

6. Baranau, V., & Tallarek, U. (2014). Random-close packing limits for monodisperse and polydisperse hard spheres. *Soft Matter*, 10, 3826–3841. <https://doi.org/10.1039/C3SM52959B>.
7. Farr, R. S., & Groot, R. D. (2009). Close packing density of polydisperse hard spheres. *J. Chem. Phys.*, 131, 244104. <https://doi.org/10.1063/1.3276799>.
8. Farr, R. S. (2013). Random close packing fractions of lognormal distributions of hard spheres. *Powder Technol.*, 245, 28–34. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2013.04.009>.
9. SpherePack1D. (b.d.). <http://sourceforge.net/projects/spherepack1d/>.
10. Kulich, V. G. (2009). *Optimizacia parametrov struktury samosvyazannogo karbida kremniia povyshhnoy udarostojkosti [Optimization of the structural parameters of self-bonded silicon carbide with increased impact resistance]*. [Extended abstract of candidate's thesis]. Kyiv [in Russian].

УДК 622.24.051:536.2

DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-251-263

**В. А. Дутка**, канд. техн. наук; **А. Л. Майстренко**, член-кор. НАН України;  
**В. Г. Кулич**, **О. С. Васильчук**, кандидати технічних наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України,  
вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, email: vadutka@ukr.net*

## **МОДЕЛЮВАННЯ ТЕПЛООВОГО СТАНУ КОМІРКИ ТЕХНОЛОГІЧНОГО ВУЗЛА ПРИ ЙОГО КОНСТРУЮВАННІ ДЛЯ СПІКАННЯ ПІД ТИСКОМ МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ КАРБІДУ БОРУ**

*Запропоновано конструкцію комірки технологічного вузла для високошвидкісного спікання під тиском (ВШСТ) матеріалів на основі карбїду бору. Розглянуто різні варіанти конструкції комірки. Виконано комп'ютерне моделювання теплового стану комірки при ВШСТ порошкових зразків на основі карбїду бору. Показано, що шляхом варіації розмірів і матеріалів елементів комірки можна забезпечити термостійкість силових елементів комірки в процесі спікання і суттєво локалізувати в її об'ємі область високих температур. За результатами моделювання було реалізовано конструкції комірки для здійснення процесу ВШСТ матеріалів на основі карбїду бору при тисках 100–400 МПа та температурах 1900–2200 К. Результати прогнозування термостійкості силових елементів комірки узгоджуються з результатами лабораторних експериментів.*

**Ключові слова:** карбїд бору, спікання під тиском, конструкція комірки, термостійкість, моделювання.

### **Вступ**

На даний час карбїд бору є одним із надтвердих матеріалів, виробу на основі якого використовуються в сферах виробництва, техніки, військового застосування при високих теплових та механічних навантаженнях [1–5]. Тому і надалі триває розробка способів спікання порошків на основі В<sub>4</sub>С з метою отримання міцних виробів. Кожний з цих способів базується на застосуванні режимів спікання, в яких певним чином поєднуються їх теплові, силові та

часові характеристики. Залежно від їх поєднання використовуються відповідні конструкції робочої комірки технологічного оснащення для спікання.

За наявними публікаціями можна умовно виділити три загальні варіанти підходу до конструювання комірки залежно від величини тиску: 1) при спіканні при тисках до 80–100 МПа використовують графітові конструктивні елементи комірки – пуансони та прес-форму [1–7]; 2) при спіканні при тисках 200...1000 МПа використовують пуансони з міцніших від графіту матеріалів – вольфраму, молібдену, твердих жароміцних сплавів, карбиду кремнію [8–12]; 3) при спіканні при високих тисках 2–6 ГПа використовують відповідні конструкції комірки апаратів високого тиску та її елементи з твердого сплаву, графіту, пірофіліту і т. ін. [13–16]. Використання конструкцій 1-го варіанту обмежено величиною міцності графіту на стиск – 100 МПа. Використання конструкцій 3-го варіанту пов'язано зі значними витратами матеріалів та енергії для проведення процесу спікання. Використання проміжного між ними, 2-го варіанту підходу до конструювання комірки дає змогу змінювати у відносно широких межах параметри процесу спікання без значних витрат на його реалізацію. Останні 20 років конструкції цього варіанту інтенсивно розробляються та використовуються для спікання тугоплавких матеріалів при тисках в діапазоні 200–1000 МПа та температурах 1500–2300 К [8–12]. В багатьох випадках ці розробки базуються на модернізації установок для SPS-спікання [8–10], де для силових елементів замість графітових матеріалів вибрано міцніші – карбіди вольфраму і кремнію. В окремих випадках використовуються силові елементи з молібденових сплавів [11] та карбиду кремнію [12]. Останнім часом робочу комірку установок спікання під тиском конструктивно монтують у вакуумних камерах, що дає змогу як підвищити якість спечених зразків, так і забезпечити термостійкість її елементів [3–10].

При розробці конструкції комірки технологічного вузла для реалізації процесу спікання є важливим використання моделювання та прогнозування в ній розподілу та динаміки температурного поля для забезпечення термостійкості її робочих елементів. Це дає змогу оперативного проаналізувати різні варіанти конструкції та режими спікання, визначити шляхи вирішення проблеми та суттєво зекономити енергію і матеріали.

Метою даної роботи є розробка комірки технологічного вузла для процесу високошвидкісного спікання під тиском 100–400 МПа і моделювання при цьому температурного поля в комірці для забезпечення термостійкості її силових елементів.

### **Математична модель**

Як показують результати робіт [6, 11, 16–18], шляхом зміни розмірів та матеріалів елементів комірки установки спікання можна реалізувати такі умови: 1) створити в зразку, що спікається, потрібний температурний режим, 2) забезпечити термостійкість силових елементів комірки в процесі спікання, 3) мінімізувати теплові витрати. Очевидно, що якраз реалізація умови 2) дає змогу здійснити процес спікання. Варто зазначити, що забезпечення термостійкості силових елементів комірки – пуансонів, при спіканні матеріалів при високих температурах 2000–2200 К і тисках 100–400 МПа є нетривіальним завданням вибору матеріалу пуансонів та геометричних параметрів елементів комірки [8–11, 17, 18]. По суті, забезпечення термостійкості пуансонів полягає в створенні умов недопущення їх перегріву [17] (термостійкість – це рівень температури, вище від якого матеріал починає різко втрачати міцність).

Для реалізації процесу ВШСТ було розроблено конструкцію комірки технологічної установки таким чином, щоб забезпечити потрібний діапазон зміни електричних та термосилових параметрів процесу і забезпечити термостійкість її силових елементів – пуансонів. Один із варіантів конструкції комірки наведено на рис. 1. Для створення робочого тиску в зразку та у якості струмопідводів до комірки у різних варіантах її конструкції

використовуються пуансони з вольфраму W або карбіду вольфраму WC, карбіду кремнію SiC або жароміцного сплаву ХН77ТЮР [19].

