

**В. А. Дутка\*, А. Л. Майстренко, О. І. Боримський,  
В. Г. Кулич, Т. О. Косенчук**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля  
НАН України, м. Київ, Україна

\*vadutka@ukr.net

## **Моделювання температурного поля в апараті високого тиску при спіканні крупногабаритних виробів на основі карбіду бору**

*На основі методу скінченних елементів розроблено комп'ютерну модель температурного поля в робочій комірці апарата високого тиску в процесі спікання крупногабаритних виробів із карбіду бору при тиску 0,5–1,0 ГПа та температурах 1700–1750 °С. Враховано залежність теплофізичних властивостей зразка від пористості та температури в процесі спікання. Показано, що вибором геометричних параметрів конструктивних елементів робочої комірки апарата високого тиску можна знайти таку її конструкцію, при використанні якої можна забезпечити в крупногабаритному зразку в процесі спікання практично однорідне температурне поле та однорідність щільності і фізико-механічних властивостей спеченого зразка.*

**Ключові слова:** карбід бору, спікання, високий тиск, температурне поле, комп'ютерне моделювання.

### **ВСТУП**

Вироби на основі карбіду бору ( $B_4C$ ) в даний час широко застосовують в багатьох сферах. Карбід бору має високу твердість (третій за твердістю після алмазу і кубічного нітриду бору), низьку щільність, високу температуру плавлення, високу хімічну стійкість, високий поріг поглинання нейтронів і є одним із лідерів серед зносостійких керамічних матеріалів [1–7]. Поеднання таких властивостей робить цей матеріал важливим для виготовлення високозносостійких і термостійких деталей, ріжучих інструментів, керамічних підшипників, елементів броні, деталей для ядерної та електронної техніки. Однак виготовлення виробів із порошкових сумішей на основі  $B_4C$  пов'язано зі значними труднощами, зумовленими такими його властивостями, як висока температура плавлення, низька пластичність, малий коефіцієнт самодифузії, що виникає внаслідок сильного ковалентного зчеплення між атомами, висока стійкість до зсуву зерен і низький поверхневий натяг. Властивості виробів на основі  $B_4C$  є структурно-чутливими і залежать від щільності, розмірів і форми зерен та їх орієнтації, виду і кількості домішок та їх об'ємного розподілу. Частинки  $B_4C$  мають, як правило, тонке покриття поверхневого оксидного шару, який заважає процесу ущільнення. Всі ці характеристики пов'язані з властивостями вихідної сировини і технологією отримання виробів. Крім цього, варто зауважити, що  $B_4C$  є фазою змінного складу і його властивості перш за все залежать від співвідношення компонентів [1, 3].

Тому для отримання високощільних виробів із  $V_4C$  методами порошкової металургії необхідно проводити спікання порошкових сумішей при високих температурах і відповідних тисках.

На даний час є ряд основних методів отримання виробів у порошковій металургії і, зокрема, виробів на основі  $V_4C$ : вільне спікання [2, 8, 9], гаряче ізостатичне пресування [1, 5, 8], гаряче пресування в графітових прес-формах [1–7, 11–13], електророзрядне спікання [14–16], мікрохвильове спікання [17–19], спікання в апаратах високого тиску (АВТ) (при 0,3–6,0 ГПа) [20–23]. Кожен із цих методів має свої недоліки і переваги. Залежно від функціонального призначення, вартості отриманого виробу та можливості спікання виробу з потрібними характеристиками використовується певний із цих методів або поєднання деяких з них [2].

З метою отримання щільних та міцних виробів на основі  $V_4C$  важливо мати можливість змінювати такі параметри спікання, як тиск, температура і швидкість спікання в широких межах. Для цього є придатною технологія спікання при високому тиску – останнім часом починає все більше з'являтися статей про роботу в цьому напрямі. Порівняно з іншими способами, спікання при високому тиску має такі переваги [24]: зниження температури спікання, гальмування росту зерна, скорочення часу спікання, простота в реалізації та здешевлення виготовлення виробів.

При використанні цього способу спікання необхідно вирішувати задачу по вибору режимних параметрів. Тиск і температура активують процес ущільнення. Як правило, підвищення тиску і температури спікання приводить до збільшення щільності виробу. Збільшення тиску спікання гальмує зростання розмірів зерен матеріалу спеченого виробу, однак зростання температури сприяє зростанню розмірів зерен. Крім того, збільшення як тиску, так і температури призводить до збільшення вартості готового виробу. Отже, з точки зору співвідношення ціна–якість спікання потрібно здійснювати при можливо меншому тиску, але достатньому для отримання необхідної щільності матеріалу виробу і запобігання значному зростанню розмірів зерен. При цьому температура має бути нижчою від температури початку інтенсивного зростання зерна, але достатньо високою для активації процесу ущільнення і забезпечення потрібної щільності виробу.

Для вибору режимних параметрів доцільно використати результати робіт, присвячених спіканню при високих тисках порошкових матеріалів на основі  $V_4C$ . В [20] проводили спікання  $V_4C$  при температурі 2200 К і тиску 5,5 ГПа. Завдяки високим тиску і температурі отримано практично безпористий високоміцний матеріал (твердість 41 ГПа і в'язкість руйнування 7,2 МПа·м<sup>1/2</sup>). В [21] при використанні спеціального спорядження для методу SPS при тиску 300 МПа спостерігали інтенсивну усадку заготовки при досягненні температури 1600 °С. Отримано вироби з відносною щільністю 95,6 %, при цьому в'язкість руйнування була більшою, а твердість за Віккерсом меншою ( $K_{1c} = 6,6 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ ,  $HV = 27,6 \text{ ГПа}$ ) у порівнянні з відповідними значеннями ( $K_{1c} = 3,8 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ ,  $HV = 35,3 \text{ ГПа}$ ) для зразка, спеченого звичайним SPS-методом (при температурі 2100 °С і тиску 50 МПа). В [22] спікання зразків на основі  $V_4C$  (з добавками 5 % TiC або 5 % Co) проводили при тиску 5,5 ГПа в діапазоні температури 1000–1300 °С. Отримано зразки зі щільністю у межах 95–99,2 %. В [23] спікання зразків із  $V_4C$  проводили при тисках 3,5–5,0 ГПа і температурах 1100–1500 °С, щільність спечених зразків була більшою за 99 %. При тиску 3,5 ГПа і температурі 1300 °С щільність заготовки, що дорівнює 99,2 %, досягається вже за 2 хв. Значне зростання зерна структури по-

