

УДК 536.421.5:661.657.5

В. С. Урбанович, канд. физ.-мат. наук¹; **Е. О. Лавыш**¹; **Т. Д. Солоненко**¹; **В. Ф. Лутай**²;
С. И. Матюшевский²; **И. Н. Белякович**²; **Л. М. Гамеза**, канд. физ.-мат. наук³

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

²ОАО «Оршанский инструментальный завод, Беларусь

³Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, г. Минск

ВЛИЯНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ ПОРОШКА КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СВЕРХТВЕРДЫХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ НИТРИДОВ КРЕМНИЯ, БОРА И ТИТАНА

Приведены результаты измерения микротвердости и плотности сверхтвердых композитов на основе нитридов кремния, бора и титана в зависимости от температуры спекания ($T = 1200 - 1800$ °C) и дисперсности порошка кубического нитрида бора. Установлено, что более дисперсный нанопорошок BN_{cf} обуславливает наиболее высокую микротвердость композитов при более низкой температуре спекания.

Ключевые слова: кубический нитрид бора, физико-механические свойства, дисперсность, высокие давления.

Спекание под высоким давлением микро- и нанопорошковых композиций на основе нитридов кремния и титана позволяет получать материалы высокой плотности с дисперсной микроструктурой и высокими физико-механическими свойствами [1, 2]. Однако такие материалы уступают по твердости композиционным материалам, полученным спеканием микропорошка BN_{cf} с добавкой микро- и нанопорошка нитрида кремния при более высоких давлениях (7–8 ГПа) [3].

С целью повышения твердости композитов на основе нитридов кремния и титана и создания нового сверхтвердого инструментального материала использовалась добавка в исходную шихту состава Q субмикронного и нанопорошка BN_{cf} в количестве 30 и 50 масс %. Интерес к указанным материалам обусловлен перспективой их использования в режущем инструменте и расширением объемов применения в различных отраслях промышленности.

Методика эксперимента

Спекание производилось при давлении 5 ГПа в области температур 1200 – 1800 °C в модернизированном устройстве высокого давления «типа наковальни с углублениями» (рис. 1) [4] на прессовой установке ДО137А усилием 5 МН.



Рис. 1. Вид блок-матриц аппарата высокого давления ВС-021а

Контейнер устройства изготовлен из прессованного литографского камня с бакелитовой связкой (внешний диаметр 30 мм, высота 15,2 мм). В осевом отверстии контейнера диаметром 13 мм установлен нагреватель из прессованного графита, состоящий из двух одинаковых частей с разъемом между ними в горизонтальной плоскости. Толщина стенок нагревателя составляет 1 мм. Токоподводы к нагревателю также выполнены из прессованного графита.

Образец располагается в центре ячейки внутри нагревателя. Поверхность матриц вокруг углублений выполнена конической с углом конусности 5° и имеет вид ступенек, плавно сопрягаемых друг с другом. Контейнер имеет кольцевой буртик высотой 5,2 мм,

диаметр которого меньше наружного диаметра канавок, а внутреннее скрепляющее кольцо обоймы образует с рабочей поверхностью матрицы кольцевой уступ, позволяющий обеспечивать надежную герметизацию реакционного объема при высоких температурах. Выполнение рабочей поверхности матриц в виде ступенек позволяет обеспечить в сжатом состоянии плавное снижение давления в материале контейнера от запирающих кромок к периферии матриц. Толщина заусенца на запирающей кромке матриц в сжатом состоянии достигает 1 мм, что позволяет легко осуществлять ввод термопары в реакционную полость без риска ее разрушения.

Измерение давления в описанной выше реакционной ячейке производилось по общепринятой методике [5] при комнатной температуре по фазовым переходам Bi , Yb и $PbTe$, происходящим, соответственно, при давлениях 2,55; 2,69; 4,0; 5,2 ГПа [6] (рис. 2, 3, 4).

