

УДК 536.421.5:661.657.5

В. С. Урбанович, канд. физ.-мат. наук¹; **Т. Д. Маликина**¹; **Е. О. Лавыш**¹;
С. В. Григорьев²; **В. С. Нисс**, канд. техн. наук²; **L. Jaworska**, Ph. D., D. Sc.³;
P. Klimczyk, Ph. D., D. Sc.³; **M. Rosmus**, Ph. D.³; **S. Cygan**³

¹ГО «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению»,
г. Минск, Беларусь

²НТП БНТУ «Политехник», г. Минск, Беларусь

³The Institute of Advanced Manufacturing Technology, Krakow, Poland

ВЛИЯНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ НИТРИДОВ КРЕМНИЯ, БОРА И ТИТАНА, СПЕЧЕННЫХ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ

Исследовано влияние фазового состава на физико-механические свойства композитов на основе нитридов кремния, бора и титана, с содержанием в исходной шихте субмикронного порошка BN_{cf} в количестве 30 и 50 масс. % и нанопорошка BN_{cf} – 50 масс. %, спеченных при давлении 5 ГПа и температурах 1200–1800 °С. Установлено, что температурный режим спекания, дисперсность порошка BN_{cf} , степень окисления и фазовые превращения в нитридах бора и кремния оказывают определяющее влияние на уровень их свойств. Композиты с добавкой нанопорошка BN_{cf} имеют наиболее высокие характеристики: твердость H_{KN} – 27,6 ГПа, модуль Юнга – 534 ГПа, коэффициент Пуассона – 0,18.

Ключевые слова: композит, кубический нитрида бора, нитрид кремния, нитрид титана, твердость, модуль Юнга, фазовые превращения, спекание под высоким давлением

Нитрид кремния в течение уже многих лет привлекает внимание разработчиков новых керамических материалов различного назначения. Интерес к материалам на основе нитрида кремния обусловлен расширением областей применения их в различных отраслях промышленности, включая и металлообработку. По совокупности свойств они значительно превосходят другие типы керамических материалов [1], обладая высокой термо- и износостойкостью, химической инертностью, повышенной прочностью и трещиностойкостью [2, 3].

Спекание под высоким давлением 3–4 ГПа микро- и нанопорошковых композиций на основе нитридов кремния и титана позволяет получать материалы высокой плотности с дисперсной микроструктурой и высокими физико-механическими свойствами [4–6]. Однако такие материалы значительно уступают по твердости композиционным материалам, полученным спеканием микропорошка BN_{cf} с добавкой микро- и нанопорошка нитрида кремния при более высоких давлениях (7–8 ГПа) [7]. Поэтому для повышения твердости композитов на основе нитридов кремния и титана в [8–11] использовалась добавка в исходную шихту состава Q на основе тугоплавких соединений (α - Si_3N_4 , TiN, Y_2O_3 , Al_2O_3) субмикронного и нанопорошка кубического нитрида бора BN_{cf} в соотношениях Q: BN_{cf} как 70:30 и 50:50. Было установлено, что в случае добавки нанопорошка BN_{cf} оптимальная температура спекания нанокompозита Q- BN_{cf} почти на 200 °С ниже, чем в случае использования субмикронного порошка кубического нитрида бора, а твердость значительно выше. При этом полученный нанокompозит по некоторым характеристикам оказался сопоставим с известными аналогами [12–14].

Целью настоящей работы являлось изучение влияния фазового состава и микроструктуры вышеуказанных композитов Q- BN_{cf} , спеченных при давлении 5 ГПа и

температурах 1200-1800 °С, на их твердость и упругие свойства.

Методика эксперимента

В качестве исходных использовали порошковые смеси Q–BN_{сф} с содержанием субмикронного порошка BN_{сф} в количестве 30 и 50 масс.% и нанопорошка BN_{сф} – 50 масс.%. Смешивание производили в шаровом смесителе в среде этилового спирта в течение 10 часов. Для приготовления смесей использовалась полимерная емкость и шары из диоксида циркония. Методика приготовления образцов описана нами ранее в работе [8]. Плотность полученных образцов измеряли методом гидростатического взвешивания в четыреххлористом углероде. Для анализа фазового состава композитов использовали рентгеновский дифрактометр ДРОН-3 с монохроматизированным Cu-K α -излучением (шаг 0,03°, экспозиция 3 с). В качестве монохроматора использовался пиролитический графит. Электронно-микроскопические исследования микроструктуры образцов проводили с использованием сканирующего микроскопа S-4800 фирмы Hitachi (Япония) в НПЦ «Белмикросистемы» НПО «Интеграл». Упругие свойства композитов определяли по скорости распространения продольных и поперечных ультразвуковых волн в соответствии с методикой, описанной в [7]. Твердость по Кнупу измеряли с помощью микротвердомера МНТ-240 фирмы LECO (США) при нагрузке 10 Н.