чинається вже при досягненні температури 1400 °С. В [25] виконано дослідження процесу спікання кераміки на основі В<sub>4</sub>С при тисках більших 80 МПа і різних (в діапазоні 1650–1800 °С) температурах витримки. Показано, що в процесі спікання при тиску 80 МПа при досягненні температури  $T_d = 1400\text{--}1500$  °С починається суттєве ущільнення порошкового зразка і при досягненні температури 1700 °С щільність стає більшою за 99 %, а різке зростання зерна структури починається при температурі  $T_g = 1700$  °С. Тому зроблено висновок, що для отримання високощільної міцної кераміки на основі В<sub>4</sub>С доцільно проводити процес спікання порошкових зразків при тисках, вищих за 80 МПа і температурах, які менші від температури початку різкого зростання зерна.

Крім того, при спіканні крупногабаритних виробів необхідно також вирішувати задачу по вибору конструкційних параметрів АВТ для забезпечення однорідності по об'єму властивостей спеченого виробу.

В цій роботі на основі методу скінченних елементів розроблено комп'ютерну модель температурного поля в робочій комірці апарату високого тиску (АВТ) в процесі спікання крупногабаритних виробів на основі В<sub>4</sub>С при тиску 0,5–1,0 ГПа і температурі 1700–1750 °С. Оскільки є чітка кореляція між температурою спікання, щільністю матеріалу і характеристиками міцності (твердості, ударної в'язкості) спеченого виробу [23–26], тому є важливим забезпечення допустимого (не більше 50 градусів) перепаду температури в заготовці на стадії витримки при завершенні формування властивостей виробу. В зв'язку з цим в роботі розглянуто декілька компоновок робочої комірки АВТ з метою вибору з них такої, щоб з її використанням досягати малого перепаду температури в об'ємі заготовки на стадії витримки. Зазначимо, що є публікації [27–29] по моделюванню теплових полів в АВТ, зокрема у [29] описано вибір оптимальних конструкцій робочої комірки АВТ.

### МАТЕМАТИЧНА МОДЕЛЬ

В робочій комірці АВТ в процесі спікання протікає електричний струм промислової частоти 50 Гц. В результаті протікання струму в електропровідних елементах установки діють джоулеві джерела тепла, що приводить до нагрівання цих та інших елементів установки. Оскільки робоча комірка має вісь симетрії і площину симетрії, то в комп'ютерній моделі вибрано чверть осьового перетину робочої комірки АВТ (рис. 1).

Для моделювання електричного і температурного полів використовується аналогічно [30] зв'язана система рівнянь квазістаціонарної електропровідності та нестационарної теплопровідності

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

із початковими умовами

$$U(r, z, 0) = 0, \quad T(r, z, 0) = T_0 \quad (2)$$

і граничними умовами на зовнішніх поверхнях розрахункової області

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

$$\sigma \frac{\partial U}{\partial n}(r, z, t) = 0, \quad \lambda \frac{\partial T}{\partial n}(r, z, t) = \alpha_2 (T_c - T), \quad (r, z) \in S_{B-H}; \quad (4)$$

$$\sigma \frac{\partial U}{\partial n}(r, z, t) = 0, \quad \lambda \frac{\partial T}{\partial n}(r, z, t) = \alpha_3(T_c - T), \quad (r, z) \in S_{H-P}; \quad (5)$$

умовами на поверхні симетрії

$$U(r, z, t) = 0, \quad \frac{\partial T}{\partial n}(r, z, t) = 0, \quad (r, z) \in S_{OP} \quad (6)$$

і на осі симетрії

$$\frac{\partial U}{\partial n}(r, z, t) = 0, \quad \frac{\partial T}{\partial n}(r, z, t) = 0, \quad (r, z) \in AO. \quad (7)$$

