# Д. т. н. **А. В. Хмелёв** (🖂)

Рижский технический университет, Институт силикатных материалов, г. Рига, Латвия

# УДК 666.762.11:666.9.022.6]:66.046.44 ПОЛУЧЕНИЕ МУЛЛИТ-ТІС-ТІN-МАТЕРИАЛОВ ПЛАЗМЕННО-ИСКРОВЫМ СПОСОБОМ С ВЫСОКОЙ НАГРУЗКОЙ ПРЕССОВАНИЯ И ИХ СВОЙСТВА

Исследованы фазовый состав синтезированных порошков TiC и TiN, а также свойства муллит-TiC-TiN-образцов с различным соотношением TiC и TiN, спеченных плазменно-искровым способом в диапазоне 1200-1600 °C с нагрузкой прессования 75 МПа. Образцы с различным соотношением TiC и TiN характеризуются интенсивной муллитизацией в диапазоне от 1200 до 1600 °C. Увеличение концентрации TiC и, соответственно, уменьшение концентрации TiN в спекаемых смесях порошков способствует формированию при 1500 °C плотноспекшейся кристаллической структуры, состоящей из множества кристаллов муллита, TiC и частично TiN, образовавшихся из расплавов. В интервале 1400-1600 °C относительная плотность и линейная усадка образцов постепенно возрастают с уменьшением открытой пористости, а модуль упругости, твердость по Виккерсу и предел прочности при сжатии образцов увеличиваются.

**Ключевые слова:** муллит-TiC-TiN-материал, плазменно-искровое спекание, высокая нагрузка прессования, физико-механические свойства.

#### введение

Оксидно-безоксидные материалы, в част-ности Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-B<sub>4</sub>C, муллит-TiC, муллит-TiC-ZrC, муллит-TiC-TiN, получаемые плазменноискровым спеканием при высокой температуре с относительно небольшой нагрузкой прессования (20-35 МПа), характеризуются кристаллизацией оксидных и безоксидных фаз, увеличением степени спекания (относительной плотности), снижением пористости, а также улучшением физико-механических свойств в зависимости от интенсивности спекания бескислородных порошков и их смесей [1-4]. Это обусловлено слабой диффузией в спекаемых порошках [1, 2] и их смесях [3, 4]. Проблема связана с трудностью деформации структур спекаемых бескислородных порошков, например TiC, ZrC, TiN, и их перехода в вязкотекучее (пластическое) состояние при небольшой нагрузке прессования в сочетании с выраженными в них ковалентными связями, за исключением оксидного порошка, наиболее интенсивно образующего расплав и стимулирующего перенос вещества через расплав [3-6]. Эта проблема в основном решается двумя способами: увеличением нагрузки прессования, в частности до 50 или 75 МПа, и повышением температуры до 1800 или 1400 °С в ходе плазменно-искрового

> ⊠ A. B. Хмелёв E-mail: aleksejs.hmelov44@gmail.com, aleksejs.rtu1@inbox.lv

спекания [7, 8] или применением высокотемпературного спекания со сверхвысокой нагрузкой прессования, в частности до 1900 °С и 7,5 ГПа [8]. Увеличение нагрузки прессования с ростом температуры способствует изменению структуры спекаемых порошков TiC, ZrC, TiN, увеличению степени упаковки частиц, активной и полной диффузии вещества в спекаемых порошках [7, 8]. В результате отсутствует рекристаллизация частиц, улучшается спекание, интенсивнее формируются кристаллические фазы, образуется более равномерная структура при более низкой температуре, повышается стойкость к трещинообразованию и улучшаются физико-механические свойства материала [7, 8]. Увеличение нагрузки прессования до 100 МПа при спекании смесей оксидного и безоксидного порошков (например, корунд-BN, муллит-BN с незначительным количеством нитрида бора — 10 об. %) предотвращает или существенно снижает активные фазовые трансформации в нитриде бора с ростом температуры, что положительно влияет на физикомеханические свойства материала [9, 10].