Результаты и их обсуждение

Полученные результаты представлены на рис. 1–4 и в таблице.

На рис. 1 и 2 приведены зависимости плотности, твердости, модуля Юнга и коэффициента Пуассона композитов различного состава от температуры спекания.

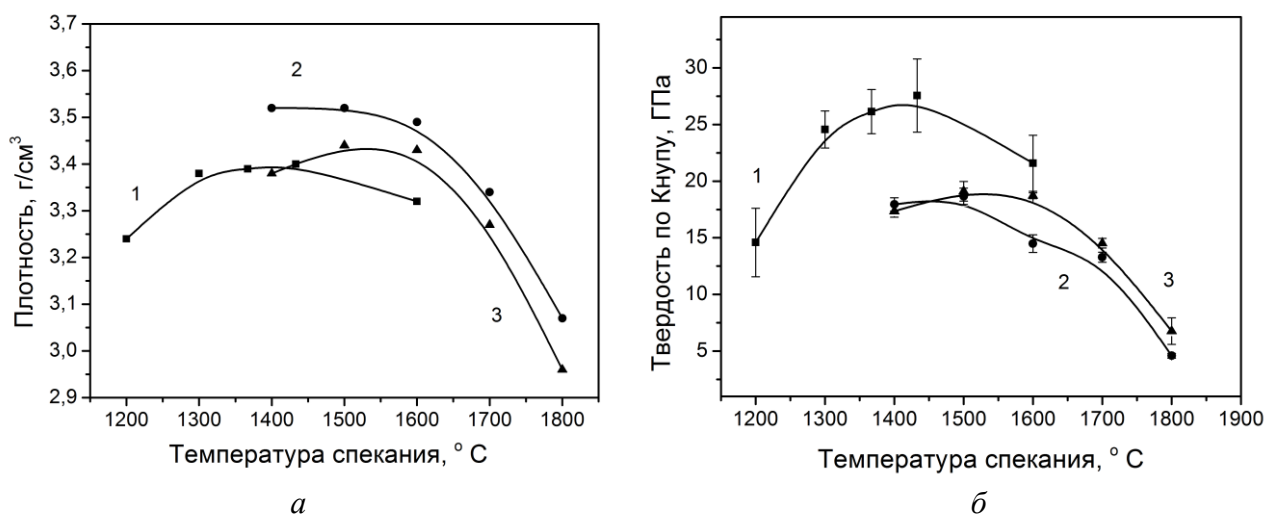


Рис. 1. Зависимость плотности (а) и твердости по Кнупу (б) от температуры спекания композитов различного состава: 1 – Q–50 % BN_{сф} (нано); 2 – Q–30 % BN_{сф} (субмикро); 3 – Q–50 % BN_{сф} (субмикро)

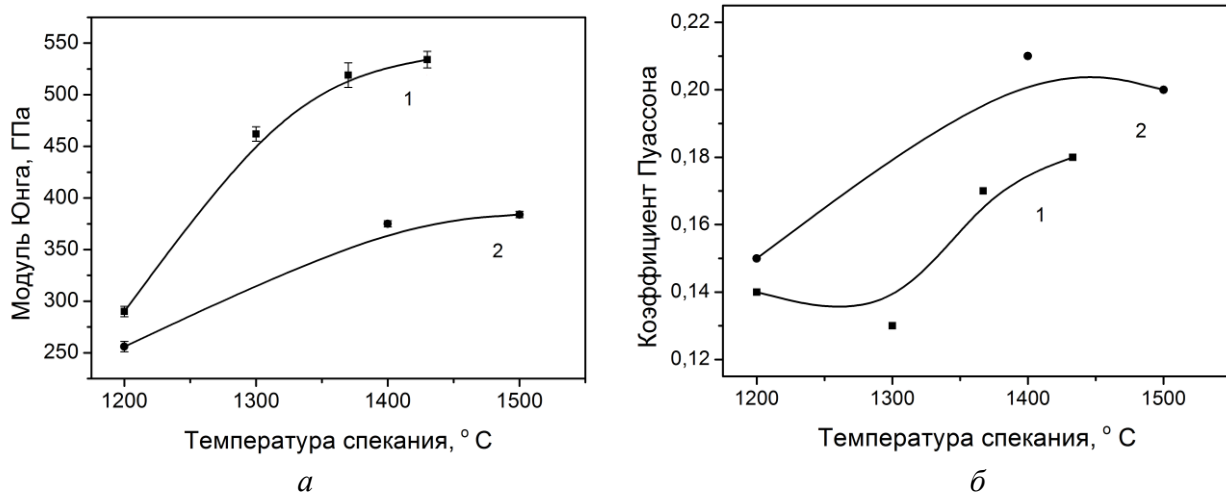


Рис. 2. Зависимости модуля Юнга (а) и коэффициента Пуассона (б) от температуры спекания композитов различного состава: 1 – Q–50 % $\text{BN}_{\text{сф}}$ (нано); 2 – Q–30 % $\text{BN}_{\text{сф}}$ (субмикро)

