

## Исследование влияния отжига в различных средах на свойства композиций TiN—TiB<sub>2</sub>

А. С. Петухов

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины, Киев, e-mail: asp@ipms.kiev.ua

*Изучено влияние изотермического отжига в атмосфере азота и в вакууме на фазовый состав и износостойкость керамических композиций TiN—TiB<sub>2</sub> с содержанием борида 36 и 50% (мас.), полученных электроразрядным спеканием. После отжига в азоте повышается относительное количество TiN в системе в результате взаимодействия диборида титана с азотом. Отжиг в вакууме приводит к уменьшению относительной интенсивности рефлексов TiN и образованию определенной неидентифицированной кристаллической фазы (типа TiN<sub>x</sub>O<sub>y</sub>), а также к повышению стойкости режущего инструмента с 0,05 до 4,5 мин.*

**Ключевые слова:** изотермический отжиг, износостойкость, композиция TiN—TiB<sub>2</sub>, электроразрядное спекание, режущий инструмент.

### Введение

Одним из наиболее перспективных способов спекания керамических композиций является электроразрядное спекание (ЭРС) (SPS — spark plasma sintering). С технологической точки зрения скорость охлаждения на установке FCT System GmbH HP D25 должна быть не менее 200—300 К/мин, что приводит к возникновению остаточных термических напряжений вследствие неоднородного сжатия поверхностных и внутренних слоев (напряжения I рода, уравнивающиеся в объеме всего тела или отдельных его макрочастей), а также в результате различной величины коэффициентов термического расширения составляющих композиционной керамики. В исследуемой композиции TiN имеет  $\alpha_T = 9,35 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  при 25—1100 °С, а TiB<sub>2</sub> —  $\alpha_T = 4,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  при 25—1100 °С [1]. В последнем случае это напряжения II рода, уравнивающиеся в объеме зерна или нескольких блоков. В связи с этим состояние спеченных образцов термодинамически неустойчиво. При отжиге в них протекают процессы возврата и рекристаллизации, обуславливающие релаксацию остаточных термических напряжений.

В работе [2] изучался процесс горячего прессования керамики ZrB<sub>2</sub>—SiC—графит. Коэффициенты термического расширения и модули упругости составляющих ZrB<sub>2</sub>, SiC и графита сильно различаются между собой, что приводит к высоким концентрациям остаточных напряжений, когда керамика охлаждается от температуры горячего прессования (1900 или 2000 °С) до комнатной. Известно, что для релаксации остаточных напряжений и повышения механических свойств спеченный керамический материал можно подвергать высокотемпературной обработке в течение определенного времени, а затем медленно охлаждать до комнатной температуры [3].