Для визначення параметрів режимів спікання при використанні кожної схеми комірки і забезпечення термостійкості пуансонів проводилось комп'ютерне моделювання електронагріву та температурного поля в її об'ємі.

Осесиметрична модель електричного і температурного полів в розрахунковій області комірки складається з рівнянь квазістационарної електропровідності та нестационарної теплопровідності

$$\nabla \cdot (\sigma \nabla U) = 0, \quad c\gamma \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot (\lambda \nabla T) + \sigma (\nabla U)^2, \quad (1)$$

де  $U = U(r, z, t)$ ,  $T = T(r, z, t)$  – відповідно діюча величина електричного потенціалу і температура в момент часу  $t$  в точці з координатами  $r$  і  $z$  в циліндричній системі координат;  $\nabla$  – диференціальний оператор “набла”;  $\sigma$ ,  $\gamma$ ,  $c$  і  $\lambda$  – питома електропровідність, густина, питома теплоємність і коефіцієнт теплопровідності відповідно, які є функціями температури і координат точки.

Рівняння (1) доповнюються початковими умовами

$$\begin{aligned} U(r, z, 0) &= 0, \\ T(r, z, 0) &= T_0 \end{aligned} \quad (2)$$

у всій розрахунковій області; граничними умовами – на поверхнях  $S_{AB}$  і  $S_{LK}$  контакту опорних плит із плитами від пресу технологічного вузла (рис. 1)

$$U(r, z, t) = f(t),$$

$$\lambda \frac{\partial T}{\partial n}(r, z, t) = \alpha_1 (T_c - T), \quad (r, z) \in S_{AB} \cup S_{LK}; \quad (3)$$

$$U(r, z, t) = 0, \quad (r, z) \in S_{LK}; \quad (4)$$

умовами симетрії на осі симетрії  $Oz$

$$\frac{\partial U}{\partial n}(r, z, t) = 0, \quad \frac{\partial T}{\partial n}(r, z, t) = 0, \quad (r, z) \in AL \quad (5)$$

та граничними умовами на решті поверхонь контакту  $S_{BC-LK}$  елементів комірки із зовнішнім газовим середовищем

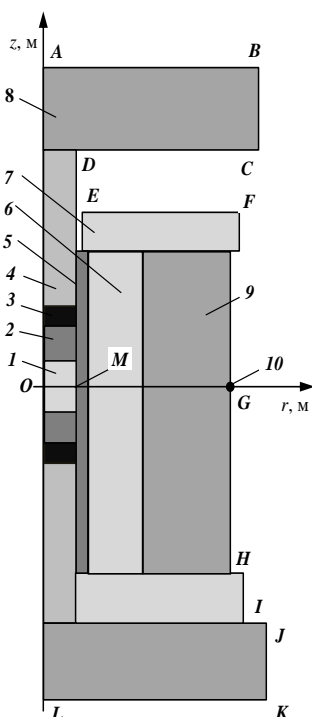


Рис. 1. Схема розрахункової області конструкції робочої комірки (половина осевого перетину): 1 – зразок (на основі  $W_4C$ ), 2 – контактний диск (графіт МПГ-6 або SiC), 3 – контактний шар (лускатий графіт або SiC), 4 – пуансони (W або WC або сплав ХН77ТЮР), 5 – контейнер-нагрівач (МПГ-6), 6, 7 – електротеплоізоляційні циліндр та плита ( $ZrO_2$  або літографський камінь), 8 – опорна плита (сталь 35ХГСА), 9 – силова обойма (сталь 35ХГСА), 10 – термонара

$$\sigma \frac{\partial U}{\partial n}(r, z, t) = 0, \quad \lambda \frac{\partial T}{\partial n}(r, z, t) = \alpha_2(T_C - T), \quad (r, z) \in S_{BC-JK}; \quad (6)$$

де  $T_0$  – початкова температура (293 К),  $T_C$  – температура зовнішнього газового середовища (293 К);  $\alpha_1 = 200$  Вт/(м<sup>2</sup>·град) – ефективний коефіцієнт теплообміну опорної плити із плитою від пресу, розрахований аналогічно [11] на основі закону збереження тепла на поверхні контакту опорної плити з плитою від пресу,  $\alpha_2 = 15$  Вт/(м<sup>2</sup>·град) – коефіцієнт конвективного теплообміну із зовнішнім повітряним середовищем, визначений аналогічно [11].

На сильно нагрітих поверхнях контакту  $S_{CD-GH}$  елементів комірки із зовнішнім середовищем задавали граничні умови теплового випромінювання

$$\lambda \frac{\partial T}{\partial n}(r, z, t) = \varepsilon \sigma (T_C^4 - T^4), \quad (r, z) \in S_{CD-HI}; \quad (7)$$

де  $\varepsilon = 0,7$  – вибрана середня випромінювальна здатність в точці поверхні,  $\sigma$  – стала Стефана-Больцмана. На поверхнях контакту елементів робочої комірки нехтували контактними тепловими і електричними опорами.

Значення теплофізичних властивостей матеріалів комірки було вибрано аналогічно з [11] та [19]. При моделюванні властивостей матеріалу зразка використано залежність його відносної щільності  $\rho$  від температури (рис. 2), отриману за експериментальними даними [20] зміни в часі пористості та температури зразка із суміші 90% В4С + 10% ТiВ<sub>2</sub>.

З урахуванням відносної пористості  $\theta(T) = 1 - \rho(T)$  властивості матеріалу зразка обчислювалися аналогічно [11]

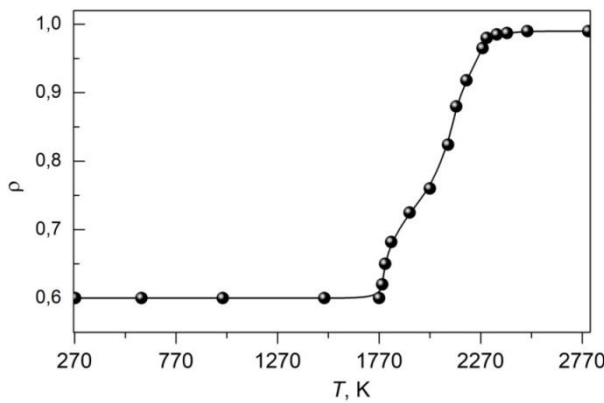


Рис. 2. Перерахована залежність відносної щільності матеріалу зразка від температури в процесі спікання

$$\gamma(T) = \rho(T)\gamma_c(T), \quad C(T) = \rho(T)C_c(T), \quad (8)$$

$$\lambda(T) = \lambda_c(T) \left( 1 - \frac{3}{2}\theta(T) - \frac{1}{2}\theta^2(T) \right), \quad (9)$$

$$\sigma(T) = \sigma_c(T) \frac{1 - \theta(T)}{1 + 2\theta(T)}, \quad (10)$$

де  $\gamma_c(T)$ ,  $C_c(T)$ ,  $\lambda_c(T)$ ,  $\sigma_c(T)$  – густина, питома теплоємність, коефіцієнт теплопровідності та питома електропровідність суцільного матеріалу.

