

**Оценка применимости основных методов научных исследований к исследованию композитов на основе нано- и микрочастиц порошков бора, углерода, алмаза, а также порошков оксидов редкоземельных элементов**

Нисс В.С.<sup>1</sup>, Григорьев С.В.<sup>1</sup>, Волосатиков В. И.<sup>1</sup>, Урбанович В.С.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Белорусский национальный технический университет

<sup>2</sup>ГО «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению»

Для работы в экстремальных термосиловых условиях при обработке материалов во многих случаях рационально использовать только композиты на основе керамических материалов, например, карбидов, нитридов, боридов или сложных составов на их основе, а также оксидов редкоземельных элементов. Но подобные керамические материалы в процессе их преобразования в изделия нетехнологичны, и получение из них высокоплотных материалов стандартными методами порошковой металлургии связано со значительными трудностями.

Одним из путей преодоления данных трудностей является синтез керамических композитов из порошковой шихты, состоящей из нано- и микроразмерных порошков вышеназванных компонентов в заранее заданных пропорциях. Особый интерес вызывает синтез композиционных материалов в процессе их создания при высоких давлениях и температурах в течение ограниченного короткого промежутка времени. Несмотря на короткие временные интервалы проведения технологического процесса керамические композиты, полученные с использованием такой технологии из порошковой шихты, в процессе синтеза или спекания претерпевают целый ряд структурных превращений.

Каждая структурная составляющая создаваемого композита будет иметь строго определённые физико-механические характеристики. Для создания оптимальной структуры, которая будет обеспечивать требуемые эксплуатационные характеристики необходимо синтезировать определённые фазы и спрогнозировать появление этих фаз в заранее заданном соотношении.

Наряду с простыми карбидами, нитридами, боридами, а также сложными карбоборидами и карбонитридами, оксидами редкоземельных элементов в разрабатываемых материалах, получаемых синтезом при высоких давлениях и температурах необходимо учитывать возможность и контролировать появление определённого процента непрореагировавших исходных компонентов, а также в некоторых случаях выявлять образование окисленных фаз в конечных продуктах, которые могут снизить комплекс физико-механических характеристик разрабатываемых материалов.

Для создания композита, который будет оптимизирован для работы в заданных условиях эксплуатации необходимо выполнить оптимизацию фазового состава, микро- и наноструктуры, тонкой структуры на всех основных этапах технологического процесса изготовления керамического композита от приготовления шихты до получения готового изделия.

Оптимизация вышеуказанных параметров возможна с использованием специальных методов научных исследований. Основными методами исследования в настоящее время являются: оптическая микроскопия, сканирующая зондовая микроскопия, сканирующая электронная микроскопия, электронография, энергодисперсионная и волнодисперсионная спектроскопия, при помощи которых определяют химический состав в среднем по площади или в отдельных точках (микро-зондовый анализ), дифрактометрический анализ фазового состава и параметров тонкой структуры, дифракция обратно-отражённых электронов, определение микротвёрдости, дилатометрия.

Применение оптической микроскопии для анализа микроструктуры наноразмерных материалов будет крайне затруднительно из-за физических ограничений по разрешающей спо-

способности светового излучения при увеличении изображения полированной поверхности образцов более 1800 крат, а также невозможности проводить исследования порошковой шихты из-за недостаточной глубины резкости получаемых изображений.

Сканирующая зондовая микроскопия позволит с высокой точностью измерить образующиеся размеры зерен фаз образующихся композитов после проведения операций синтеза соединений, однако она не даёт возможности определить элементный состав синтезированных кристаллитов.

Сканирующая электронная микроскопия с использованием волнодисперсионного или энергодисперсионного микроанализа позволит выявлять особенности микро- и наноструктуры материалов с одновременным определением химического состава композита в конкретных точках интереса на поверхности микрошлифа или излома образца композита, но в силу особенностей методики не способна определять фазовый состав композитов и порошковой шихты, а также особенности тонкой структуры материалов.

Использование метода дифракции обратно-отражённых электронов на сканирующем электронном микроскопе позволяет определять фазовый состав только для идеально подготовленной поверхности после проведения ионного травления микрошлифа с целью выявления границ зёрен и удаления дефектных участков и не позволяет исследовать параметры тонкой структуры образующихся в композите фаз.

Получение электронограмм поверхности образцов требует очень сложной, длительной и малопроизводительной подготовки поверхности образцов и последующего использования просвечивающего электронного микроскопа, что в современных условиях оснащения оборудованием научных лабораторий Беларуси представляется весьма затратной методикой.

Дифрактометрический анализ исходной шихты и синтезированных композитов позволяет определить фазовый состав и параметры тонкой структуры композитов и исходной порошковой шихты, но не позволяет визуально оценить распределение фаз, форму и размеры синтезируемых зёрен, и другую информацию, связанную с морфологией поверхности образцов.

В результате анализа особенностей наиболее востребованных методов научных исследований выяснено, что для успешного проведения исследования микро- и наноструктуры синтезируемых композитов и исходной шихты целесообразно совместное применение сканирующей электронной микроскопии с микро-зондовым анализом и методов дифрактометрии. Сканирующая электронная микроскопия позволит определить форму, размеры частиц и зёрен шихты и материалов, метод микро-зондового анализа – определить элементный состав в отдельных структурных составляющих шихты и композиционного материала, а метод рентгеновской дифрактометрии позволит определить качественный и количественный фазовый состав порошковых и синтезированных материалов, а также изучит параметры тонкой структуры и кинетику их изменения.

Применение выбранных оптимальных методов исследования при изготовлении керамических изделий из порошковых композиций на основе бора, графита, алмаза, а также шихты из порошков на основе редкоземельных элементов показало высокую эффективность получения наглядных результатов научных исследований, которые можно с успехом использовать при отработке, корректировке и оптимизации технологии изготовления новых эффективных материалов методом высокоскоростного спекания под действием высоких давлений.