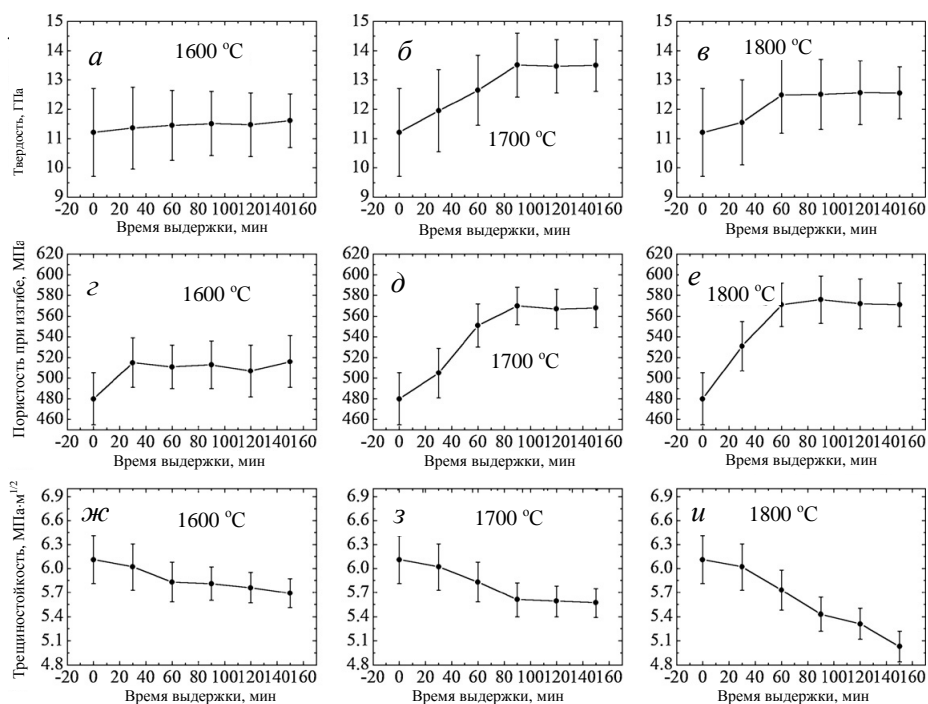


Рис. 1. Механические свойства образцов керамики  $ZrB_2$ — $SiC$ —графит до и после отжига при температурах 1600—1800 °С [4]: *a—в* — твердость; *г—е* — прочность при изгибе; *ж—к* — трещиностойкость.

В работе [4] керамику  $TiB_2$ — $TiN$  подвергали горячему прессованию при  $T = 1900$  °С в течение 1 ч в атмосфере  $Ag$ , охлаждение до комнатной температуры проводили со скоростью 20 °С/мин. Спеченную керамику отжигали при 1600, 1700 и 1800 °С без давления в атмосфере  $Ag$  при различных временах выдержки. Скорости нагрева и охлаждения составляли 10 и 5 °С/мин соответственно. Установлено, что отжиг стимулирует увеличение прочности связи поверхностей раздела, повышение относительной плотности, уменьшение термических остаточных напряжений. Оптимальными условиями отжига являются температура 1700 °С и время выдержки 90 мин, при которых был получен наилучший комплекс механических свойств (рис. 1). Как видно на рис. 1, отжиг приводит к значительному повышению твердости и прочности при изгибе. Однако трещиностойкость при этом понижается. В процессе отжига при температуре 1700 °С в течение 90 мин твердость и прочность увеличивались на 20,6 и 20,2%, соответственно, трещиностойкость уменьшалась на 8,2%. Отжиг способствовал повышению прочности при изгибе и твердости благодаря увеличению прочности связи поверхностей раздела и относительной плотности и уменьшению термических остаточных напряжений. При этом отжиг практически не оказал никакого влияния на размер зерна.

В работе [5] исследовали влияние температуры ЭРС на фазовый состав, микроструктуру и механические свойства композитов  $\alpha$ - $SiC$ — $\alpha$ - $SiAlON$  с содержанием 80% (мас.)  $\alpha$ - $SiC$  (фаза 6Н). Процесс проводили при 1800—2000 °С в атмосфере азота при давлении  $6 \cdot 10^4$  Па. Отжиг при 1700 °С в течение 30 с после нагрева до 2000 °С приводит к некоторому

увеличению твердости, трещиностойкости и понижению прочности при изгибе, а также к полиморфному превращению  $6H-SiC \rightarrow 3C-SiC$ , что является возможной причиной значительного роста зерна. Предполагается, что полиморфное превращение — следствие активации электрическим током.

Известно, что высокая концентрация дефектов структуры, таких как микропоры, неравновесные границы зерен, двойниковые границы, дефекты упаковки и другие, обуславливает нестабильность свойств материала вследствие большой движущей силы эволюции микроструктуры. Необходимо осуществить переход неравновесной структуры в более устойчивое состояние с целью достижения без- или малодефектного строения границ зерен, но при этом не допустить роста зерен. Одним из способов такого перехода может стать отжиг, в котором диффузионные процессы по границам зерен приводят к совмещению решеток смежных зерен [6].

В результате реакционного ЭРС керамических композитов  $TiN-TiB_2$  из исходных порошковых смесей  $TiH_x + BN$  химическая реакция, возможно, может проходить не в полной мере, в результате чего в синтезированном композите могут присутствовать остаточные компоненты реакции (например,  $BN$ ) [7]. Для прохождения химической реакции до конца необходим термический отжиг, который также снимает остаточные напряжения, улучшает качество границ зерен. При этом за счёт диффузии будет происходить гомогенизация структуры, выравнивание химического состава в микрообъемах и в объеме образца. Скорость охлаждения должна быть достаточно низкой. Это приведет к повышению механических и режущих свойств керамических композитов  $TiN-TiB_2$ . Согласно работе [4], при отсутствии фазовых переходов в температурном интервале отжига не следует ожидать значительного роста зерна.

Цель данной работы — исследовать влияние изотермического отжига в атмосфере азота и в вакууме на фазовый состав и износостойкость керамических композиций  $TiB_2-TiN$  с содержанием борида 36 и 50% (мас.), полученных реакционным электроразрядным спеканием.