Цель работы — получение муллит-ТіС-ТіNобразцов плазменно-искровым спеканием в интервале 1200–1600 °С с высокой нагрузкой прессования — 75 МПа из приготовленных смесей порошков  $Al_2O_3$ , SiO<sub>2</sub>, ТіС и ТіN, изучение фазового состава синтезированных порошков ТіС и ТіN, а также свойств образцов с различным соотношением ТіС и ТіN. Методика получения смесей порошков  $Al_2O_3$  и SiO<sub>2</sub>, ТіС и ТіN описана в статье [4]. Порошки ТіС и ТіN перемешивали в пропорциях,

Массовые пропорции компонентов в исходных смесях системы муллит-пс-ти					
Показатели	Обозначение состава				
	M10TiC90TiN	M30TiC70TiN	M50TiC50TiN	M70TiC30TiN	M90TiC10TiN
Содержание, мол. %:					
TiC	10	30	50	70	90
TiN	90	70	50	30	10
Масса компонентов TiC/TiN, г,	9,7 / 90,3	29,32 / 70,68	49,26 / 50,74	69,23 / 30,77	89,69 / 10,31
на 100 г смеси					
* Отношение 3Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /2SiO <sub>2</sub> на 100 г смеси для всех составов 71,8/28,2.					

# Массовые пропорции компонентов в исходных смесях системы муллит-TiC-TiN\*

указанных в таблице, до получения однородных смесей. Смесь порошков Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и SiO<sub>2</sub> перемешивали с приготовленными смесями порошков TiC и TiN. Далее полученные смеси компонентов засыпали в графитовую пресс-форму диаметром 30 мм и спекали плазменно-искровым методом [4] с нагрузкой прессования 75 МПа. Методика определения свойств полученных порошков и спеченных из них образцов описана в статье [4]. Фазовый состав порошков ТіС и ТіN, синтезированных плазмо-химическим способом при 1600 °С с нагрузкой прессования 30 и 75 МПа, аналогичен [4]. На рентгенограмме присутствуют в основном интенсивные дифракционные максимумы TiC и TiN с незначительным количеством оксикарбида титана, который является нестехиометрическим карбидом титана, содержащим непрореагировавшее количество TiO<sub>2</sub> и C [4]. Фазовый состав образцов, спеченных из смесей исходных компонентов плазменно-искровым методом в диапазоне 1200-1600 °С, показан на рис. 1.

Образцы, полученные плазменно-искровым спеканием от 1200 до 1400 °C с нагрузкой прессования 75 МПа, характеризуются интенсивной муллитизацией; непрореагировавшие фазы корунда и кварца, которые наблюдались в образцах, спеченных из аналогичных смесей порошков в диапазоне 1200-1400 °C с нагрузкой прессования 30 МПа [4, см. рис. 2], отсутствуют. Это обусловлено значительным увеличением площади контакта (степени упаковки) частиц порошков Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и SiO<sub>2</sub>, их активным переходом в вязкотекучее (пластическое) состояние при относительно невысокой температуре спекания с нагрузкой прессования 75 МПа. С повышением температуры от 1400 до 1600 °С наблюдается активный рост содержания муллита, особенно в образцах составов M70TiC30TiN и M90TiC10TiN (см. рис. 1, г, д). Это связано с наиболее интенсивным структурированием и формированием стехиометрического состава муллита в результате большего роста кристаллов муллита из расплава (рис. 2, в). При этом взаимодействия муллита с TiC и TiN в диапазоне 1200-1600 °С не происходит, поскольку не образуются продукты распада муллита и продукты окисления (восстановления) ТіС и ТіN.