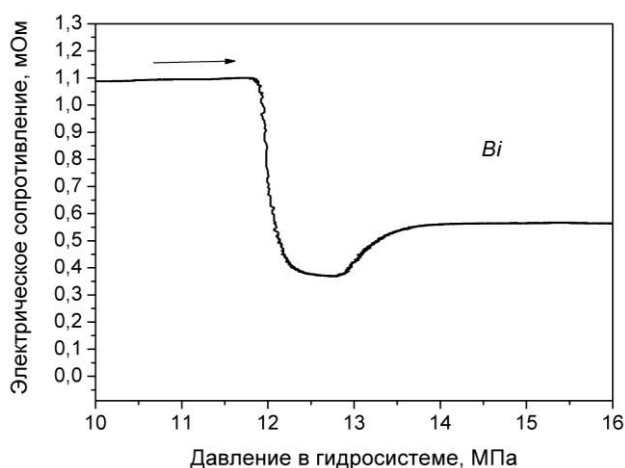


Рис. 2. Изменение электрического сопротивления Bi в зависимости от прессового усилия

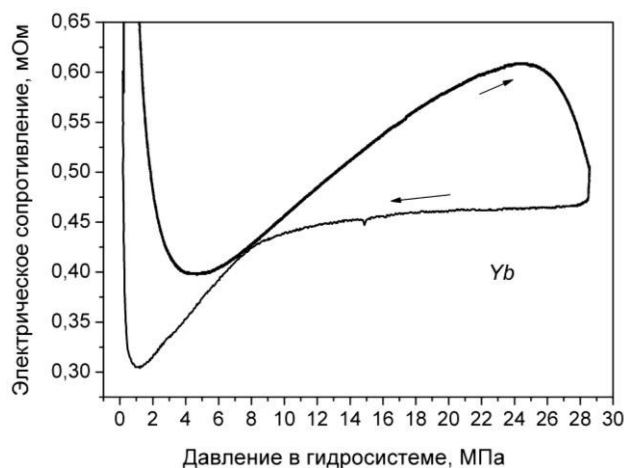


Рис. 3. Изменение электрического сопротивления Yb в зависимости от прессового усилия

Указанные вещества в виде проволочек располагали в осевом отверстии фторопластового диска, имеющего диаметр 13 мм и высоту 2 мм, с обоих торцов которого устанавливались графитовые пробки. Температура в ячейке определялась по показаниям термопары ХА и по точкам плавления Ni и Pt с помощью контроллера спекания КС-5 [7], на основании которых строилась калибровочная кривая зависимости температуры от величины опорной мощности тока нагрева.

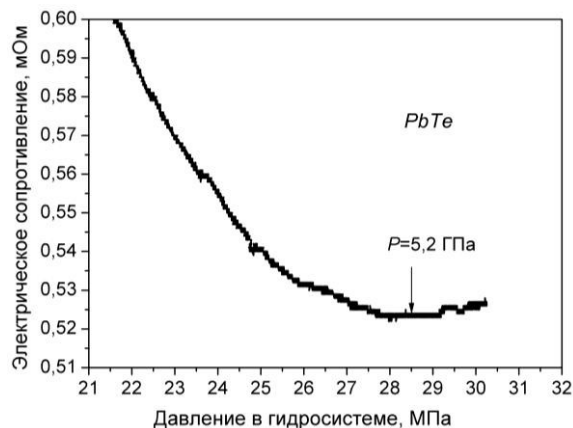


Рис. 4. Изменение электрического сопротивления $PbTe$ в зависимости от прессового усилия

Зависимость давления и температуры в ячейке от усилия пресса представлена на рис. 5. Показано, что АВД ВС-021а позволяет генерировать давление до 5,0 ГПа на прессовой установке ДО 137А усилием 5 МН.

Высокоплотные керамические образцы композита получали в форме дисков диаметром 9,5 мм и высотой 3,3 мм (рис. 6).