### Результати обчислень та їх обговорення

В комп'ютерній реалізації моделі (1)–(10) використовується метод скінченних елементів. Область (рис. 1) розбивається на елементи з квадратичною апроксимацією електричного потенціалу та температури зі згущенням елементів у місцях прогнозованих високих градієнтів.

Для кожної схеми комірки спочатку в результаті комп'ютерних експериментів було визначено режим електричної напруги  $U = U(t)$  для реалізації процесу нагрівання зразка з

постійною швидкістю до температури витримки близько 2200 К за 240 с та подальшій витримці при цій температурі протягом 180 с. В обчисленнях та в експериментах для пуансонів було вибрано матеріали – вольфрам W, карбід вольфраму WC і жароміцний сплав ХН77ТЮР (стара назва EI437Б), а для контактних диску і шару – графіт МПГ-6, лускатий графіт і карбід кремнію. Нижче наведено результати обчислень для розглянутих трьох варіантів вибору матеріалів і розмірів елементів комірки.

**1) Пуансони – із вольфраму, контактні диск і шар – із графіту МПГ-6 і лускатого графіту відповідно**

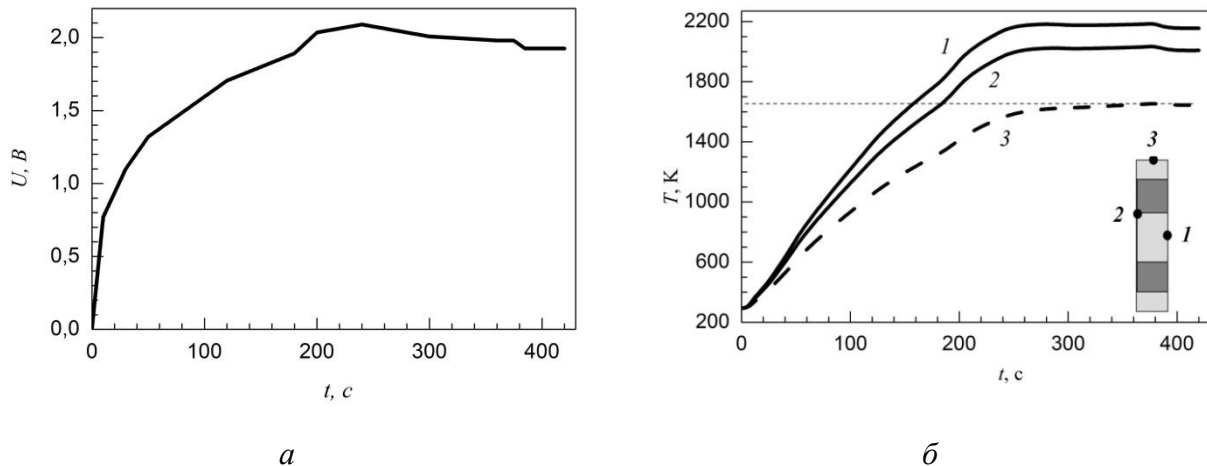


Рис. 3. Графіки зміни в часі прикладеної до комірки електричної напруги (а) та температури (б) в центрі бічної поверхні (1) зразка, в центрі торця (2) зразка і на торці пуансону (3).

На рис. 3, а наведено графік визначеного режиму для електричної напруги  $U = U(t)$  при використанні в комірці пуансонів із вольфраму, та для цього ж режиму графіки зміни в часі обчисленої температури в трьох характерних точках комірки – в центрі зовнішньої поверхні зразка (точка 1), в центрі торця зразка (точка 2) та в центрі половини осьового перетину нижнього торця пуансону (точка 3) (рис. 3, б).

Картини розподілу температури в усій розрахунковій області, її фрагменти і в зразку зображено відповідно на рис. 4, а, б і в. З рис. 4 бачимо, що вказані точки 1, 2 і 3 є характерними для даної схеми: в точці 1 досягається найбільша температура в зразку, в точці 2 – близька до найменшої температура в зразку, а в точці 3 – близька до найбільшої температура в пуансоні. Тому за температурою в цих точках можна відстежувати прогнозування температурного режиму зразка і пуансонів під час спікання.

Як видно з рис. 3, на всій стадії витримки зберігаються майже постійними перепади температури між указаними характерними точками: між точками 1 і 2 – перепад температури в зразку – 170 градусів, між точками 1 і 3 – різниця між максимальними температурами в зразку і пуансоні – 620 градусів. Причому максимальна температура в пуансонах утримується на рівні 1650 К, що значно менше від температури термостійкості вольфраму 1870 К [21]. Відомо, що із захисним покриттям або в інертних газових середовищах чи у вакуумі термостійкість вольфрамових деталей є значно більшою і перевищує 2273 К.

Таким чином, при визначеному режимі для електричної напруги і відповідному йому температурному режимі (рис. 3) в процесі ВШСТ матеріалів на основі карбиду бору забезпечується термостійкість пуансонів із вольфраму.

