

на правах рукописи



РАХМАТУЛЛИН ИЛЬЯС АМИНОВИЧ

**ПОЛУЧЕНИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО КАРБИДА БОРА В
СВЕРХЗВУКОВОЙ СТРУЕ ЭЛЕКТРОРАЗРЯДНОЙ ПЛАЗМЫ**

05.14.12 – Техника высоких напряжений

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Томск – 2015

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ФГАОУ ВО НИ ТПУ)

Научный руководитель: Сивков Александр Анатольевич, доктор технических наук, профессор.

Официальные оппоненты: Павленко Анатолий Александрович, доктор физико-математических наук, профессор, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук», заведующий лабораторией физики преобразования энергии высокоэнергетических материалов, (г. Бийск).
Корниенко Елена Евгеньевна, кандидат технических наук, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский государственный технический университет», доцент кафедры «Материаловедение в машиностроении» (г. Новосибирск).

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования Национальный исследовательский Томский государственный университет, г. Томск.

Защита состоится «30» декабря 2015 г. в 10⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета Д212.269.10 при ФГАОУ ВО НИ ТПУ по адресу: 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке ФГАОУ ВО НИ ТПУ и на сайте: <http://portal.tpu.ru/council/2800/worklist>.

Автореферат разослан «12» ноября 2015 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
Д 212.269.10, д.т.н., с.н.с.

Кабышев А.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Карбид бора B_4C как функциональный материал обладает уникальной совокупностью привлекательных свойств: сверхтвердостью до 49 ГПа, низкой плотностью $\sim 2,52 \text{ г/см}^3$, высокой термостойкостью с температурой плавления $\sim 2350 \text{ }^\circ\text{C}$, низкой теплопроводностью $\sim 28 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$, химической и радиационной стойкостью, а также является полупроводником p-типа. В дисперсном состоянии эти свойства дают возможность его использования в качестве высокоэффективного абразивного шлифовального и полировального материала, упрочняющего компонента композитных материалов, а также как сырьевой базы получения функциональной керамики. Высококачественная B_4C -керамика чрезвычайно перспективна в плане изготовления легкой и высокопрочной брони, термостойких оболочек ядерных и термоядерных реакторов, обеспечивающих поглощение нейтронного излучения, а также для термической защиты корпусов космических летательных аппаратов.

Современные тенденции материаловедения, направленные на более полную реализацию теоретически прогнозируемых свойств керамических материалов, в частности B_4C -керамики, требуют использования высококачественного ультрадисперсного сырья. В совокупности с новыми методами получения керамики, такими как горячее прессование, магнитоимпульсное прессование с микроволновым спеканием и искровое плазменное спекание, использование высококачественного сырья позволит получать керамические объемные материалы с субмикронной структурой и предельно высокими характеристиками без использования легирующих добавок.

Все известные способы синтеза и получения дисперсного карбида бора характеризуются высокой длительностью, многостадийностью физико-химических процессов, протекающих при сверхвысоких температурах и давлениях. Получаемый продукт требует очистки от различных примесей и отличается поликристаллическим строением частиц произвольных неправильных форм с очень широким распределением по размерам. Все это сопряжено с высокими материальными, энергетическими и финансовыми затратами. В настоящее время на рынке отсутствует дисперсный и высокодисперсный карбид бора отечественного производства. Одним из важнейших факторов чистоты высокодисперсных порошков и, в частности, карбида бора является нанокристаллическое строение частиц, исключающее загрязнение веществами межзеренных границ. Известно, что такие порошки можно получать методом прямого плазмодинамического синтеза в сверхзвуковой струе электроразрядной плазмы, генерируемой коаксиальным магнитоплазменным ускорителем. Это и определяет актуальность исследований и разработки нового электрофизического метода синтеза и получения высокодисперсного карбида бора.

Цель диссертационной работы заключается в разработке научно-технических основ плазмодинамического метода синтеза и получения ультрадисперсного карбида бора в сверхзвуковой струе электроразрядной плазмы.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

1. Анализ современного состояния проблемы получения ультрадисперсного кристаллического карбида бора.

2. Разработка системы плазмодинамического синтеза на основе коаксиального магнитоплазменного ускорителя для генерации импульсных сверхзвуковых струй бор-углеродной электроразрядной плазмы.

3. Исследование и выбор схемы процесса плазмодинамического синтеза и получения ультрадисперсного карбида бора.

4. Исследования влияния способа ввода прекурсоров, условий внешней газообразной среды, способа инициирования дугового разряда и его энергетических параметров на характеристики продукта синтеза.

Основная идея: использование условий в токовой оболочке сильноточного дугового разряда для перевода простых твердых прекурсоров (бор и углерод) в плазменное состояние, протекания плазмохимических реакций, гиперскоростного распыления жидкой фазы синтезированных материалов с последующей кристаллизацией и получением ультрадисперсных монокристаллических порошков.

Научная новизна и основные положения, выносимые на защиту

1. Разработана система на основе импульсного высоковольтного сильноточного коаксиального магнитоплазменного ускорителя с графитовыми электродами и ускорительным каналом, обеспечивающая при использовании для инициирования дугового разряда электропроводящей порошкообразной смеси твердых прекурсоров бора и углерода реализацию процесса прямого плазмодинамического синтеза и получения ультрадисперсного монокристаллического карбида бора при разных способах распыления синтезированного материала.

2. Экспериментально доказаны возможности получения плазмодинамическим методом ультрадисперсного монокристаллического карбида бора и регулирование гранулометрического и фазового состава продукта, стехиометрии и параметров кристаллической структуры путем изменения массы и соотношения содержания прекурсоров В и С, давления внешней газообразной атмосферы, параметров контура электропитания и зарядного напряжения емкостного накопителя энергии.

3. Экспериментально установлена перспективность использования карбида бора плазмодинамического синтеза в качестве сырья для компактирования методом искрового плазменного спекания без легирующих добавок в течение рекордно короткого времени (~20 мин.) и получения легкой высокоплотной керамики В₄С с субмикронной структурой и средним значением микротвердости Н_V=37 ГПа при высоком значении коэффициента трещиностойкости K_{IC}=6,7 МПа*м^{1/2}.

Практическая значимость работы.

1. Разработаны и реализованы в лабораторных условиях плазмодинамические системы на основе коаксиального магнитоплазменного ускорителя с графитовыми электродами, позволяющие проводить экспериментальные исследования при токах дугового разряда ~100 кА и мощности до ~200 МВт в областях физики быстропротекающих процессов при высоких плотностях энергии в условиях свободного истечения сверхзвуковой струи углеродсодержащей электроразрядной плазмы, при ее воздействии на твердую преграду и встречного взаимодействия двух сверхзвуковых плазменных струй.

2. Определены оптимальные условия и параметры системы, обеспечивающие разработку ультрадисперсного карбида бора для проведения экспериментальных исследований по оптимизации режима получения легкой и высокоплотной функциональной

керамики В₄С с субмикронной структурой методом искрового плазменного спекания без использования легирующих добавок.

Реализация работы.

Результаты диссертационной работы реализованы при выполнении научных исследований по бюджетным темам: Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 11-08-00608-а), Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы» (проект № 14.518.11.7017), Государственного задания ВУ-Зам (проект № 7.1659.2011, проект № 948).

Личный вклад автора: планирование, постановка и проведение экспериментальных исследований, проведение аналитических исследований методами просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии, обработка и анализ аналитических данных.

Апробация работы.

Основные результаты диссертационной работы представлены на следующих конференциях и форумах: Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов» (Москва, 2012 г.), Международный форум стратегических технологий «The 7th International forum on strategic technology IFOST2012» (Томск, 2012), «3rd International congress on radiation physics and chemistry of condensed matter, high current electronics and modification of materials with particle beams and plasma flows» (Томск, 2012), German-Russian young scientists conference «Renewable energy-Biotechnology-Nanotechnology» (Томск, 2014), «4th International congress on radiation physics and chemistry of condensed matter, high current electronics and modification of materials with particle beams and plasma flows» (Томск, 2014).

Публикации.

По теме диссертационной работы было опубликовано 17 работ, в том числе 5 статей в журналах, рекомендованных ВАК, 2 патента.

Структура и объем диссертации.

Текст диссертационной работы изложен на 156 стр., в том числе 98 рис., 17 табл. Список цитируемой литературы 80 наименований. Основной текст разделен на введение, пять глав и заключение.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении показана актуальность темы исследования, обозначены цель и задачи работы, приведены выносимые на защиту положения научной новизны, показана практическая значимость, приведены данные о структуре диссертационной работы, ее апробации и количестве опубликованных работ.

В первой главе приведены результаты анализа литературных данных по вопросу синтеза ультрадисперсного карбида бора. Показана сложность и ресурсоемкость применяемых методов синтеза и перспективность метода синтеза и получения в импульсном процессе в условиях сверхвысоких температур и давлений, возникающих в углеродной плазме сильноточного дугового разряда, ускоряемого в коаксиальной системе до сверхзвуковых скоростей.

Во второй главе описан метод плазмодинамического синтеза (ПДС) ультрадисперсного карбида бора на основе высоковольтного сильноточного импульсного

коаксиального магнитоплазменного ускорителя (КМПУ) с графитовыми электродами и ускорительным каналом (УК) при электропитании от секционированного емкостного накопителя энергии (ЕНЭ). Суммарная емкость ЕНЭ $C=28,8$ мФ при максимальном зарядном напряжении $U_{ЗАР}=5,0$ кВ позволяет запасать энергию $W_C=360$ кДж. Устройство КМПУ приведено на рис. 1. Его принцип действия заключается в генерации сверхзвуковой струи электроразрядной плазмы при коммутации ключа К и электропитании КМПУ энергией, запасенной в ЕНЭ. Канал формирования плазменной структуры (КФПС) граничащий с торцом графитового наконечника 6 центрального электрода (ЦЭ) 1 и выходящий в УК электрода-ствола 2 заполняется порошкообразной смесью аморфного бора и углерода в соотношении 4:1. Порошкообразная смесь исходных прекурсоров обладает сопротивлением $\sim 3,0$ Ом и выполняет роль токопроводящей перемычки между электродами, обеспечивая инициирование дугового разряда в УК.

