# К. т. н. **Т. В. Коцарь** (🖂), к. т. н. **Д. П. Данилович**, д. т. н. **С. С. Орданьян**

ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», Санкт-Петербург, Россия

#### УДК 546.05:666.3

# СТЕКЛОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ПРЕКУРСОРЫ В СИСТЕМАХ В<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-M<sub>x</sub>O<sub>y</sub>, ГДЕ М — Ті, Zr, Cr, КАК ИСТОЧНИК ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ СМЕСЕЙ ТУГОПЛАВКИХ КАРБИДОВ И БОРИДОВ

Представлен новый подход к гомогенизации реакционной смеси: создание прекурсоров в стеклокристаллическом состоянии в оксидных системах, содержащих необходимые для совместного синтеза карбидов и боридов элементы, преимущественно перемешанные на молекулярном уровне. Совместным карботермическим восстановлением стеклокристаллических прекурсоров в вакууме при 1600 °C получены высокодисперсные смеси в системах B<sub>4</sub>C-SiC-MB<sub>2</sub> (*M* — Ti, Cr, Zr) без примесей или с незначительным их содержанием. Вследствие хорошей растворимости TiO<sub>2</sub> в силикатоборатном расплаве микроструктура трехкомпонентного образца B<sub>4</sub>C-SiC-TiB<sub>2</sub> представлена кристаллами карбида бора размером до 1 мкм, окруженными наночастицами среднего размера 30-40 нм.

**Ключевые слова:** бескислородные тугоплавкие соединения, стеклокристаллические прекурсоры, гомогенизация, карботермическое восстановление.

#### введение

Керамика на основе карбида бора (B<sub>4</sub>C) широко используется для создания легких керамических бронеэлементов, пескоструйных сопел, ядерных реакторов, управляющих стержней реакторов, в качестве защиты от нейтронного излучения [1–3], что обусловлено его низкой теоретической плотностью, высокой твердостью и коррозионной стойкостью, химической стабильностью и высоким значением сечения захвата тепловых нейтронов [4].

Эвтектические трехкомпонентные системы B<sub>4</sub>C-SiC-*M*B<sub>2</sub> (где *M* — переходный *d*-металл — Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr) — базис для формирования композиционных материалов с труднодостижимым набором свойств: тугоплавкостью, высоким уровнем физико-химических характеристик, стойкостью к различным агрессивным средам и др. [5, 6]. В работах [5-9] приведены фундаментальные исследования диаграмм состояния систем B<sub>4</sub>C-SiC-*M*B<sub>2</sub> и фундаментальные принципы, позволяющие говорить о химической совместимости компонентов данных систем. Особенно востребованы разработки композитов в системах B<sub>4</sub>C-SiC-TiB<sub>2</sub> (для оборонной промыш-

> ⊠ T. B. Коцарь E-mail: asid-92@mail.ru

ленности и машиностроения [10]), B<sub>4</sub>C-SiC-ZrB<sub>2</sub> (для аэрокосмических и других применений, которые предполагают воздействие экстремальных термических и химических сред [11]) и B<sub>4</sub>C-SiC-CrB<sub>2</sub> (для изготовления износостойких, коррозионно- и эрозионно-стойких материалов [12]).

Известно, что свойства керамических материалов с более мелким размером структурных составляющих существенно превышают аналогичные показатели традиционной керамики [13]. В обзорах [14-16] отмечены современные методы синтеза нанопорошков на основе диборидов титана, циркония и гафния, карбидов кремния и бора, обобщены данные, посвященные исследованию их физико-химических и физико-механических свойств, а также влиянию размерных эффектов на эти свойства. Наиболее популярные методы синтеза диборидов переходных металлов: синтез в расплавах солей (например, в NaCl) [17-19], механохимический синтез [20, 21], самораспространяющийся высокотемпературный синтез [22].