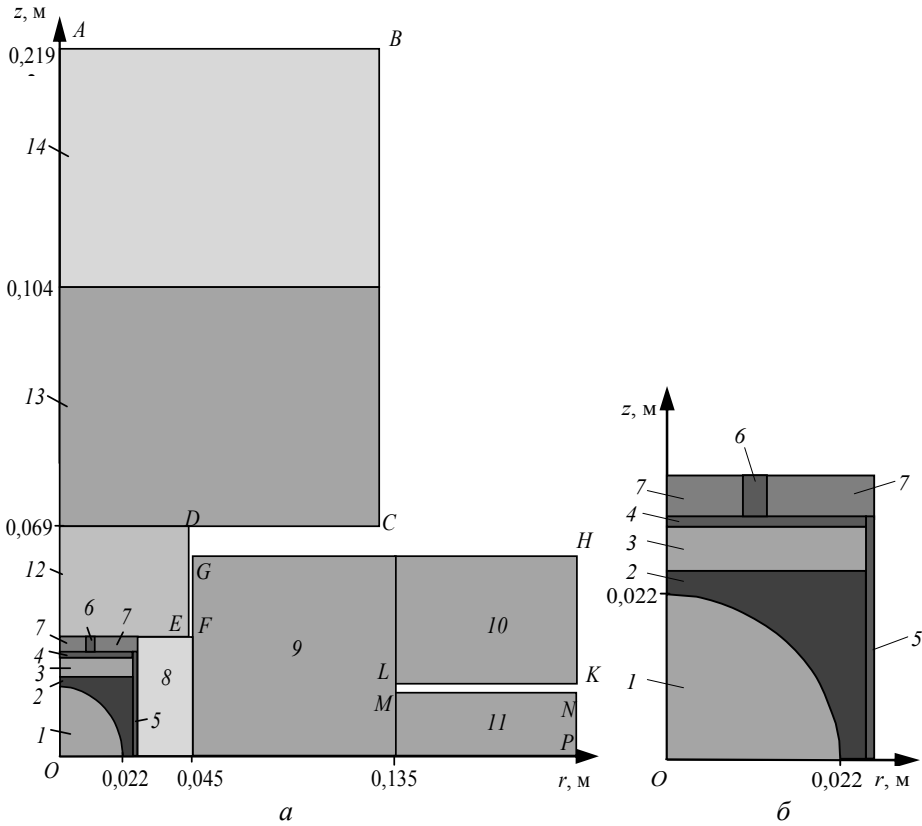


Рис. 1. Схеми робочої комірки АВТ (чверть осьового перетину): *a* – загальна компоновка; *б* – збільшена частина робочої комірки; 1 – зразок з порошку  $V_4C$ ; 2 – засипка (порошок  $ZrO_2$ ); 3 – шар засипки (порошок  $Al_2O_3$ ); 4 – дисковий нагрівач (графіт МГ-1); 5 – циліндричний нагрівач (графіт МГ-1); 6 – кільцевий електропровідник (графіт МГ-1); 7 – горизонтальний теплоізолятор (травертин); 8 – вертикальний теплоізолятор (літографський камінь); 9, 10, 11 – обойма (сталь 35ХГСА); 12 – пуансон (сталь Р6М5); 13, 14 – плити від преса (сталь Х12М і ШХ15).

Тут  $U = U(r, z, t)$ ,  $T = T(r, z, t)$ , – відповідно діючий електричний потенціал і температура в момент часу  $t$  в точці з координатами  $r$  і  $z$  в циліндричній системі координат;  $\sigma$ ,  $\gamma$ ,  $c$  і  $\lambda$  – питома електропровідність, густина, питома теплоємність і коефіцієнт теплопровідності відповідно, які є функціями температури і координат точки;  $T_0$  – початкова температура (20 °C),  $T_c$  – температура зовнішнього повітряного середовища (20 °C);  $\alpha_1 = 30$  Вт/(м<sup>2</sup>·град) – ефективний коефіцієнт теплообміну з плитою від преса, розрахований на основі ап-

роксимації теплового потоку через блок решти пластин преса з урахуванням експериментальних даних про температуру цього блоку до 40 °С [29];  $\alpha = 15 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{град})$  – коефіцієнт конвективного теплообміну із зовнішнім повітряним середовищем і  $\alpha_3 = 1000 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{град})$  – коефіцієнт теплообміну на поверхнях елементів АВТ, які охолоджуються потоком води в процесі спікання. Останні дві величини було розраховано за методикою [31] з урахуванням швидкості потоку зовнішнього середовища (повітря або води), його теплофізичних і кінематичних властивостей та форми охолоджуваних поверхонь. Через  $S_{B-H}$  і  $S_{H-P}$  позначено контури  $BCDEFGH$  і  $HKLMNP$  (рис. 1, а). У виразах (4)–(7) загальноживаним знаком  $\frac{\partial}{\partial n}$  позначено похідну від відповідної величини в напрямі вектора зовнішньої нормалі до поверхні.

На поверхнях контакту елементів робочої комірки нехтували контактними тепловими і електричними опорами, оскільки за даними [11, 32] вже при тиску більшому ніж 500 МПа ці електроопори стають незначними.

При моделюванні теплофізичних властивостей матеріалу заготовки в процесі спікання під тиском 500 МПа було використано аналогічно [30] спрощений підхід з урахуванням зміни пористості від температури  $\theta = \theta(T)$  в процесі спікання під тиском. При моделюванні зміни пористості від температури в процесі спікання було використано експериментальні дані зміни пористості в залежності від температури в процесі спікання при тисках більших від 80 МПа з [25], де нагрівання до 1700 °С проводили протягом 800 с, потім витримували при температурі 1700 °С протягом 200 с. Зміну пористості в залежності від температури наведено на рис. 2.

Для моделювання питомої теплоємності було використано формулу [33]

$$C(T) = C_c(T)(1 - \theta(T)). \quad (8)$$

При моделюванні коефіцієнта теплопровідності пористого зразка в процесі спікання було прийнято, що при кімнатній температурі теплопровідність його матеріалу дорівнює 2,6 Вт/(м·град): в цю величину, як зазначено в [30], суттєвий внесок дає коефіцієнт теплопровідності оксиду бору  $\text{B}_2\text{O}_3$ , а при досягненні температури 1700 °С коефіцієнт теплопровідності матеріалу зразка дорівнює 10,2 Вт/(м·град), що дорівнює коефіцієнту теплопровідності  $\text{V}_4\text{C}$  при залишковій пористості 0,005. Для моделей коефіцієнта теплопровідності та питомої електропровідності пористого зразка використано формули [30]

$$\lambda(T) = \begin{cases} \lambda_c(T) \left( 1 - \frac{3}{2}\theta(T) - \frac{1}{2}\theta^2(T) \right) \cdot \left( 1 + K_\lambda \cdot 10^{-\frac{bT}{T_0}} \right)^{-1}, & T_0 + 273 \leq T \leq 1973 \text{ K}, \\ \lambda_c(T) \left( 1 - \frac{3}{2}\theta(T) - \frac{1}{2}\theta^2(T) \right), & T > 1973 \text{ K}, \end{cases} \quad (9)$$

$$\sigma(T) = \begin{cases} \sigma_c(T) \frac{1 - \theta(T)}{1 + 2\theta(T)} \cdot \left( 1 + K_\sigma \cdot 10^{-\frac{aT}{T_0}} \right)^{-1}, & T_0 + 273 \leq T \leq 1973 \text{ K}, \\ \sigma_c(T) \frac{1 - \theta(T)}{1 + 2\theta(T)}, & T > 1973 \text{ K}, \end{cases} \quad (10)$$

де  $K_\lambda = 16,68$ ,  $b = -3,68$ ,  $K_\sigma = 5,667 \cdot 10^7$ ,  $a = -10,753$ ,  $T_0 = 1973 \text{ K}$ . У виразах (8)–(10) через  $C_c(T)$ ,  $\lambda_c(T)$ ,  $\sigma_c(T)$  позначено відповідно температурну залеж-

ність питомої теплоємності, коефіцієнта теплопровідності та питомої електропровідності суцільного матеріалу. Вирази для цих функцій наведено в [30].