#### Методика эксперимента и исходные материалы

Проводили электроразрядное спекание. Режимы процесса: скорость нагрева — 100—200 °C/мин, температура — 1650—1800 °C, пульсирующий ток, время выдержки — 3 мин, вакуум — 10—100 Па. Температуры спекания и режимы отжига в установке для ЭРС непосредственно после спекания представлены в табл. 1. Нумерация образцов в табл. 1 соответствует нумерации в табл. 2—5 и на рисунках. Все образцы, за исключением образца 3, спекали по режиму

$$20^\circ\text{C} \rightarrow 450^\circ\text{C} \rightarrow 1300^\circ\text{C} \rightarrow \text{Выдержка 3 мин} \rightarrow 20^\circ\text{C}$$
$$v = 200^\circ\text{C/мин} \quad v = 100^\circ\text{C/мин} \quad T = 1650\text{—}1800^\circ\text{C}.$$

Образец 3 спекали по режиму:

$$20^\circ\text{C} \rightarrow 450^\circ\text{C} \rightarrow 1300^\circ\text{C} \rightarrow \text{Выдержка 3 мин} \rightarrow 20^\circ\text{C}$$
$$v = 100^\circ\text{C/мин} \quad v = 25^\circ\text{C/мин} \quad T = 1750^\circ\text{C}.$$

В интервале 20—450 °С температуру пирометрически не определяли. Образцы 2, 6 и 7 подвергали отжигу в установке для ЭРС с целью гомогенизации и снятия остаточных напряжений.

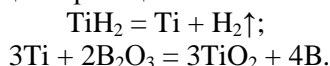
Объектами для исследований являлись режущие пластины SNGN 120416, изготовленные из спеченных образцов. Проводили рентгенофазовый анализ (РФА) центральной части полированной поверхности режущих пластин и поверхности шлифов внутренней части разрезанных спеченных образцов. Режущие пластины испытывали на токарном станке. Материал заготовки — закаленная сталь ШХ15, скорость — 100 м/мин, глубина резания — 0,5 мм, подача — 0,05 мм/об, фаска — 0,07—0,2, без СОЖ. Отжиг осуществляли в печи Centog в азоте (ОЧ, кл. 2, 99,995%) и в вакууме (остаточное давление 10—100 Па) по следующему режиму:

<b>Нагрев</b>		<b>Охлаждение</b>		
20 °С	→	Выдержка 2 ч, $T = 1400$ °С	→	20 °С
$\nu = 10$ °С/мин				$\nu = 10$ °С/мин.

Перед отжигом в вакууме образцы тщательно промывали изопропиловым спиртом, сушили в шкафу при температуре  $T = 100$  °С в течение 1 ч. Часть образцов взвешивали до и после отжига.

### Экспериментальные результаты и их обсуждение

Результаты РФА образцов, отожженных в вакууме, представлены на рис. 2. Рентгенофазовый анализ внутренних областей образцов 1 и 5 после спекания показал наличие очень слабых рефлексов  $\text{TiO}_2$  при  $2\theta < 26^\circ$  (табл. 2). Это является следствием окисления остаточным оксидом  $\text{V}_2\text{O}_3$  активного титана, который образовался в процессе дегидрирования  $\text{TiH}_2$  в соответствии со следующими реакциями:



Бор не определяется на дифрактограммах вследствие его возможной рентгеноаморфности. Оксид  $\text{V}_2\text{O}_3$  является составляющей исходных порошков В и VN. Отсутствие  $\text{V}_2\text{O}_3$  в поверхностных слоях образцов объясняется высокой упругостью паров данного оксида и, соответственно, его испарением при ЭРС. В процессе спекания остаточное давление колеблется в пределах 10—100 Па, в то время как, по данным работы [8], при 1650—1800 °С упругость паров  $\text{V}_2\text{O}_3$  составляет 1790—8290 Па.