Как следует из рис. 1, с увеличением температуры спекания композитов плотность и твердость сначала повышаются до максимального значения за счет уменьшения пористости, а затем снижаются. При этом в случае добавки нанодисперсного порошка $\text{BN}_{\text{сф}}$ максимальное значение твердости композитов 26,1–27,6 ГПа выше, чем при добавлении субмикронного $\text{BN}_{\text{сф}}$, и достигается при более низких температурах спекания 1370–1430 °С.

С увеличением температуры спекания композитов Q–30 % $\text{BN}_{\text{сф}}$ (субмикро) и Q–50 % $\text{BN}_{\text{сф}}$ (нано) до 1400–1500 °С значения модуля Юнга возрастают (рис. 2, а) вследствие увеличения плотности (рис. 1 а). Более высокие значения имеют образцы состава Q–50 % $\text{BN}_{\text{сф}}$ (нано) с более высокой твердостью, хотя относительная плотность их ниже, чем у композитов с меньшим содержанием кубического нитрида бора. Q–30 % $\text{BN}_{\text{сф}}$ (субмикро). Это свидетельствует о более сильном влиянии на величину модуля Юнга содержания кубического нитрида бора в составе композита. Максимальное значение модуля Юнга композита Q–50 % $\text{BN}_{\text{сф}}$ (нано) составляет 534 ± 8 ГПа.

Результаты измерения коэффициента Пуассона, представленные на рис. 2 б, свидетельствуют о том, что уменьшение содержания кубического нитрида бора от 50 до 30 масс. % в исходной шихте при одновременном увеличении размеров его частиц обуславливает снижение способности композитов сопротивляться упругим деформациям. Следует отметить, что измерить упругие характеристики части образцов с добавкой субмикронного $\text{BN}_{\text{сф}}$ не удалось из-за наличия в них внутренних дефектов, рассеивающих ультразвуковую волну.

Результаты рентгеновских исследований представлены на рис. 3 и в таблице. На рис. 3 приведены дифрактограммы композитов каждого состава, в зависимости от температуры спекания. Анализ этих данных показывает, что фазовый состав композитов изменяется за счет полиморфных превращений в нитридах кремния и бора, а также вследствие частичного окисления всех нитридных компонентов при высоких температурах спекания. В нитриде кремния с увеличением температуры спекания превращение одной гексагональной фазы α в другую, β -фазу сопровождается уменьшением параметра с кристаллической решетки вдоль гексагональной оси в 2 раза. В нитриде бора происходит фазовый переход из кубической модификации в гексагональную. При этом фазовый переход в нитриде кремния связан с уменьшением объема кристаллической ячейки, а в нитриде бора – с его увеличением.