## РЕЗУЛЬТАТИ ОБЧИСЛЕНЬ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

Для розв'язання задачі (1)–(7) використовується метод скінченних елементів (МСЕ) у програмному комплексі ANSYS [34]. Розрахункова область (рис. 1) розбивається на 8-вузлові елементи з квадратичною апроксимацією електричного потенціалу та температури. Розв'язання результуючої системи нелінійних рівнянь відносно вузлових значень потенціалу і температури виконується методом Ньютона-Рафсона у поєднанні з методом випромінювань. Обчислення проведено з відносною похибкою  $10^{-3}$ . В місцях передбачуваних великих градієнтів електричного потенціалу і температури проводили згущення сітки скінченних елементів у розрахунковій області.

При спіканні в умовах високих тисків і температур відбувається деформування зразка та елементів робочої комірки АВТ. В комп'ютерній моделі розміри зразка вибирали такими, як в спеченого виробу; враховували лише деформацію дискового графітового нагрівача (див. рис. 1). Межа міцності графіту МГ-1 на стиск при температурах 20–2000 °С дорівнює 47–62 МПа [35]. При прикладенні тиску у межах 0,5–1,0 ГПа графіт непружно деформується і значення деформації є більшою за 20 % [35, 36]. Тому при тиску 0,5 ГПа і більше графітовий нагрівач сильно деформується в напрямі дії прикладеного тиску від пресу АВТ. В результаті такого деформування суттєво зменшується його товщина. Це може помітно впливати як на інтенсивність джерел тепла у цьому нагрівачеві, так і на їх перерозподіл у всій комірці АВТ. Крім того, в процесі спікання відбувається стискання шару засипки з порошку оксиду алюмінію  $Al_2O_3$  і засипки з оксиду цирконію  $ZrO_2$ . Нижче наведено результати моделювання температурного поля послідовно в чотирьох схемах робочої комірки АВТ. В кожній наступній схемі було змінено якийсь один геометричний параметр порівняно із попередньою схемою.

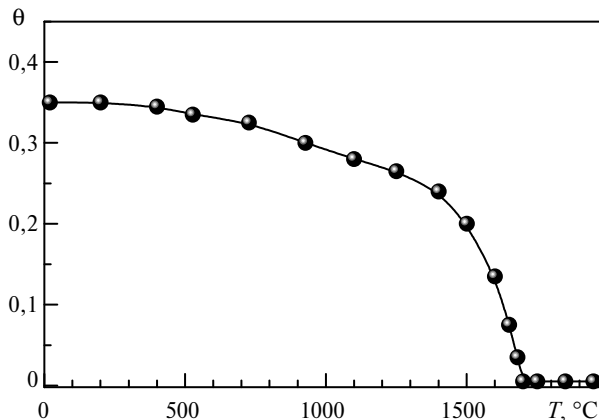


Рис. 2. Моделювання зміни пористості в процесі спікання як функції температури (за результатами [25]).

Схема 1. Спочатку було проведено обчислення температури без врахування деформації графітового дискового нагрівача 4 (див. рис. 1). Нагрівання до робочої температури  $T_p = 1700$ – $1750$  °С відбувається протягом перших 400 с, а далі триває витримка протягом 800 с при цій температурі (рис. 3, а). Зміна в часі електричної напруги (рис. 3, б), прикладеної до чверті осового перети-

ну, відповідає практичним режимам спікання зразків із  $V_4C_3$ , в яких значення прикладеної напруги близьке до 5 В. На рис. 3, *a* видно, що перепад температури  $\Delta T$  в зразку з моменту досягнення рівня  $T_p$  і до завершення спікання практично не змінюється. В цьому випадку розрахований перепад температури в зразку в процесі спікання на стадії витримки є досить великим і дорівнює 250–260 градусів (див. рис. 3, *a* і 4). Як бачимо на рис. 4, *a* і 5, зони максимальної інтенсивності теплових джерел комірки знаходяться в об'ємах електропровідних дискового і циліндричного нагрівачів. Під впливом температурного поля цих зон відбувається формування температурного поля в зразку так, що зони максимальної  $T_{max}$  і мінімальної  $T_{min}$  температури в ньому знаходяться на його поверхні біля площини симетрії  $z = 0$  і поблизу осі симетрії  $Oz$  відповідно. Тому для зменшення перепаду температури в зразку потрібно вирівнювати температуру його поверхні.

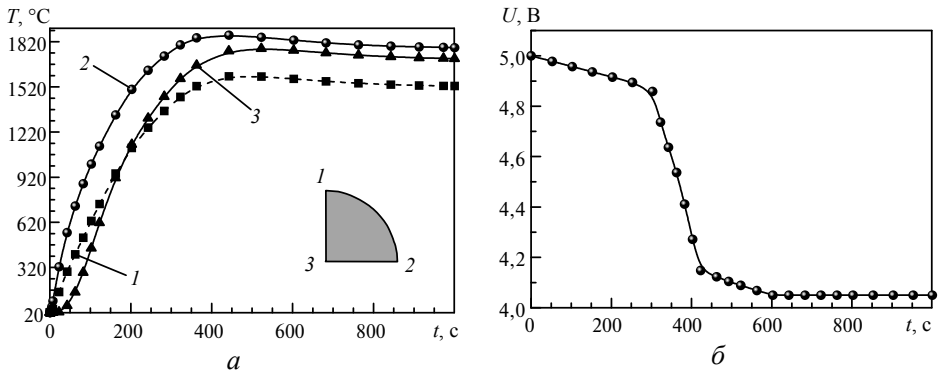


Рис. 3. Зміна в процесі спікання розрахованої температури (*a*) у визначених точках зразка та електричного потенціалу (*б*).