В образцах составов M10TiC90TiN и M30TiC70TiN (см. рис. 1, *a*, *б*) наблюдается постепенное увеличение содержания TiC в диапазоне 1200–1400 °C, которое усиливается в интервале 1400-1600 °C, особенно в образце состава M30TiC70TiN. В то же время количество TiN в образцах постепенно увеличивается в интервале 1200-1600 °С. Образец состава М50ТіС50ТіN показывает интенсивный рост количества TiC в диапазоне 1200-1400 °C. который замедляется с расширением дифракционных максимумов TiC при 20 18,5, 43,5 и 52,5 град в интервале 1400-1600 °С, и незначительное увеличение содержания TiN в диапазоне 1200-1600 °С (см. рис. 1, в). Это обусловлено процессами. происходящими в структуре спекаемого состава (рис. 2, б). Образцы составов М70TiC30TiN и М90TiC10TiN характеризуются наибольшим увеличением содержания ТіС в диапазоне 1200-1600 °С (см. рис. 1, г, д). Рост количества ТіС в интервале 1200-1400 °С объясняется наиболее интенсивной деформацией структуры и его активным переходом в вязкотекучее состояние, что максимально стимулирует диффузию ТіС. Развитие ТіС в диапазоне 1400-1600 °С обусловлено структурированием ТіС благодаря росту его кристаллов (см. рис. 2, в). Причем в образце состава M90TiC10TiN этот рост интенсивнее, что подтверждается резким увеличением количества ТіС в интервале 1400-1600 °С (см. рис. 1, ∂). Наблюдается относительно интенсивный рост содержания TiN в диапазоне 1200-1400 °С, что связано с его частичным переходом в вязкотекучее состояние и частичным формированием кристаллов TiN из расплава (см. рис. 2, в). Однако в интервале 1400-1600 °С количество ТіN увеличивается постепенно, что объясняется трансформацией процесса спекания обоих составов.

Формирования новых дифракционных максимумов TiC и TiN в диапазоне 1200-1600 °С на рентгенограммах образцов (см. рис. 1, *a*-*d*) не наблюдается. Образцы различаются количественным соотношением дифракционных максимумов TiC и TiN в зависимости от пропорций TiC и TiN в спекаемых составах (см. таблицу).

При спекании составов с разным соотношением TiC и TiN значительно различается структура полученных образцов. Это связано с трансформацией агрегатного состояния компонентов в составе спекаемых смесей порошков, что влияет на кристалличность структуры образцов. Так, микроструктура образца состава M30TiC70TiN представлена плотноспекшимися областями муллита, муллита и TiC в виде расплавов, относительно спеченными областями муллита и зернами TiC





Рис. 2. Микроструктура образцов составов МЗОТіС70ТіN (*a*), М50ТіС50ТіN (б) и М70ТіС30ТіN (в), спеченных при 1500 °С

и TiN (рис. 2, *a*). Это, соответственно, указывает на вязкотекучее и частичное твердофазное спекание, стимулируемое вязким течением расплавов муллита и TiC. На участках, в которых развивается частичное твердофазное спекание, присутствуют границы областей муллита и зерен TiC и TiN, что связано с менее активной диффузией и неравномерным спеканием зерен TiC и TiN.

Микроструктура образца состава М50TiC50TiN состоит из кристаллов муллита вытянутой формы размерами 20-30 мкм и «плотносплавленных» областей TiC (см. рис. 2, б). Формирование и рост кристаллов муллита объясняется насыщением расплава муллита расплавом TiC с повышением вязкости и снижением температуры расплава муллита. Это обусловлено формированием расплава муллита при более низкой температуре и меньшей вязкостью расплава. Нагрузка прессования в данном случае ускоряет эти процессы. Одновременно развивается обратный процесс, связанный с насыщением расплава ТіС расплавом муллита. Однако этот процесс наименее интенсивный и не способствует образованию кристаллов ТіС, сохраняя области ТіС «сплавленными». Это объясняется большей вязкостью расплава ТіС. С другой стороны, вязкое течение расплава ТіС уравновешивается твердофазным спеканием TiN в интервале 1400-1600 °С из-за равного количественного соотношения ТіС и ТіN в исходной смеси компонентов (см. таблицу). Это также способствует формированию «сплавленных» областей TiC. Такой результат обусловлен отсутствием процесса взаимного насыщения расплавов ТіС и TiN. При этом зерна TiN в микроструктуре образца незаметны, что объясняется их расположением внутри образовавшихся «сплавленных» областей ТіС. Исходя из результатов развития дифракционных максимумов ТіС в интервале 1400-1600 °С (см. рис. 1, в), в «сплавленных» областях наряду с кристаллизацией ТіС присутствует аморфизация. Таким образом, «сплавленные» области ТіС являются аморфно-кристаллическими. В результате формируется полукристаллическая структура образца, служащая промежуточным этапом спекания от состава к составу.