Традиционные способы гомогенизации многокомпонентных порошковых композиций высокотвердых бескислородных соединений путем механического перемешивания в случае наноразмерных и ультрадисперсных компонентов неэффективны, так как приводят к формированию агломератов одноименных частиц (вследствие влияния Ван-дер-Ваальсовых сил [23]) и внесению примесей за счет абразивного износа

оборудования и оснастки высокотвердыми частицами. Более прогрессивными являются методы совместного синтеза смеси бескислородных соединений из одного источника, например восстановлением смеси оксидов. В работе [24] методом совместного карботермического синтеза при 1600 °С в вакууме получена высокодисперсная смесь в системе B<sub>4</sub>C-SiC-TiB<sub>2</sub>. Синтезированные порошки эвтектического (согласно [8]) состава 51,2 B<sub>4</sub>C, 40,7 SiC и 8,1 мол. % TiB<sub>2</sub> представлены сростками кристаллов карбида бора размером менее 1 мкм и наноразмерными частицами со средним диаметром 40 нм. Однако и в этом случае сохраняется зависимость размера частиц синтезируемых фаз от размера частиц исходных оксидов. Это связано с тем, что исходные компоненты для синтеза тугоплавких соединений представляют собой механическую смесь частиц, в объеме которой неизбежно присутствуют концентрационные отклонения (даже при условии использования чрезвычайно высокодисперсных порошков, полученных методами химического осаждения, гидротермального синтеза или разложения металлорганических соединений).

В настоящей работе представлен новый подход к гомогенизации реакционной смеси для совместного синтеза карбидов и боридов в системах  $B_4C-SiC-MB_2$  (где M — Ti, Cr, Zr): создание прекурсоров в стеклокристаллическом состоянии в системах  $B_2O_3-SiO_2-M_xO_y$ , содержащих необходимые для совместного синтеза элементы, преимущественно перемешанные на молекулярном уровне в процессе формирования ионной сетки стекла.

# ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В качестве исходных реагентов использовали борную кислоту H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> (х. ч., ГОСТ 9656-75, *d*<sub>ср</sub> ~ 80 мкм), диоксид кремния SiO<sub>2</sub> (ч. д. а., ГОСТ 9428-73,  $d_{\rm cp}$  ~ 0,15 мкм), диоксид титана TiO<sub>2</sub> (о. с. ч., ТУ 6-09-01629-83,  $d_{\rm cp}$  ~ 5,6 мкм), оксид хрома (III) Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (ч., ТУ 6-09-4272-84, d<sub>ср</sub> ~ ~2,4 мкм), диоксид циркония ZrO<sub>2</sub> (ч., ТУ 6-09-2486-77, d<sub>ср</sub> ~ 3,4 мкм), углеродную сажу С марки П-803 (техн., ГОСТ 7885–86, *d*<sub>ср</sub> ~ 0,16 мкм). Расчет исходной шихты проведен с целью получения молярного соотношения  $B_4C/SiC = 3.5$ с добавкой 10 мол. % MB<sub>2</sub>, или B<sub>4</sub>C:SiC:MB<sub>2</sub> = = 70,7:20,2:9,1 (мол. %). Составы порошков бескислородных тугоплавких соединений обозначены как BSM: BST — с диборидом титана, BSC — с диборидом хрома, BSZ — с диборидом циркония.

Приготовление стеклокристаллических прекурсоров проводили в соответствии с традиционной технологией варки стекла путем совместного плавления в воздушной печи смеси порошков в системах H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-M<sub>x</sub>O<sub>y</sub> (где M<sub>x</sub>O<sub>y</sub> — TiO<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>) при 1400 °C в кварцевых тиглях. Так как была выявлена высокая гигроскопичность материалов с преобладанием борного ангидрида в составе в системах  $B_2O_3$ -SiO<sub>2</sub>- $M_xO_y$ , во избежание контакта с влагой горячий расплав охлаждали путем слива на плиту из нержавеющей стали. Элементный состав полученных стеклокристаллических материалов определяли методом дисперсионной рентгеновской спектроскопии по длине волны с использованием детектора INCAx-act. Методом рентгенофазового анализа контролировали их фазовый состав. Съемку вели на рентгеновском дифрактометре RIGAKU SMARTLAB 3 по методу порошка в Си *К*<sub>а</sub>-излучении с Ni-фильтром. Скорость съемки составила 10 град/мин, шаг сканирования 20 = 0,01°. Идентификацию соединений при фазовом анализе проводили с помощью программы Crystallographica Search-Match. С использованием растровых электронных микроскопов TESCAN VEGA 3 SBH и SUPRA 55VP-25-78 изучали микроструктуру и дисперсность стеклокристаллических объектов исследования.

