

4. Наряду с дегазацией алмазных нанопорошков для улучшения их спекания в исходный порошок необходимо вводить добавки, которые бы образовывали химические соединения с углеродом и таким способом связывали наночастицы алмаза при спекании.

5. Наилучшие результаты по спеканию получены при введении химическим способом в алмазный нанопорошок УДА добавки металлического вольфрама.

Авторы выражают благодарность доктору физико-математических наук Г. С. Олейник за исследование структуры композита методами просвечивающей электронной микроскопии.

Литература

1. Бочечка А. А., Луценко А. Н. Кинетика уплотнения алмазного порошка при различных температурах под действием высокого давления // Сверхтвердые матер. – 2002. – № 1. – С 67–81.
2. Бочечка А. А., Романко Л. А., Гаврилова В. С. и др. Особенности спекания алмазных порошков различной дисперсности в условиях высокого давления // Сверхтвердые матер. – 2007. – № 1. – С. 24–31.
3. Гегузин Я. Е. Физика спекания. – 2-е изд. – М.: Наука, 1984. – 312 с.
4. Адамсон А. Физическая химия поверхностей. – М.: Мир, 1979. – 566 с.
5. Головчан В. Т. Анализ применимости простейшей модели вязкопластической среды для исследования кинетики уплотнения при спекании алмазных поликристаллов // Сверхтвердые матер. – 2000. – № 2. – С. 8–18.
6. Mackenzie J. K., Shuttleworth R. A phenomenological theory of sintering // Proc. Phys. Soc. – 1949. – V. 62. – N 12B. – P. 833–852.
7. Бочечка А. А., Романко Л. А., Шаповалов Д. Ю., Назарчук С. Н. Влияние карбидов переходных металлов на получение композитов на основе алмазного нанопорошка детонационного синтеза // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. –К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – Вып. 9. – С. 190–196.

Поступила 16.06.09

УДК 621.762.4.045; 621.921.34

М. Г. Лошак¹, д-р техн. наук, **Л. И. Александрова¹**, **А. И. Боримский¹**,
Ю. А. Мельнийчук¹, кандидаты технических наук, **Н. Н. Белявина²**, канд. физ.-мат.
наук, **Н. И. Заика¹**, **В. С. Лысаковский¹**

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

²Киевский национальный университет имени Тараса Шевченко, Украина

ВЛИЯНИЕ СВОЙСТВ МИКРОПОРОШКОВ КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА НА ХАРАКТЕРИСТИКИ СПЕЧЕННЫХ НА ИХ ОСНОВЕ КОМПОЗИТОВ И ПОЛИКРИСТАЛЛОВ

Properties of cBN micron powders prepared in various growth systems have been studied as loose powders and in composites and polycrystals sintered of them at high pressure and temperature. It has been found that mechanical properties of the composites and polycrystals, including their cutting characteristics, depend not only on the initial powders properties, but also on the method of producing the composites and polycrystals and conditions of testing them.

Порошки из кубического нитрида бора (сBN) используют для изготовления абразивного инструмента (для шлифования стальных деталей) и композиционных материалов (PCBN), являющиеся наилучшим инструментом для лезвийной обработки чугунов и закаленных сталей с большой глубиной резания, полустойкой и чистой обработки сталей и чугунов. В зависимости от назначения инструмента порошки сBN должны отличаться свойствами зерен. При изготовлении шлифпорошков используют преимущественно кристаллы, полученные в условиях синтеза в ростовой системе $\alpha\text{BN-Mg-Mg}(\text{OH})_2$. Обычно эти кристаллы имеют хорошо сформированную огранку и выглядят как монокристаллы. Степень преобразования $\alpha\text{BN} \rightarrow \text{сBN}$ при синтезе таких кристаллов составляет около 35 % (по массе). Содержание бора (ат. %) в кристаллах превышает содержание азота, поэтому они имеют темную окраску. Для микропорошков, предназначенных для изготовления композитов, которыми оснащают лезвийный инструмент, кристаллы получают в условиях синтеза в ростовой системе $\alpha\text{BN-Mg}_3\text{N}_2$. В этом случае зерна сBN выглядят как поликристаллические агрегаты. Эта форма кристаллов является результатом наличия многих центров кристаллизации и более высокой степени преобразования $\alpha\text{BN} \rightarrow \text{сBN}$ (60 % по массе). Содержание азота в этих кристаллах превышает содержание бора, поэтому они имеют светло-желтую окраску.