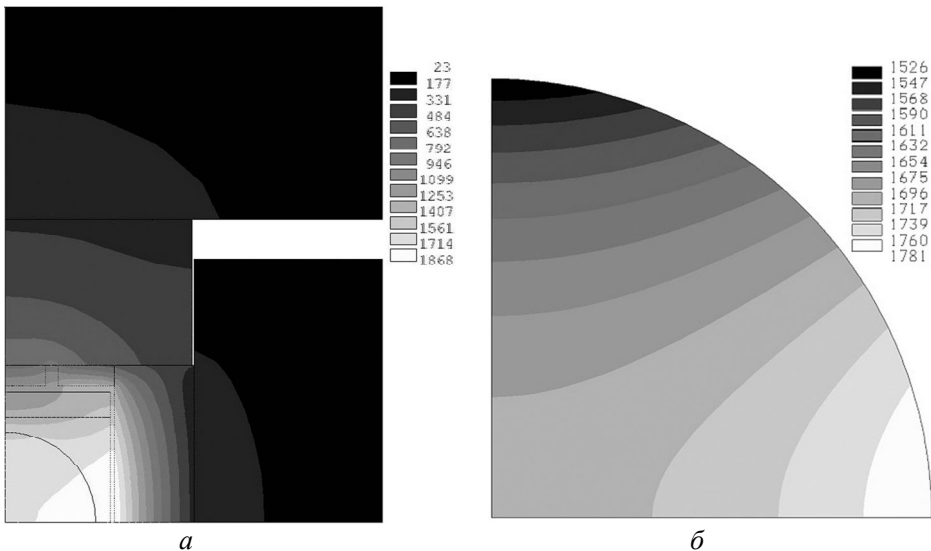


Рис. 4. Розрахований розподіл температури в чверті осьового перетину об'єму комірки (*a*) та зразка (*б*) при завершенні витримки в момент часу 1000 с.

Схема 2. В цій схемі враховано деформацію графітового дискового нагрівача в результаті дії тиску 0,5 ГПа. При такому тиску значення деформації

становить > 20 % [36]. Тому в обчисленнях товщину дискового нагрівача було вибрано 0,0012 м, тобто на 20 % меншою порівняно з початковою 0,0015 м. Картини розподілу температури і потенціалу подібні до таких же для схеми 1, однак кількісні результати трохи інші: перепад температури в заготовці менший і знаходиться в межах 220–230 градусів; об'ємна потужність теплових джерел в дисковому нагрівачі майже вдвічі більша, проте ці джерела діють в меншому об'ємі.

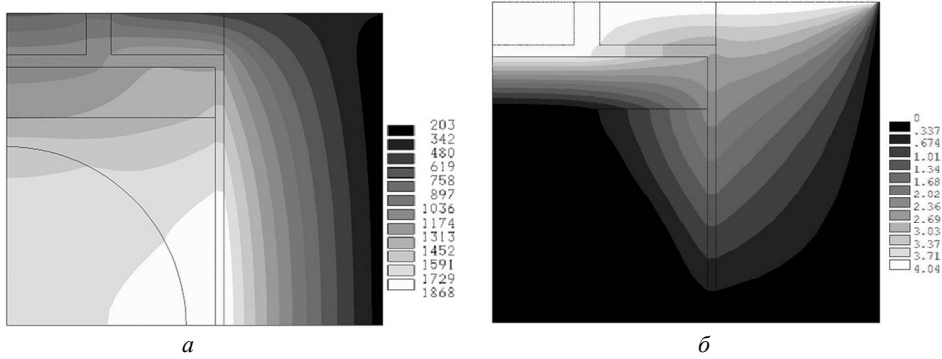


Рис. 5. Розрахований розподіл температури (а) та електричного потенціалу (б) у зразку і в зоні біля нього в момент 1000 с.

Схема 3. Для посилення впливу теплових джерел дискового нагрівача на формування температурного поля в зразку в процесі спікання в цій схемі комірки порівняно зі схемою 2 було зменшено товщину засипки з порошку  $Al_2O_3$  з 0,006 до 0,003 м. При цьому зменшено також висоту циліндричного нагрівача (див. рис. 1), внаслідок чого зменшився об'єм дії в ньому теплових джерел (рис. 6, а) і їх перерозподіл призвів до зростання перепаду температури в зразку до 249 °С (рис. 6, б). Характер розподілу температури в зразку на стадії витримки для цих трьох схем є однаковим: зони максимальної  $T_{max}$  і мінімальної  $T_{min}$  температури в ньому знаходяться на його поверхні біля площини симетрії  $z = 0$  і поблизу осі симетрії  $Oz$  відповідно. Однак в схемі 3 більш помітною є дія теплового джерела в дисковому нагрівачеві. Тому, як було зазначено вище, зменшення відстані від цього джерела до верхньої частини поверхні зразка і до всього зразка в цілому, очевидно, сприятиме

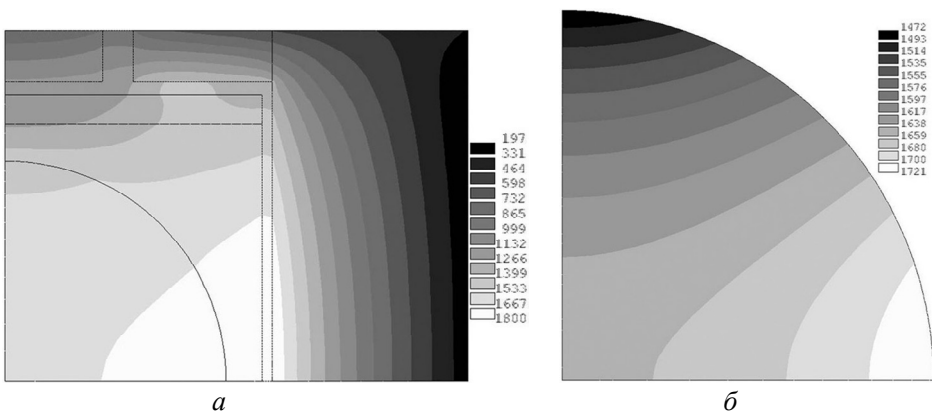


Рис. 6. Розрахований розподіл температури в чверті комірки (а) та зразка (б) в момент часу 1000 с при товщині 0,0012 м здеформованого дискового нагрівача та зменшеній до 0,003 м товщині шару засипки із  $Al_2O_3$ .



вирівнюванню температури поверхні зразка і зменшенню в ньому перепаду температури. Зменшити вказану відстань можна, зокрема, зменшивши зовнішній радіус  $R_k$  кільцевого електропровідника (див. рис. 1).

Схема 4. У всіх попередніх трьох схемах зовнішній радіус  $R_k$  кільцевого електропровідника дорівнював 0,025 м. У схемі 4 значення  $R_k$  було зменшено і послідовно виконано обчислення для різних значень  $R_k$ . За результатами чисельних експериментів встановлено, що при зменшенні  $R_k$  від 0,025 до 0,018 м перепад температури в зразку зменшується, а при подальшому зменшенні радіуса  $R_k$  перепад температури зростає (рис. 7).