При замыкании ключа К (управляемые разрядники) по обозначенному стрелками контуру (рис. 1) начинает протекать ток разряда конденсаторной батареи на индуктивную нагрузку. Примерно через 20,0 мкс после электровзрывного разрушения порошковой перемычки возникает дуговая стадия разряда, характеризующаяся резким снижением напряжения на электродах и сопротивления промежутка с последующим синусоидальным нарастанием тока с высокой di/dt до максимума I_m . При этом в УК формируется плазменная структура сильноточного разряда типа Z-пинч с круговой плазменной перемычкой, которая ускоряется в коаксиальной системе до сверхзвуковых скоростей за счет действия пандеромоторных сил кондукционной и индукционной электродинамики, а также за счет электротермического преобразования электромагнитной энергии в кинетическую энергию плазменного течения. При разрушении порошковой перемычки твердые прекурсоры бор и углерод переходят в плазменное состояние и ускоряются в плазменном потоке. В процессе работы ускорителя происходит незначительная электроэрозионная наработка углерода с графитовой поверхности УК за счет высокой температуры в зонах привязки и замыкания дуги по всей поверхности УК (10^{-3} г/кДж).

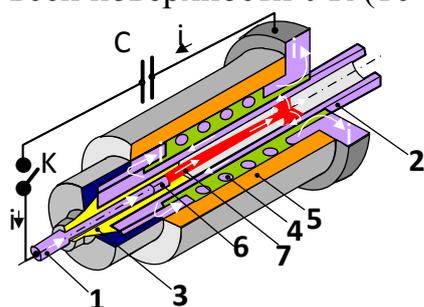


Рисунок 1. Устройство коаксиального магнитоплазменного ускорителя.

1. ЦЭ; 2. электрод-ствол;
3. изолятор ЦЭ; 4. индуктор; 5. корпус;
6. графитовый наконечник;
7. плазменная струя.

Измерение импульсного тока осуществлялось с помощью трансформатора Роговского, а быстроизменяющегося напряжения на электродах КМПУ с помощью омического делителя напряжения. Сигналы тока и напряжения регистрировались цифровыми осциллографами Tektronix TDS2012.

Получение керамики на основе ультрадисперсного порошка (УДП) карбида бора плазмодинамического синтеза осуществлялось методом искрового плазменного спекания (ИПС) на экспериментальной установке SPS Thermal Technology 10-4. Принцип действия основывается на пропускании импульсного тока через образец из

УДП карбида бора, помещенный в графитовую пресс-форму между графитовыми пуансонами, к которым прикладывается внешнее давление от гидравлической системы.

Синтезированный продукт плазмодинамического синтеза и образцы керамики с субмикронной структурой исследовались следующими методами:

- рентгеновской дифрактометрии (XRD) с использованием дифрактометра Shimadzu XRD 6000 (CuK α -излучение), программного пакета полнопрофильного анализа PowderCell 2.0 и базы структурных данных PDF2;

- сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с использованием микроскопа Quanta 200 3D с приставкой энергодисперсионного анализа (EDS), Jeol JSM7500FA и Hitachi TM3000;

- просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), в том числе высокого разрешения (ПЭМВР) с использованием микроскопов Philips CM12 и Jeol JEM2100F с приставкой энергодисперсионного анализа (EDS).

Физико-механические характеристики керамических образцов (микротвердость и трещиностойкость) изучались на установках Nanohardness Tester, ISOSCAN HV2 и ПМТ-3.

В третьей главе рассмотрено влияние схемы истечения и взаимодействия плазменных струй на характеристики продукта ПДС в системе В-С. В работе использовано три схемы: воздействие струи на твердую преграду (рис. 2а); взаимодействие двух встречных струй (рис. 2б); истечение плазменной струи в свободное пространство (рис. 2в). ПДС проводился при одинаковых исходных энергетических параметрах: $C=6,0$ мФ и $U_{3AP}=3,0$ кВ. Типичные осциллограммы импульса тока разряда $i(t)$ в одном КМПУ, напряжения на его электродах $u(t)$, кривые мощности $P(t)$ и подведенной энергии $W(t)$ приведены на рис. 3.

Различные схемы истечения плазменной струи позволяют синтезировать различные виды продуктов, как показано на рис. 4. В результате воздействия плазменной струи на твердую медную преграду (рис. 4а) большая часть продукта ПДС осаждается в виде объемного материала характерного серого цвета на поверхности преграды. Характер осаждения и разлета материала говорит о том, что на поверхность преграды синтезированный материал поступает в жидком состоянии и кристаллизуется за счет интенсивного теплоотвода при контакте с медной мишенью.

Как видно из фотоснимка (рис. 4б) в условиях встречной работы двух КМПУ с небольшим (до 10 мм) расстоянием между срезами стволов, кроме дисперсного продукта, осажденного в КР, внутри УК формируются крупные сфероидальные объекты из синтезированного В-С материала. Причиной тому является выравнивание давления в индуцированном скачке уплотнения и в УК на некотором этапе импульсного процесса, на спадающей части импульса тока дугового разряда. Это не только замедляет массоперенос, но и приводит к торможению и конденсации жидкой фазы на графитовой стенке УК.

В условиях свободного истечения плазменной струи весь продукт синтеза представляет собой тонкодисперсный порошок (рис. 4в).

На рис. 5 в сравнении представлены рентгеновские дифрактограммы (XRD-картины) дисперсных продуктов ПДС, полученных при реализации трех схем истечения плазменных струй.

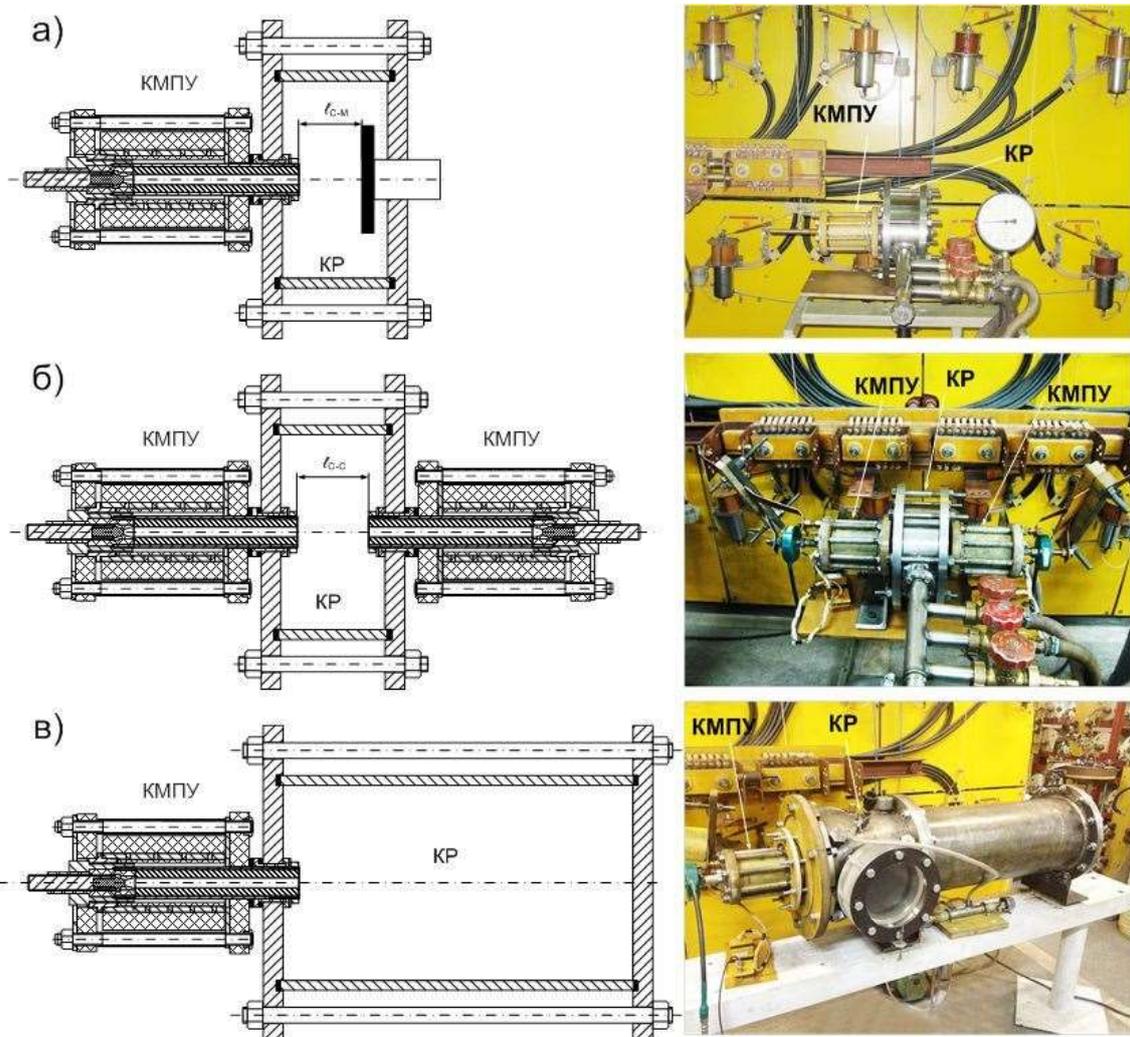


Рисунок 2. Схемы истечения и взаимодействия плазменных струй.

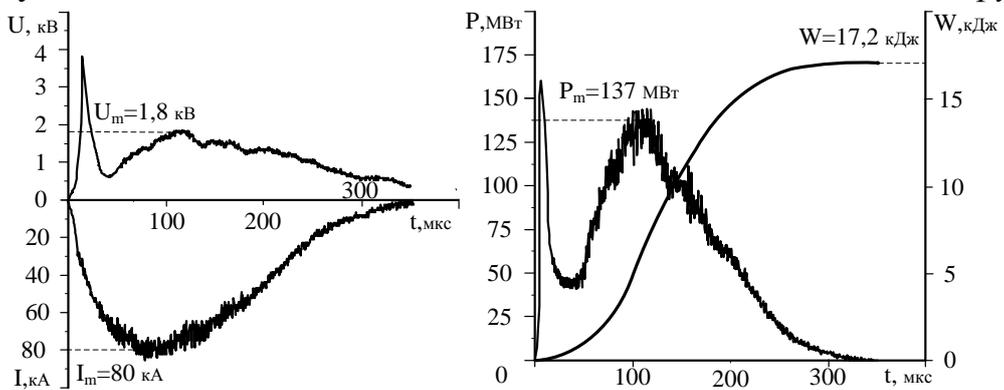


Рисунок 3. Типичные осциллограммы $i(t)$, $u(t)$, кривые $P(t)$ и $W(t)$.