Отжиг в установке для ЭРС непосредственно после спекания образцов 6 и 7 улучшает фазовый состав на поверхности пластин по сравнению с неотожженным образцом 5 (табл. 2), что является результатом прохождения химической реакции синтеза композиции  $\text{TiB}_2$ — $\text{TiN}$  до конца. Отжиг в вакууме (образцы 1, 4, 5, 7) приводит к уменьшению относительной интенсивности рефлексов  $\text{TiN}$  и образованию определенной неидентифицированной кристаллической фазы (рис. 2, табл. 3), что может указывать на превращение части нитрида в другую кристаллическую фазу типа  $\text{TiN}_x\text{O}_y$  при отжиге. Данный процесс, а также образование оксида  $\text{TiO}_2$  (образцы 5, 7, рис. 2, в, г) свидетельствуют о некотором деазотировании нитрида и окислении активного образовавшегося титана атомами остаточного кислорода. В результате деазотирования нитрида и взаимодействия образовавшегося титана с  $\text{TiB}_2$  появляется некоторое количество  $\text{Ti}_3\text{B}_4$ . Рефлексы данной фазы заметны на дифрактограммах композиций с повышенным содержа-

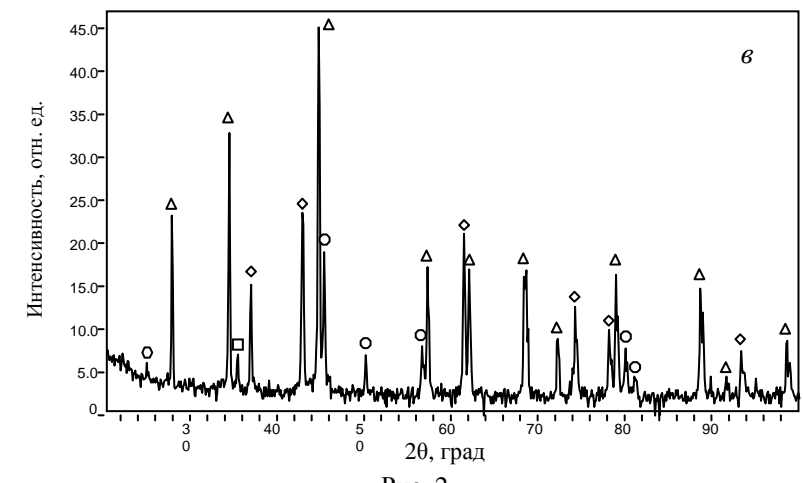
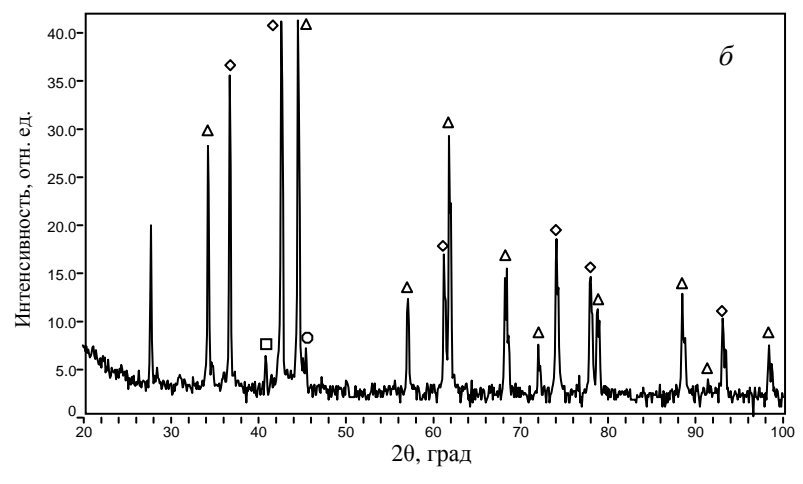
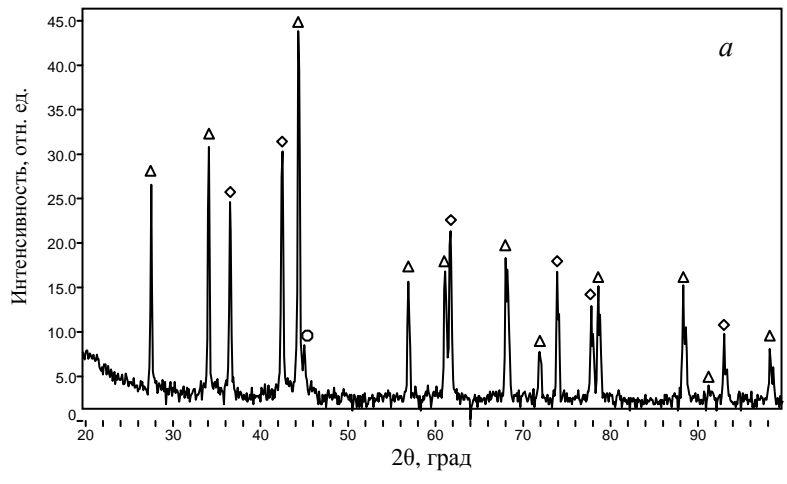


Рис. 2, а—в.