В свою очередь, микроструктура образца coctaва M70TiC30TiN достаточно кристалличе-

ская, плотноспекшаяся, состоящая из множества кристаллов муллита небольшого размера, TiC и частично TiN (см. рис. 2, в). Образование и рост кристаллов муллита происходят из расплава при более низкой температуре, чем в образце состава M50TiC50TiN (см. рис. 2, б), на что указывает фазовый состав образца (см. рис. 1, г). Это обусловлено наиболее активным формированием и вязким течением расплава TiC (70 мол. %) с нагрузкой прессования 75 МПа, что компенсирует большую вязкость расплава ТіС при более низких температурах. При этом кристаллы муллита в образце состава M70TiC30TiN формируются интенсивнее, чем в образце состава M50TiC50TiN, и аналогично, как при взаимонасыщении расплавов разных компонентов. При этом расплав TiN незначительно стимулирует образование кристаллов муллита из расплава из-за частичного перехода TiN (30 мол. %) в вязкотекучее состояние. Образование и рост кристаллов TiC и TiN объясняются одновременным насыщением расплавов TiC и TiN расплавами TiN и TiC в диапазоне 1300-1400 °С. При этом кристаллы TiC формируются активнее, чем кристаллы TiN (см. рис. 2, в). Это объясняется более полным переходом ТіС в вязкотекучее состояние и меньшей вязкостью расплава TiC, что способствует полному насыщению расплава ТіС расплавом TiN, в отличие от TiN и его расплава. В то же время в структуре наблюдаются некоторые включения, образовавшиеся в ходе наиболее активного взаимонасыщения расплавов TiC и TiN в интервале 1300-1400 °С (см. рис. 2, в).

Результаты исследований относительной плотности, открытой пористости, линейной усадки, модуля упругости, твердости по Виккерсу, предела прочности при сжатии, а также отпечатки вдавливания образцов с различным соотношением TiC и TiN в диапазоне 1200–1600 и при 1500 °C соответственно показаны на рис. 3–5.

При спекании образцов составов М10TiC90TiN и M30TiC70TiN от 1200 до 1400 °С поры заполняются вязким расплавом муллита при незначительной диффузии TiC. С ростом температуры от 1400 до 1600 °С активнее возрастает вязкое течение расплава муллита с частичным (состав M10TiC90TiN) и более полным проникновением (состав M30TiC70TiN) вязкого

42

расплава TiC в поры, судя по росту спекания этих составов. Наиболее активно спекаются образцы состава M50TiC50TiN в диапазоне 1350-1600 °С, что объясняется интенсивно возрастающим проникновением вязкого расплава ТіС в поры в процессе образования из расплава аморфнокристаллических «сплавленных» областей TiC (см. рис. 2, б) с некоторой долей аморфного ТіС, существенно улучшая свойства образца. Относительно интенсивно спекаются образцы составов M70TiC30TiN и M90TiC10TiN с увеличением относительной плотности, линейной усадки и снижением открытой пористости до температуры 1400 °С, выше которой спекание менее интенсивно. Замедление спекания образцов этих составов в диапазоне 1400-1600 °C связано с активным ростом образовавшихся из расплавов кристаллов муллита и TiC (см. рис. 2, в) и с вызванным этим твердофазным спеканием. При этом замедление спекания образца состава M90TiC10TiN больше, чем у образца состава M70TiC30TiN, что объясняется более полным переходом TiN (10 мол. %) в вязкотекучее состояние с активным насыщением расплава муллита и ТіС расплавом ТіN и формированием из этих расплавов кристаллов муллита, ТіС и ТіN в интервале 1200-1300 °С и бо́льшим ростом кристаллов при твердофазном спекании в интервале 1400-1600 °С. Это коррелирует с результатами фазового состава образцов (см. рис. 1, г, д).