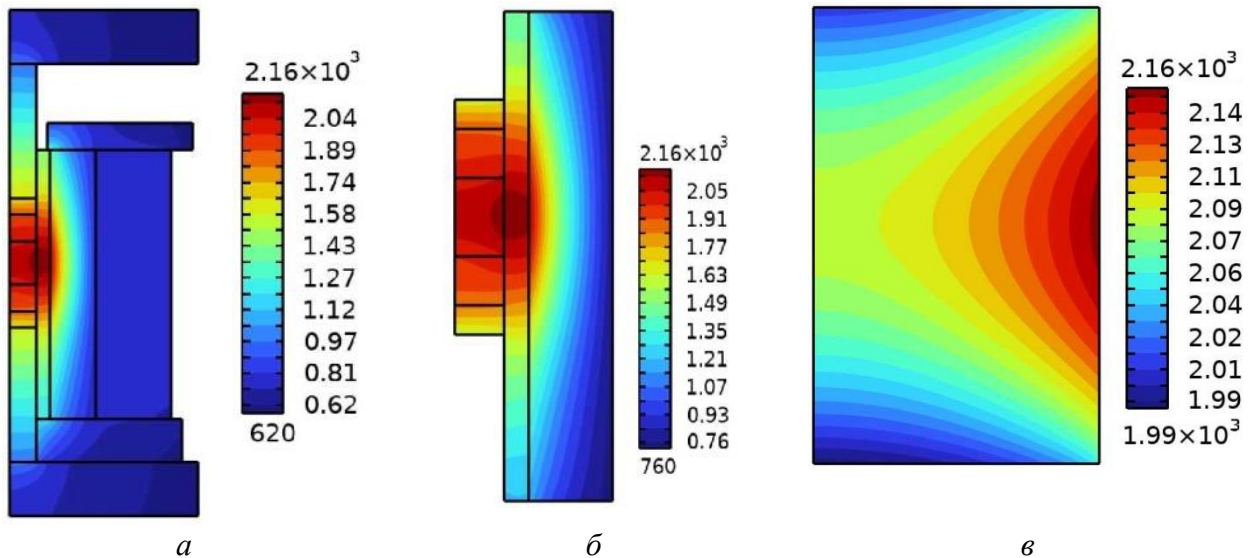


Рис. 4. Обчислений розподіл температури ( $T$ , К) на момент часу 420 с – закінчення витримки: в осьовому перетині всієї комірки (а), у фрагменті комірки із зразком (б) та в самому зразку (в).

Із рис. 4 бачимо, що найбільша густина теплових джерел і, відповідно, зона максимальних температур знаходиться в зразку і поблизу зразка, а картина температури в ньому майже симетрична відносно площини серединного перетину (що містить вісь  $Oz$ , рис. 1). Це означає, що елементи комірки, які формують теплове поле, розташовані коректно. Таке їх розташування дає змогу локалізувати теплові джерела в об'ємі комірки (рис. 4, а, б) та мінімізувати перепад температури в зразку (рис. 4, в). Як показали результати комп'ютерних експериментів, локалізація теплових джерел в контейнері-нагрівнику біля зразка реалізується завдяки вибору матеріалу пуансону – вольфраму, із суттєво меншим (в кілька разів) питомим електроопором від матеріалу контейнера – графіту МПГ-6.

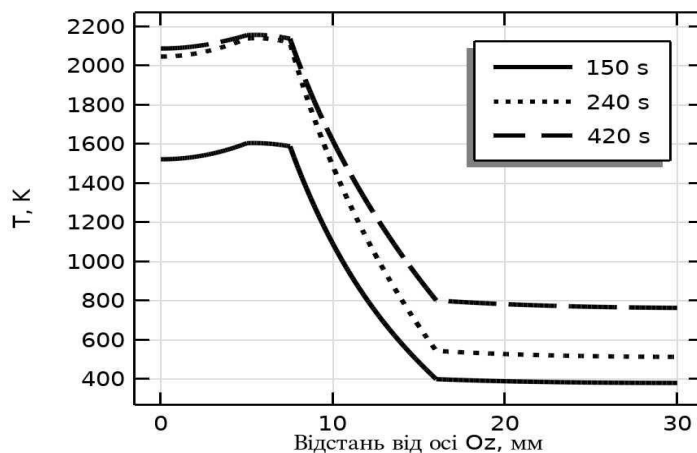


Рис. 5. Обчислений розподіл температури ( $T$ , К) вздовж серединної лінії  $Oz$  осьового перетину комірки (рис. 1) в різні моменти часу: 150 с – при нагріванні зразка з постійною швидкістю, 240 с – на початку витримки, 420 с – при завершенні витримки.

плином часу зберігається: адже, як бачимо з рис. 5, рівень температури в сталевій обоймі на завершенні витримки не перевищує 800 К, що також забезпечує її термостійкість.

Зменшити рівень температури на нижньому торці верхнього пуансону і на верхньому торці нижнього пуансону можна, віддаливши ці торці від зони найбільших температур в

комірці. Для цього в комп'ютерному експерименті було вибрано контактні диски з більшою висотою  $h_{kd} = 10$  мм. Для реалізації температурного режиму зразка (нагрівання зразка з постійною швидкістю до 2200 К за 240 с та подальшій витримці при цій температурі протягом 180 с) всі значення режиму електричної напруги (рис. 3, а) було збільшено на 14 %. В результаті максимальна температура пуансонів під час витримки зменшилась на 100 градусів – до 1550 К, а перепад температури в зразку зменшився на 40 градусів – до 130 градусів.

Всі наведені нижче результати отримані при  $h_{kd} = 10$  мм.

## 2) Пуансони – із вольфраму, контактні диск і шар – із карбіду кремнію.

Оскільки міцність на стиск графітових матеріалів не перевищує 100 МПа [3, 7], то для здійснення спікання при тисках, більших від 100 МПа, для контактних диску і шару потрібно використати міцніший термостійкий матеріал. В дослідженнях ці елементи комірки були вибрані з карбіду кремнію SiC, температура плавлення якого дорівнює 2813 К, а міцність на стиск при високих температурах – 500–00 МПа [22]. За такого вибору отримано наступні результати.

Оскільки питомий електроопір карбіду кремнію більший, ніж графіту МПГ-6, то в даному випадку за результатами комп'ютерних експериментів для реалізації режиму нагріву зразка було збільшено режим для електричної напруги (рис. 3, а) на 34 %. Внаслідок цього в контактному диску і шарі збільшується потужність теплових джерел, що приводить до зменшення перепаду температури в зразку (рис. 6, а та графіки 1 і 2 на рис. 6, б) – до 80 градусів. Крім того, зменшується також рівень температури в пуансонах (рис. 6, б, графік 3) – до 1500 К, так як завдяки меншій середній температуропровідності карбіду кремнію ( $a = \lambda / (C_p \gamma) = 0,9 \cdot 10^{-5} \text{ м}^2/\text{с}$ ), ніж графіту МПГ-6 ( $2,2 \cdot 10^{-5} \text{ м}^2/\text{с}$ ), зменшується відтік тепла від зони максимальних температур біля зразка до пуансонів. Отже, в цьому випадку також вдається забезпечити термостійкість пуансонів.