Полученные стеклокристаллические прекурсоры дробили, затем измельчали в вибромельнице при соотношении материал : мелющие тела (B<sub>4</sub>C) : бензин = 1:8:2 (мас.) в течение 60 ч до  $d_{\text{ч}} < 20$  мкм. Молотую шихту в нужной пропорции смешивали с сажей в течение 9 ч в вибромельнице при соотношении материал : : мелющие тела (B<sub>4</sub>C) : бензин = 1 : 4 : 2 (мас.). Далее суспензии сушили при 60 °С в вакууме, полученные порошки гранулировали (сито № 0063) и формовали в виде цилиндрических образцов одноосным гидравлическим прессованием под давлением 1 т/см<sup>2</sup>. Синтез смесей карбидов и боридов BSM проводили в вакуумной печи сопротивления СШВЛ с вольфрамовыми нагревателями в вакууме. Подъем температуры осуществляли со скоростью 400°/ч, затем образцы изотермически выдерживали при 1600 °С в течение 1 ч. Распределение частиц синтезированных смесей по размеру определяли методом лазерной дифракции на установке SHIMADZU SALD-7500nano с предварительным деагломерированием частиц ультразвуковой обработкой в среде изопропилового спирта в течение 10 мин.

# РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Продукты совместного плавления кислородсодержащих смесей (стеклокристаллические прекурсоры) — материалы с одновременно аморфной и кристаллической структурой, по химическому составу представляющие собой оксидные смеси в системах B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-M<sub>x</sub>O<sub>y</sub> с преобладанием борного ангидрида, карботермическое восстановление которых позволяет совместно получать смеси карбидов и боридов заданного состава.

О частичном переходе исходных реагентов в стеклообразное состояние позволяет судить наличие аморфного гало с пиком при  $2\theta \approx 22^{\circ}$  на

рентгенограммах стеклокристаллических материалов (рис. 1). Присутствие же кристаллических фаз в виде  $B_2O_3$  и  $M_xO_y$  говорит о вероятном образовании неоднородных участков в структуре полученных материалов. Долю кристаллической компоненты в стеклокристаллических прекурсорах можно минимизировать, обеспечив перемешивание расплавленной шихты в процессе варки стекла или повысив максимальную температуру процесса. Полученные стеклокристаллические прекурсоры внешне непрозрачны и имеют разные оттенки в зависимости от состава (бело-желтоватый, бледно-зеленый и белый с оксидами титана, хрома и циркония соответственно). Средний размер отдельных зерен стеклокристаллических прекурсоров лежит в диапазоне 80-120 нм в зависимости от их состава (рис. 2).

Методом микрорентгеноспектрального анализа оценивали элементный состав стеклокри-



**Рис. 1.** Рентгенограмма стеклокристаллического прекурсора в системе  $B_2O_3$ -SiO<sub>2</sub>-Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:  $\bigcirc$  —  $B_2O_3$ ;  $\diamondsuit$  —  $Cr_2O_3$ 



**Рис. 2.** Микроструктура стеклокристаллического прекурсора в системе  $B_2O_3\text{--}SiO_2\text{--}TiO_2$ 

#### Таблица 1. Сравнение соотношений оксидных компонентов в шихтовой смеси до варки стекла и в стеклокристаллических материалах после варки

Стеклокристаллический прекурсор	Maccoвoe соотношение $B_2O_3: SiO_2: M_xO_y$			
	до варки	после варки		
B <sub>4</sub> C-SiC-TiB <sub>2</sub>	1:0,12:0,07	1:0,16:0,08		
$B_4C-SiC-CrB_2$	1:0,12:0,07	1:0,16:0,01		
$B_4C-SiC-ZrB_2$	1:0,12:0,11	1:0,10:0,01		

сталлических прекурсоров после варки (табл. 1). Изменения составов стеклокристаллических прекурсоров сравнительно с шихтовыми составами до варки связаны с частичным испарением соединений бора в виде его оксидов или борной кислоты в процессе варки стекла, взаимодействием расплава с материалом тигля — кварцем, а также с ограниченной растворимостью оксидов переходных металлов  $M_xO_y$  в силикатоборатном расплаве при 1400 °С.