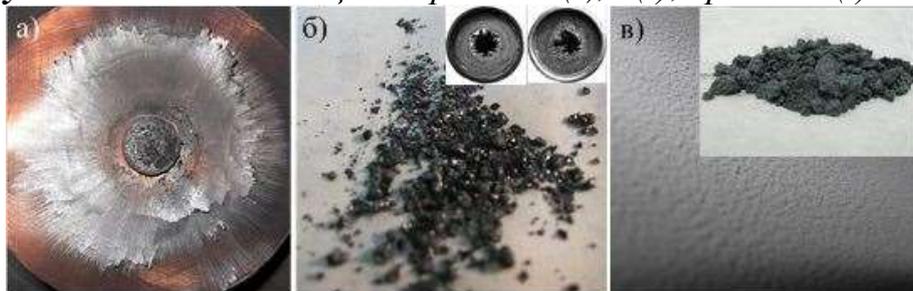


Рисунок 4. Вид синтезированных продуктов ПДС при различных схемах истечения и взаимодействия плазменных струй.

Рентгено-структурный анализ показал, что во всех случаях основной кристаллической фазой продуктов является карбид бора, близкий по стехиометрии к B_4C , но с разным массовым процентным содержанием, соответственно: ~40%, ~85%, ~92%. Судя по расчетным средним размерам областей когерентного рассеяния (ОКР), равным 30-40 нм, во всех случаях фаза карбида бора является ультрадисперсной при средних величинах внутренних микроискажений кристаллической решетки $\Delta d/d < 10^{-3}$ (d – межплоскостное расстояние).

В первом случае (рис. 5а) при воздействии плазменной струи на твердую преграду (медь) высокодисперсный продукт ПДС сильно загрязняется эродированным материалом преграды, а также кристаллическими углеродными фазами, в том числе алмазоподобными. Кроме того большая часть синтезированного карбида бора осаждается в виде покрытия на поверхности преграды и оказывается очень сильно загрязненной медью, диффундированной с поверхности преграды в жидком состоянии. Все это является существенным недостатком способа. Однако этот способ воздействия плазменной струи на твердую преграду может быть использован для получения композиционных материалов на основе B_4C и нанесения высокотвердых функциональных покрытий на твердые поверхности.

При использовании второй схемы со встречным взаимодействием струй бор-углеродной электроразрядной плазмы, кроме отмеченного выше образования крупных (до миллиметровых размеров) сфероидальных агрегатов из карбида бора, следует отметить в качестве недостатка сильное загрязнение малой по массе высокодисперсной фракции B_4C углеродными кристаллическими структурами (рис. 5б).

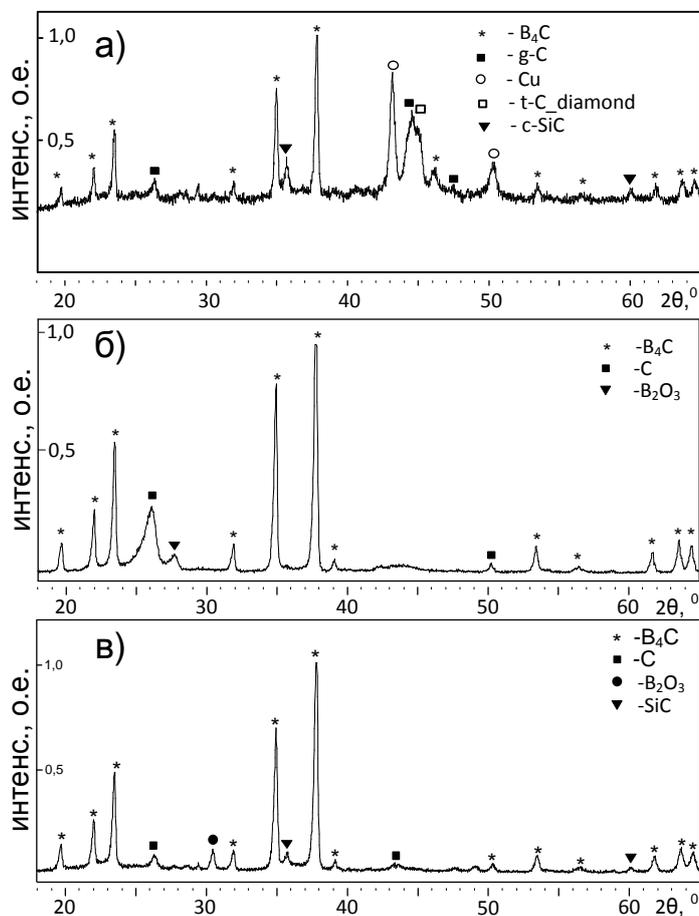


Рисунок 5. XRD-картины продуктов, синтезированных при различных схемах истечения плазменных струй.

Полностью высокодисперсный продукт ПДС с наиболее высоким массовым содержанием более ~90% фазы карбида бора B_4C образуется при проведении процесса ПДС по схеме истечения бор-углеродной плазмы в свободное пространство с инертной атмосферой аргона (рис. 5в). При этом основными загрязнениями продукта являются нанодисперсные фазы углерода и оксида бора B_2O_3 при суммарном содержании около 5,0%. Можно отметить, что практически во всех случаях в продуктах содержится на уровне «следов» (до 1,0%) нанокристаллический карбид кремния SiC, образующийся за счет эрозии стеклопластикового изолятора центрального электрода.

В связи со сказанным можно заключить, что наиболее простая в техническом отношении схема истечения плазменной струи в свободное пространство является предпочтительной в плане ее использования для получения ультрадисперсного карбида бора плазмодинамическим методом. Поэтому дальнейшие исследования посвящены вопросам ее оптимизации.

В четвертой главе диссертации представлены результаты экспериментальных исследований влияния энергетических и конструктивных параметров КМПУ, а также внешних условий на основные характеристики УДП продукта ПДС, получаемого при истечении бор-углеродной плазмы в свободное пространство с аргоновой атмосферой при нормальном давлении $P_0=1,0$ атм. и комнатной температуре. Эксперименты по влиянию общей энергетики процесса проведены при постоянных, указанных выше, конструктивных параметрах КМПУ, постоянных внешних условиях и постоянной емкости конденсаторной батареи ЕНЭ $C=6,0$ мФ. Величина накапливаемой в ЕНЭ энергии W_C изменялась за счет изменения зарядного напряжения $U_{ЗАР}=2,0\div3,5$ кВ. Основные энергетические характеристики этой серии экспериментов приведены в таблице 1. Видно, что увеличение $U_{ЗАР}$ и W_C естественно сопровождается ростом амплитуды разрядного тока I_m , максимальной мощности P_m и, как следствие, потребляемой (подведенной) ускорителем энергии W . При этом длительность импульса тока имеет минимум $t_{ИМП}=280$ мкс при $U_{ЗАР}=3,0$ кВ и далее увеличивается. Все это обеспечивает рост скорости плазменной струи на срезе ствола (УК) до $V_C\approx 2,0$ км/с. Однако при одинаковых давлениях аргоновой внешней атмосферы $P_0=1,0$ атм., скорость расширяющегося фронта головной ударной волны затухает по экспоненциальному закону и спустя $\sim 10,0$ мкс после выходы из УК составляет около 1,5 км/с, как это видно на фотограмме на рис. 6. Это лишь на 0,5 км/с превышает скорость ударной волны при $U_{ЗАР}=2,0$ кВ и, по-видимому, не должно сильно отражаться на дисперсности УДП продукта ПДС.

Таблица 1. Основные параметры ПДС при различных $U_{ЗАР}$ ($C=6,0$ мФ).

№	$U_{ЗАР}$, кВ	W_C , кДж	U_m , кВ	I_m , кА	P_m , МВт	W , кДж	$t_{ИМП}$, мкс	V_C , км/с
1	2,0	12,0	1,3	51,0	70,0	10,3	380,0	1,5
2	2,5	18,8	1,3	79,0	93,0	15,1	310,0	1,7
3	3,0	27,0	1,4	101,0	130,0	18,9	280,0	2,0
4	3,3	32,7	1,8	103,0	158,0	24,0	300,0	2,4
5	3,5	36,8	2,1	105,0	178,0	28,3	325,0	2,7

Типичная фотограмма истечения сверхзвуковой струи электроразрядной плазмы на рис. 6 демонстрирует характер сверхзвукового истечения при котором происходит расширение фронта струи после выхода из электрода-ствола и распыление материала в жидкофазном состоянии с высокой скоростью и быстрым охлаждением и кристаллизацией, приводящей к формированию УДП порошка карбида бора.

Анализ полученных дисперсных продуктов методами XRD показал, что в данных условиях наиболее высокое содержание (около 90,0%) кристаллического карбида бора, близкого по стехиометрии к B_4C , имеет место при проведении ПДС при $U_{ЗАР}=3,0-3,3$ кВ. Из представленной на рис. 7 XRD-картины и таблицы 2 видно, что основными загрязнителями продукта являются ультрадисперсные кристаллические

фазы углерода С и оксида бора B_2O_3 , суммарное содержание которых уменьшается с ростом $U_{ЗАР}$ и W , и в указанных условиях составляет около 10,0%.