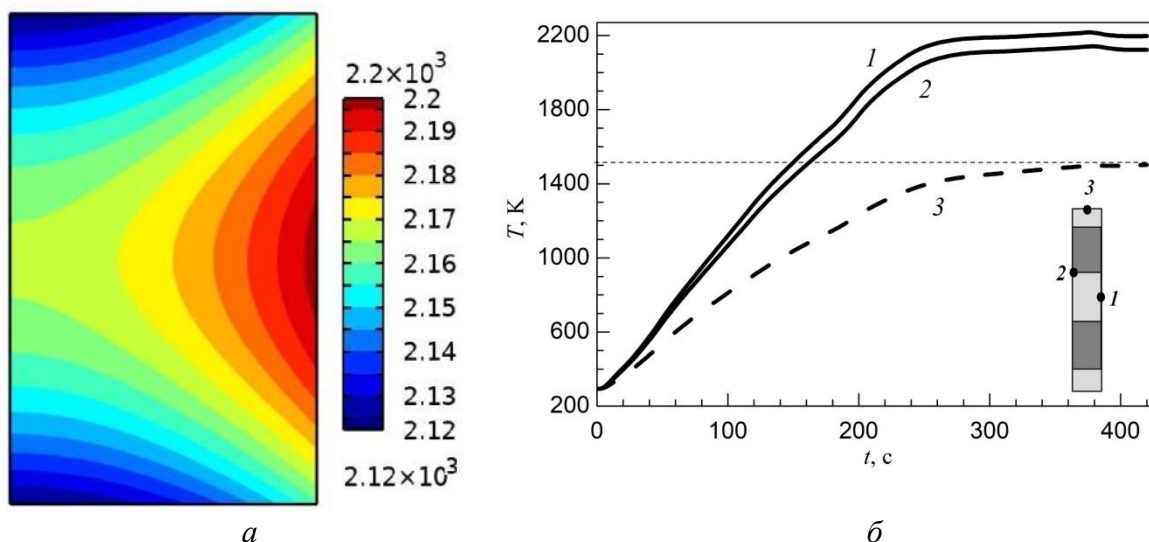


Рис. 6. Обчислений розподіл температури в зразку на момент завершення витримки 420 с (а) та графіки зміни температури в часі в трьох характерних точках комірки (б): в центрі бічної поверхні (1) зразка, в центрі торця (2) зразка і на торці пуансону (3)

На рис. 7 наведено графіки обчисленого розподілу температури ( $T$ , К) вздовж серединної лінії  $OG$  осьового перетину комірки (рис. 1) в різні моменти часу. Звідси, як і з рис. 5, видно, що на цій лінії по товщині стінки графітового контейнера-нагрівача – від точки М (з

радіальною координатою  $r = 5$  мм) його контакту з поверхнею зразка (рис. 1) до точки його контакту з поверхнею ізолятора ( $r = 7,5$  мм) – температура є майже постійною. Так само

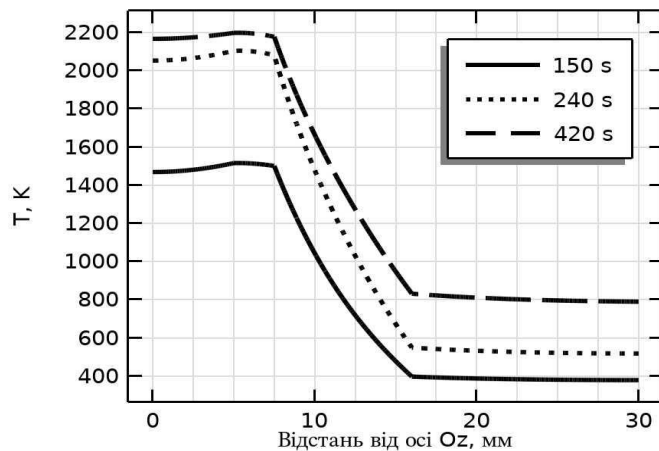


Рис. 7. Обчислений розподіл температури ( $T$ , K) вздовж серединної лінії  $OG$  осьового перетину комірки (рис. 1) в різні моменти часу: 150 с – при нагріванні зразка з постійною швидкістю, 240 с – на початку витримки, 420 с – на завершених витримки

температура є майже постійною на цій лінії по товщині стінки сталеві обійми – від точки її контакту з поверхнею ізолятора ( $r = 16$  мм) до точки на її зовнішній поверхні ( $r = 30$  мм). Причому, як видно з рис. 5 і 7, між величиною температури в точці розташування термопари  $G$  і величиною температури в точці  $M$  поверхні зразка в кожен момент часу при нагріві і витримці можна встановити взаємно однозначну відповідність. Звідси випливає, що використовуючи таку відповідність в комп'ютерній моделі, можна за результатами вимірювання температури в точці  $G$  визначити температуру на поверхні зразка в точці  $M$  (рис. 1).

### 3) Пуанسونи – зі сплаву $XH77TЮP$ або з карбиду вольфраму $WC$ , контактні диск і шар – із карбиду кремнію $SiC$

Альтернативою вольфраму і карбиду вольфраму як матеріалам для пуансонів комірки може бути жароміцний сплав  $XH77TЮP$  [19]. Для реалізації такої альтернативи було виконано серію комп'ютерних експериментів для різних варіантів конструкції комірки та режимів електричної напруги. За результатами цих експериментів вибрано конструкцію комірки (див. рис. 8, а) та режим електричної напруги, який отримано збільшенням початкового режиму (рис. 3, а) в 2,89 разів. Розміри зразка – такі ж, як вказано вище, товщину стінки контейнера-нагрівача вибрано в межах 0,8–1,8 мм, а розміри інших елементів можна визначити за пропорціями з рис. 8, а. На рис. 8, б і 8, в наведено розподіл температури у комірці та в зразку на момент 420 с завершення витримки. Як бачимо з рис. 8, б, завдяки такій конструкції комірки вдалось локалізувати температурне поле в зразку і в нагрівачі біля нього. По мірі віддалення від цього місця температура швидко знижується. Тому в пуансонах вдалось досягнути значно нижчого рівня температури – 1320 К (рис. 9, а), ніж у всіх попередніх варіантах, що не перевищує термостійкість матеріалу пуансонів. В зразку (рис. 8, в) розподіл температури майже симетричний відносно серединної площини, а перепад температури складає 50 градусів, що є меншим порівняно з попередніми варіантами.

Для цих же схеми комірки (рис. 8, а) і режиму електричної напруги був проведений комп'ютерний експеримент з пуансонами з карбиду вольфраму. На рис. 9 наведено графіки зміни в часі температури в трьох характерних точках – зразка (1 і 2) і пуансона (3), для схеми комірки з пуансонами зі сплаву  $XH77TЮP$  (а) і для схеми комірки з пуансонами з карбиду вольфраму (б). З рис. 9, а видно, що при досягненні в зразку температури витримки 2200 К максимальна температура в пуансонах не перевищує 1320 К, що менше навіть від температури утворення окалини [19] для цього сплаву.