Получение расплавов с вязкостью, достаточной для быстрого извлечения расплава из тигля путем слива, при 1400 °С возможно при ограничении содержания  $M_xO_y$  в исходной шихте  $B_2O_3$ -SiO<sub>2</sub>- $M_xO_y$ : TiO<sub>2</sub> и Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> — не более 6 мас. %, ZrO<sub>2</sub> — не более 9 мас. %. Более высокую растворимость в силикатоборатном расплаве среди представленных диоксидов переходных *d*-металлов продемонстрировал TiO<sub>2</sub>.

Из смесей стеклокристаллических прекурсоров с сажей были совместно синтезированы порошки бескислородных тугоплавких соединений в системах B<sub>4</sub>C-SiC-*M*B<sub>2</sub>. Фазовый состав образцов составов BST и BSC представлен искомыми фазами (рис. 3, *a*, б). В порошке состава BSZ зафиксирована примесь в виде ZrO<sub>2</sub> (рис. 3, *в*), что обусловлено нехваткой восстановителя (С и B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) вследствие расшихтовки.

Анализ микроструктур синтезированных смесей составов BST, BSC и BSZ (см. рис. 4) показал присутствие в образцах крупных кристаллов карбида бора (что ожидаемо для составов с превалирующим содержанием B<sub>4</sub>C). В образце BST кристаллы огра-



Рис. 3. РФА образцов ВST (*a*), BSC (б), BSZ (в), синтезированных при 1600 °С с выдержкой 1 ч: ● — B<sub>4</sub>C; ■ — SiC; ● — TiB<sub>2</sub>; ▼ — CrB<sub>2</sub>; ▲ — ZrB<sub>2</sub>; ◇ — ZrO<sub>2</sub>

48



**Рис. 4.** РЭМ-изображения структуры синтезированных порошков BST (*a*, *б*), BSC (*в*, *г*) и BSZ (*∂*, *e*): 1 — B<sub>4</sub>C; 2 — CrB<sub>2</sub>; 3 — ZrB<sub>2</sub>

ничены размером 1 мкм и окружены неагломерированными наночастицами ( $d_{\rm cp} \sim 40$  нм) (см. рис. 4, *a*, *б*). Для составов BSC и BSZ (см. рис. 4, *b*, *c* и рис. 4, *d*, *e* соответственно) наблюдается рост кристаллов карбида бора до  $d_{\rm cp} \sim 4$  мкм, а также размера частиц мелкой фракции: в среднем 280 нм для образца BSC и 390 нм для образца BSZ; отмечено присутствие CrB<sub>2</sub> и ZrB<sub>2</sub> в виде округлых частиц средним размером 0,7 и 1,3 мкм соответственно.

Для сравнения и выявления влияния дополнительной гомогенизации исходной шихты через приготовление стеклокристаллических прекурсоров, оказываемого на дисперсность смесей в системах B<sub>4</sub>C-SiC-MB<sub>2</sub> после синтеза, были подготовлены порошки аналогичных составов BSM\* (обозначены как BST\*, BSC\* и BSZ\*) по технологии совместного синтеза из молотых оксидов, представленной в статье [24] (табл. 2, рис. 5).

Показана более высокая дисперсность порошков BSM перед аналоговыми смесями BSM\*. Вследствие хорошей растворимости диоксида титана в силикатоборатном расплаве размер частиц смеси BST\* характеризуется преимущественно наноразмерной фракцией, модальный диаметр составляет

Таблица 2. Результаты	лазерного	анализа	размера	частиц	смесей	BSM #	BSM*	(коэффициент	пре
ломления $R_i(B_4C) \approx 3,2)$	)								