При спекании аналогичных составов в диапазоне 1400-1600 °C с нагрузкой прессования 30 МПа основной проблемой является рекристаллизация частиц TiC и TiN [4]. При спекании с нагрузкой 75 МПа рост этих частиц в образцах составов M50TiC50TiN, M70TiC30TiN и M90TiC10TiN минимальный или отсутствует. Это обусловлено главным образом активным вязким течением расплава ТіС в диапазоне 1200-1600 °С, частичным или полным вязким течением расплава TiN в интервале 1200-1300 °С в этих составах, трансформируя этот процесс в твердофазное спекание (составы M70TiC30TiN и M90TiC10TiN) в интервале 1400-1600 °С, и существенным увеличением степени упаковки частиц в смесях порошков, спекаемых с нагрузкой прессования 75 МПа, что в большей степени стимулирует диффузию вещества и спекание, чем рост частиц TiC и TiN.

Улучшение физико-механических свойств (см. рис. 4), в частности повышение твердости по Виккерсу и предела прочности при сжатии образцов составов M50TiC50TiN, M70TiC30TiN и M90TiC10TiN, совпадает с улучшением спекания этих составов (см. рис. 3) и возрастанием модуля упругости, особенно в интервале 1400–1600 °С, в котором изменения структуры образцов наиболее четко выражены (см. рис. 2, *а-е*).

В образце состава M30TiC70TiN (см. рис. 2, *a*) наблюдается неравномерно спекшаяся микроструктура с определенным количеством границ областей муллита и зерен ТіС и ТіN. Это ухудшает упругие свойства и снижает стойкость образцов к внешней приложенной нагрузке, наименее активно увеличивая, соответственно, модуль упругости и предел прочности при сжатии в диапазоне 1200-1600 °С, существенно уменьшая стойкость образца к трещинообразованию, формируя микротрещины с более извилистой траекторией распространения (см. рис. 5, а). Образующаяся полукристаллическая микроструктура образца состава M50TiC50TiN, содержащая аморфнокристаллические «сплавленные» области ТіС (см. рис. 2, б) с некоторой долей аморфного TiC, значительно стимулирует улучшение упругих свойств и рост стойкости образца к внешней приложенной нагрузке, интенсивно повышая модуль упругости и предел прочности при сжатии в диапазоне 1400-1600 °С. Такие образцы показывают высокую твердость по Виккерсу, формируя отпечаток вдавливания без видимых дефектов и повышая стойкость образца к трещинообразованию (см. рис. 5, б). Более кристаллическая микроструктура образца состава M70TiC30TiN, состоящая из множества кристаллов муллита, ТіС и частично



Рис. 3. Увеличение относительной плотности, открытой пористости и линейной усадки образцов в диапазоне 1200-1600 °С с различным соотношением ТіС и ТіN: ◆ — M10TiC90TiN; ■ — M30TiC70TiN; ▲ — M50TiC50TiN; × — M70TiC30TiN; ● — M90TiC10TiN



Рис. 4. Рост модуля упругости, твердости по Виккерсу и предела прочности при сжатии образцов в диапазоне 1200-1600 °С с различным соотношением ТіС и Ті№ — M10TiC90TiN; — M30TiC70TiN; ▲ — M50TiC50TiN; × — M70TiC30TiN; ● — M90TiC10TiN

TiN (см. рис. 2, *в*), замедляет улучшение физикомеханических свойств в диапазоне 1400–1600 °С из-за вызванных этими кристаллами развития твердофазного спекания и увеличения внутренних напряжений на границах оксидной фазы и зерен TiC и TiN. Постепенное улучшение свойств показывает образец состава M90TiC10TiN, что связано с бо́льшим влиянием этих факторов. В результате вокруг отпечатка вдавливания образца состава M70TiC30TiN наблюдаются микротрещины (см. рис. 5, в).