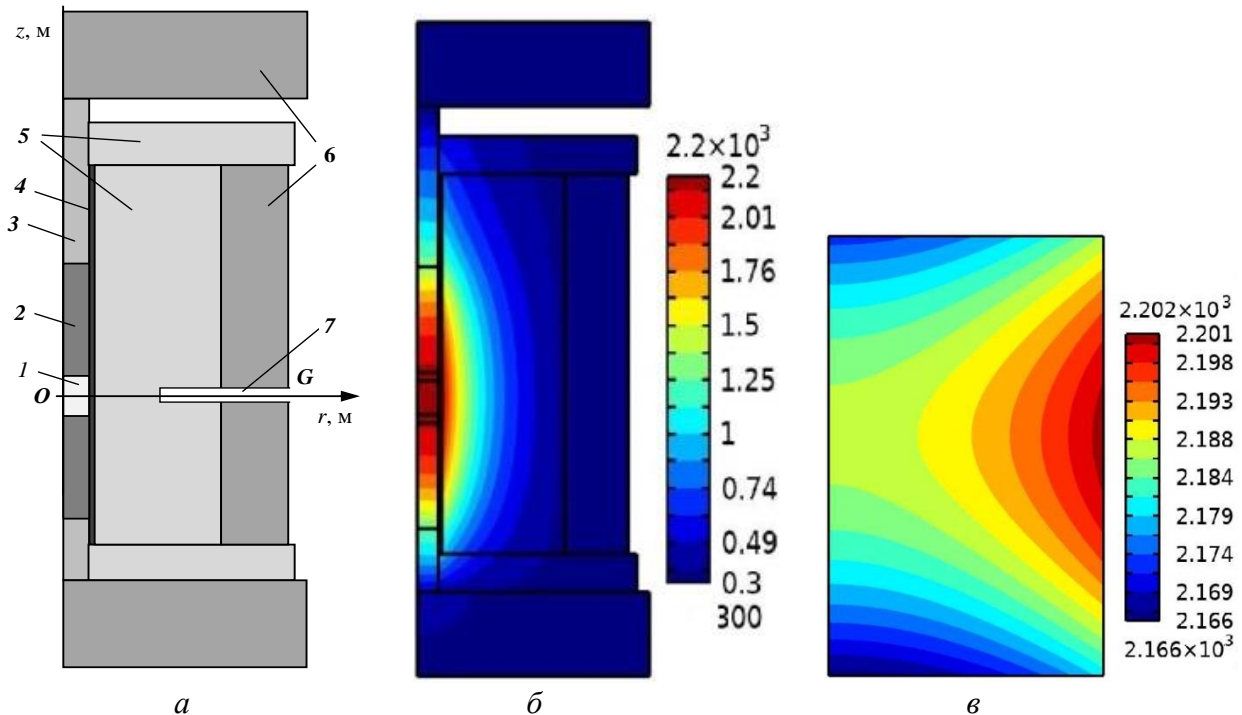


Рис. 8. Схема комірки технологічного вузла (а): 1 – зразок, 2 – контактний циліндр (SiC), 3 – пуансон (XH77TiO або WC), 4 – нагрівач (МПГ-6), 5 – (ZrO<sub>2</sub>), 6 – 35XGSA, 7 – отвір для вимірювання температури; обчислений розподіл температури в усій схемі комірки (б) та у зразку (в) на завершення витримки (матеріал пуансона – XH77TiO)

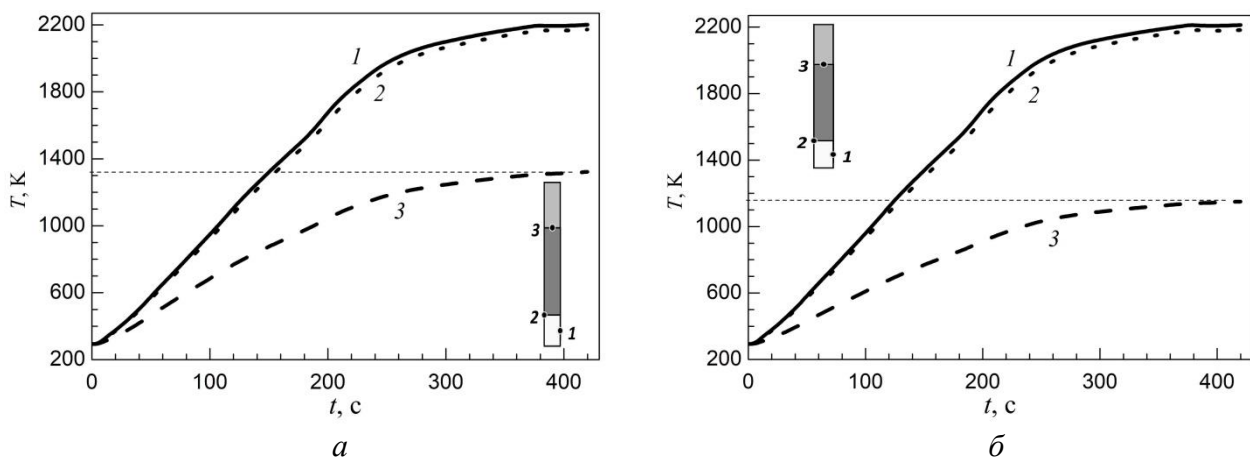


Рис. 9. Графіки зміни в часі обчисленої температури в трьох характерних точках зразка і пуансона: а – пуансоні із сплаву XH77TiO, б – пуансоні з карбїду вольфраму WC

Як видно з рис. 9, б, при використанні в схемі комірки пуансонів із карбїду вольфраму на момент завершення витримки зразка за температури 2200 К рівень температури в пуансонах не перевищує 1180 К, що значно нижче для всіх розглянутих випадків. Таким чином, при використанні в цій конструкції комірки пуансонів зі сплаву XH77TiO або з карбїду вольфраму прогнозується забезпечення їх термостійкості при спіканні за температури витримки 2200 К.

Розглянуті варіанти конструкції комірки було реалізовано в технологічному вузлі для ВШСТ порошкових зразків на основі карбіду бору. Процес ВШСТ проводився при тисках 100–400 МПа і за температур 1900–2200 К. Вимірювання температури в процесі спікання проводилося за допомогою термопари і/або цифрового пірометра через отвір 7 в стінках обойми та ізолятора (рис. 8, а) комірки. За результатами лабораторних експериментів при вибраних режимах спікання було підтверджено висновки комп'ютерного прогнозування щодо забезпечення термостійкості пуансонів із вольфраму і сплаву ХН77ТЮР в процесі спікання: після закінчення процесу спікання при тисках, більших за 300 МПа, тільки невелика зона (близько 10 % від довжини) біля найбільш нагрітих торців пуансонів була zdeформована в радіальному напрямку (близько на 20%). Таким чином, результати прогнозування термостійкості пуансонів комірки узгоджуються з результатами лабораторних експериментів. Для забезпечення більшої стійкості пуансонів процес спікання доцільно проводити швидко і у захисних середовищах.

### Висновки

Запропоновано варіанти конструкції робочої комірки технологічного вузла для ВШСТ порошкових зразків на основі карбіду бору.

Виконано комп'ютерне моделювання температурного поля в об'ємі комірки в процесі спікання. Показано, що за результатами комп'ютерних експериментів можна вибирати такі конструкції комірки і матеріали її елементів, при яких вдається в процесі спікання під тиском практично забезпечити термостійкість її силових елементів для здійснення процесу спікання. Результати прогнозування термостійкості силових елементів комірки узгоджуються з результатами лабораторних експериментів.