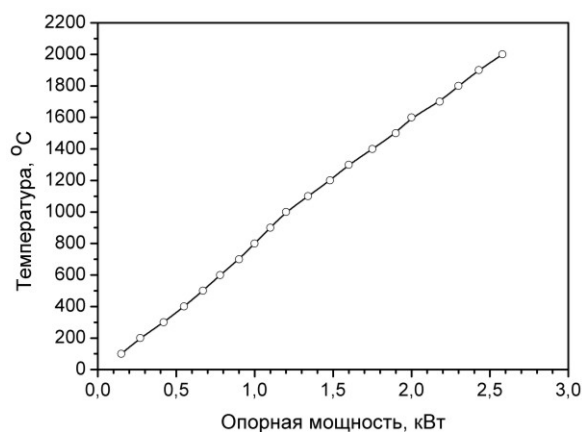
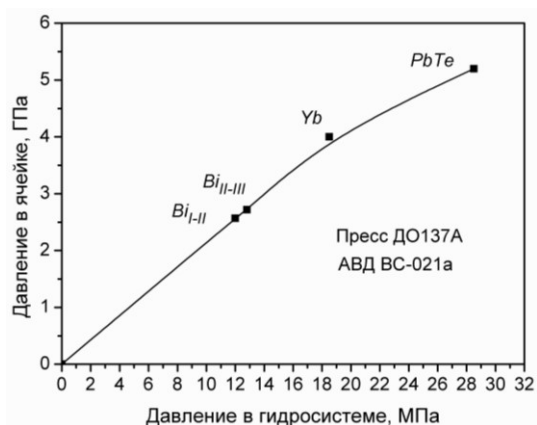


Рис. 5. Калибровочные кривые АД ВС-021а по давлению (а) и температуре (б)



Рисунок 6 – Внешний вид образцов композита

Плотность спеченных образцов определяли методом гидростатического взвешивания в четыреххлористом углероде. Относительная погрешность определения плотности не превышала 0,2 %. Измерение микротвердости производилось с использованием микротвердомера МНТ-240 LECO при нагрузке на индентер 2 Н.

Результаты и их обсуждение

На рис. 7 представлены зависимости плотности и микротвердости образцов композита разного состава от температуры спекания.

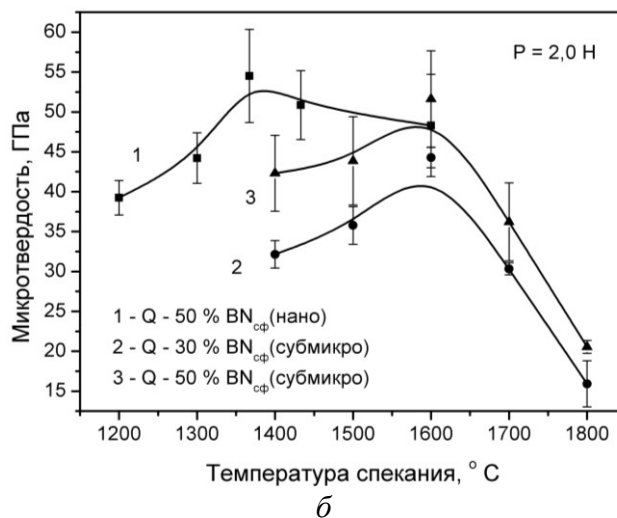
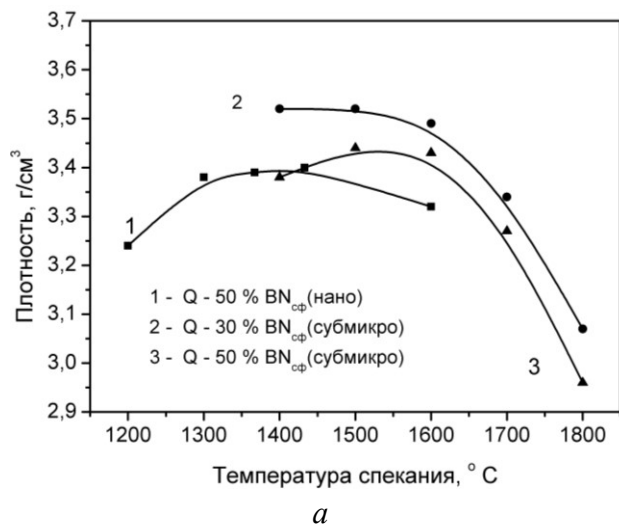