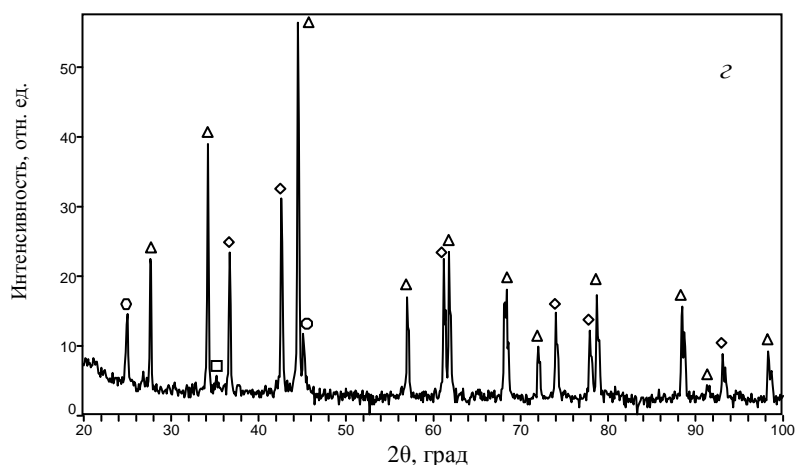


Рис. 2. Дифрактограммы образцов 1 (36% (мас.)  $\text{TiB}_2$ ) (а), 4 (36% (мас.)  $\text{TiB}_2$ ) (б), 5 (50% (мас.)  $\text{TiB}_2$ ) (в) и 7 (50% (мас.)  $\text{TiB}_2$ ) (г):  $\Delta$  —  $\text{TiB}_2$ ;  $\diamond$  —  $\text{TiN}$ ;  $\circ$  — неидентифицированная фаза;  $\square$  —  $\text{Ti}_3\text{B}_4$ ;  $\circ$  —  $\text{TiO}_2$ .

нием  $\text{TiB}_2$  (50% (мас.)). Существование борида титана состава  $\text{Ti}_3\text{B}_4$  подтверждено в работе [9]. Все это можно объяснить завышенной температурой спекания.

Отжиг в азоте (табл. 3, образцы 3, 8) приводит к повышению относительного количества  $\text{TiN}$  в системе вследствие прохождения реакции



При этом  $\text{BN}$  определяется только на дифрактограмме образца 8 с содержанием 50% (мас.)  $\text{TiB}_2$  (табл. 3). Данный образец имеет более высокое содержание  $\text{TiB}_2$ . Максимальный пик  $\text{BN}$  находится при угле отражения  $2\theta \approx 27^\circ$ . Отсутствие рефлексов  $\text{B}$  на данной дифрактограмме и рефлексов  $\text{B}$  и  $\text{BN}$  на дифрактограмме образца 3 (36% (мас.)  $\text{TiB}_2$ ) свидетельствует о возможной рентгеноаморфности бора и нитрида бора.

**Таблица 1. Режимы спекания и отжига в установке для ЭРС непосредственно после спекания керамики  $\text{TiB}_2$ — $\text{TiN}$**

Номер образца	Содержание $\text{TiB}_2$ , % (мас.)	Температура выдержки, $^\circ\text{C}$	Параметры отжига
1	36	1650	—
2	—	1650	Отжиг при 1200 $^\circ\text{C}$ , 30 мин
3	—	1750	—
4	—	1750	—
5	50	1700	—
6	50	1700	Отжиг при 1200 $^\circ\text{C}$ , 30 мин
7	—	1700	Отжиг при 1150 $^\circ\text{C}$ , 30 мин + + отжиг при 600 $^\circ\text{C}$ , 30 мин
8	—	1800	—

**Т а б л и ц а 2. Результаты РФА спеченных образцов и режущих пластин композиции TiB<sub>2</sub>—TiN**

Номер образца	Содержание TiB <sub>2</sub> , % (мас.)	Скорость нагрева, °С/мин	Температура выдержки, °С	Параметры отжига*	Объект съемки	Фазовый состав**
1	36	200	1650	—	Поверхность пластины	TiN <sub>о.с.</sub> + TiB <sub>2ср.</sub>
					Объем образца	TiN <sub>о.с.</sub> + TiB <sub>2ср.</sub> + TiO <sub>2о.сл.</sub>
5	50	200	1700	—	Поверхность пластины	TiB <sub>2о.с.</sub> + TiN <sub>с</sub> + следы BN
					Объем образца	TiB <sub>2о.с.</sub> + TiN <sub>о.с.</sub> + следы TiO <sub>2</sub>
6	50	200	1700	Отжиг при 1200 °С, 30 мин	Поверхность пластины	TiB <sub>2о.с.</sub> + TiN <sub>о.с.</sub>
7	50	200	1700	Отжиг при 1150 °С, 30 мин + отжиг при 600 °С, 30 мин	Поверхность пластины	TiB <sub>2о.с.</sub> + TiN <sub>о.с.</sub>