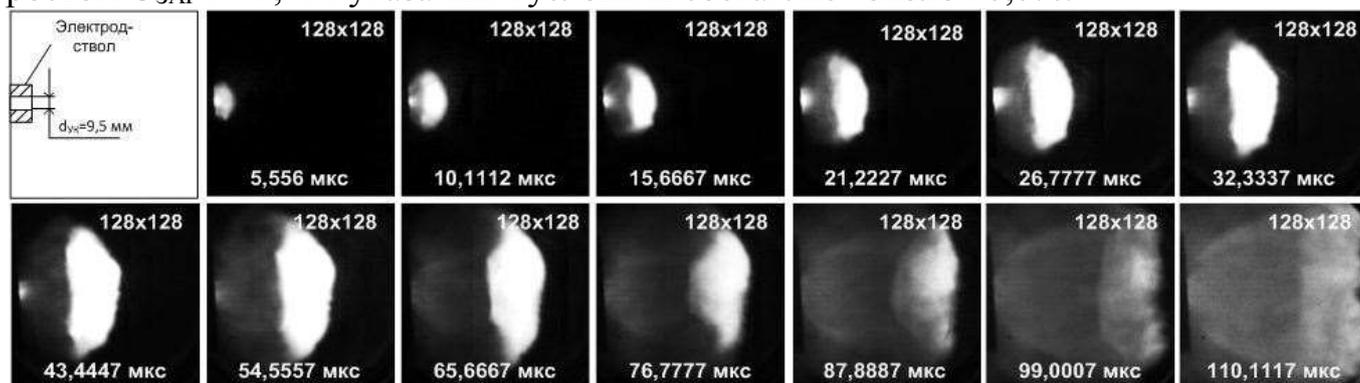


Рисунок 6. Типичная фотограмма формирования и развития ударно-волновой структуры сверхзвуковой струи при $U_{ЗАР}=3,5$ кВ, $C=6,0$ мФ.

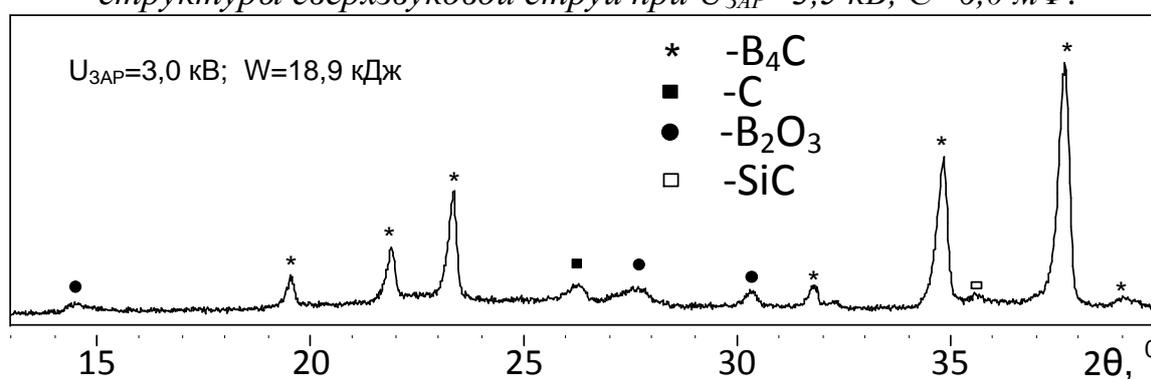
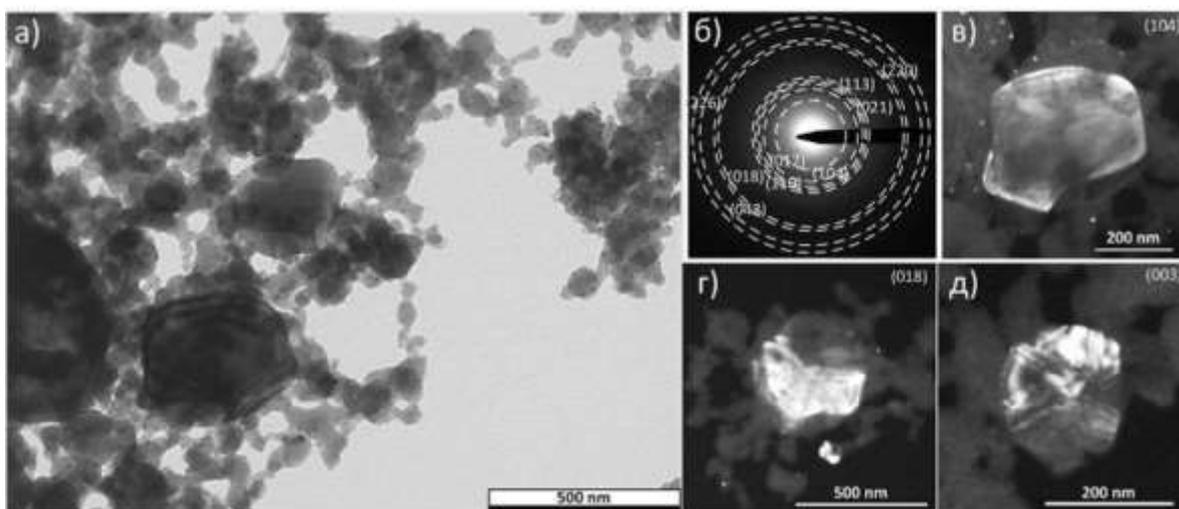


Рисунок 7. XRD-картина УДП карбида бора.

Таблица 2. Фазовый состав продуктов ПДС, полученных при разных $U_{ЗАР}$.

№	$U_{ЗАР}$, кВ	W , кДж	Фазовый состав продукта		
			B_4C , %	C , %	B_2O_3 , %
1	2,0	10,3	65,0	1,0	34,0
2	2,5	15,1	83,0	7,0	10,0
3	3,0	18,9	92,0	4,0	4,0
4	3,3	24,0	89,0	5,0	6,0
5	3,5	28,3	75,0	24,0	1,0

Данные просвечивающей электронной микроскопии синтезированного продукта, представленные на рис. 8, демонстрируют характерное строение кристаллитов карбида бора. Идентификация морфологии кристаллитов и их фазовой принадлежности проведена методом микроанализа по картинам электронной микродифракции на выделенной области (SAED – selected area electron diffraction) и сопоставлением светлопольных и темнопольных ПЭМ-изображений. На SAED в основном присутствуют точечные отражения на плоскостях кристаллитов фазы B_4C , наиболее близкой к структурной модели ромбоэдрической сингонии B_4C , пространственной группы (ПГ) $R32m$ (номер карточки по базе структурных данных PDF2 01-075-0424). Светлопольные и темнопольные ПЭМ-изображения, полученные в свете дифрагированных пучков, указанных индексами Миллера рефлексов, показывают, что кристаллиты B_4C имеют шестигранную объемную форму. Видно, что получаемые порошки B_4C имеют широкое распределение по размерам от порядка 10,0 нм до порядка 100,0 нм, а отдельные кристаллиты достигают $\sim 0,5$ мкм.



а) светлпольное изображение скопления частиц в образце; б) SAED; в, г, д) темнопольные ПЭМ-снимки кристаллитов карбида бора в свете указанных рефлексов.

Рисунок 8. Данные ПЭМ-исследований продукта ПДС ($U_{ЗАР}=3,0$ кВ).

Путем варьирования параметров разрядного контура электропитания при сохранении уровня накопленной энергии $W_C=27,0\pm 1,0$ кДж было определено влияние C и $U_{ЗАР}$ на основные характеристики дисперсного продукта. Энергетические данные этой серии экспериментов, приведенные в таблице 3, показывают что увеличение $U_{ЗАР}$ и снижение C приводит к росту амплитуды тока разряда I_m и снижению длительности импульса $t_{имп}$. При одинаковой конфигурации КФПС и близких величинах начального сопротивления порошковой перемычки (2-3 Ом) между электродами ускорителя это обусловлено в основном увеличением начальной скорости нарастания тока di/dt_1 и вторичной di/dt_2 после начала дуговой стадии разряда.

Таблица 3. Основные данные экспериментов с изменяющимися параметрами контура электропитания КМПУ.

№	$U_{ЗАР}$, кВ	C , мФ	W_C , кДж	di/dt_1 , кА/мкс	di/dt_2 , кА/мкс	U_m , кВ	I_m , кА	P_m , МВт	W , кДж	$t_{имп}$, мкс
1	3,8	3,6	26,0	4,3	1,50	1,7	100,0	130,0	17,5	235,0
2	3,4	4,8	28,0	2,6	1,40	1,4	110,0	116,0	17,0	240,0
3	3,0	6,0	27,0	2,5	1,36	1,4	101,0	125,0	19,0	280,0
4	2,5	8,4	26,3	1,6	1,23	1,4	85,0	123,0	21,0	350,0
5	2,0	13,2	26,4	1,3	0,85	1,5	74,0	100,0	22,0	550,0

Как показывают данные XRD-исследований, приведенные на рис. 9 и в табл. 4, снижение $U_{ЗАР}$ и увеличение C во всем исследуемом диапазоне сопровождается снижением показателя кристалличности синтезированного УДП и повышением содержания фазы оксида бора B_2O_3 . При этом содержание чисто углеродных фаз подчиняется такому же закону – имеет минимум при максимальном $U_{ЗАР}$ благодаря быстрому росту тока разряда и температуры в КФПС. Это обеспечивает наиболее полную возгонку прекурсоров до ионизированного состояния с дальнейшим протеканием плазмохимического синтеза карбида бора. Минимальное в данной серии экспериментов время горения дугового разряда в графитовом УК обеспечивает его минимальный электроэрозионный износ и минимальное поступление избыточного углерода в синтезированный продукт.

