hoboken : John Wiley & Sons, 2011. — P. 499–504.
35. **Ewais, E. M. M.** Carbon based refractories / *E. M. M. Ewais* // *J. Ceram. Soc. Jpn.* — 2004. — Vol. 112, № 10. — P. 517–532.
36. **Campos, K. S.** The influence of B₄C and MgB₂ additions on the behavior of MgO–C bricks / *K. S. Campos, G. F. B. L. Silva, E. H. M. Nunes* [et al.] // *Ceram. Int.* — 2012. — Vol. 38, № 7. — P. 5661–5667.
37. **Nishiyama, K.** Preparation of ultrafine boride powders by metallothermic reduction method / *K. Nishiyama, T. Nakamura, S. Utsumi* [et al.] // *J. Phys. Conf. Ser.* — 2009. — Vol. 176, № 1. — P. 1–8. ■

Получено 09.03.13

© К. С. Кампос, Г. Ф. Б. Ленц е Сильва, Э. Х. М. Нуньес, В. Л. Васконселос, 2013 г.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ



26–29 ноября 2013 г.

Москва, ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байнова РАН»

V международная конференция

«Деформация и разрушение материалов и наноматериалов»

На конференции планируется обсудить и обобщить весь спектр результатов исследований в области прочности, деформации и разрушения материалов и наноматериалов. В рамках проведения конференции будут проведены семинары и выставка, знакомящие участников и гостей конференции с новейшими образцами оборудования для исследования структуры, процессов деформации и разрушения материалов и наноматериалов. К открытию конференции будет выпущен сборник трудов.

Сайт конференции: <http://www.dfmn.imetran.ru>. E-mail: dfmn@imetran.ru

Адрес: 119991, Москва, Ленинский проспект, 49