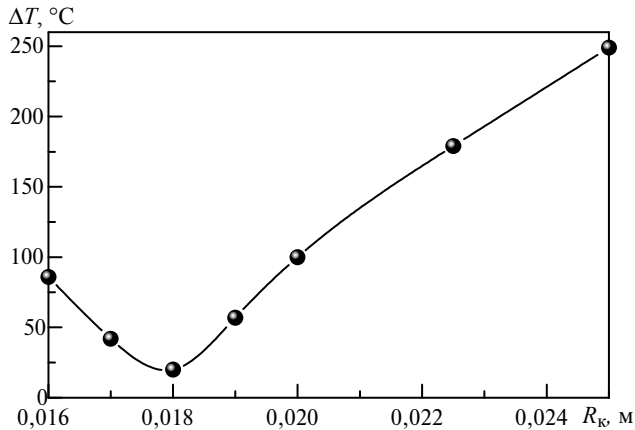


Рис. 7. Вплив зовнішнього радіуса кільцевого електропровідника на перепад температури в зразку в процесі спікання.

Результати обчислень при  $R_k = 0,018$  м наведено на рис. 8 і 9. В цьому випадку перепад температури в зразку на стадії витримки від 450 до 1000 с порівняно з попередніми схемами є меншим більше ніж в 10 разів і знаходиться в межах 18–23 градусів (рис. 8, *a* і 9, *b*). Отже, температурне поле в зразку є практично однорідним. Мінімальну температуру в зразку було досягнуто в середній частині чверті його поверхні, а максимальну температуру досягнуто в точці 2 поверхні зразка (див. рис. 8, *a*), яка лежить в площині симетрії  $z = 0$ . На рис. 8, *a* видно, що по обидва боки від зони мінімальної температури майже симетрично відносно неї знаходяться зони з підвищеними температурами. Звідси можна зробити висновок, що ця схема комірки є близькою до оптимальної для даної температури витримки. Як впливає з результатів обчислень для цього випадку градієнт електричного потенціалу в дисковому нагрівачеві є більшим в 1,2–1,8 разів порівняно із трьома попередніми схемами, що зумовлює відповідне збільшення потужності теплових джерел. Як видно на рис. 9, *a*, в комірці схеми 4 відбувається перерозподіл зон максимальної температури: зона максимальних температур зміщується з об'єму циліндричного нагрівача в об'єм дискового нагрівача. Оскільки від початку процесу спікання і до моменту досягнення максимальної пористості між температурою і пористістю в процесі спікання є взаємно однозначна відповідність (див. рис. 2), то із забезпеченням однорідності температурного поля в зразку забезпечується також однорідність густини спеченого зразка, а, отже, і однорідність його фізико-механічних властивостей.

При зменшенні радіуса  $R_k$  від 0,018 до 0,016 м зона максимальної температури в об'ємі комірки знаходиться в дисковому нагрівачеві (рис. 10, *a*), а

зона максимальної температури і зона мінімальної температури в зразку міняються місцями (рис. 10, б),

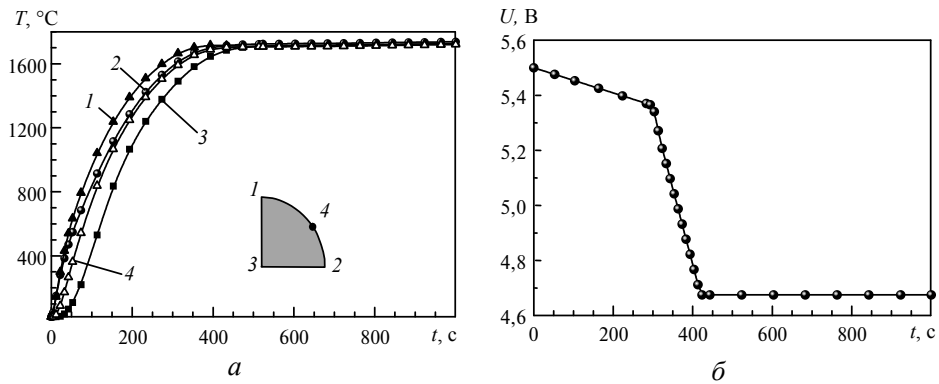


Рис. 8. Зміна в процесі спікання розрахованої температури (а) в точках зразка та електричної напруги (б) при товщині 0,0012 м zdeформованого дискового нагрівача за зменшеною до 0,003 м товщини шару засипки з  $Al_2O_3$  і радіусом 0,018 м кільцевого графітового електропровідника.

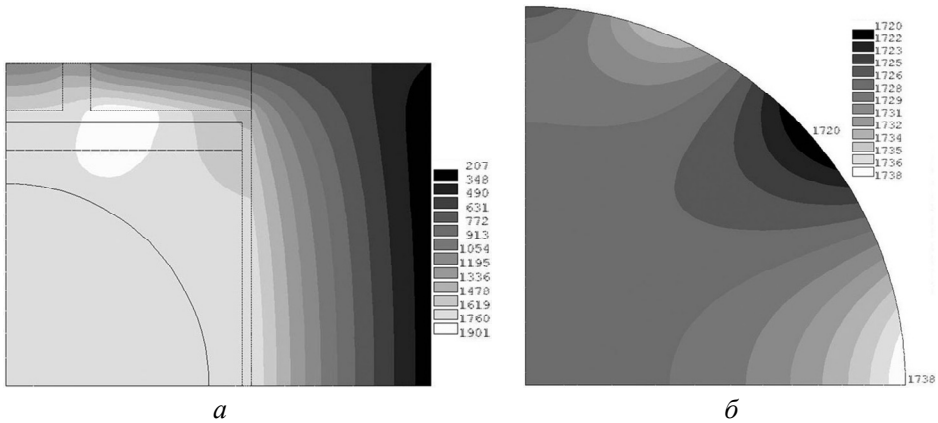


Рис. 9. Розрахований розподіл температури в чверті осевого перетину зразка (а) та в об'ємі комірки (б) в момент часу 1000 с при товщині 0,0012 м zdeформованого дискового нагрівача, зменшеній до 0,003 м товщини шару засипки із  $Al_2O_3$  і радіусі 0,018 м кільцевого графітового електропровідника.