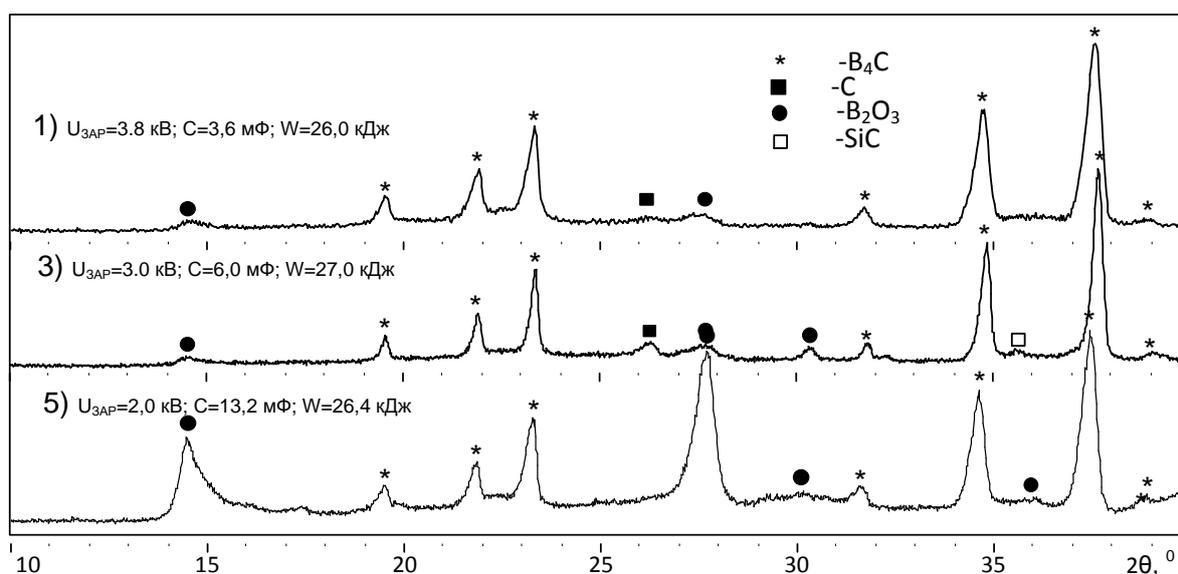


Рисунок 9. XRD-картины продуктов ПДС при разных параметрах контура электропитания.

Таблица 4. Данные XRD-исследований продуктов ПДС при различных $U_{ЗАР}$ и C .

$U_{ЗАР}$, кВ	C , мФ	Фаза	ПГ	Содерж., % масс.	ОКР, нм	$\Delta d/d \cdot 10^{-3}$	Параметр решетки теория/эксперимент	
							a	c
3,8	3,6	B ₄ C	R32m	95,0	42,0	0,97	5.6043/5.5976	12.0841/12.1033
		g-C	P63mc	3,0	16,0	1,89	2.4700/2.4840	6.7900/6.7710
		c-B ₂ O ₃	P	2,0	12,0	0,81	10.0550/10.0431	-
3,4	4,8	B ₄ C	R32m	90,0	36,0	0,46	5.6043/5.6102	12.0841/12.0984
		g-C	P63mc	3,0	12,0	5,10	2.4700/2.4786	6.7900/6.7246
		c-B ₂ O ₃	P	7,0	27,0	1,12	10.055/10.1891	-
3,0	6,0	B ₄ C	R32m	92,0	32,0	1,57	5.6043/5.6219	12.0841/12.1366
		g-C	P63mc	4,0	9,0	5,97	2.4700/2.4677	6.7900/6.7958
		c-SiC	F43m	1,0	8,0	5,13	4.3480/4.2480	-
		c-B ₂ O ₃	P	3,0	30,0	0,59	10.055/10.1651	-
2,5	8,4	B ₄ C	R32m	50,0	35,0	0,50	5.6043/5.6143	12.0841/12.1005
		g-C	P63mc	6,0	11,0	4,30	2.4700/2.4308	6.7900/6.7126
		c-B ₂ O ₃	P	44,0	34,0	0,28	10,055/10.1025	-
2,0	13,2	B ₄ C	R32m	60,0	37,0	1,40	5.6043/5.6180	12.0841/12.1140
		c-B ₂ O ₃	P	40,0	31,0	0,79	10.055/10.1059	-

Таким образом, наиболее выгодным с точки зрения повышения выхода карбидной фазы и минимизации в продукте остаточного бора в виде оксида бора B₂O₃, является режим синтеза с максимальным $U_{ЗАР}$ при минимальном $t_{имп}$. Такой режим реализуется в рассматриваемых условиях при $U_{ЗАР}$ от 3,0 кВ до 3,8 кВ, когда в силу особенностей процесса ток разряда составляет около 100 кА и длительность импульса

около 250 мкс. Снижение U_{3AP} и увеличение C сопровождается естественным уменьшением I_m и ростом $t_{имп}$. При этом происходит снижение температуры плазмы разряда, что приводит к неполной возгонке прекурсора, который остается в продукте в виде B_2O_3 . С практической точки зрения наиболее целесообразным является режим работы КМПУ при $U_{3AP}=3,0$ кВ и емкости ЕНЭ $C=6,0$ мФ, что обеспечивает повышенную безопасность эксплуатации и наибольший ресурс работы графитовых элементов конструкции КМПУ.

С целью обеспечения максимального выхода карбида бора были проведены исследования влияния массового соотношения прекурсоров В:С в порошковой смеси, закладываемой в КФПС при $U_{3AP}=3,0$ кВ и $C=6,0$ мФ, которое изменялось от $\sim 25,0:1$ до $0,25:1$. Анализ осциллограмм $i(t)$ и $u(t)$ показал, что изменение В:С практически не сказывается на энергетических характеристиках плазменных выстрелов. При указанных исходных параметрах максимальный ток разряда I_m составлял $\sim 100,0$ кА, а величина подведенной энергии $W=20,0\pm 2,0$ кДж. При минимальном содержании бора общая эрозия графитовых электродов КМПУ достигает $\sim 0,2$ г., снижается с увеличением массы бора и в среднем составляет $m_{э}\approx 0,15\pm 0,05$ г. С учетом этого массовое соотношение В:С уже в плазме разряда оценочно составляет от $7,5:1$ до $0,2:1$, как это видно из табл. 5.

Таблица 5. Данные XRD-исследований продуктов ПДС при различных соотношениях исходных прекурсоров В:С.

№ эксперимента \ Параметры	1	2	3	4	5	6
W, кДж	18,7	16,0	17,6	22,0	18,9	16,5
В:С (исходное, масс.)	25,0	19,0	9,0	6,0	4,0	0,25
В:С (в плазме, масс.)	7,15	4,32	3,33	2,29	1,98	0,2
В:С (в плазме, атом.)	7,94	4,80	3,70	2,54	2,20	0,22
d_{021} (эксп.), Å	2,399	2,392	2,382	2,366	2,378	2,376
d_{104} (эксп.), Å	2,583	2,577	2,569	2,553	2,565	2,561
$a=b$ (эксп.), Å	5,651	5,634	5,610	5,572	5,601	5,596
$a=b$ (PDF2), Å	$B_{41,11}C_{4,45}$ 5,6720	$B_{13}C_2$ 5,6330	$B_{11,15}C_{2,85}$ 5,6039	$B_{11,4}C_{3,6}$ 5,5940	B_4C 5,6043	B_4C 5,6043
c (эксп.), Å	12,164	12,138	12,106	12,033	12,088	12,065
c (PDF2), Å	$B_{41,11}C_{4,45}$ 12,1420	$B_{13}C_2$ 12,1640	$B_{11,15}C_{2,85}$ 12,0786	$B_{11,4}C_{3,6}$ 11,9770	B_4C 12,0786	B_4C 12,0841

Приведенные в таблице данные рентгеноструктурного анализа показывают, что наиболее высокий выход кристаллического карбида бора 90% и более имеет место в условиях экспериментов 3, 4 и 5. Продукт содержит минимальное количество загрязнений в виде углеродных и бор-содержащих фаз. Средние размеры ОКР фаз карбида бора составляют около $\sim 30,0$ нм. Однако в условиях эксперимента 5 (табл. 5) при исходном В:С=4:1 фаза полученного карбида бора оказывается наиболее близкой по

кристаллографическим параметрам к структурной модели В₄С (01-075-0424). Это наглядно иллюстрирует сопоставление положений по 2θ сильнейших рефлексов полученных фаз карбида бора и структурных моделей ромбоэдрической сингонии, показанное на рис. 10.

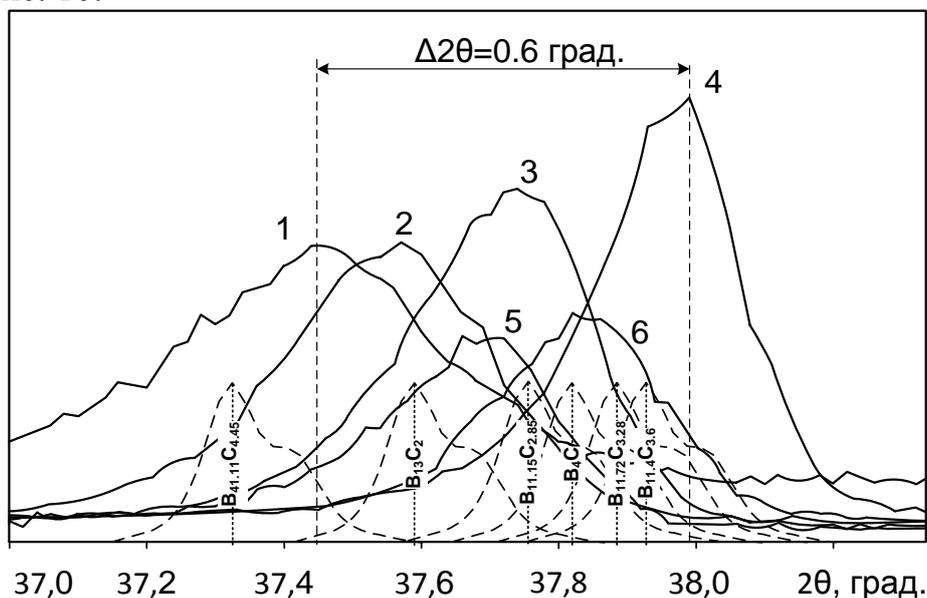


Рисунок 10. Фрагменты XRD-картин с сильнейшим рефлексом (021) фаз карбида бора при разных В:С и структурных моделей.