\* Отжиг проводился непосредственно после спекания в установке ЭРС.

\*\* о.с. — очень сильная; с — сильная; ср — средняя; сл. — слабая; о.сл. — очень слабая относительная интенсивность рефлексов на дифрактограммах.

**Т а б л и ц а 3. Результаты РФА поверхности режущих пластин композиции TiB<sub>2</sub>—TiN до и после отжига**

Номер образца	Содержание TiB <sub>2</sub> , % (мас.)	Скорость нагрева, °С/мин	Температура выдержки, °С	Среда отжига	Фазовый состав	
					до отжига	после отжига
1	36	200	1650	Вакуум	TiN <sub>о.с.</sub> + TiB <sub>2ср.</sub>	TiB <sub>2о.с.</sub> + TiN <sub>ср.</sub> + неид. фаза <sub>о.сл.</sub>
4	36	200	1750	-, -	TiN <sub>о.с.</sub> + TiB <sub>2ср.</sub> + следы BN	TiB <sub>2о.с.</sub> + TiN <sub>о.с.</sub> + неид. фаза <sub>о.сл.</sub> + следы BN
5	50	200	1700	-, -	TiB <sub>2о.с.</sub> + TiN <sub>с</sub> + следы BN	TiB <sub>2о.с.</sub> + TiN <sub>сл.</sub> + неид. фаза <sub>сл.</sub> + TiO <sub>2о.сл.</sub> + Ti <sub>3</sub> B <sub>4 о.сл.</sub>
7	50	200	1700	-, -	TiB <sub>2о.с.</sub> + TiN <sub>о.с.</sub>	TiB <sub>2о.с.</sub> + TiN <sub>сл.</sub> + TiO <sub>2сл.</sub> + неид. фаза <sub>о.сл.</sub> + Ti <sub>3</sub> B <sub>4 о.сл.</sub>
3	36	100	1750	Азот	TiN <sub>о.с.</sub> + TiB <sub>2ср.</sub>	TiN <sub>о.с.</sub> + TiB <sub>2о.сл.</sub>
8	50	200	1800	-"	TiB <sub>2о.с.</sub> + TiN <sub>с.</sub>	TiN <sub>о.с.</sub> + TiB <sub>2сл.</sub> + BN <sub>о.сл.</sub>

Примечание: расшифровку индексов интенсивности фаз см. в табл. 2.

В табл. 4. представлены результаты изменения массы некоторых образцов в процессе отжига в вакууме. Образец 4 потерял 0,67% массы при отжиге, что соответствует ~4,6% возможной потери азота от стехиометрического содержания в TiN (14,5% (мас.) в составе композита). На основании анализа дифрактограмм (рис. 2) и данных табл. 3 и 4 можно сделать вывод, что в результате отжига в вакууме изменяется фазовый состав образцов и, соответственно, их масса. Изменение массы образцов после отжига не коррелирует с соответствующими значениями относительной плотности. Это свидетельствует о том, что уменьшение массы

**Т а б л и ц а 4. Масса образцов TiB<sub>2</sub>—TiN после сушки и отжига в вакууме**

Номер образца	Содержание TiB <sub>2</sub> , % (мас.)	Относительная плотность, %	Масса, г		Изменение массы, %
			сушка	отжиг в вакууме	
1	36	98,8	3,7230	3,6986	0,66
4	36	98,3	3,7269	3,7020	0,67
5	50	98,6	3,2428	3,2364	0,20
7	50	99,0	3,6681	3,6586	0,26