Характеристики композитов, изготовленных из шлифпорошков сBN марки КР 50/40, которые были получены в упомянутых ростовых системах, зависят не только от свойств исходных порошков, но и от состава композита, условий его спекания и испытаний. В то же время в режиме свободного абразива эффективность порошков сBN определяется свойствами зерен этих порошков в исходном состоянии³.

В данной работе исследуемые микропорошки марок КМ 5/3 и КМ 10/7 были получены из изготовленных в упомянутых ростовых системах порошков сBN крупных зернистостей путем их дробления в центрифуге с наполнителем в виде шариков из закаленной стали. Микропорошок белого цвета обозначили КМБ, темного – КМЧ.

Гранулометрический состав микропорошков КМБ 5/3, КМБ 10/7, КМЧ 5/3 и КМЧ 10/7 показан на рис. 1. Средний размер зерен порошка КМБ 5/3 составил 3,82 мкм, КМЧ 5/3 – 3,38 мкм, а КМБ 10/7 – 7,59 мкм, КМЧ 10/7 – 7,13 мкм. Из приведенных данных следует, что порошок темного цвета несколько мельче белого.

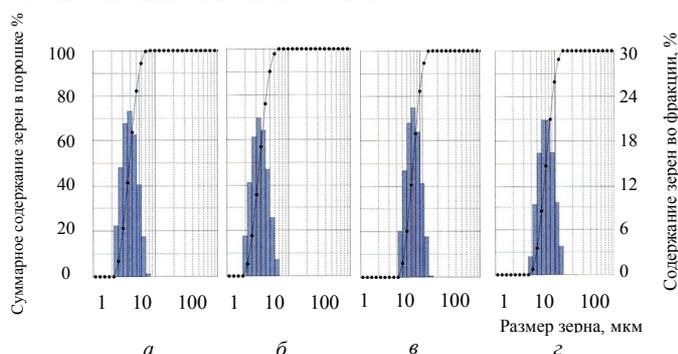


Рис. 1. Гистограммы распределения зерен по размеру в микропорошках:
а – КМБ 5/3; б – КМЧ 5/3; в – КМБ 10/7; з – КМЧ 10/7

Абразивную способность исследуемых микропорошков оценивали по результатам испытаний микропорошка марки КМ 10/7 согласно ТУУ 88.090.018-96 (прил. Г) с применением навески массой 0,03 г. Абразивная способность порошка КМБ 10/7 составила 2,49 у.е., КМЧ 10/7 – 2,75 у.е.

Таким образом, абразивная способность микропорошка КМЧ 10/7 на 10 % выше, чем белого порошка КМБ 10/7.

³ Влияние морфологии порошков кубического нитрида бора на свойства спекаемых на их основе при высоких давлениях и температуре поликристаллов и композитов / М. Г. Лошак, А. А. Шульженко, Л. И. Александрова и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – 2008. – Вып. 11. – С. 174–179.

Статическую прочность каждого отдельного зерна такого малого размера определить невозможно. Поэтому для сравнения прочности порошков КМБ 5/3 и КМЧ 5/3, КМБ 10/7 и КМЧ 10/7 использовали методику испытаний порошков на динамическую прочность, которую определяли с помощью прибора «Фрайтестер».

Принцип работы этого прибора состоит в следующем. Навеску массой 2 карата с известным зерновым составом порошка засыпают в закаленную металлическую капсулу определенного геометрического размера. В капсулу помещают также металлический шарик диаметром 8 мм и фиксированной массой. Нагружение порошка осуществляется путем колебания капсулы с частотой $2,4 \cdot 10^3$ кол./мин. заданной траектории с заданной скоростью. После определенной продолжительности работы прибора «Фрайтестер» определяют гранулометрический состав содержимого капсулы с помощью прибора «Гранулометр». Первое определение гранулометрического состава каждого исследуемого микропорошка проводили после нагружения в капсуле в течение 5 мин. Каждую новую порцию того же порошка нагружали в капсуле уже с большей продолжительностью – 10, 20, 30 и 40 мин с последующим определением гранулометрического состава порошка. Кривая распределения зерен по размеру микропорошка КМБ 5/3 после нагружения в течение 30 мин характеризовалась наличием двух максимумов (рис. 2). Это свидетельствует о том, что после нагружения порошок КМБ 5/3 разделился на две фракции со средними размерами зерна 0,5 и 4 мкм.