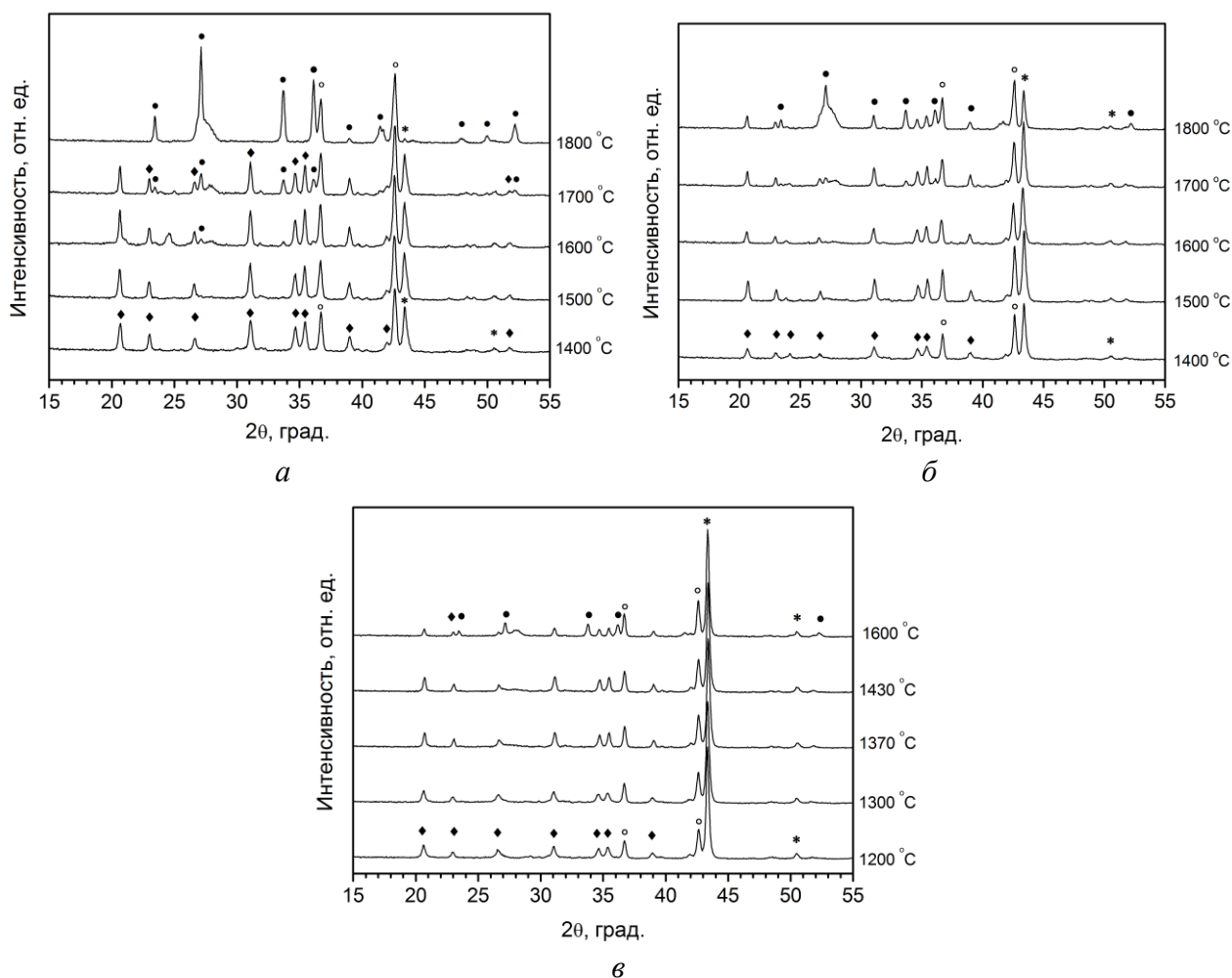


Рис. 3. Дифрактограммы композитов Q с добавкой 30% (а), 50 % (б) BN_{cf} (субмикро), и 50% BN_{cf} (нано) (в), спеченных при различных температурах. ♦ – $\alpha-Si_3N_4$; ● – $\beta-Si_3N_4$; ○ – TiN; * – BN_{cf}

В таблице приведены параметры кристаллической решетки кубического нитрида бора и гексагональных модификаций нитрида кремния в образцах композитов для различных температур спекания.

Параметры кристаллической решетки нитридов кремния и бора композитов Q с добавкой BN_{cf} разной дисперсности

Температура спекания, °C	$\alpha-Si_3N_4$		$\beta-Si_3N_4$		BN_{cf}
	a, нм	c, нм	a, нм	c, нм	a, нм
1	2	3	4	5	6
Q–30 % BN_{cf} (субмикро)					
1400	0,77421	0,56183	–	-	0,36131
1500	0,77421	0,56221	–		0,36141

Окончание таблицы

1	2	3	4	5	6
1600	0,77438	0,56020	0,76172	0,29012	0,36121
1700	0,77375	0,56521	0,76174	0,29069	0,36144
1800	–	–	0,76047	0,29091	0,36121
Q–50 % BN _{сф} (субмикро)					
1400	0,77542	0,55976	–	-	0,36134
1500	0,77363	0,56238	–	-	0,36124
1600	0,77450	0,55673	–	-	0,36141
1700	0,77404	0,56627	0,76129	0,29070	0,36138
1800	0,77508	0,56212	0,76129	0,29070	0,36128
Q–50 % BN _{сф} (нано)					
1200	0,77617	0,55363	–	-	0,36134
1300	0,77554	0,56215	–	-	0,36128
1370	0,77305	0,56236	–	-	0,36134
1430	0,77288	0,56782	–	-	0,36148
1600	0,77363	0,55565	0,76047	0,28978	0,36151
Данные картотеки PDF–2 и номер карточки	0,77541	0,56217	0,76044	0,29075	0,36155
	[41–360]		[33–1160]		[35–1365]

