

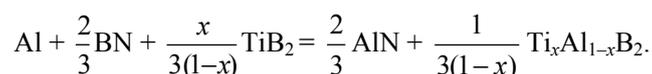
Письма в редакцию

УДК 661.657:548.73

Н. П. Беженар, С. А. Божко, Т. А. Гарбуз, Н. Н. Белявина,
В. Я. Маркив (г. Киев)

Особенности кристаллической структуры диборида титана, образующегося в сверхтвердых композитах системы сBN—Al—TiB₂

Композиционные материалы киборит-2 и киборит-3, разработанные в ИСМ НАН Украины на основе систем сBN—Al и сBN—TiC—Al [1], нашли широкое применение при производстве лезвийного инструмента. Стремление улучшить физико-механические свойства первого из этих материалов побудило авторов ввести диборид титана в состав исходной шихты кубического нитрида бора и алюминия. Результаты исследований [2] показали, что TiB₂ влияет на характер реакционного взаимодействия между сBN и Al и одним из вариантов такого влияния может быть образование твердого раствора по реакции



Однако подтверждение такой возможности требовало более детального рентгеновского исследования фазового состава продуктов синтеза и кристаллической структуры идентифицированных фаз. В связи с этим были проведены эксперименты на модельных двухслойных образцах, при изготовлении которых в ячейку высокого давления послойно загружали порошок диборида титана и шихту состава сBN + 10 % (по массе) Al (толщина каждого слоя составляла 3 мм). Спекание проводили под давлением 7,7 ГПа при температуре 2300 К по двум технологическим режимам: с предварительной пропиткой под давлением алюминием, содержащимся в шихте, и без пропитки.

Спеченные двухслойные пластины исследовали методами рентгеновского фазового и структурного анализов. Дифрактограммы от поверхности образцов со стороны подложки TiB₂ и со стороны киборита-2 записывали на автоматизированном дифрактометре ДРОН-3 (медное фильтрованное излучение) в дискретном режиме — шаг сканирования 0,05°, время экспозиции в каждой точке — 4 с, интервал углов 2θ = 24—140°. Первичную обработку дифракци-

© Н. П. БЕЖЕНАР, С. А. БОЖКО, Т. А. ГАРБУЗ, Н. Н. БЕЛЯВИНА, В. Я. МАРКИВ, 2008

онных данных (положения центров тяжести $K\alpha_1$ пиков и значения их интегральных интенсивностей) проводили методом полнопрофильного анализа [3]. Качественный и количественный фазовый анализ (с уточнением по методу наименьших квадратов периодов кристаллических решеток каждой из идентифицированных фазовых составляющих), а также уточнение параметров кристаллических структур диборидов (коэффициентов заполнения атомами титана и алюминия правильной системы точек $1(a)$ структуры типа AlB_2 , изотропной температурной поправки $B_{\text{изо}}$, текстурного параметра τ) проводили по комплексу программ [3]. Корректность проведенных расчетов контролировали значением фактора расходимости R .

Результаты рентгеновского исследования исходного порошка TiB_2 и модельных двухслойных пластин приведены в таблице. Полученные композиты со стороны диборида титана однофазны и содержат TiB_2 с параметрами кристаллической структуры близкими к параметрам кристаллической структуры исходного порошка. Следует отметить также, что структура TiB_2 содержит некоторое количество вакансий в правильной системе точек, занятой атомами титана.

Результаты рентгеновского исследования двухслойных модельных образцов (сBN + 10 % (по массе) Al)— TiB_2 , спеченых при 7,7 ГПа, 2300 К

Фазовый состав	Периоды решетки $Ti_xAl_{1-x}B_2$, нм		x -доля в $Ti_xAl_{1-x}B_2$		Параметры структуры		R
	a	c	Ti	Al	$B_{\text{изо}}$	τ^{**}	
Литературные данные [4]							
TiB_2	0,3028	0,3228	1,0	—	—	—	—
Исходный порошок							
TiB_2	0,30293(1)	0,32278(1)	0,97(2)	—	0,05(1)	0,90(3)	0,023
Спекание с предварительной пропиткой алюминием							
TiB_2	0,30297(2)	0,32283(1)	0,94(2)	—	0,91(3)	0,76(4)	0,065
cBN(0,862)+AlN(0,111)+ MeB ₂ (0,027)*	0,30263(3)	0,32348(8)	0,76(1)	0,24(1)	1,55(3)	—	0,066
Спекание без предварительной пропитки алюминием							
TiB_2	0,30293(2)	0,32286(3)	0,83(3)	—	0,71(2)	0,68(3)	0,062
cBN(0,877)+AlN(0,083)+ TiC(0,011)+MeB ₂ (0,029)*	0,30223(7)	0,32402(6)	0,40(2)	0,60(2)	0,25(1)	—	0,069
Литературные данные [5]							
AlB_2	0,30050	0,32537	—	0,90	—	—	—

* $MeB_2 = Ti_xAl_{1-x}B_2$. В скобках указано содержание фазовой составляющей по данным количественного фазового анализа (мас. доли).