Система	Наименование Медиана,		Модальный	Среднее	<i>D</i> <sub>ν</sub> ( <i>x</i> )*, мкм			
	состава	МКМ	диаметр, мкм	значение, мкм	D <sub>v</sub> (90)	D <sub>v</sub> (50)	$D_{\nu}$ (10)	
B <sub>4</sub> C-SiC-TiB <sub>2</sub>	BST	0,04	0,03	0,22	10,7	0,04	0,02	
	BST*	2,6	3,4	2,3	8,9	2,6	0,5	
B <sub>4</sub> C-SiC-CrB <sub>2</sub>	BSC	0,9	1,0	0,9	8,5	4,0	1,0	
	BSC*	2,1	2,1	2,0	9,6	2,5	0,4	
$B_4C-SiC-ZrB_2$	BSZ	1,1	1,0	1,0	3,1	1,1	0,3	
	BSZ*	1,3	1,3	1,3	3,6	1,3	0,4	
* <i>D</i> <sub>v</sub> ( <i>x</i> ) — размер объемной доли частиц <i>x</i> , %.								



Рис. 5. Дифференциальные кривые распределения частиц по размеру BSMсмесей (1), синтезированных из стеклокристаллических прекурсоров, и BSM\*смесей (2), синтезированных из молотых оксидов, одного состава: *a* — BST и BST\*; *б* — BSC и BSC\*; *в* — BSZ и BSZ\*

~30 нм. Более крупный размер кристаллов карбида бора (~8 мкм) образца BST, чем определенный по результатам анализа РЭМ-изображений (см. рис. 4, *a*), объясняется проявлением агломерации.

# ЗАКЛЮЧЕНИЕ

50

1. Гомогенизация исходных компонентов осуществлена через их перевод в стеклообраз-

#### Библиографический список

1. **Buyuk, B.** Investigation of behaviour of titanium diboride reinforced boron carbide – silicon carbide composites against Cs-137 gamma radioisotope source by using gamma transmission technique / *B. Buyuk, A. B. Tugrul, A. C. Akarsu, A. O. Addemir //* Proceedings of the International Congress on Advances in Applied Physics and Materials Science (2011, Antalya). — 2012. — Vol. 121. — P. 135–137.

2. Cho, N. Processing of boron carbide : PhD thesis / N. Cho. — Georgia : Georgia Institute of Technology, 2006. — 79 p.

3. *Zhu, B. X.* Hot-press sintering densification, microstructure and properties of SiC-TiB<sub>2</sub>/B<sub>4</sub>C composites / *B. X. Zhu, Y. J. Zhang, H. S. Wang* [et al.] // Key Eng. Mater. — 2014. — Vols. 602/603. — P. 488–493.

4. *Thévenot, F.* Sintering of boron carbide and boron carbide – silicon carbide two-phase materials and their properties / *F. Thévenot //* J. Nucl. Mater. — 1988. — Vol. 152. — P. 154–162.

ное состояние путем совместного плавления в кварцевых тиглях при 1400 °С. Продукты гомогенизации — стеклокристаллические прекурсоры в системах B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-M<sub>x</sub>O<sub>y</sub> (M — Ti, Cr, Zr) с превалирующим содержанием борного ангидрида, характеризуются средним размером частиц в диапазоне 80-120 нм.

2. Для приготовления оксидных расплавов заданной вязкости следует ограничить концентрации оксида металла  $M_xO_y$  в шихте  $B_2O_3$ -SiO<sub>2</sub>- $M_xO_y$ : TiO<sub>2</sub> и Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> — не более 6 мас. %, ZrO<sub>2</sub> — не более 9 мас. %.

3. Снижение доли кристаллической составляющей в стеклокристаллических прекурсорах рекомендуется обеспечить путем перемешивания расплавленной шихты в процессе варки стекла или увеличив максимальную температуру процесса.

4. Синтезированные из стеклокристаллических прекурсоров смеси характеризу-

ются более высокой дисперсностью, чем порошки, полученные из молотых оксидов.

#### \* \* \*

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научных проектов № 18-33-01281 и № 18-53-18014 с использованием оборудования инжинирингового центра СПбГТИ(ТУ).