**Т а б л и ц а 5. Результаты испытаний режущих пластин TiN—TiB<sub>2</sub> до и после отжига**

Номер образца	Содержание TiB <sub>2</sub> , % (мас.)	Стойкость пластин* (мин) при фаске		Высота скола (мм) при фаске		Среда отжига
		0,07	0,15	0,07	0,15	
1	36	<u>0,08</u> 0,33	<u>2,17</u> 4,5	— 0,3	<u>0,3</u> 0,3	Вакуум
2	36	<u>0,08</u> —	<u>0,25</u> —	<u>0,45</u> —	<u>0,45</u> —	—
4	36	<u>0,25</u> <sup>1</sup> 0,40	<u>1,5</u> 3,0 <sup>2</sup>	<u>0,4</u> 0,3	<u>0,6</u> 0,5	Вакуум
5	50	<u>0,05</u> <sup>3</sup> 0,25	— 3,5	<u>0,4</u> 0,4	— 0,45	Вакуум
6	50	<u>0,75</u> —	<u>10,0</u> —	<u>0,4</u> —	Микроскол 0,65	—
7	50	<u>0,15</u> 0,40	<u>1,5</u> 2,5	<u>0,45</u> 0,3	<u>0,45</u> 0,45	Вакуум
3	36	<u>0,08</u> —	<u>0,08</u> 0,25 <sup>4</sup> — 0,33 при Ф 0,2	<u>0,75</u> —	<u>0,4</u> —	Азот
8	50	— 0,5	<u>0,33</u> 1,0	— 0,13	<u>0,4</u> Разрушение вершины	Азот

\*Верхнее число — до отжига, нижнее — после.

<sup>1</sup>Работал 1 мин, износ по задней грани 0,6 мм. <sup>2</sup>Все грани пластины испытаны, произведена повторная заточка. Низкое качество обработки поверхности.

<sup>3</sup>Работал 2 мин, износ по задней грани 0,7 мм. <sup>4</sup>Все грани пластины испытаны, произведена повторная заточка.

образцов при отжиге не связано с испарением влаги или спирта, которые могли находиться в порах.

Результаты испытаний режущих пластин TiN—TiB<sub>2</sub> представлены в табл. 5. Как следует из таблицы, увеличение ширины фаски режущей пластины, как правило, приводит к значительному повышению стойкости до отжига с 0,05 до 10,0 мин и с 0,25 до 4,5 мин — после отжига, что обусловлено ростом прочности режущей кромки. Прочностные свойства



исследуемой композиции TiN—TiB<sub>2</sub> повышаются в результате отжига как в азоте, так и в вакууме. Это способствует увеличению стойкости режущего инструмента с 0,05 до 4,5 мин. Причем после отжига осуществляли повторную заточку по уже испытанным граням. В связи с достаточно низкой скоростью резания в нашем случае преобладают абразивное, адгезионное и усталостное изнашивание. При данных видах износа решающее значение имеют механические свойства материала режущего инструмента.

### Выводы

Не удалось обнаружить заметного влияния состава исследуемых композиций, режимов спекания и отжига на фазовый состав, а также на эксплуатационные свойства спеченных и отожженных режущих пластин.

Отжиг в установке для ЭРС непосредственно после спекания приводит к некоторому улучшению фазового состава на поверхности пластин, что является результатом прохождения химической реакции синтеза композиции TiB<sub>2</sub>—TiN до конца.

На дифрактограммах, полученных съемкой внутренних областей образцов, наблюдаются очень слабые рефлексы TiO<sub>2</sub>. Это следствие окисления остаточным оксидом B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> активного титана, который образовался в процессе дегидрирования TiH<sub>2</sub>. Отсутствие B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в поверхностных слоях образцов объясняется высокой упругостью паров данного оксида и, соответственно, его испарением при ЭРС.

Отжиг в вакууме приводит к уменьшению относительной интенсивности рефлексов TiN и образованию определенной неидентифицированной кристаллической фазы (типа TiN<sub>x</sub>O<sub>y</sub>). Данный процесс, а также формирование оксида TiO<sub>2</sub> свидетельствуют о некотором деазотировании нитрида и окислении активного образовавшегося титана атомами остаточного кислорода. В результате деазотирования нитрида и взаимодействия образовавшегося титана с TiB<sub>2</sub> образуется некоторое количество Ti<sub>3</sub>B<sub>4</sub>. Все это можно объяснить завышенной температурой отжига.

Отжиг в азоте приводит к повышению относительного количества TiN в системе вследствие взаимодействия диборида титана с азотом. Отсутствие рефлексов B и BN на дифрактограммах свидетельствует о возможной рентгеноаморфности бора и нитрида бора.