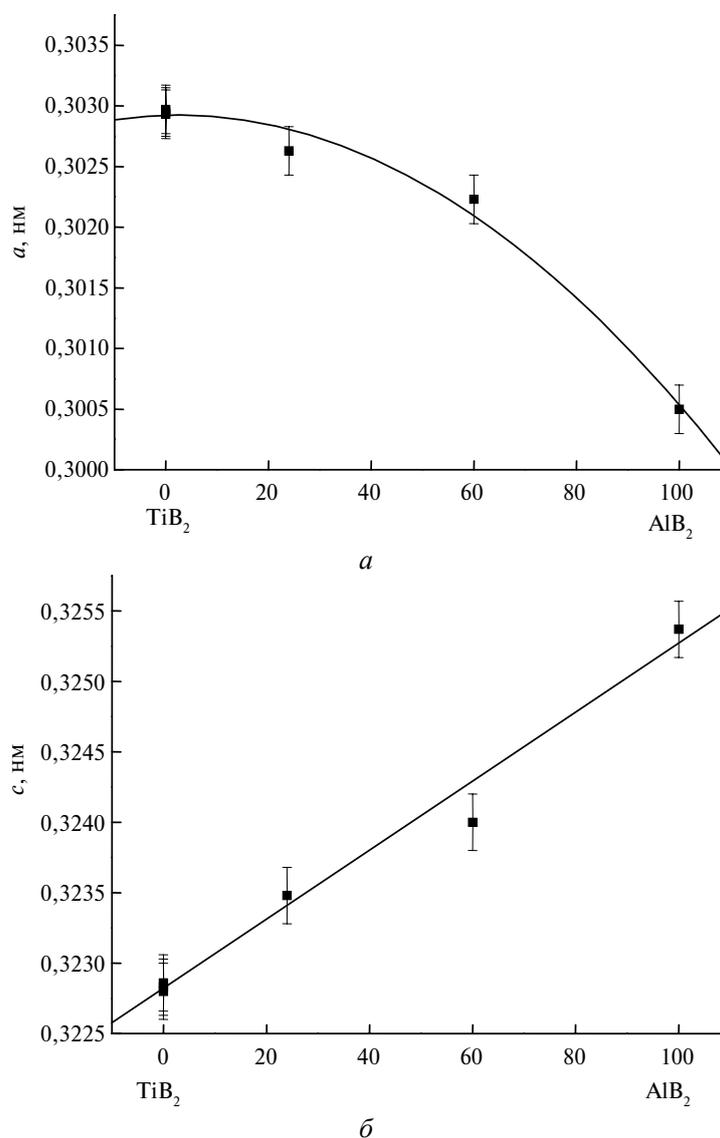
**Ось текстуры [001].

Со стороны шихты cBN—Al исследованные образцы многофазны и содержат кубический нитрид бора cBN, нитрид алюминия AlN, а также диборид MeB_2 , периоды решетки которого занимают промежуточное положение между периодами решетки диборидов TiB_2 и AlB_2 , что может свидетельствовать о существовании в композите твердого раствора $Ti_xAl_{1-x}B_2$. Его образование при спекании образцов в условиях высоких давлений и температур

является результатом реакционного взаимодействия между алюминием и TiB_2 .

Результаты уточнения кристаллической структуры каждого из боридов MeB_2 показывают, что оба металла (титан и алюминий) распределены по правильной системе точек $1(a)$ пространственной группы $P6/mmm$ статистически. Структура MeB_2 полностью укомплектована атомами металлов и бора (вакансии не обнаружены), а количественное соотношение в ней титана и алюминия существенно зависит от технологических режимов спекания (см. таблицу).

На основании полученных результатов о количественном составе боридов $Ti_xAl_{1-x}B_2$ построены графики концентрационных зависимостей периодов их решеток (рисунок).



Концентрационные зависимости периодов кристаллической решетки твердого раствора $Ti_xAl_{1-x}B_2$ в модельных образцах, синтезированных при давлении 7,7 ГПа и температуре 2300 К.

Полученные результаты показывают, что за счет массопереноса титана расплавом алюминия в процессе реакционного спекания шихты (сBN + 10 % Al) — TiB_2 при высоких давлениях и температурах образуются взаимные твердые растворы $Ti_xAl_{1-x}B_2$.

1. Новиков Н. В., Шульженко А. А., Беженар Н. П. и др. Поликристаллические материалы на основе кубического нитрида бора // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: Сб. науч. тр. — Киев: ИСМ НАН Украины. — 2005. — С. 122—128.
2. Беженар Н. П., Божко С. А., Гарбуз Т. А. и др. Спекание при высоких давлениях порошков сBN с добавками тугоплавких соединений // Физика и техника высоких давлений. — 2007. — **17**, № 2. — С. 86—95.
3. Марків В. Я., Білявина Н. М. Апаратно-програмний комплекс для дослідження полікристалічних речовин за їх дифракційними спектрами // Др. Міжнар. конф. “Конструкційні та функціональні матеріали”. КФМ 97: Тез. доп. — Львів, 1997. — С. 260—261.
4. Lundstrom T. Preparation and crystal chemistry of some refractory borides and phosphides // Arkiv Kemi. — 1969. — **31**. — P. 227—266.
5. Burkhard U., Gurin V., Haarmann F. et al. On the electronic and structural properties of aluminium diboride $Al_{10}B_2$ // Solid State Chemistry. — 2004. — **177**. — P. 389—394.

Ин-т сверхтвердых материалов
им. В. Н. Бакуля НАН Украины
Киевский национальный ун-т
им. Тараса Шевченко

Поступило 26.02.08