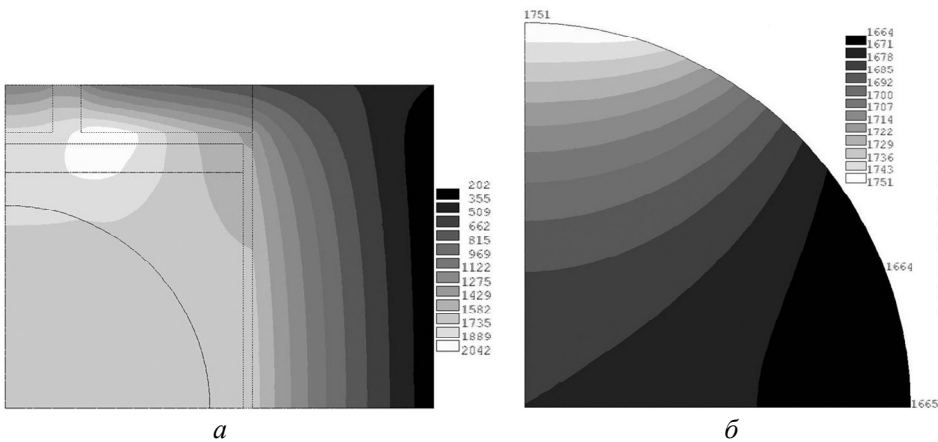


Рис. 10. Розрахований розподіл температури в чверті осевого перетину зразка при значенні зовнішнього радіуса кільцевого електропровідника  $R_k = 0,016$  м.

Отже, з наведених результатів обчислень випливає, що суттєвий вплив на картину температурного поля в об'ємі зразка має значення радіуса кільцевого електропровідника робочої комірки АВТ.

Таким чином, в результаті комп'ютерних експериментів показано, що вибором геометричних параметрів конструктивних елементів робочої комірки АВТ можна знайти таку її конструкцію, при використанні якої можна забезпечити в крупногабаритному зразку в процесі спікання практично однорідне температурне поле та однорідність щільності і фізико-механічних властивостей спеченого зразка.

## ВИСНОВКИ

Виконано комп'ютерне моделювання температурного поля в робочій комірни АВТ в процесі спікання крупногабаритних зразків із карбіду бору при температурах 1700–1750 °С і тиску 0,5–1,0 ГПа. Враховано залежність теплофізичних властивостей матеріалу зразка від пористості й температури в процесі спікання, а також деформацію деяких елементів комірки АВТ.

За результатами комп'ютерних експериментів встановлено, що істотний вплив на розподіл температури в об'ємі зразка має значення радіуса кільцевого електропровідника робочої комірки АВТ. Показано, що вибором значення радіуса кільцевого електропровідника комірки АВТ можна забезпечити в зразку в процесі спікання практично однорідне температурне поле та однорідність щільності його матеріалу і фізико-механічних властивостей.

Розроблена модель температурного поля в АВТ в процесі спікання і отримані результати можуть бути використані при проектуванні обладнання та його використанні для спікання крупногабаритних виробів.

V. A. Dutka, A. L. Maystrenko, O. I. Borymskiy, V. G. Kulich,  
T. O. Kosenchuk  
Bakul Institute for Superhard Materials,  
National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine  
Modeling of the temperature field in a high-pressure apparatus  
during sintering of large-sized products based on boron carbide

*On the basis of the finite element method, a computer model of the temperature field in the working cell of the high pressure apparatus was developed during the sintering of large-sized products from boron carbide at a pressure of 0.5–1.0 GPa and temperatures of 1700–1750 °C. The dependence of the thermophysical properties of the sample on porosity and temperature during the sintering process is taken into account. It is shown that by choosing the geometric parameters of the structural elements of the working cell of the high pressure apparatus it is possible to select such construction, in which it is possible to provide a practically homogeneous temperature field and homogeneity of density and physical properties of the sintered sample in a large sample during the sintering process.*

**Keywords:** boron carbide, sintering, high pressure, temperature field, computer modeling.

1. Кислый П.С., Кузенкова М.А., Боднарчук Н.И., Грабчук Б.Л. Карбид бора. Киев: Наук. думка, 1988. 216 с.
2. Suri A.K., Subramanian C., Sonber J. K., Murthy T.S.R.Ch., Synthesis and consolidation of boron carbide: A review. *Int. Mater. Rev.* 2010. Vol. 55, no 1. P. 4–9.
3. Ostapenko I.T., Slezov V.V., Tarasov R.V., Kartsev N.F., Podtykan V.P. Densification of boron carbide powder during hot pressing, *Powder Metall. Met. Ceram.* 1979. Vol. 18, no. 5. P. 312–316.