Увеличение ширины фаски режущей пластины, как правило, способствует значительному повышению стойкости до отжига с 0,05 до 10,0 мин, что обусловлено повышением прочности режущей кромки. Прочностные свойства исследуемой композиции TiB<sub>2</sub>—TiN после отжига повышаются. При этом стойкость режущего инструмента растет с 0,05 до 4,5 мин. Преобладают абразивное, адгезионное и усталостное изнашивание.

1. *Свойства, получение и применение тугоплавких соединений*: (Справ.) / Под ред. Т. Я. Косолаповой. — М.: Металлургия, 1986. — 928 с.
2. Wang Z. Effect of graphite flake on microstructure as well as mechanical properties and thermal shock resistance of ZrB<sub>2</sub>—SiC matrix ultrahigh temperature ceramics / [Z. Wang, S. Wang, X. H. Zhang et al.] // *J. Alloys Compd.* — 2009. — **484**. — P. 390.
3. Hu J. Effect of annealing treatment on microstructure and tensile strength of alumina borate whisker-reinforced Al—Mg composite / [J. Hu, J. X. Zhang, S. W. Tang, W. C. Ren] // *Mater. Sci. Eng.: A.* — 2006. — **433**. — P. 94—99.

4. Wang Z. Effect of annealing treatment on mechanical properties of a ZrB<sub>2</sub>—SiC—graphite ceramic / Z. Wang, Z. Wu, G. Shi // Mater. Sci. and Eng. — 2011. — **528**, No. 6. — P. 2870—2874.
5. Limeng L. Synthesis of  $\alpha$ -SiC/ $\alpha$ -SiAlON composites by spark plasma sintering: Phase formation and microstructures development / [L. Limeng, Y. Feng, H. Xiulan, Z. Yu] // J. of the European Ceram. Soc. — 2011. — **31**. — P. 2129—2135.
6. Ragulya A. V. Consolidated nanostructured materials / A. V. Ragulya, V. V. Skorokhod. — К. : Nauk. dumka, 2007. — 374 p.
7. Petukhov A. S. Reactive electric discharge sintering of TiN—TiB<sub>2</sub> / [A. S. Petukhov, I. V. Khobta, A. V. Ragulya et al.] // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. — 2007. — **46**, No. 11—12. — P. 525—532.
8. Самсонов Г. В. Физико-химические свойства окислов: (Справ.) / [Г. В. Самсонов, Т. Г. Буланкова, А. Л. Бурькина и др.]. — М. : Металлургия, 1969. — 190 с.
9. Самсонов Г. В. Бориды / Г. В. Самсонов, Т. И. Серебрякова, В. А. Неронов. — М. : Атомиздат, 1975. — 376 с.

### **Дослідження впливу відпалу в різних середовищах на властивості композицій TiN—TiB<sub>2</sub>**

О. С. Петухов

*Вивчено вплив ізотермічного відпалу в атмосфері азоту і у вакуумі на фазовий склад і зносостійкість керамічних композицій TiN—TiB<sub>2</sub> із вмістом бориду 36 і 50% (мас.), отриманих електророзрядним спіканням. Після відпалу в азоті підвищується відносна кількість TiN в результаті взаємодії диборида титану з азотом. Відпал у вакуумі призводить до зменшення відносної інтенсивності рефлексів TiN і формуванню певної неідентифікованої кристалічної фази (типу TiN<sub>x</sub>O<sub>y</sub>), а також до підвищення стійкості різального інструменту після відпалу у вакуумі з 0,05 до 4,5 хв.*

**Ключові слова:** *ізотермічний відпал, зносостійкість, композиція TiN—TiB<sub>2</sub>, електророзрядне спікання, різальний інструмент.*

### **Research of influence of the annealing in the different mediums on TiN—TiB<sub>2</sub> compositions properties**

O. Petukhov

*Influence of the isothermal annealing in the nitrogen atmosphere and in a vacuum on phase composition and wear resistance of TiN—TiB<sub>2</sub> ceramic composites with boride content of 36 and 50% (wt.) obtained by electric discharge sintering was studied. The annealing in a vacuum resulted in relative intensity reduction of TiN reflexes and formation of the certain unidentified crystalline phase (TiN<sub>x</sub>O<sub>y</sub> type), after the annealing in nitrogen the relative amount of TiN rose as a result of titan diboride interaction with nitrogen. Wear resistance of the cutting tool after the annealing in a vacuum rose from 0,05 to 4,5 min.*

**Keywords:** *isothermal annealing, wear resistance, TiN—TiB<sub>2</sub> composite, electric discharge sintering, cutting tool.*