Оценочные зависимости влияния атомного соотношения В:С в плазме разряда на величины параметров кристаллической решетки согласуются с данными структурных моделей и показывают, что изменение соотношения прекурсоров оказывается причиной изменения стехиометрии полученного карбида бора от В_{4.11}С_{4.45} до В_{11.4}С_{3.6}. Практически точное соответствие фазы карбида бора структурной модели со стехиометрией В₄С имеет место в экспериментах 6 с большим избытком углерода в смеси прекурсоров. Однако в этих случаях получается очень низкий выход этой фазы на уровне 25,0%. Поэтому наиболее целесообразно проводить ПДС в условиях 5, при исходном соотношении В:С=4:1, обеспечивающих максимальный выход карбидной фазы.

Данные XRD-исследований позволили рассчитать значения параметров кристаллической решетки $a=b$, c по известным формулам:

$$a^2 = b^2 = \frac{4}{3} * \frac{A_1 * B_2 - A_2 * B_1}{\frac{B_2}{d_{104}^2} - \frac{B_1}{d_{021}^2}}, \quad c^2 = \frac{A_1 * B_2 - A_2 * B_1}{\frac{A_1}{d_{021}^2} - \frac{A_2}{d_{104}^2}}, \quad (1, 2)$$

где: $A=h^2+h*k+k^2$; $B=l^2$; h, k, l – кристаллографические индексы Миллера;

d_{104}, d_{021} – величины межплоскостных расстояний в основных направлениях 104 и 021, определенные по XRD-картинам.

Также экспериментально установлено, что изменение массы смеси прекурсоров $m_{\text{п}}$ от 0,5 г. до 2,0 г. при том же массовом соотношении не оказывает сильного влияния на энергетические характеристики плазменных выстрелов. В случаях увеличения массы прекурсоров $m_{\text{п}} > 1,0$ г. возникла необходимость увеличения объема КФПС за счет увеличения его диаметра с 7,0 до 9,0 мм, что естественно сказалось на снижении уровня напряжения и увеличении амплитуды разрядного тока $I_{\text{м}}$, как это видно из таблицы 6.

Таблица 6. Основные данные серии экспериментов с разными $m_{\text{П}}$.

№	Масса прекурсоров $m_{\text{П}}$, г.	$U_{\text{м}}$, кВ	$I_{\text{м}}$, кА	$P_{\text{м}}$, МВт	W , кДж	$W/m_{\text{П}}$, кДж/г
1	0,5	1,35	100,0	127,0	18,8	37,6
2	1,0	1,40	101,0	130,0	18,9	18,9
3	1,5	1,00	124,0	115,0	15,7	10,5
4	2,0	1,10	106,0	119,0	15,6	7,8

XRD-исследования (рис. 11) показали, что с увеличением $m_{\text{П}}$ содержание карбида бора в продукте ПДС снижается, возрастает содержание сопутствующих загрязнений и заметно снижается степень кристалличности материалов в виду снижения уровня удельной подведенной энергии $W/m_{\text{П}}$. Более высокое содержание фазы карбида бора (~93,0%), выпадающее из общей закономерности, получено в эксперименте 3 при $m_{\text{П}}=1,5$ г. за счет увеличения разрядного тока до $I_{\text{м}}=124,0$ кА. Обусловлено это существенным повышением температуры в углеродной плазме разряда и более полной ионизацией материалов прекурсоров.

Можно констатировать, что возможно получение ультрадисперсного B_4C с содержанием более 90% при $m_{\text{П}}$ до 1,5 г при условии повышения разрядного тока. Для экспериментальной практики и наработки материала такой режим можно считать наиболее выгодным в плане производительности. Однако для получения материала с минимальным загрязнением и сохранения ресурса работы КМПУ с графитовыми электродами следует использовать $m_{\text{П}}$ не более 1,0 г.

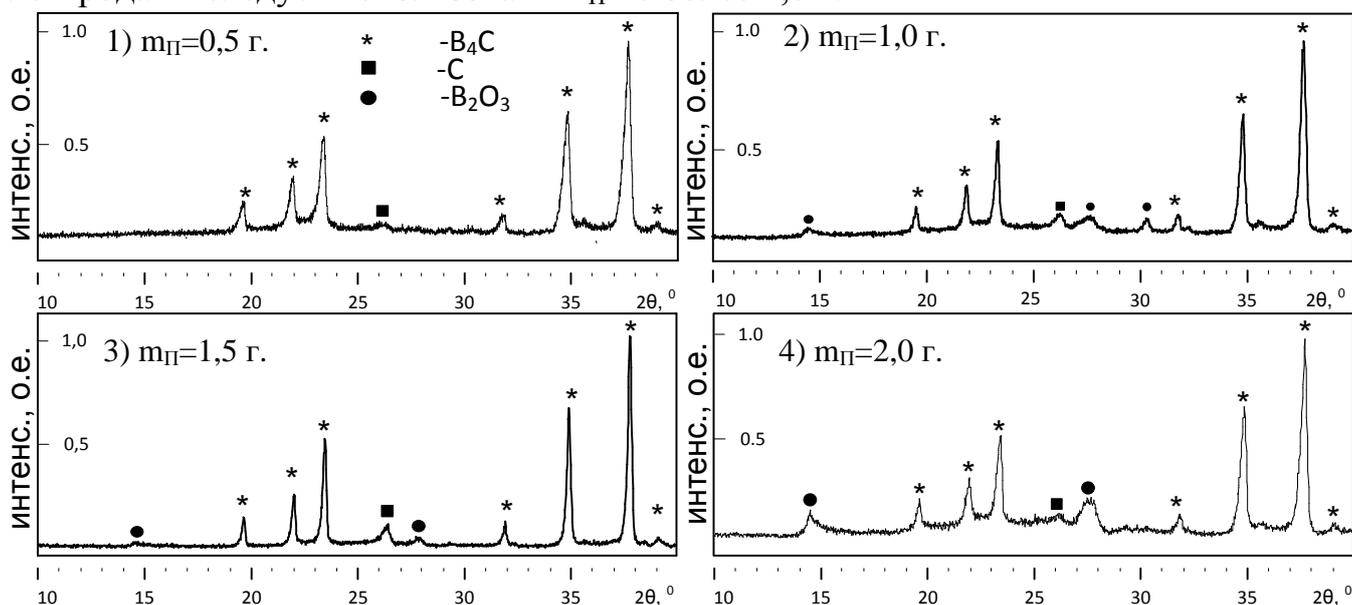


Рисунок 11. XRD-картины продуктов ПДС при разных $m_{\text{П}}$.

Давление газообразной атмосферы P_0 в КР может оказать влияние на характеристики и дисперсность продукта. В связи с этим были проведены исследования влияния давления атмосферы аргона P_0 в диапазоне от 0,1 атм. до 5,0 атм. при установленных выше оптимальных энергетических и конструктивных параметрах КМПУ. Сравнение данных, приведенных в таблице 7 показывает незначительное влияние P_0 на величины основных энергетических характеристик плазменных выстрелов.

Таблица 7. Основные данные серии экспериментов ПДС при разных P_0 .

P_0 , атм.	U_m , кВ	I_m , кА	P_m , МВт	W , кДж	$t_{ИМП}$, мкс
0,1	1,4	105,0	127,0	18,9	290,0
1,0	1,4	101,0	130,0	18,9	280,0
3,0	1,5	101,0	117,0	18,5	280,0
4,0	1,4	107,0	140,0	20,6	285,0
5,0	1,5	98,0	140,0	20,0	300,0

Судя по XRD-картинам на рис. 12, во всех случаях в продуктах доминирует кристаллическая фаза карбида бора B_4C . Оценочные результаты расчетов в программе PowderCell2.0 показывают, что процентное содержание карбида бора во всех случаях остается практически постоянным, около 90%, средние размеры ОКР карбидной фазы несколько возрастают, микроискажения решетки $\Delta d/d$ снижаются, а параметры решетки приближаются к теоретическим величинам с ростом P_0 .

Оценочный анализ распределения частиц по размерам в составе продуктов синтеза при разных P_0 проведен по многочисленным ПЭМ-снимкам и представлен на рис. 13. Законы распределения носят бимодальный характер при слабо выраженной моде крупных фракций. В нанодисперсных фракциях средний размер частиц не зависит от P_0 и составляет $\sim 30,0$ нм при ширине распределения от $\sim 10,0$ нм до ~ 200 нм.

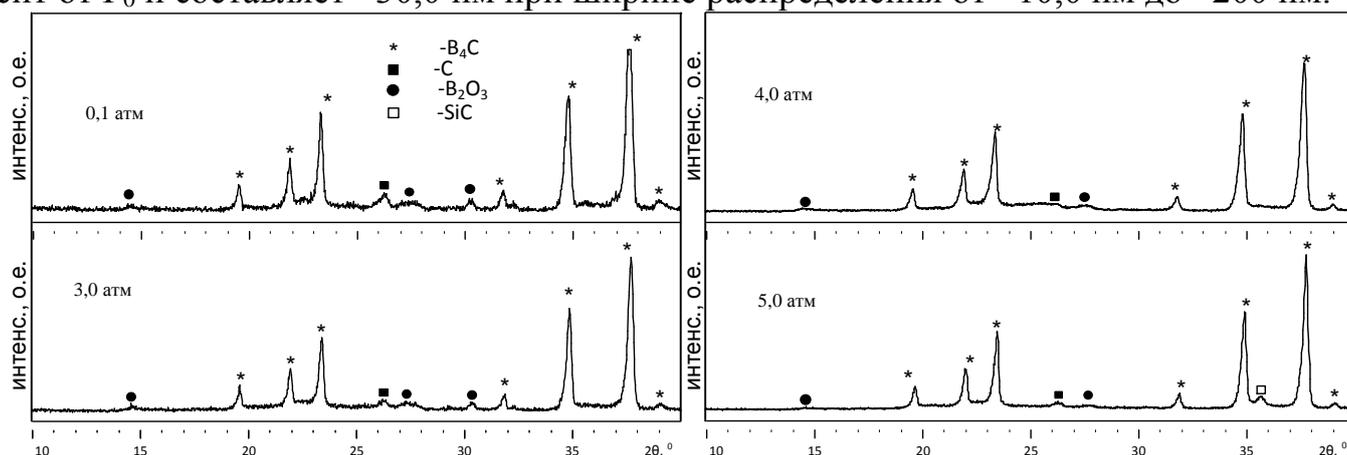


Рисунок 12. XRD-картины синтезированных продуктов при различных P_0 .