Анализ дифрактограмм композитов различного состава показывает, что образование β -фазы нитрида кремния начинается при температурах около 1600 °С и с увеличением температуры спекания ее количество возрастает. При этом в образцах с добавкой 30 масс.% субмикронного порошка кубического нитрида бора, спеченных при температуре 1800 °С, присутствует только β -фаза нитрида кремния (рис. 3 а), а в образцах с более высоким содержанием субмикронного BN_{сф} (50 масс.%) имеются обе фазы нитрида кремния (рис. 3 б). Этот факт может свидетельствовать в пользу того, что присутствие кубического нитрида бора в композитах препятствует фазовому превращению в нитриде кремния, либо более высокое содержание β -фазы нитрида кремния в образцах с меньшим исходным содержанием кубического нитрида бора обусловлено наличием большего количества образовавшихся при спекании оксидных фаз. Второе предположение подтверждается большей интенсивностью рефлекса в районе 27 градусов на дифрактограмме образца с 30 % BN_{сф} (субмикро), спеченного при температуре 1800 °С. Указанный рефлекс содержит не только нитридные фазы (β -Si₃N₄, α -BN), но и оксидные, такие как рутил и оксид кремния.

Сравнительный анализ данных на рис. 3 б и 3 в свидетельствует о значительно большем содержании менее твердой фазы β -Si₃N₄ в образцах с нанокристаллическим BN_{сф},

чем в образцах с субмикрорешетчатой $\text{BN}_{\text{сф}}$, спеченных при температуре 1600 °С. Однако у композитов, полученных при более низких температурах спекания 1370–1430 °С, имеющих наиболее высокие значения твердости и модуля упругости, образования β -фазы нитрида кремния не установлено. Необходимо отметить наличие гексагональной фазы нитрида бора, образующейся за счет обратного $\beta \rightarrow \alpha$ превращения в образцах композитов, спеченных при температурах выше 1600 °С. Это является одной из главных причин снижения их твердости и особенно наглядно проявляется для образцов с более низким содержанием кубического нитрида бора.

Данные таблицы о параметрах кристаллической решетки нитридов кремния и бора в композите с нанокристаллическим нитридом бора свидетельствуют о зависимости их от температуры спекания. С увеличением температуры от 1200 до 1430 °С наблюдается уменьшение параметра a от 0,77617 до 0,77288 нм и увеличение параметра c от 0,55363 до 0,56782 нм кристаллической решетки $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$, что свидетельствует об увеличении содержания в ней кислорода [15] и возможности образования оксинитрида кремния в процессе спекания композита. При этом с увеличением температуры его спекания от 1300 до 1600 °С незначительно увеличивается и параметр решетки кубического нитрида бора от 0,36128 до 0,36151 нм. Можно предположить, что это также связано с диффузией кислорода. Для составов с добавкой субмикронного $\text{BN}_{\text{сф}}$ такие закономерности не наблюдаются. Для всех трех составов композитов параметр решетки кубической фазы нитрида бора при всех температурах спекания ниже значения, указанного в карточке картотеки PDF-2.

Микроструктура образцов композита с добавкой нанокристаллического $\text{BN}_{\text{сф}}$, спеченных при различных температурах, представлена на рис. 4.