5. **Орданьян, С. С.** Физико-химический базис создания новой керамики с участием борсодержащих тугоплавких соединений и практика его реализации / С. С. Орданьян, В. И. Румянцев, Д. Д. Несмелов, Д. В. Кораблев // Новые огнеупоры. — 2012. — № 3. — С. 153–156.

**Ordan'yan, S. S.** Physicochemical basis of creating new ceramics with participation of boron-containing refractory compounds and its practical implementation / S. S. Ordan'yan, V. I. Rumyantsev, D. D. Nesmelov, D. V. Korablev // Refract. Ind. Ceram. — 2012. — Vol. 53, № 3. — P. 108–111.

6. **Орданьян, С. С.** О строении систем SiC-B<sub>4</sub>C-*Me*<sup>d</sup>B<sub>2</sub> и перспективах создания композиционных керамических материалов на их основе / *С. С. Орданьян, Д. Д. Несмелов, Д. П. Данилович, Ю. П. Удалов* // Изв. вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. — 2016. — № 4. — С. 41-50.

7. *Удалов, Ю. П.* Получение и абразивные свойства эвтектических композиций в системе B<sub>4</sub>C-SiC-TiB<sub>2</sub> /

Ю. П. Удалов, Е. Е. Валова, С. С. Орданьян // Огнеупоры. — 1995. — № 8. — С. 2, 3.

**Udalov, Yu. P.** Preparation and abrasive properties of eutectic compositions in the  $B_4C$ -SiC-TiB<sub>2</sub> system / Yu. P. Udalov, E. E. Valova, S. S. Ordan'yan // Refractories. — 1995. — Vol. 36,  $\mathbb{N}$  7/8. — P. 233, 234.

8. *Li*, *W.-J.* Preparation of directionally solidified  $B_4C$ -TiB<sub>2</sub>-SiC ternary eutectic composites by a floating zone method and their properties / *W.-J. Li*, *R. Tu*, *T. Goto* // Mater. Trans, JIM. — 2005. — Vol. 46, No 9. — P. 2067–2072.

9. *Guo, Q.-L.* Preparation of  $B_4C-ZrB_2-SiC$  eutectic ceramics by arc melting method / *Q.-L. Guo, J.-G. Li, A.-Y. Peng //* Frontiers of Materials Science. — 2010. — Nº 4. — P. 281–284.

10. Замула, М. В. Электроразрядное спекание тугоплавких композитов систем TiN-AlN и B<sub>4</sub>C-TiB<sub>2</sub> / М. В. Замула, А. В. Деревянко, В. Г. Колесниченко [и др.] // Наноструктурное материаловедение. — 2009. — № 4. — С. 69-76.

11. Сорокин, О. Ю. Керамические композиционные материалы с высокой окислительной стойкостью для перспективных летательных аппаратов (обзор) [Электронный ресурс] / О. Ю. Сорокин, Д. В. Гращенков, С. С. Солнцев, С. А. Евдокимов // Электронный научный журнал «ТРУДЫ ВИАМ». — 2014. — № 6. Режим доступа: http://viam-works.ru/ru/articles?art\_id=675, свободный.

12. *Aldinger, F.* Advanced ceramics and future materials / *F. Aldinger, V. A. Weberruss.* — John Wiley and Sons, 2010. — 520 p.

13. *Mukhopadhyay, A.* Consolidation-microstructureproperty relationships in bulk nanoceramics and ceramic nanocomposites: a review / *A.Mukhopadhyay, B. Basu //* Int. Mater. Rev. — 2007. — Vol. 5, № 5. — P. 257–288.

14. **Андриевский, Р. А.** Наноструктурные дибориды титана, циркония и гафния: синтез, свойства, размерные эффекты и стабильность / *Р. А. Андриевский* // Успехи химии. — 2015. — Т. 84, № 5. — С. 540-554.

Andrievski, R. A. Nanostructured titanium, zirconium and hafnium diborides: the synthesis, properties, size effects and stability / R. A. Andrievski // Russian Chemical Reviews. — 2015. — Vol. 84, № 45. — P. 540–554.

15. **Андриевский, Р. А.** Наноразмерный карбид кремния: синтез, структура, свойства / *Р. А. Андриевский* // Успехи химии. — 2009. — Т. 78, № 9. — С. 889-900.