Отримані результати можуть бути використані при розробці технологічного обладнання для спікання під тиском тугоплавких матеріалів.

**V. A. Dutka, A. L. Maystrenko, V. G. Kulych, O. S. Vasylchuk**

*V. N. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine*

### **MODELING OF THERMAL STATE OF THE CELL OF TECHNOLOGICAL UNIT DURING ITS DESIGN FOR SINTERING UNDER PRESSURE OF BORON CARBIDE-BASED MATERIALS**

*The construction of the cell of technological unit for high-speed sintering under pressure (HSSP) of boron carbide based materials is proposed. Different variants of cell construction are considered. Computer simulation of the thermal state of cell during HSSP of powder boron carbide based samples was performed. It is shown that by varying the sizes and materials of the cell elements, it is possible to significantly localize the area of high temperatures and ensure the thermal stability of the power elements of the cell during the sintering process. According to the simulation results, the cell constructions were implemented for the HSSP of boron carbide based materials at pressures of 100–400 MPa and temperatures of 1900–2200 K. The results of predicting the thermal stability of the cell power elements are in agreement with the results of laboratory experiments.*

**Key words:** boron carbide, sintering under pressure, cell construction, heat resistance, modeling.

### Література

1. Кислый П.С., Кузенкова М.А., Боднарчук Н.И., Грабчук Б.Л. Карбид бора. Киев. Наукова думка, 1988. 216 с.
2. Rahaman M. N. Ceramic processing and sintering: second edition. London, New York: CRC Press Taylor & Francis Group, 2003. 875 p.
3. Nayun S., Paris V., Dariel M. P., Frage N., Zaretsky E. Static and dynamic mechanical

- properties of boron carbide processed by spark plasma sintering. *Journal of the European Ceramic Society*, 2009. Vol. 29, P. 3395–3400.
4. Asadikiya M., Zhang C., Rudolf C., Boesl B., Agarwal A., Zhong Y. The effect of sintering parameters on spark plasma sintering of B<sub>4</sub>C. *Ceramics International*, 2017. Vol. 43, Is. 14. P. 11182–88.
  5. Xu C., Cai Y., Flodström K., Li Z., Esmaeilzadeh S., Zhang G. J. Spark plasma sintering of B<sub>4</sub>C ceramics: The effects of milling medium and TiB<sub>2</sub> addition. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2012. Vol. 30, P. 139–144.
  6. Dutka V. A., Gevorkyan E. S., Vovk S. R. Use of simulation for homogenization of temperature field in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> workpiece in the process of hot vacuum pressing. *Journal of Superhard Materials*. 2020. Vol. 42, N 5. P. 328–339.
  7. Yasar Z. A., Haber R. A., Effect of Sintering Temperature and Applied Pressure on the Properties of Boron Carbide-Silicon Carbide Composites. *Journal of Superhard Materials*. 2021. Vol. 43, N 6, P. 392–404.
  8. Anselmi-Tamburini U., Garay J.E., Munir Z.A. Fast low-temperature consolidation of bulk nanometric ceramic materials. *Scripta Materialia*. 2006. Vol. 54, P. 823–828.
  9. Badica P., Grasso S., Borodianska H., Xie S.S., Li P., Tatarko P., Reece M.J., Sakka J., Vasylykiv O. Tough and dense boron carbide obtained by high-pressure (300 MPa) and low-temperature (1600°C) spark plasma sintering. *Journal of the Ceramic Society of Japan*. 2014. Vol. 122, N 4. P. 271–275.
  10. M. Sokol, S. Kalabukhov, M.P. Dariel, N. Frage, High-pressure spark plasma sintering (SPS) of transparent polycrystalline magnesium aluminate spinel (PMAS). *Journal of the European Ceramic Society*. 2014. Vol. 34, P. 4305–4310.
  11. Dutka V. A., Maystrenko A. L., Kulich V. G. The Effect of Design Parameters of a Production Unit on the Temperature Drop in a Sample During HighSpeed Sintering under Pressure. *Journal of Superhard Materials*. 2019. Vol. 41, N 6. P. 421–433.
  12. Achenani Y., Cheddadi A., Saâdaoui M., Fantozzi G. Thermal-Electrical-Mechanical Simulation of High Pressure Spark Plasma Sintering (HP-SPS) Process. *MATEC Web of Conferences* 286, 04002. 2019. P. 3. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201928604002>. *CMM2019*.
  13. Shul'zhenko A. A., Stratiichuk D. A., Oleinik G. S., Belyavina N. N., Markiv V. Ya. Formation of polycrystalline boron carbide with elevated fracture toughness. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 2005. Vol. 44, N 1–2. P. 75–85.
  14. Singhal S.K., Singh B.P. Sintering of boron carbide under high pressures and temperatures. *Indian Journal of Engineering and Materials Sciences*. 2006. Vol. 13, P. 129–134.
  15. Matovic B., Maletaskic J., Prikhna T., Urbanovich V., Girman V., Lisnichuk M., Todorović B. Z., Cvijović-Alagić I., Yoshida K. Characterization of B<sub>4</sub>C-SiC ceramic composites prepared by ultra-high pressure sintering. *Journal of the European Ceramic Society*. 2021. Vol. 41, P. 4755–4760.
  16. Dutka V. A., Maystrenko A. L., Borymskyi O. I., Kulich V. G., Kosenchuk T. O. Modeling the Temperature Field in a High-Pressure Apparatus during the Sintering of Large-Sized Products Based on Boron Carbide. *Journal of Superhard Materials*. 2020. Vol. 42, N 4. P. 240–250.
  17. Giuntini D., Olevsky E. A., Garcia-Cardona C., Maximenko A. L. et. al. Localized Overheating Phenomena and Optimization of Spark-Plasma Sintering Tooling Design. *Materials*. 2013. Vol. 6, P. 2612–2632.
  18. Laptev A. M., Bram M., Garbiec D., Räthel J. Tooling in Spark Plasma Sintering Technology:

- Design, Optimization, and Application. *Advanced Engineering Materials*. 2024. Vol. 26, P. 21. DOI: 10.1002/adem.202301391.
19. Характеристика материала ХН77ТЮР. *Марочник стали и сплавов*. URL: [https://www.splav-kharkov.com/mat\\_start.php?name\\_id=70#google\\_vignette](https://www.splav-kharkov.com/mat_start.php?name_id=70#google_vignette).
  20. Дутка В. А., Майстренко А. Л., Кулич В. Г., Боримський О. І. Моделивання ущільнення керамічних матеріалів на основі карбіду бору за високошвидкісного спікання під тиском. *Надтверді матеріали*. 2024. № 5. С. 24–37.
  21. Таблицы физических величин: справочник / Под ред акад. И. К. Кикоина. Москва: Атомиздат, 1976. 1008 с.
  22. Самсонов Г. В., Веницкий И. М. Тугоплавкие соединения. Справочник. Москва: Металлургия, 1976. 560 с.