Рис. 7. Зависимость плотности (а) и микротвердости (б) образцов композитов разного состава от температуры спекания

Установлено, что композит с добавкой 30 масс % субмикронного $\text{BN}_{\text{сф}}$, спеченный в интервале температур 1400–1600 °С, имеет достаточно высокую плотность, равную 3,52 г/см³. При увеличении температуры спекания её величина снижается вследствие обратного $\beta \rightarrow \alpha$ превращения $\text{BN}_{\text{сф}}$ (рис. 7 а).

Как следует из рисунка 7 а, с увеличением содержания добавки субмикронного порошка $\text{BN}_{\text{сф}}$ до 50 масс % вид зависимости плотности композита от температуры спекания не меняется. Однако плотность полученных образцов ниже во всем исследованном

диапазоне температур спекания. Это может быть связано с увеличением поверхностного трения между частицами исходной шихты при прессовании заготовки.

При добавлении в исходную шихту 50 масс % нанопорошка $\text{BN}_{\text{сф}}$ максимальное значение плотности спеченных образцов композита ниже, хотя достигается при более низкой температуре спекания, соответствующей 1400 °С, чем при добавлении субмикронного порошка $\text{BN}_{\text{сф}}$.

Зависимости микротвердости образцов от температуры спекания (рис. 7 б) показывают, что состав композита Q – 50% $\text{BN}_{\text{сф}}$ (нано) имеет наиболее высокую твердость во всем интервале температур спекания 1350–600 °С. Ее максимальное значение $54,5 \pm 5,8$ ГПа достигается при температуре спекания 1400 °С.

Микротвердость композитов с добавками субмикронного порошка кубического нитрида бора 30 и 50 масс % $\text{BN}_{\text{сф}}$ (субмикро) ниже, чем с добавкой нанопорошка $\text{BN}_{\text{сф}}$. С уменьшением содержания кубического нитрида бора в исходной шихте от 50 до 30 масс % микротвердость также уменьшается.

Выводы

1. Исследовано влияние температуры спекания в интервале 1200 – 1800 °С при давлении 5 ГПа и содержании добавок в исходную шихту 30 - 50 масс % порошков кубического нитрида бора различной дисперсности на процесс уплотнения и микротвердость композитов на основе нитридов кремния и титана.

2. Установлено, что с увеличением температуры спекания композитов плотность и микротвердость сначала повышаются, достигая максимального значения за счет уменьшения пористости, а затем уменьшаются вследствие обратного $\beta \rightarrow \alpha$ превращения $\text{BN}_{\text{сф}}$. При этом в случае добавки нанодисперсного порошка $\text{BN}_{\text{сф}}$ максимальное значение микротвердости композитов выше, чем при добавлении субмикронного $\text{BN}_{\text{сф}}$, и достигается при более низкой температуре спекания.

3. Получен сверхтвердый композит на основе нитридов кремния, бора и титана с твердостью на уровне 54,5 ГПа при давлении спекания 5 ГПа.

Работа выполнена при финансовой поддержке подпрограммы Нанотех (задание 2.3.02 и программы ГНТП «Новые материалы и технологии-2015» (х/д №84/3.69).

Наведено результати вимірювання микротвердості і щільності надтвердих композитів на основі нитридів кремнію, бору та титану в залежності від температури спікання ($T = 1200\text{--}1800$ °С) і дисперсності порошку кубічного нитриду бору. Встановлено, що більш дисперсний нанопорошок $\text{BN}_{\text{сф}}$ обумовлює найбільш високу микротвердість композитів при більш низькій температурі спікання.