*Andrievski, R. A.* Nano-sized silicon carbide: synthesis, structure and properties / *R. A. Andrievski //* Russian Chemical Reviews. — 2009. — Vol. 78, № 9. — P. 821–831.

16. *Андриевский, Р. А.* Микро- и наноразмерный карбид бора: синтез, структура и свойства / *Р. А. Ан*-

*дриевский //* Успехи химии. — 2012. — Т. 81, № 6. — С. 549–559.

Andrievski, R. A. Micro- and nanosized boron carbide: synthesis, structure and properties / R. A. Andrievski // Russian Chemical Reviews. -2012. -Vol. 81,  $N_{\rm e}$  6. -P. 549–559.

17. *Khanra, A. K.* Carbothermal synthesis of zirconium diboride  $(ZrB_2)$  whiskers / *A. K. Khanra, L. C. Pathak, M. M. Godkhindi* // Advances in Applied Ceramics. — 2007. — Vol. 106, No 3. — P. 155–160.

18. **Portehault, D.** A general solution route toward metal boride nanocrystals / *D. Portehault, S. Devi, P. Beaunier* [et al.] // Angew. Chem. Int. Ed. — 2011. — Vol. 50, № 14. — P. 3262–3265.

19. **Волкова, Л. С.** Синтез наноразмерного диборида титана в расплаве безводного тетраборнокислого натрия / Л. С. Волкова, Ю. М. Шульга, С. П. Шилкин // Журнал общей химии. — 2012. — Т. 82, № 5. — С. 709-712.

Volkova, L. S. Synthesis of nano-sized titanium diboride in a melt of anhydrous sodium tetraborate / L. S. Volkova, Yu. M. Shulga, S. P. Shilkin // Russ. J. Gen. Chem. - 2012. - Vol. 82, № 5. - P. 819-821.

20. *Kim, J. W.* Mechanochemical synthesis and characterization of  $\text{TiB}_2$  and  $\text{VB}_2$  nanopowders / *J. W. Kim, J.-H. Shim, J.-P. Ahn //* Mater. Lett. — 2012. — Vol. 62, № 16. — P. 2461–2464.

21. *Chamberlain, A. L.* Reactive hot pressing of zirconium diboride / *A. L. Chamberlain, W. G. Fahrenholtz, G. E. Hilmas //* J. Eur. Ceram. Soc. — 2009. — Vol. 29, № 16. — P. 3401–3408.

22. **Nasiri-Tabrizi**, **B**. Effect of processing parameters on the formation of  $TiB_2$  nanopowder by mechanically induced self-sustaining reaction / *B*. Nasiri-Tabrizi, *T*. Adhami, R. Ebrahimi-Kahrizsangi // Ceram. Int. — 2014. — Vol. 40, No 5. — P. 7345–7354.

23. **To**, **D**. Deagglomeration of nanoparticle aggregates via rapid expansion of supercritical or high-pressure suspensions / D. To, R. Dave, X. Yin, S. Sundaresan // AIChE Journal. — 2009. — Vol. 5, № 11. — P. 2807–2826.

24. **Коцарь, Т. В.** Совместный карботермический синтез порошков в системе B<sub>4</sub>C-SiC-TiB<sub>2</sub> / *Т. В. Ко*царь, Д. П. Данилович, С. С. Орданьян, С. В. Вихман // Новые огнеупоры. — 2017. — № 3. — С. 139–143.

**Kotsar, T. V.** Carbothermal synthesis of powders in the B<sub>4</sub>C-SiC-TiB<sub>2</sub> system / *T. V. Kotsar, D. P. Danilovich, S. S. Ordanyan, S. V. Vikhman //* Refract. Ind. Ceram. — 2017. — Vol. 58, № 2. — P. 174–178.

> Получено 17.12.19 © Т. В. Коцарь, Д. П. Данилович, С. С. Орданьян, 2020 г.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ



ICSOBA 2020— 38-я Международная конференция и выставка Международного комитета по изучению бокситов, глинозема и алюминия

12–16 октября 2020 г.

г. Цзинань, Китай

https://icsoba.org/