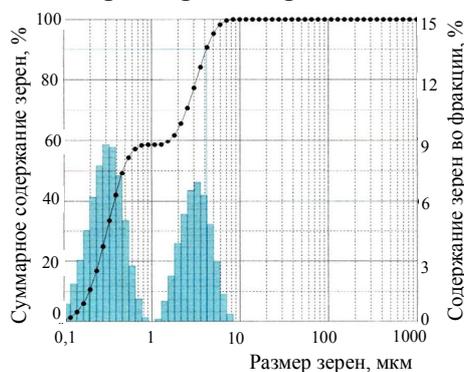


Рис. 2. Гистограмма распределения зерен по размеру в порошке КМБ 5/3 после обработки с помощью прибора «Фрайтестер» в течение 30 мин

Микропорошок КМЧ 5/3 после нагружения независимо от его продолжительности имел только одну размерную фракцию зерен. Обобщенные графики распределения зерен по размеру микропорошков КМБ 5/3 и КМЧ 5/3 в зависимости от продолжительности нагружения показаны на рис. 3. Как видим, средний размер зерна микропорошка КМЧ 5/3 изменяется интенсивнее, чем микропорошка КМБ 5/3, но не разделяется на две фракции.

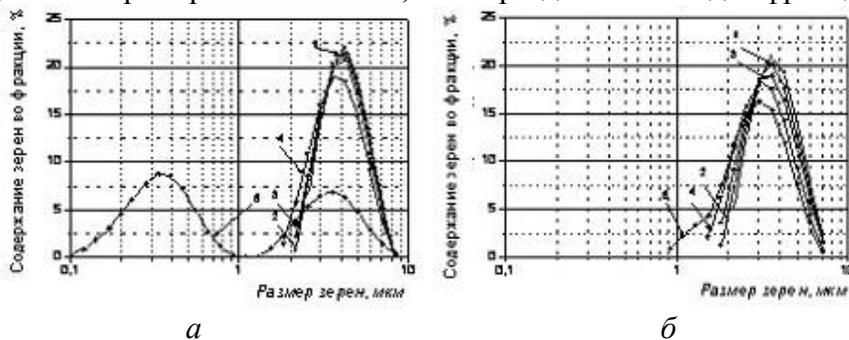


Рис.3. Обобщенные гистограммы распределения зерен по размерам в микропорошках КМБ 5/3 (а) и КМЧ 5/3 (б) после обработки с помощью прибора «Фрайтестер»: 1 – исходное состояние; 2 – продолжительность обработки 5 мин 3 – продолжительность обработки 10 мин.; 4 – продолжительность обработки 20 мин; 5 – продолжительность обработки 30 мин

Металлографическими исследованиями с помощью растрового электронного микроскопа установлено, что внешний вид порошков КМБ 5/3 и КМЧ 5/3 в исходном состоянии мало различим (рис. 4).