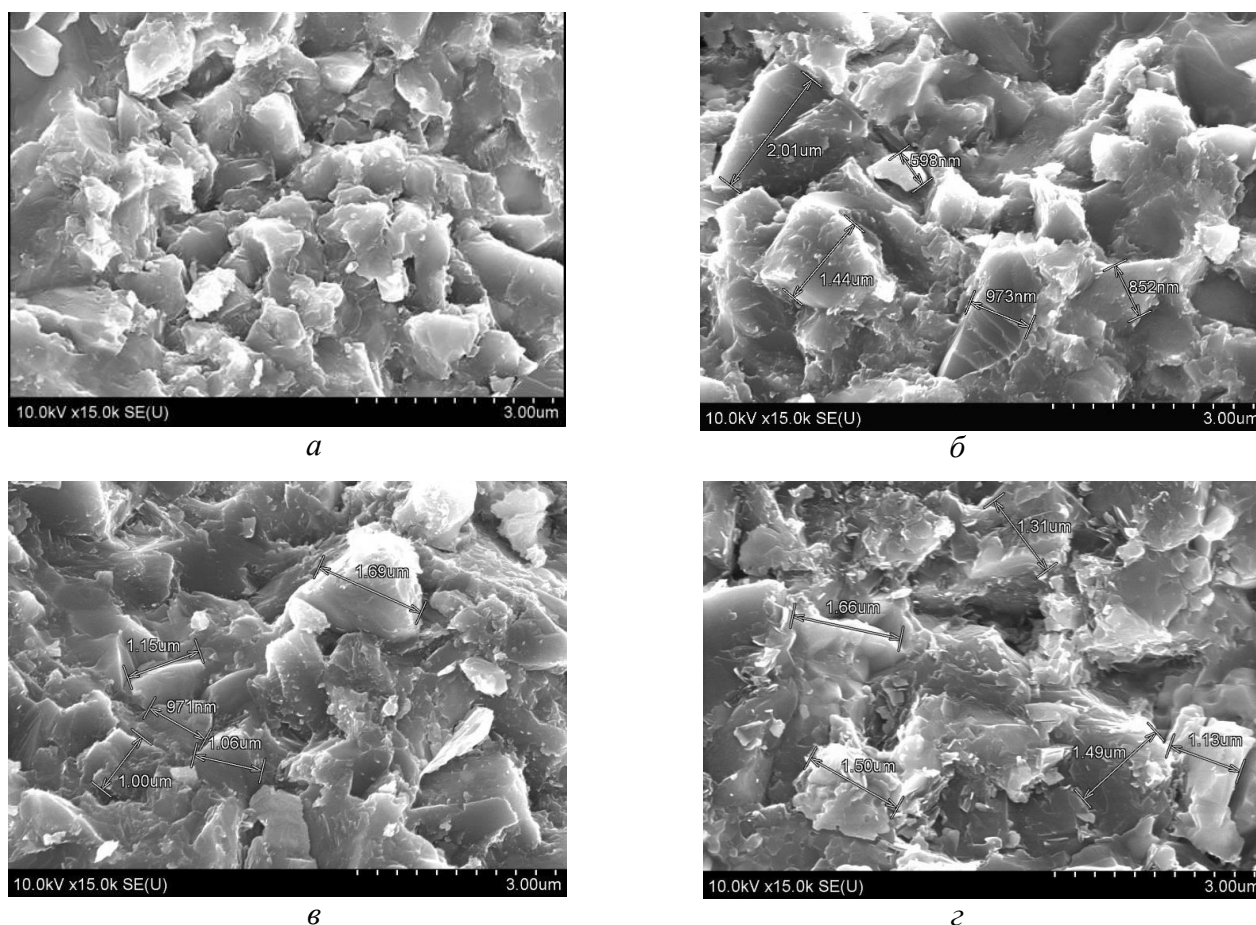


Рис. 4. Микрофрактограммы изломов образцов композита с добавкой 50 % $\text{BN}_{\text{сф}}$ (нано), спеченных при различных температурах, °С: а – 1300; б – 1370; в – 1430; з – 1600.

Микрофотографии поверхностей свежих сколов композита свидетельствуют о смешанном характере разрушения с преобладанием интеркристаллитного излома. Наблюдается незначительный рост зерна с увеличением температуры спекания. Максимальный размер зерна не превышает 1–2 мкм. Незначительный рост зерна с увеличением температуры спекания обусловлен тем, что в композитах процессы рекристаллизации менее активны, чем в однофазных материалах [16, 17].

Таким образом, можно заключить, что фазовый состав исследуемых композитов оказывает значительное влияние на их физико-механические свойства. Снижение твердости композита с добавкой нанокристаллического кубического нитрида бора в диапазоне температур спекания 1370–1600 °С связано в основном с фазовым переходом α - Si_3N_4 в менее твердую β -фазу и образованием оксидных фаз. Уменьшение твердости композита с добавкой субмикронного кубического нитрида бора в диапазоне температур спекания 1600–1800 °С связано с полиморфными превращениями в нитридах кремния и бора, а также с более активным образованием оксидных фаз при этих температурах. Однако наибольшее влияние при этом оказывает образование гексагонального нитрида бора в процессе $\beta \rightarrow \alpha$ превращения. Поэтому снижение плотности и твердости композитов с добавкой субмикрокристаллического нитрида бора при высоких температурах спекания более значительное (рис. 1). Более высокий уровень твердости композитов с добавкой нанокристаллического кубического нитрида бора обусловлен более высокой прочностью сцепления частиц нанопорошка в матрице из композита на основе нитридов кремния и титана, отсутствием гексагонального нитрида бора и мелкозернистой структурой вследствие более низкой температуры спекания.

Выводы

Исследовано влияние фазового состава на твердость и упругие свойства композитов на основе нитридов кремния, бора и титана, с содержанием в исходной шихте субмикронного порошка $\text{BN}_{\text{сф}}$ в количестве 30 и 50 масс. % и нанопорошка $\text{BN}_{\text{сф}} - 50$ масс.%, спеченных при давлении 5 ГПа и температурах 1200–1800 °С.