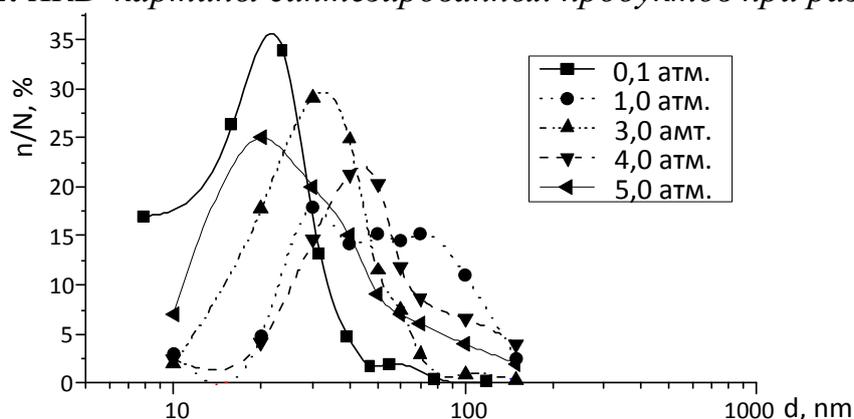


Рисунок 13. Кривые распределение частиц по размерам для продуктов ПДС при различных P_0 .

В продукте, полученном при $P_0=0,1$ атм. практически отсутствуют кристаллиты с характерной морфологией, описанной выше. Основная масса порошка состоит из очень крупных кристаллитов, от 500 нм до нескольких микрон, разных геометрических

форм с абсолютно плоскими гранями и прямыми ребрами, как это видно на рис. 14. Данные ПЭМ для аналогичного скопления частиц размерами не более ~ 500 нм представлены на рис. 15. На SAED (рис. 15б) практически все рефлексы соответствуют фазе B_4C . В свете дифрагированного пучка на плоскостях (104) на темнопольном ПЭМ-снимке (рис. 15в) наблюдается свечение лишь в теле кристаллита (~ 100 нм) характерной для карбида бора формы. В теле этого же кристаллита светятся другие плоскости при смещении апертурной диафрагмы в область рефлекса (214) (рис. 15г). Однако на этом же темнопольном изображении наблюдается свечение и кристаллографически эквивалентных плоскостей в телах крупных кристаллитов с прямоугольными плоскими гранями и прямыми ребрами. Такой же эффект имеет место на темнопольных ПЭМ-снимках в свете рефлекса (208) (рис. 15д).

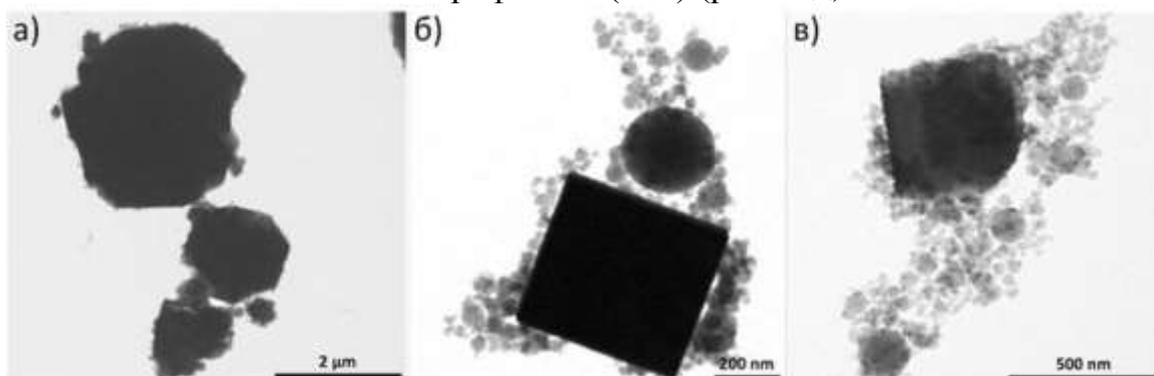


Рисунок 14. ПЭМ-снимки скоплений частиц продукта ПДС при $P_0=0,1$ атм.

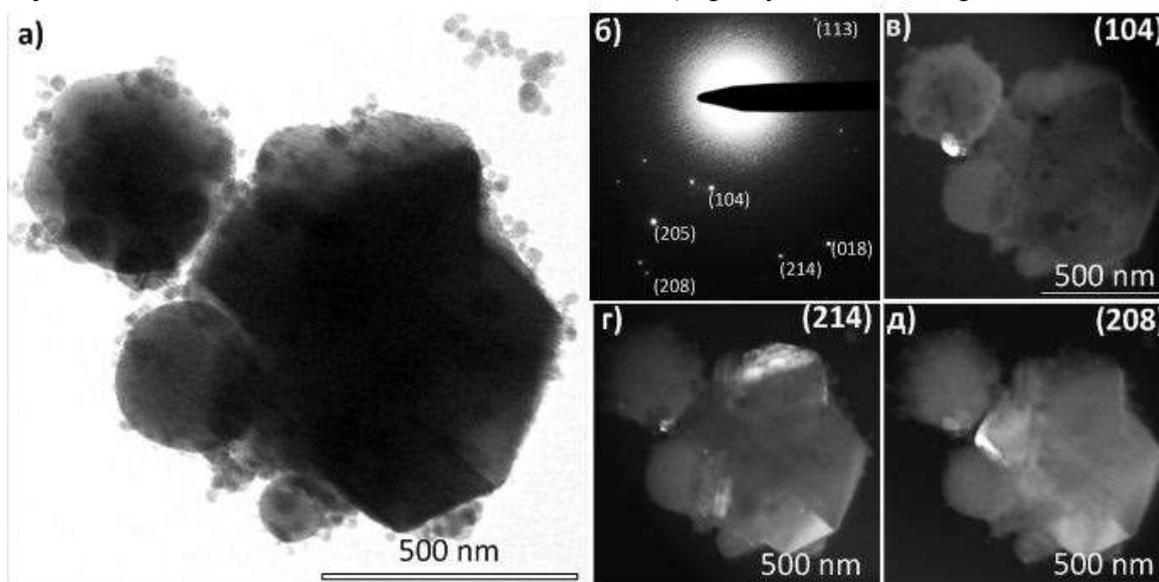


Рисунок 15. ПЭМ-снимки скопления в светлом (а) и темном полях (в, г, д) и микро-дифракция с него (б) для продукта синтеза при $P_0=0,1$ атм.

Ниже представлены данные ПЭМВР для наноразмерных объектов продукта, полученного при повышенном давлении $P_0=5,0$ атм. На рис. 16 показано ПЭМ-изображение небольшого скопления наночастиц вокруг кристаллита карбида бора размером около 300 нм (а), а также ПЭМВР-снимки фрагментов нанокристаллитов размером до 50 нм в режиме прямого разрешения с хорошо различимым дальним порядком кристаллической структуры. Измеренные величины межплоскостных расстояний в среднем составили 0,37 нм и 0,41 нм, что дает основание отнести их к фазе карбида бора B_4C , для которой $d_{012}=0,378386$ нм и $d_{003}=0,402803$ нм.

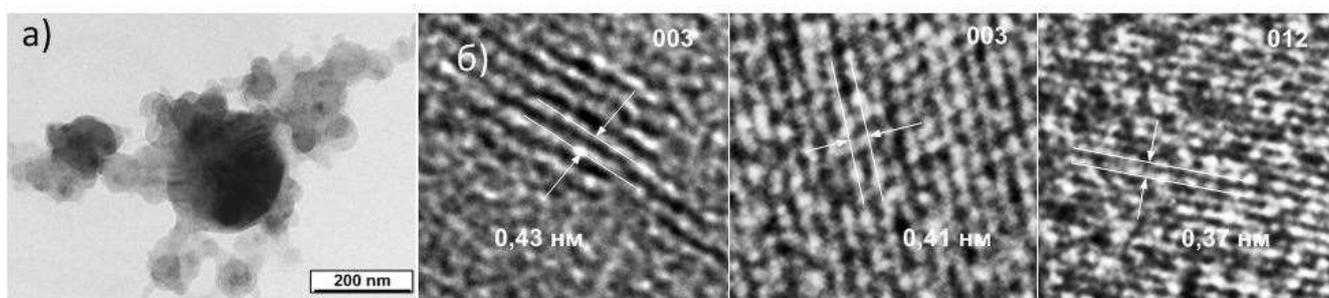


Рисунок 16. ПЭМ-снимок для продукта синтеза при $P_0=5,0$ атм.

Представленные данные доказывают, что при проведении ПДС в разреженной до 0,1 атм. среде аргона образуется дисперсный продукт с кристаллической структурой близкой к B_4C с очень широким распределением по размерам, вплоть до нескольких микрометров. Кристаллиты ультрадисперсной фракции имеют показанную выше «традиционную» для данного метода форму. Кристаллы крупной, микронной фракции имеют уплощенную геометрически выраженную форму с плоскими гранями и прямыми ребрами. Увеличение размеров и «вырождение» формы кристаллов обусловлено увеличением длительности периода кристаллизации и роста при замедлении теплоотвода в процессе разлета жидкой фазы синтезированного B_4C в низкоплотной газообразной среде. Данные ПЭМВР показывают, что кристаллиты размерами менее 100-150 нм в составе дисперсного продукта ПДС в системе В-С являются частицами карбида бора. По совокупности представленных данных следует считать наиболее целесообразным проведение процесса ПДС при P_0 не ниже 1,0 атм.

В пятой главе демонстрационных исследований возможности компактирования и получения керамики с субмикронной структурой из УДП карбида бора плазменно-динамического синтеза методом искрового плазменного спекания. В таблице 8 приведены режимы спекания синтезированного УДП карбида бора.

Исследования фазового состава синтезированных ИПС-керамик, фотография и XRD-картина одного из которых приведена на рис. 17, демонстрируют удаление примесей оксида бора и углерода, что говорит о реакционном спекании.

Таблица 8. Основные параметры режимов ИПС.