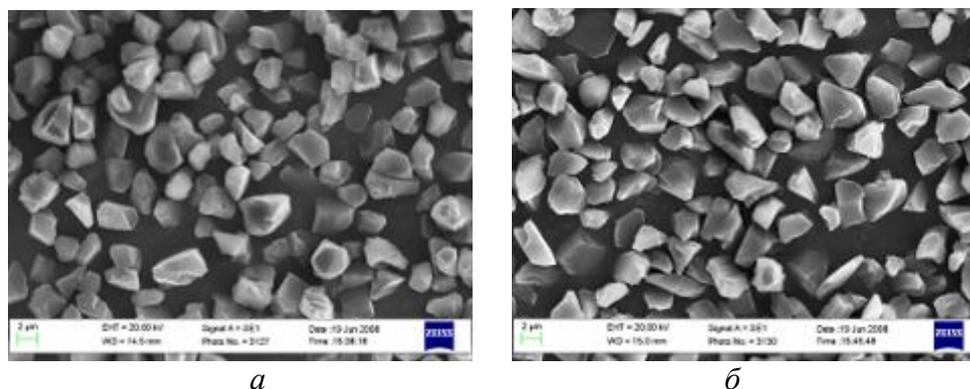


Рис. 4. Внешний вид в исходном состоянии микропорошка :а – КМБ 5/3;б – КМЧ 5/3

Сравнивая РЭМ–изображение порошка КМБ 5/3 в исходном состоянии (рис. 5, а), и после обработки с помощью прибора «Фрайтестер» в течение 30 мин (рис. 5, б) видим, что после обработки порошка появилась вторая фракцию в виде множества зерен размером менее 1 мкм.

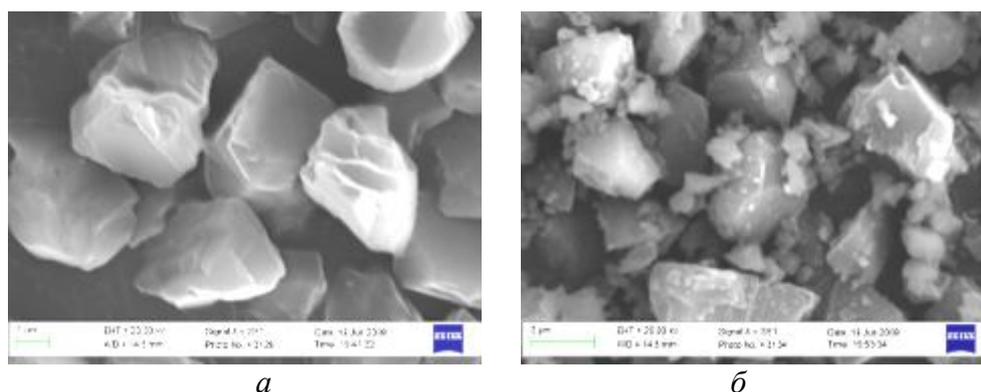


Рис. 5. Внешний вид микропорошка КМБ 5/3: а – в исходном состоянии; б – после обработки с помощью прибора «Фрайтестер» в течение 30 мин

Средний размер зерен полученной фракции в результате гранулометрического анализа определен около 0,5 мкм, что несколько меньше размера зерен исходного порошка КМБ 5/3. Зерна микропорошка КМЧ 5/3 после обработки в течение 30 мин внешне мало отличаются от зерен порошка КМБ 5/3 в исходном состоянии.

Результаты рентгеноструктурного анализа микропорошков КМБ 5/3 и КМЧ 5/3 с помощью дифрактометра «Дрон-3» в $\text{Cu K}\alpha$ -излучении показали, что при их обработке с помощью прибора «Фрайтестер» существенно изменяются размер блоков когерентного рассеяния (блоков мозаики) и микронапряжения решетки (табл.1).

В зернах микропорошка КМБ 5/3 при увеличении продолжительности их обработки с 20 до 30 мин размер блоков заметно уменьшается, но не так существенно, как зерен микропорошка КМЧ 5/3. Напряжения, возникающие в решетке сVN порошка КМБ 5/3 при обработке в течение 20 мин., составляют 0,39 ГПа, а в зернах порошка КМЧ 5/3 – 0,27 ГПа. Однако после обработки в течение 30 мин напряжения в зернах порошка КМБ 5/3 снижаются до 0,32 ГПа, в то время, как в зернах порошка КМЧ 5/3 – возрастают до 0,34 ГПа.

Таблица 1. Результаты рентгеноструктурного анализа порошков КМБ 5/3 и КМЧ 5/3

Параметр	КМБ 5/3			КМЧ 5/3		
	Исходное состояние	после обработки в течение		Исходное состояние	после обработки в течение	
		20 мин	30 мин		20 мин	30 мин
Период решетки						
<i>a</i>	3,6155	3,6155	3,6153	3,6152	3,6155	3,6156
<i>b</i>	3,6155	3,6155	3,6153	3,6152	3,6155	3,6156
<i>c</i>	3,6155	3,6155	3,6153	3,6152	3,6155	3,6156
Размер блоков, Å	1500	840	700	1500	1058	290
Напряжение решетки, ГПа	нет	0,39	0,32	нет	0,27	0,34