Ключові слова: кубічний нитрид бору, фізико-механічні властивості, дисперсність, високі тиску.

The results of the density and microhardness of superhard composites based on silicon, boron and titanium nitrides depending on the sintering temperature ($T = 1200 - 1800$ °C) and the dispersion of cubic boron nitride powder are presented. It is found that a more disperse cBN nanopowder causes a highest microhardness of composite at a lower sintering temperature.

Key words: cubic boron nitride, physical and mechanical properties, dispersion, high pressure.

Литература

1. 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.
2. Urbanovich V. S., Vlajic M. D., Krstic V. D., Zhou Ch. The physical and mechanical properties of $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ nanocomposites obtained by high pressure sintering //

- «Наноструктурные материалы – 2008: Беларусь – Россия – Украина» Материалы первой международной конференции. Минск, 22–25 апреля 2008 года. – С. 281.
3. Klimczyk P., Figiel P., Petruska I., Olszyna A. Cubic boron nitride based composites for cutting applications // Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. – 2011. – 44. – N 2. – P. 198–204.
 4. Мазуренко А. М., Урбанович В. С., Кучинский В. М. Устройство высокого давления для спекания керамики на основе тугоплавких соединений // Весці АНБ, сер. фіз.-тэхн. навук. – 1994. – № 1. – С. 42–45.
 5. Самойлович М. И., Заднепровский Б. И. Аппаратура для синтеза алмаза // Синтез минералов. В 2-х томах. Т. 1. – М.: Недра, 1987. – С. 317–336.
 6. Тонков Е. Ю. Фазовые диаграммы элементов при высоком давлении. – М.: Наука, 1972, – 192 с.
 7. Урбанович В. С., Шкатуло Г.Г. Компьютеризованный комплекс для спекания нанокерамики при высоких давлениях // Порошковая металлургия. – 2003. – № 1/2, – С. 21–27.

Поступила 27.06.13

УДК 539.89

С. А. Виноградов, канд.техн.наук¹; **C. F. M. Casanova**, PhD²;
J. A. N da Jornada, Dr. Sci (Eng)³

¹Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев

²Depo. de Mat. E Construcao – FURG – Rio Grande, Бразилия;

³Instituto de Fisica – UFRGS – Porto Alegre, Бразилия

ВЛИЯНИЕ МАТЕРИАЛА КОНТЕЙНЕРА, ВИДА СВЯЗУЮЩЕГО И ЕГО КОЛИЧЕСТВА НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ СОЗДАНИЯ ДАВЛЕНИЯ В АВД ТИПА «ТОРОИД»

Исследовано влияние материала контейнера, связующего и его количества на эффективность генерирования давления в АВД типа «тороид». В качестве материала контейнера использован известняк двух составов, в качестве связки – бакелитовый лак и водный раствор поливинилового спирта (ПВС). Установлено, что при использовании бакелитового лака изменения механических свойств наполнителя (известняка) в меньшей степени влияют на эффективность генерирования давления в АВД, чем при использовании поливинилового спирта. Установлено также, что при содержании ПВС в исследованных пределах (0–2,5 %) давление прессования контейнера не влияет на эффективность генерирования давления в АВД.

Ключевые слова: аппарат высокого давления, тороид, связующее, эффективность генерирования давления, известняк.

Введение

Аппараты высокого давления (АВД) с профилированными наковальнями используют для создания высокого давления и температуры. Наиболее широко применяют АВД с профилем углубления в виде «чечевицы» и «тороида». С помощью последнего получают давление до 9 ГПа в объеме до 17 см² [1]. Генерируемое давление и допустимая температура нагревания реакционной смеси зависят от механических и теплофизических свойств материала контейнера, содержащего реакционную смесь и сжимаемого между наковальнями.