4. Kuzenkova M.A., Kislyi P.S., Grabchuk B.L., Bodnaruk N.I. The structure and properties of sintered boron carbide. *J. Less-Common Metals*. 1979. Vol. 61. P. 217–223.
5. Thevenot F. Boron carbide—A comprehensive review. *J. Eur. Ceram. Soc.* 1990. Vol. 6, iss. 4, P. 205–225.
6. Ивженко В.В., Крыль А.О., Крыль Я.А., Кайдаш О.Н., Лешук А.А., Дуб С.Н., Сарнавкая Г.Ф. Исследование абразивного износа горячепрессованных материалов системы  $B_4C-TiB_2$ . *Сверхтв. материалы*. 2014. № 3. С. 57–64.
7. Кайдаш О. Н., Туркевич В. З., Ивженко В. В. и др. Влияние боридов  $TiB_2-TiB_2$ –(вторичный) на структуру, свойства и абразивный износ горячепрессованных СМС-композитов  $B_4C-(TiB_2-TiH_2)$ . *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр.* Киев: ИСМ им. В.М. Бакуля НАН Украины, 2018. Вып. 21. С. 392–400.
8. Lee H., Speyer R. F. Pressureless sintering of boron carbide. *J. Am. Ceram. Soc.* 2003. Vol. 86, no 9. P. 1468–73.
9. Skorokhod V.V. Processing, microstructure, and mechanical properties of  $B_4C-TiB_2$  particulate sintered composites I. Pressureless sintering and microstructure evolution. *Powder Metall. Metal Ceram.* 2000. Vol. 39, no. 7–8. P. 414–423.
10. Atkinson H.V., Davies S. Fundamental aspects of hot isostatic pressing: an overview. *Metall. Mater. Transact. A*. 2000. Vol. 31. P. 2981–3000.
11. Rothe S., Kalabukhov S., Frage N., Hartmann S. Field assisted sintering technology. Part I: Experiments, constitutive modeling and parameter identification. *GAMM-Mitt.* 2016. Vol. 39, no. 2. P. 114–148.
12. Zavaliangos A., Zhang J., Krammer M., Groza J. Temperature evolution during field activated sintering. *Mat. Sci. Eng. A*. 2004. Vol. 379. P. 218–228.
13. Yue X.Y., Zhao S.M., Lü P., Chang Q., Ru H. Synthesis and properties of hot pressed  $B_4C-TiB_2$  ceramic composite. *Mater. Sci. Eng. A*. 2010. Vol. 527. P. 7215–7219.
14. Райченко А. И. Основы процесса спекания порошков пропусканием электрического тока. Москва: Металлургия, 1987. 128 с.
15. Anselmi-Tamburini U., Munir Z.A., Kodera Y., Imai T., Ohyanagi M. Influence of synthesis temperature on the defect structure of boron carbide: experimental and modeling studies. *J. Am. Ceram. Soc.* 2005. Vol. 88, no. 6. P. 1382–1387.
16. Kazakova V.N., Grigoryev E.G. Spark Plasma Sintering of Boron Carbide Powder. *15th Int. School-Conf. "New materials – Materials of Innovative Energy: Development, Characterization Methods and Application"*. Moscow, Russia. 23–27 Oct., 2017. KnE Publishing. Materials Science, 2017. P. 548–557.
17. Katz J.D., Blake R.D., Petrovic J.J., Sheinberc H. Microwave sintering of boron carbide. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 1988. Vol. 124. P. 219–226.
18. Ghasali E., Alizadeh M., Ebadzadeh T., Pakseresht A. H., Rahbari A. Investigation on microstructural and mechanical properties of  $B_4C$ -aluminum matrix composites prepared by microwave sintering. *J. Mater. Technol.* 2015. Vol. 4, no. 4. P. 411–415.
19. High-temperature microwave sintering of boron carbide ceramic armor materials. <https://www.industrialmicrowavefurnace.com>
20. 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 Metall. Metal Ceram.* 2005. Vol. 44, no. 1–2. P. 75–85.
21. 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. *J. Ceram. Soc. of Japan*. 2014. V. 122, no. 4. P. 271–275.
22. Singhal S.K., Singh B.P. Sintering of boron carbide under high pressures and temperatures. *Indian J. Eng. Mater. Sci.* 2006. Vol. 13, April. P. 129–134
23. Liu L., Li X., He Q., Xu L., Cao X., Peng X., Meng C., Wang W., Zhu W., Wang Y. Sintering dense boron carbide without grain growth under high pressure. *J. Amer. Ceram. Soc.* 2017. <https://doi.org/10.1111/jace.15282>
24. Liu F., He D., Liu P., Wang H., Xu C., Yin S., Yin W., Li Y. Plastic deformation and sintering of alumina under high pressure. *J. Appl. Phys.* 2013. Vol. 114, iss. 23. P. 1–5.
25. Ji W., Rehman S.S., Wang W., Wang W., Wang Y., Zhang J., Zhang F., Fu Z. Sintering boron carbide ceramics without grain growth by plastic deformation as the dominant densification mechanism. *Sci. Reports*. 2015. Oct. 27. P. 1–8.

26. Kim K.H., Chae J.H., Park J.S., Ahn J.P., Shim K.B. Sintering behavior and mechanical properties of B<sub>4</sub>C ceramics fabricated by spark plasma sintering. *J. Ceram. Proc. Res.* 2009. Vol. 10, no. 6. P. 716–720.
27. Lyeshchuk O. Computational modeling of superhard materials synthesis. *Comput. Mater. Sci.* 2010. Vol. 49, iss. 1. P. 585–594.
28. Gu X., Li R., Tian Y. Finite element simulation of the temperature field in the large volume cubic high pressure apparatus cavity. *J. Crystal Growth.* 2014. Vol. 390. P. 109–113.
29. Panasyuk T.S., Lyeshchuk O.O., Lusakovs'kyi V.V., Kalenchuk V.A., Zanevs'kyi O.O. Modeling of temperature fields in the growth volume of the high-pressure cell of the six-punch high pressure apparatus in growing of diamond crystals by *T*-gradient method. *J. Superhard Mater.* 2017. Vol. 39, no. 6. P. 390–396.
30. 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. *J. Superhard Mater.* 2019. Vol. 41, no. 6. P. 421–433.
31. Тепло- и массообмен. Теплотехнический эксперимент: Справ. / под общ. ред. В.А. Григорьева, В.И. Зорина. Москва: Энергоиздат, 1982. 510 с.
32. Wei X., Giuntini D., Maximenko A. L. Electric contact resistance in spark plasma sintering tooling setup. *J. Am. Ceram. Soc.* 2015. March. P. 1–35.
33. Liu J., Zeng F., Zou Z., Li Y. Continuum modeling of B<sub>4</sub>C densification during spark plasma sintering. *J. Mater. Res.* 2017, Vol. 32, iss. 17. P. 3425–3433.
34. Денисов М.А. Математическое моделирование теплофизических процес-сов: ANSYS и CAE-проектирование. Екатеринбург: УрФУ, 2011. 149 с.
35. Свойства конструкционных материалов на основе углерода. Справ. / под ред. В.П. Соседова. Москва: Metallurgia, 1975. 336 с.
36. Paterson M.S., Edmond J.M. Deformation of graphite at high pressures. *Carbon.* 1972. Vol. 10. P. 29–34.

Надійшла до редакції 07.06.19

Після доопрацювання 26.06.19

Прийнята до опублікування 27.06.19