Можно предположить, что в результате обработки в течение 30 мин в зернах порошка КМБ 5/3, которые распадаются на более мелкие, напряжения снижаются. В то же время в зернах порошка КМЧ 5/3, размер которых при обработке в течение 30 мин. изменяется незначительно, за счет действия наклепа напряжения только возрастают. При исследовании микропорошков КМБ 10/7 и КМЧ 10/7 были получены аналогичные результаты. На рис. 1 показано распределение зерен этих микропорошков по размеру в исходном состоянии. При одинаковом характере распределения средний размер зерен порошка КМБ 10/7 составляет 7,59 мкм, а порошка КМЧ 10/7 – 7,13 мкм. Гистограммы распределения по размеру зерна в зависимости от продолжительности обработки приведены на рис. 6.

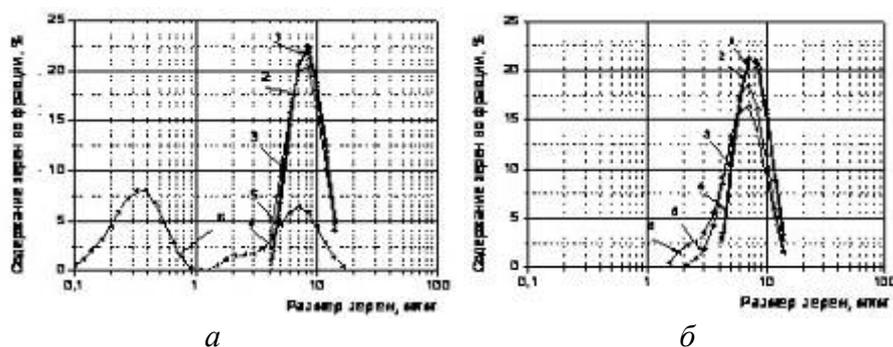


Рис. 6. Обобщенные гистограммы распределения зерен по размеру в микропорошках КМБ 10/7 (а) и КМЧ 10/7 (б) после обработки с помощью прибора «Фрайтестер»: 1 – исходное состояние; 2–4 – продолжительность обработки соответственно 5, 10, 20 мин; 5, 6 – продолжительность обработки соответственно 30 и 40 мин (рис. а); 5, 6 – продолжительность обработки соответственно 40 и 60 мин (рис. б)

С увеличением продолжительности обработки средний размер зерен микропорошка КМЧ 10/7 уменьшается за счет уменьшения размера исходных зерен. Это проявляется в большей степени после обработки порошка в течение 40 и 60 мин. После обработки микропорошка КМБ 10/7 в течение 40 мин в нем появляется вторая фракция, средний размер зерен которой составляет 0,5 мкм. В микропорошке КМЧ 10/7 вторая размерная фракция не появляется после обработки даже в течение 60 мин.

Увеличение продолжительности обработки микропорошка КМБ с 30 до 40 мин до появления второй размерной фракции с увеличением зернистости с 5/3 до 10/7 объясняется тем, что энергия, затрачиваемая на обработку порошка, остается постоянной, несмотря на то, что размер зерен вдвое больше.

Зависимости изменения среднего размера зерен микропорошков от продолжительности обработки показано на рис. 7. На определенном этапе обработки начиная с начального

зависимости изменения размера зерен от продолжительности обработки имеют вид почти взаимно параллельных прямых.

Это свидетельствует о том, что на этом этапе обработки зерна исследуемых микропорошков изменяются одинаково. При увеличении продолжительности обработки микропорошок КМБ разделяется на две фракции, а средний размер зерен порошка КМЧ уменьшается без появления второй фракции (в установленном временном интервале).

Полученные данные можно объяснить результатами рентгенографического анализа. С начала нагружения в зернах порошка КМБ увеличиваются напряжения, что приводит к распаду некоторой части зерен порошка на более мелкие и сопровождается появлением в порошке второй по размеру зерен фракции, а также снижением этом напряжений в порошке. В зернах КМЧ напряжения повышаются в течение всего времени обработки.