Установлено, что при увеличении температуры спекания сначала происходит увеличение плотности, твердости, модуля Юнга и коэффициента Пуассона композитов до максимальных значений вследствие уменьшения их пористости. При этом по данным рентгеновской дифрактометрии фазовый состав композитов остается практически без изменения до температур спекания 1430 и 1600 °С, соответственно для образцов с добавкой нанокристаллического и субмикронного $\text{BN}_{\text{сф}}$. При более высоких температурах спекания вследствие частичного перехода нитрида бора из кубической модификации в гексагональную, а также окисления нитридных фаз композита плотность и твердость образцов снижается, причем более значительно для композитов, с добавкой субмикронного $\text{BN}_{\text{сф}}$, особенно при более низкой его концентрации. При этом происходит фазовый переход в нитриде кремния из α - в более плотную β -модификацию.

Установлено, что композиты с нанокристаллическим $\text{BN}_{\text{сф}}$ отличаются более низкой температурой спекания, исключаяющей появление гексагональной фазы нитрида бора. Поэтому они имеют наиболее высокие физико-механические свойства: твердость $H_{\text{KN}} - 27,6$ ГПа, модуль Юнга – 534 ГПа, коэффициент Пуассона – 0,18. Максимальный размер зерна не превышает 1–2 мкм.

Авторы выражают признательность к.ф.-м.н. Гамеза Л. М. за предоставление порошков кубического нитрида бора для изготовления композитов.

Работа выполнена при финансовой поддержке ГПНИ «Функциональные и композиционные материалы, наноматериалы» (задание 2.3.02) и ГНТП «Ресурсосбережение, новые материалы и технологии – 2015» (х/д №84/3.69).

Досліджено вплив фазового складу на фізико-механічні властивості композитів на основі нітридів кремнію, бору та титану, з вмістом у вихідній шихті субмікронного порошку BN_{cf} в кількості 30 і 50 мас.% і нанопорошків BN_{cf} – 50 мас.%, що були спечені при тиску 5 ГПа і температурах 1200–1800 °С. Встановлено, що температурний режим спікання, дисперсність порошку BN_{cf} , ступінь окислення і фазові перетворення в нітридах бору та кремнію мають визначальний вплив на рівень їх властивостей. Композити з добавкою нанопорошків BN_{cf} мають найбільш високі характеристики: твердість HKN – 27,6 ГПа, модуль Юнга – 534 ГПа, коефіцієнт Пуассона – 0,18.

Ключові слова: композит, кубічний нітриду бору, нітрид кремнію, нітрид титану, твердість, модуль Юнга, фазові перетворення, спікання під високим тиском

INFLUENCE OF PHASE COMPOSITION ON PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES OF COMPOSITES BASED ON SILICON, BORON AND TITANIUM NITRIDES, SINTERED UNDER HIGH PRESSURE

The effect of the phase composition on the physico-mechanical properties of composites based on silicon nitrides, boron and titanium nitrides, with a content of submicron cBN powder in the initial charge of 30 and 50 wt. % and cBN nanopowder – 50 wt. % have been investigated. It was found that the temperature of sintering, the dispersion of the cBN powder, the degree of oxidation, and the phase transformations in boron and silicon nitrides exert a decisive influence on the level of their properties. Composites with cBN nanopowder additive have the highest characteristics: Knoop hardness is 27,6 GPa, Young's modulus is 534 GPa, Poisson's ratio is 0,18.

Key words: composite, cubic boron nitride, silicon nitride, titanium nitride, hardness, Young's modulus, phase transformations, high pressure sintering