Результаты линейной корреляции модуля упругости и предела прочности при сжатии спеченных образцов разных составов показаны на рис. 6.

Неравномерно спекшаяся структура с границами областей муллита и зерен TiC и TiN в образце (см. рис. 2, а, состав M30TiC70TiN) ухудшает упругие свойства и уменьшает стойкость образца к внешней приложенной нагрузке (см. рис. 4). что искажает линейную корреляцию модуля упругости и предела прочности при сжатии образца, уменьшая величину достоверности аппроксимации R<sup>2</sup> и точность данных. При этом значение R<sup>2</sup> образца состава M30TiC70TiN меньше, чем у образца состава M10TiC90TiN. Полукристаллическая микроструктура образца (см. рис. 2, б, состав M50TiC50TiN), содержащая аморфно-кристаллические «сплавленные» области TiC с некоторой долей аморфного TiC, максимально улучшает свойства образца, повышает линейную корреляцию модуля упругости и предела прочности при сжатии с наибольшим увеличением величины R<sup>2</sup>. Формирование и рост кристаллов муллита, ТіС и ТіN (составы M70TiC30TiN и M90TiC10TiN) немного ухудшают упругие свойства и снижают стойкость образцов к внешней приложенной нагрузке (см. рис. 4), что незначительно нарушает линейную корреляцию свойств с некоторым уменьшением величины R<sup>2</sup> и точности значений. При этом влияние роста кристаллов в образце состава M90TiC10TiN на линейную корреляцию физико-механических свойств немного больше, чем в образце состава M70TiC30TiN.

В целом линейные прямые располагаются по-разному относительно друг друга по сравнению с примерно равным их расположением с незначительными отклонениями от прямой при спекании аналогичных составов в интервале 1200-1600 °C с нагрузкой прессования 30 МПа [4]. В данном случае процессы спекания и формирования микроструктуры в каждом из спе-



Рис. 5. Отпечатки вдавливания при измерении твердости по Виккерсу на спеченных при 1500 °С образцах составов МЗ0ТіС70ТіN (*a*), M50TiC50TiN (б) и M70TiC30TiN (в)

каемых составов с ростом температуры от 1200 до 1600 °С с нагрузкой прессования 75 МПа значительно различаются, что вызывает некоторые различия в линейной корреляции свойств этих образцов с разной величиной  $R^2$ .

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе исследованы фазовый состав синтезированных порошков TiC и TiN, а также свойства муллит–TiC–TiN-образцов с различным соотношением TiC и TiN, спеченных плазменно-искровым способом в диапазоне 1200–1600 °C с нагрузкой прессования 75 МПа.

Образцы с различным соотношением TiC и TiN характеризуются интенсивной муллитизацией в интервале от 1200 до 1600 °C. В образцах составов M10TiC90TiN и M30TiC70TiN наблюдается постепенное увеличение содержания TiC от 1200 до 1400 °С и ТіN в интервале 1200-1600 °С. Образец состава M50TiC50TiN показывает увеличение содержания ТіС в диапазоне 1200-1400 °С, снижаясь в интервале от 1400 до 1600 °C. В образцах составов M70TiC30TiN и M90TiC10TiN интенсивно кристаллизуется ТіС от 1200 до 1600 °С и относительно активно увеличивается содержание TiN в интервале 1200-1400 °С. Увеличение концентрации ТіСи, соответственно, уменьшение концентрации TiN в спекаемых смесях порошков способствует формированию вобразце при 1500 °С кристаллической плотноспекшейся структуры. состоящей из множества кристаллов муллита, ТіС и частично ТіN, образовавшихся из расплавов. В результате относительная плотность и ли-

#### Библиографический список

1. Chuan, S. Effect of alumina addition on the densification of boron carbide ceramics prepared by spark plasma sintering technique / S. Chuan, L. Yunkai, W. Yunfei, Z. Lingbo // Ceram. Int. — 2014. — Vol. 40,  $N \otimes 8$ . — P. 12723–12728.