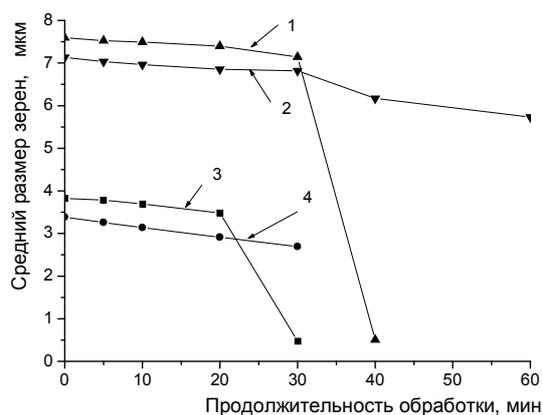


Рис. 7. Зависимости изменения среднего размера зерен микропорошков КМ 10/7 (1, 2) и КМ 5/3 (3, 4) в зависимости от продолжительности обработки с помощью прибора «Фрайтестер»: 1, 3 – порошок КМБ; 2, 4 – порошок КМЧ

Возможность разделения порошков на фракции не только путем обработки с помощью прибора «Фрайтестер» была проверена путем их обработки в условиях высокого давления. Микропорошки КМБ 10/7 и КМЧ 10/7 были нагружены в ячейках высокого давления до 4 ГПа. В результате гранулометрического анализа установлено незначительное изменение среднего размера зерен (7,59 вместо 7,70 и 6,88 вместо 7,13), в то же время второй фракции не выявлено ни в одном из порошков. Таким образом, используя динамическое нагружение с помощью прибора «Фрайтестер» можно осуществлять качественный контроль прочности микропорошков марок КМ 5/3 и КМ 10/7.

Для определения механических характеристик и стойкости при резании были изготовлены образцы диаметром 7 мм и высотой 3 мм из порошков марки КМ 10/7. Спекание образцов осуществляли по двум технологическим процессам (А и Б), различающимся составом шихты и параметрами спекания. В соответствии с процессом А шихта состояла из однородной смеси порошков сVN и алюминия в соотношении 9:1 (по массе). Спекание РСБН проводили при давлении 5 ГПа и температуре 600 оС в течение 60 с. Согласно процессу Б шихта состояла из порошка сVN без добавок. Спекание осуществляли при давлении 7 ГПа и температуре 1700 оС также в течение 60 с. На спеченных образцах готовили шлифы и измеряли твердость по Виккерсу при нагрузке 50 Н. Если у углов отпечатков после проникновения индентора в материале образовывались трещины, наряду с твердостью измеряли трещиностойкость по Палмквисту. Образцы КМБ 10/7, изготовленные согласно режиму Б, имели некоторую неоднородность по структуре, которая визуально проявлялась на шлифе в виде светлых и темных полей, на которых определяли твердость. Механические характеристики этих образцов приведены в табл. 2.

Таблица 2. Механические характеристики исследуемых образцов

Характеристика	Процесс А		Процесс Б
	КМБ 10/7	КМЧ 10/7	КМБ 10/7
Твердость HV5, ГПа	20,8–27,7	18,9–25,7	38,0 (светл.) 40,0(темн.)
Трещиностойкость K_{Ic} , МПа·м ^{1/2}	3,8–4,4	4,3–4,9	–

Эксплуатационную стойкость оценивали при обработке твердого сплава марки ВК8 и стали марки ШХ15. Твердосплавную цилиндрическую заготовку диаметром 150 мм и заготовку из стали марки ШХ15 диаметром 110 мм твердостью 62HRC обрабатывали в условиях продольного непрерывного точения без ударов. Режимы обработки и износ по задней грани режущих пластин приведены в табл. 3.

Таблица 3. Износ по задней грани режущих пластин из композитов КМБ 10/7 и КМЧ 10/7, изготовленных по технологическим процессам А и Б