№	T, °C	P, МПа	Δt , °C/мин	$t_{\text{ВЫДЕРЖКИ}}$, МИН	Атмосфера
1	1950	30	100	5	Вакуум
2	1950	60	100	5	Гелий, P=1.0 атм
3	2000	60	100	0	Вакуум

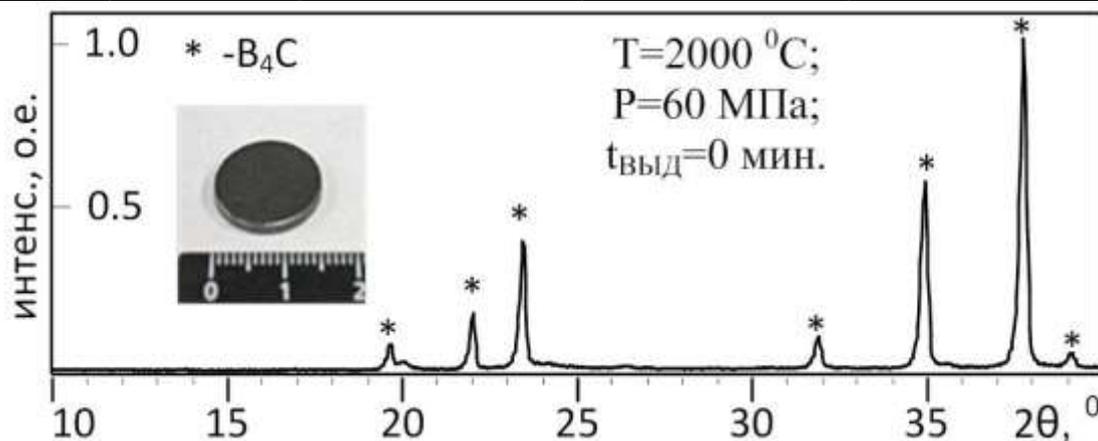


Рисунок 17. XRD-картина спеченного синтезированного продукта.

Измеренные значения физико-механических характеристик (табл. 9) показывают, что плотность, твердость и трещиностойкость зависят как от давления прессования, так и от температуры, и в сравнении с результатами аналогичных работ других авторов находятся на одном уровне либо превышают их.

Таблица 9. Физико-механические свойства керамики на основе карбида бора.

Авторы, работа	T, °C	P, МПа	t _{выд} , мин	ρ _{отн} , %	H _v , ГПа	K _{IC} , МПа*м ^{1/2}
1	1950	30	5	94,0	25,5	5,3
2	1950	60	5	95,0	33,6	5,4
3	2050	60	0	99,2	37,0	6,7
[Journal of Ceramic Processing Research. – 2009. Vol. 10, № 6. – p. 716]	1800-2000	40	60 (при 1300 °C)	76-99	30-35	4,6-5,0

Полученные результаты подтверждают высокое качество синтезированного УДП карбида бора и перспективность его применения для получения керамики на его основе с высокими физико-механическими характеристиками.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ:

1. Разработана система на основе импульсного высоковольтного сильноточного коаксиального магнитоплазменного ускорителя с графитовыми электродами и ускорительным каналом, обеспечивающая при использовании для инициирования дугового разряда электропроводящей порошкообразной смеси твердых прекурсоров бора и углерода реализацию процесса прямого плазмодинамического синтеза и получения ультрадисперсного карбида бора при разных способах распыления синтезированного материала.
2. Экспериментально доказаны возможности получения плазмодинамическим методом ультрадисперсного карбида бора и регулирование гранулометрического и фазового состава продукта, стехиометрии и параметров кристаллической структуры путем изменения параметров контура ускорителя, массы и соотношения содержания прекурсоров В и С, и давления внешней газообразной атмосферы.
3. Экспериментально установлена перспективность использования карбида бора плазмодинамического синтеза в качестве сырья для компактирования методом искрового плазменного спекания в течение короткого времени 20 мин. и получения легкой высокоплотной керамики В₄С с субмикронной структурой и средним значением микротвердости H_v=37,0 ГПа при высоком значении коэффициента трещиностойкости K_{IC}=6,7 МПа*м^{1/2}.

Полученные результаты работы демонстрируют возможность применения высокотемпературной плазмы электрического разряда, генерируемой коаксиальным магнитоплазменным ускорителем для осуществления синтеза нанодисперсного кристаллического карбида бора, что соответствует основной цели работы.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи в журналах, рекомендованные ВАК:

1. Sivkov A.A., Rakhmatullin I.A., Pak A.Ja., Shanenkov I.I. Boron carbide synthesized using coaxial magnetoplasma accelerator// Известия ВУЗов Физика. – 2012, № 12, с.61-63.

2. Сивков А.А., Рахматуллин И.А., Макарова А.Ф. Плазмодинамический синтез карбида бора при взаимодействии встречных струй боруглеродной электроразрядной плазмы//Российские нанотехнологии. – 2014, т. 9, № 9-10, с.83-86.
3. Сивков А.А., Никитин Д.С., Пак А.Я., Рахматуллин И.А. Влияние энергетических параметров процесса плазмодинамического синтеза в системе Si-C на характеристики ультрадисперсного продукта // Современные проблемы науки и образования. – 2012, №6, URL: www.science-education.ru/106-7761.
4. Сивков А.А., Никитин Д.С., Пак А.Я., Рахматуллин И.А. Прямой плазмодинамический синтез ультрадисперсного карбида кремния // Письма в журнал технической физики. - 2013, т. 39, № 2, с. 15-20.
5. Сивков А.А., Пак А.Я., Шатрова К.Н., Рахматуллин И.А. Получение ультрадисперсного карбида вольфрама в струе электроразрядной плазмы // Российские нанотехнологии. – 2014, т. 9, № 11-12, с. 63-67.

Патенты:

6. Патент на изобретение № 2475449 РФ. МПК С01 В21/082. Способ динамического синтеза ультрадисперсного кристаллического ковалентного нитрида углерода C_3N_4 и устройство для его осуществления/ Сивков А.А., Пак А.Я., Рахматуллин И.А. Заявка № 2011120882/05. Приор. 24.05.2011. Опубликовано 20.05.2013 г. Бюл. № 5.
7. Патент на изобретение № 2559510 РФ. МПК С30 В29/36. Способ синтеза нанокристаллического карбида кремния/ Сивков А.А., Никитин Д.С., Пак А.Я., Рахматуллин И.А. Заявка № 2014114078/05. Приор. 09.04.2014. Опубликовано 10.08.2015 г. Бюл. № 22.

Материалы конференций:

8. Сивков А.А., Рахматуллин И.А. Динамический синтез ультрадисперсного кубического нитрида бора в гиперскоростной струе электроразрядной плазмы//НАУКА. ТЕХНОЛОГИИ. ИННОВАЦИИ. Материалы всероссийской научной конференции молодых ученых в 4-х частях. Новосибирск: Изд-во НГТУ. – 2010, ч. 1, с. 226.
9. Сивков А.А., Рахматуллин И.А. Динамический синтез кубического нитрида бора с помощью коаксиального магнитоплазменного ускорителя//Современные техника и технологии. Материалы XVII международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых. Томск: Изд-во ТПУ. – 2011. т. 3. с. 437-438.
10. Сивков А.А., Пак А.Я., Радостев П.А., Усиков А.И., Рахматуллин И.А. Коаксиальный магнитоплазменный ускоритель с графитовым ускорительным каналом//Фундаментальные и прикладные проблемы современной механики. Материалы 7й всероссийской научной конференции, 12-14 апреля 2011 г., Томск: Изд-во ТГУ, с. 184.
11. Пак А.Я., Рахматуллин И.А., Шаненков И.И., Колганова Ю.Л. Использование коаксиального магнитоплазменного ускорителя для ударной обработки материала//Современные проблемы современной механики: Сборник материалов научной конф-ии. – Томск: ТГУ. – 2011, с.187-188.
12. Пак А.Я., Рахматуллин И.А., Радостев П.А., Усиков А.И. Коаксиальный магнитоплазменный ускоритель с графитовым электродом//Современные проблемы современной механики: Сборник материалов научной конф-ии. – Томск: ТГУ. – 2011, с.189-190.

13. Сивков А.А., Рахматуллин И.А. Синтез кубического нитрида бора в гиперскоростной струе бор-углеродной плазмы//Материалы Международного молодежного научного форума «ЛОМОНОСОВ-2012». ISBN 978-5-317-04041-3.
14. Шаненков И.И., Рахматуллин И.А. Плазмодинамический синтез кубического нитрида бора в гиперскоростной струе бор-углеродной плазмы//Современные техника и технологии: сборник трудов XVIII Международной научно-прак. конф студентов, аспирантов и молодых ученых. ТПУ. – Томск: Изд-во ТПУ. – 2012, т. 3, с. 389.
15. Шаненков И.И., Рахматуллин И.А. О возможности синтеза карбида бора в гиперскоростной струе бор-углеродной плазмы// Современные техника и технологии: сборник трудов XVIII Международной научно-прак. конф студентов, аспирантов и молодых ученых. ТПУ. – Томск: Изд-во ТПУ. – 2012, т. 3, с. 401.
16. Rakhmatullin I.A., Pak A.Ja., Shanenkov I.I. Plasmodynamic Synthesis of B-C-N System crystalline phases in hyperhigh speed electrodischarged plasma jet//3rd International Congress on Radiation Physics, High Current Electronics, and Modification of Materials. Abstracts. National Research TPU, Institute of High Current Electronics SB RAS. Tomsk, Russia, 17-21 September 2012. p. 475.
17. Sivkov A.A., Rakhmatullin I.A., Makarova A.F. Boron Carbide Synthesized Using Coaxial Magnetoplasma Accelerator//4th International congress on radiation physics and chemistry of condensed matter, high current electronics and modification of materials with particle beams and plasma flows. 2014: Abstracts, Tomsk, September 21-26, 2014. Tomsk: TPU Press. – 2014, p. 403.

Подписано в печать 27.10.2015. Тираж 100 экз.
Кол-во стр. 22. Заказ 42-15
Бумага офсетная. Формат А5. Печать RISO.
Отпечатано в типографии ООО «РауШ мбх»
634034, г.Томск, ул. Усова 7, оф. 046.
Тел. 8-9528074686