Надійшла 13.06.24

### References

1. Kislyi, P. S., Kuzenkova, M. A., Bodnaruk, N. I., and Grabchuk, B. L. (1988). *Karbid bora [Boron Carbide]*. Naukova Dumka. [In Russian].
2. Rahaman, M. N. (2003). *Ceramic processing and sintering*: second edition. CRC Press Taylor & Francis Group.
3. Hayun, S., Paris, V., Dariel, M. P., Frage, N., Zaretsky, E. (2009). Static and dynamic mechanical properties of boron carbide processed by spark plasma sintering. *Journal of the European Ceramic Society*, 29(16), 3395–3400.
4. Asadikiya, M., Zhang, C., Rudolf, C., & et. al. (2017). The effect of sintering parameters on spark plasma sintering of B<sub>4</sub>C. *Ceramics International*, 43(14), 11182–11188.
5. Xu, C., Cai, Y., Flodström, K., & et. al. (2012). Spark plasma sintering of B<sub>4</sub>C ceramics: The effects of milling medium and TiB<sub>2</sub> addition. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 30, 139–144.
6. Dutka, V. A., Gevorkyan, E. S., Vovk, S. R. (2020), Use of simulation for homogenization of temperature field in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> workpiece in the process of hot vacuum pressing. *Journal of Superhard Materials*, 42(5), 55–68.
7. Yasar, Z. A., Haber, R. A. (2021). Effect of Sintering Temperature and Applied Pressure on the Properties of Boron Carbide-Silicon Carbide Composites. *Journal of Superhard Materials*, 43(6), 392–404.
8. Anselmi-Tamburini, U., Garay, J.E., Munir, Z.A. (2006). Fast low-temperature consolidation of bulk nanometric ceramic materials. *Scripta Materialia*, 54, 823–828.
9. Badica, P., Grasso, S., Borodianska, H., & et. al. (2014). Tough and dense boron carbide obtained by high-pressure (300 MPa) and low-temperature (1600°C) spark plasma sintering. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 122(4), 271–275.
10. Sokol, M., Kalabukhov, S., Dariel, M. P., Frage, N. (2014). High-pressure spark plasma sintering (SPS) of transparent polycrystalline magnesium aluminate spinel (PMAS). *Journal of the European Ceramic Society*, 34, 4305–4310.
11. Dutka, V. A., Maystrenko, A. L., Kulich, V. G. (2019). The Effect of Design Parameters of a Production Unit on the Temperature Drop in a Sample During High Speed Sintering under Pressure. *Journal of Superhard Materials*, 41(6), 421–433.
12. Achenani, Y., Cheddadi, A., Saâdaoui, M., Fantozzi, G. (2019). Thermal-Electrical-Mechanical Simulation of High Pressure Spark Plasma Sintering (HP-SPS) Process. *MATEC Web of Conferences* 286(04002), 3. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201928604002>. CMM2019.

13. Shul'zhenko, A. A., Stratiichuk, D. A., Oleinik, G. S., & et. al. (2005). Formation of polycrystalline boron carbide with elevated fracture toughness. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 44(1–2), 75–85.
14. Singhal, S.K., Singh, B.P. (2006) Sintering of boron carbide under high pressures and temperatures. *Indian Journal of Engineering and Materials Sciences*, 13, 129–134.
15. Matovic, B., Maletaskic, J., Prikhna, T., & et. al. (2021). Characterization of B<sub>4</sub>C-SiC ceramic composites prepared by ultra-high pressure sintering. *Journal of the European Ceramic Society*, 41, 4755–4760.
16. Dutka, V. A., Maystrenko, A. L., Borymskyi, O. I., & et. al. (2020). Modeling the Temperature Field in a High-Pressure Apparatus during the Sintering of Large-Sized Products Based on Boron Carbide. *Journal of Superhard Materials*, 42(4), 240–250.
17. Giuntini, D., Olevsky, E. A., Garcia-Cardona, C., & et. al. (2013). Localized Overheating Phenomena and Optimization of Spark-Plasma Sintering Tooling Design. *Materials*, 6(7), 2612–2632.
18. Laptev, A. M., Bram, M., Garbiec, D., Räthel, J. (2024). Tooling in Spark Plasma Sintering Technology: Design, Optimization, and Application. *Advanced of Engineering Materials*, 26, 2301391. 21. DOI: 10.1002/adem.202301391.
19. *Характеристика матеріала ХН77ТЮР*. (b.d.). Марочник стали и сплавов [https://www.splav-kharkov.com/mat\\_start.php?name\\_id=70#google\\_vignette](https://www.splav-kharkov.com/mat_start.php?name_id=70#google_vignette)
20. Dutka, V. A., Maystrenko, A. L., Kulych, V. G., Borymskyi O. I. (2024) Simulation of densification of ceramic materials based on boron carbide during high-speed sintering under pressure. *Journal of Superhard Materials*, 6, 392–404.
21. Kikoin, I. K.(Ed.). (1976). *Tablitsy fizicheskikh velichin: Spravochnik. [Tables of physical quantities: Handbook]*. Atomizdat [in Russian].
22. Samsonov, G. V., Vinitskiy, I. M. (1976). *Tugoplavkiye soyedineniya. Spravochnik [Refractory compounds. Directory]*. Metallurgia [in Russian].

УДК 622.24.051:536.2

DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-263-274

**В. А. Дутка**, канд. техн. наук<sup>1</sup>; **А. Л. Майстренко**, член-кор. НАН України<sup>1</sup>;  
**В. Г. Кулич**, **О. С. Васильчук**, кандидати технічних наук<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України,  
вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, email: vadutka@ukr.net*

### **МОДЕЛЮВАННЯ ЕЛЕКТРОНАГРІВУ, УЩІЛЬНЕННЯ ТА РОСТУ ЗЕРНА ПРИ ВИСОКОШВИДКІСНОМУ СПІКАННІ ПІД ТИСКОМ МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ КАРБІДУ БОРУ**

*Виконано комп'ютерне моделювання електронагріву, ущільнення та росту зерен при високошвидкісному спіканні під тиском (ВШСТ) матеріалів на основі карбіду бору. Комп'ютерна модель ущільнення базується на теорії Скорохода–Олевського–Штерна ущільнення пористих матеріалів і враховує кінетику росту зерен в процесі спікання. Для визначення параметрів моделі використано результати експериментів. За результатами моделювання показано, що тривалість процесу ущільнення при ВШСТ в кілька разів менша порівняно із тривалістю ущільнення при SPS-процесі. Крім того, показано, що при створенні додаткових джерел тепла на поверхнях зразка, що*