Обрабатываемый материал	Режим обработки	Процесс А				Процесс Б			
		КМБ10/7		КМЧ 10/7		КМБ 10/7		КМЧ 10/7	
		h_3 , мм	i , мкм/мин	h_3 , мм	i , мкм/мин	h_3 , мм	i , мкм/мин.	h_3 , мм	i , мкм/мин
ВК8, Ø150 мм	$v=15$ м/мин $S=0,1$ мм/об. $t=0,1$ мм $T=5,5$ мин	0,3	55	0,5	91	0,15 (темн.) 0,25 (светл.)	27 (темн.) 45 (светл.)	0,1	18
ШХ15, 60HRC, Ø50 мм	$v=100$ м/мин $S=0,05$ мм/об. $t=0,2$ мм $T=8,1$ мин.	0,13	15,4	0,13	15,4	0,1 (темн.) 0,15 (светл.)	12,3 (темн.) 18,5 (светл.)	0,1	12,3
ШХ15, 62HRC, Ø110 мм	$v=217$ м/мин $S=0,05$ мм/об. $t=0,1$ мм	–	–	–	–	0,1* (темн.) 0,25** (темн.) 0,15* (светл.) 0,35** (светл.)	25,0* (темн.) 26,9** (темн.) 37,5* (светл.) 37,6** (светл.)	0,15* 0,35**	37,5* 37,6**

*– Продолжительность точения 4 мин.

**– Продолжительность точения 9,3 мин. Условные обозначения: v – скорость резания; S – подача; t – глубина резания; T – продолжительность точения; h_3 – ширина фаски износа по задней грани; i – скорость износа.

При обработке сплава ВК8 пластинами, изготовленными согласно режиму А, износостойчивее были пластины из порошка КМБ 10/7. При обработке пластинами, изготовленными согласно режиму Б, износостойчивее были пластины из порошка КМЧ 10/7. При обработке твердого сплава наблюдается существенный износ, поэтому тесный контакт между зернами порошка cBN и связкой (процесс А) позволяет повысить износостойчивость режу-

щей пластины. В случае отсутствия связки (процесс Б) при обработке твердого сплава порошка КМБ 10/7 недостаточно прочности, поэтому пластины на основе КМЧ 10/7 более износостойкие.

При обработке стали ШХ15 изготовленные по обеим технологиям пластины имеют почти одинаковую износостойкость независимо от характеристик порошка.

Выводы

Эффективность инструмента из порошков сBN, работающего в режиме свободного абразива, определяется свойствами зерен этих порошков в исходном состоянии. Характеристики композита или поликристаллического материала, изготовленного из порошков сBN, зависят от исходных свойств порошков, состава композита и параметров его спекания. При этом важную роль в определении качества материала играют условия его эксплуатации.

Поступила 03.04.09

УДК 621.762

С. К. Аврамчук, А. В. Кравчук, кандидаты технических наук,
В. М. Волкогон, д-р.техн.наук;

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины, г. Киев

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ ПОРОШКОВ BN_b ПЕРЕД СПЕКАНИЕМ НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВА ПСТМ

Influence of deformation conditions of wBN powders by rolling before sintering on structuration and properties formation of PSHM is investigated. Application of the directed powder rolling promoting oriented stacking of particles by basic surfaces is shown, that, provides to a material sintered in same conditions, increase of durability shock loads at turning hardened steels in comparison with PSHM from wBN rolled with an intermediate graining.

Введение

Поликристаллические сверхтвердые материалы (ПСТМ) на основе вюрцитного нитрида бора (BN_b), такие как гексанит-Р [1], ПТНБ [2], вюрцин [3], вюрбон [4], композиты типа РWBN и другие материалы, широко используют в процессах металлообработки, поскольку одним из основных их достоинств является способность работать в условиях высоких ударных нагрузок при точении закаленных сталей. В основе получения таких сверхтвердых материалов лежит процесс частичного или полного фазового превращения вюрцитного нитрида бора в сфалеритный ($BN_{сф}$) при спекании в условиях высокого статического давления и высокой температуры. Перечисленные композиционные материалы отличаются составом и состоянием исходной шихты, не изменяющими кардинально их свойства. Вюрцитный нитрид бора можно использовать в чистом виде, в смеси с $BN_{сф}$ и связующим или без последнего, а также с добавками [5]. Физико-механические и эксплуатационные характеристики ПСТМ на основе BN_b зависят от их структурного состояния [6, 7], которое в значительной степени определяется фазовыми превращениями вюрцитной модификации нитрида бора в сфалеритную при баротермическом воздействии [8].

Микроструктура спеченных поликристаллических материалов зависит от многих факторов, основными из которых являются характеристики исходного порошка, а также микро-