2. **Ghahremani, D.** Densification, microstructure and mechanical properties of mullite–TiC composites prepared by spark plasma sintering / *D. Ghahremani, T. E. Ebadzadeh* // Ceram. Int. — 2015. — Vol. 41, № 2. — P. 1957–1962.

3. **Хмелёв, А. В.** Получение муллит-TiC-ZrCкерамических материалов плазменно-искровым способом и их свойства / *А. В. Хмелёв* // Новые огнеупоры. — 2016. — № 12. — С. 36-41.

**Hmelov, A. V.** Preparation of mullite–TiC–ZrC ceramic materials by a plasma-ARC method and their properties / A. V. Hmelov // Refrac. Indust. Ceram. — 2017. — Vol. 57,  $\mathbb{N}$  6. — P. 645–650.

4. **Хмелёв, А. В.** Получение муллит-TiC-TiNматериалов плазменно-искровым способом и их свойства / *А. В. Хмелёв* // Новые огнеупоры. — 2017. — № 8. — С. 22–30.

**Hmelov A. V.** Preparation of mullite-TiC-TiN materials by a plasma spark method and their properties /A. V. Hmelov // Refrac. Indust. Ceram. — 2017. — Vol. 58,  $N \ge 4$ . — P. 418–425.



Рис. 6. Линейная корреляция модуля упругости и предела прочности при сжатии образцов в интервале 1200-1600 °C

нейная усадка образцов составов M70TiC30TiN и M90TiC10TiN возрастают постепенно по сравнению с интенсивным ростом этих показателей в образце состава M50TiC50TiN от 1400 до 1600 °С. Аналогично уменьшается открытая пористость образцов в диапазоне 1400-1600 °С. Соответствующим образом увеличиваются модуль упругости, твердость по Виккерсу и предел прочности при сжатии образцов в интервале 1400-1600 °С. В образце состава M70TiC30TiN наблюдаются микротрещины, в то время как в образце состава M50TiC50TiN микротрещины при 1500 °С отсутствуют. В результате линейная корреляция модуля упругости и предела прочности при сжатии образцов составов M70TiC30TiN и M90TiC10TiN меньше, чем у образца состава M50TiC50TiN в интервале 1200-1600 °С.

5. **Ryu**, *H. J.* Sintering behaviour and microstructures of carbides and nitrides for the inert matrix fuel by spark plasma sintering / *H. J. Ryu*, *Y. W. Lee*, *S. H. Hong* // J. Nucl. Mater. — 2006. — Vol. 352, № 1–3. — P. 341–348.

6. *Cheng, L.* Densification and mechanical properties of TiC by SPS-effects of holding time, sintering temperature and pressure condition / *L. Cheng, Z. Xie, G. Liu, W. Liu* // J. Eur. Ceram. Soc.— 2012. — Vol. 32, № 12. — P. 3399–3406.

7. *Kelvin, Y. X.* Effect of alumina on the structure and mechanical properties of spark plasma sintered boron carbide / *Y. X. Kelvin, F. T. Muhammet, K. Kanak, Z. Binwei* // J. Am. Ceram. Soc. — 2014. — Vol. 97, № 11. — P. 3710–3718.

8. *Klimczyk, P.* Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-cBN composites sintered by SPS and HPHT methods / *P. Klimczyk, M. E. Cura, A. M. Vlaicu* // J. Eur. Ceram. Soc. — 2016. — Vol. 36, № 7. — P. 1783–1789.

9. *Hotta, M.* Densification and microstructure of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>– cBN composites prepared by spark plasma sintering / *M. Hotta, T. Goto* // J. Ceram. Soc. Jap. — 2008. — Vol. 116, № 6. — P. 744–748.

10. *Hotta, M.* Densification, phase transformation and hardness of mullite – cubic BN composites prepared by spark plasma sintering / *M. Hotta, T. Goto //* J. Ceram. Soc. Jap. – 2010. – Vol. 118, Nº 2. – P. 157–160.

Получено 13.12.17 © А. В. Хмелёв, 2018 г.