Литература

1. Butler E. G. Engineering ceramics: Applications and testing requirements. // Original Research Article International Journal of High Technology Ceramics. – 1988. – 4. – N 2–4. – P. 93–102.
2. Андриевский Р.А., Спивак И.И. Нитрид кремния и материалы на его основе – Москва: Металлургия, 1984. – 136 с.
3. Шевченко В. Я., Баринов С. М. Техническая керамика – Москва: Металлургия, 1986. – 277 с.
4. High pressure sintering of silicon nitride based ceramics / V. Urbanovich, M. Vlajic, V. Krstic, et al. // NATO ARW «Innovative Superhard Materials and Sustainable Coatings», Kiev, May 12–15, 2004, – P. 58.
5. Urbanovich V. S., Vlajic M. D., Krstic V. D., Zhou Ch. The physical and mechanical properties of Si_3N_4 -TiN nanocomposites obtained by high pressure sintering // «Наноструктурные материалы – 2008: Беларусь – Россия – Украина» Материалы первой международной научной конференции. Минск, 22–25 апреля 2008 года. – С. 281.
6. High pressure sintering and physical and mechanical properties of Si_3N_4 -TiN based nanocomposites / V. S. Urbanovich, M. D. Vlajic, V. D. Krstic, Ch. Zhou // European Congress and Exhibition on Advanced Materials and Processes (Euromat 2015), 20–24 September, 2015, Warsaw, Poland. – www.euromat2015.fems.org. –2513.
7. Klimczyk P., Figiel P., Petrusza I., Olszyna A. Cubic boron nitride based composites for cutting applications // Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. – 2011. – 44. – № 2. – P. 198–204.
8. Влияние дисперсности порошка кубического нитрида бора на физико–механические свойства сверхтвердых композитов на основе нитридов кремния, бора и титана / В. С. Урбанович, Е. О. Лавыш, Т. Д. Солоненко и др. // «Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и

- применения». Сб. научных трудов.– Вып. 16. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины. 2013. – С. 368–372.
9. Новый сверхтвердый нанокompозит на основе кубического нитрида бора и тугоплавких соединений / В. С. Урбанович, Т. Д. Солоненко, Е. О. Лавыш и др. // Наноструктурные материалы–2014: Беларусь–Россия–Украина (НАНО–2014): материалы IV Междунар. науч. конф. (Минск, 7–10 окт. 2014 г.) / редкол.: П. А. Витязь [и др.]. – Минск: Беларуская навука, 2014. – С. 196–197.
 10. Витязь П. А., Урбанович В. С. Развитие наноматериалов и нанотехнологий в Беларуси // Наноструктурные материалы: Беларусь–Россия–Украина: НАНО–2014: сб. пленар. докл. IV Междунар. Науч. конф., Минск, 7–10 окт. 2014 г. / Нац. акад. наук Беларуси, Науч.–практ. центр НАН Беларуси по материаловедению; редкол.: П. А. Витязь (отв. ред.), В. С. Урбанович, Е. Н. Шлома. – Минск: Беларуская навука, 2015. – С. 19–35.
 11. Urbanovich V., Solonenko T., Lavysh E., Jaworska L., Klimczyk P., Rosmus M., Cygan S. / Effect of Cubic Boron Nitride Powder Dispersity on Physical and Mechanical Properties of Composites Based on Silicon Nitride and Titanium Nitride // Proceedings of the 2nd International Conference on Modern Applications of Nanotechnology. Minsk, Belarus, 6–8 May 2015. – P104–1–4.
 12. Беженар Н. П., Гарбуз Т. А., Коновал С. М., Осадчий А. А. Структура и свойства сверхтвердых PCBN композитов, полученных реакционным спеканием порошков кубического нитрида бора с алюминием в условиях высокого давления // Сб. докладов VI Междунар. науч. конф. «Актуальные проблемы физики твердого тела» (ФТТ–2013), 15–18 окт. 2013, Минск. – С. 166–168.
 13. Беженар Н. П., Гарбуз Т. А., Коновал С. М. Исследование особенностей формирования структуры поликристаллов кубического нитрида бора при сверхвысоких давлениях и разработка новых материалов // Сб. докладов VI Междунар. науч. конф. «Актуальные проблемы физики твердого тела» (ФТТ–2013), 15–18 окт. 2013, Минск. – С. 385–386.
 14. Беженар Н. П., Коновал С. М., Гарбуз Т. А., Белявина Н. М. Вплив умов удержання на властивості надтвердих композитив системи cBN–TiN–Al, отриманих при високом тиску // «Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения». Сб. научных трудов.– Вып. 16. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины. 2013. – С. 287–294.
 15. Wild S., Grieveson P., Jack K.H. The crystal Structure of Alpha and Beta Silicon and Germanium Nitrides // Special. Ceramics. – 1972, –V. 5. – P. 385–393.
 16. Urbanovich V. S. Properties of nanocrystalline titanium nitride–based materials prepared by high–pressure sintering // Functional Gradient Materials and Surface Layers Prepared by Fine Particles Technology (eds. M.I. Baraton and I.V. Uvarova). – Dordrecht: Kluwer Academic Publishers, 2001. P. 169–176.
 17. Андриевский Р. А., Урбанович В. С. Свойства нанокристаллических материалов на основе нитрида титана, полученных спеканием при высоких давлениях // Физикохимия ультрадисперсных систем. Сб. науч. трудов V Всерос. конф. Ч. II. Екатеринбург: УрО РАН, 2001. – С. 118–123.

Поступила 17.07.17