

УДК 620.179

**Ю. Г. Безымянный, В. М. Волкогон**, доктора технических наук; **Е. А. Козирацкий, А. Н. Колесников; С. К. Аврамчук, Ю. А. Федоран**, кандидаты технических наук; **И. И. Бужанская**

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

## **ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ФОРМИРОВАНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК УПРУГОСТИ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ФАЗ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ УГЛЕРОДА И НИТРИДА БОРА**

*В работе посредством акустических измерений выявлены закономерности влияния параметров исходных порошков и технологического процесса изготовления композитов на основе фаз высокого давления углерода и нитрида бора на их характеристики упругости. Для повышения достоверности результатов проведена адаптация алгоритма акустического измерительного эксперимента к особенностям исследуемого объекта и решаемой задачи. Результаты измерений сопоставлены с оценками по Фойхту-Рейссу. Показана эффективность использования акустических методов для решения задач оптимизации состава и технологии изготовления материала даже в условиях малых объёмов исследуемого материала.*

**Ключевые слова:** композит, фаза высокого давления, углерод, нитрид бора

### **Введение**

Композиты на основе фаз высокого давления углерода и нитрида бора являются перспективными материалами, которые могут быть эффективно использованы в качестве инструмента при обработке широкой гаммы сталей, сплавов, нерудных материалов [1]. При их создании на основе современных порошковых технологий, как и для других аналогичных материалов, возникает необходимость отработки особенностей технологического процесса с помощью методов неразрушающего контроля [2], среди которых акустические являются высокоинформативными и позволяют сопоставлять разные варианты новых материалов по критерию упругости [3]. Усложнение внутренней структуры материала приводит к уменьшению надёжности экспериментально полученных значений модулей упругости и существенному разбросу между результатами различных экспериментов [4]. Теоретический анализ позволяет дать только их оценку, а не истинное значение [5]. Поэтому обеспечение качественных результатов исследования для материалов со сложной внутренней структурой предполагает адаптацию измерительного эксперимента к особенностям объекта исследования и решаемой относительно него задачи [6].

Целью работы является изучение с помощью акустических методов неразрушающего контроля характеристик упругости и отработка технологического процесса создания композитов на основе фаз высокого давления углерода и нитрида бора. Учитывая сложность объекта контроля и слабую воспроизводимость результатов технологического процесса создания образцов материала для адаптации измерительного эксперимента акустических методов к этим особенностям, будем использовать предложенную нами методологию, а именно, решим взаимосвязанную цепочку задач [7]: анализ объекта исследования (особенностей структуры материала и закономерностей формирования акустических полей в образце с выбором, в результате, возможных методов контроля) – разработку модели измерительного эксперимента путём выявления связи между измеряемыми в процессе эксперимента параметрами и характеристиками упругости материала с использованием постановочного эксперимента и моделирования (структурного, акустического, математического) – проведение измерительного эксперимента – проверку результатов исследований на соответствие известным представлениям.

### **Анализ объекта исследования**

Исследования проводили на образцах в форме таблеток диаметром 7...9 и высотой 2,5...2,9 мм (рис. 1). Материал получали спеканием порошка вюртцитного нитрида бора (95 %) и алмазного порошка (5 %) динамического (с размерами 4...10 нм) или статического (1/0 мкм) синтеза под

давлением при разных температурах и длительности спекания. Спеченный композит имел сложную структуру, зависящую от параметров технологического режима (рис. 2). Размеры зерен нитрида бора составляли 50-100 нм. В структуре наблюдались фрагментированные прослойки как переходная зона к деформированной области зерна алмаза. На уровне микроструктуры таких образцов имелось в наличии разрастание зёрен, в которых, а также в их окружении, идентифицировался углерод. Наличие границ сопряжения и межфазных прослоек свидетельствует о возникновении твердого раствора углерода в сфалеритном нитриде бора, что обеспечивает композиту твердость и плотность, приближающиеся к алмазу, и указывает на широкие возможности применения в качестве инструмента.

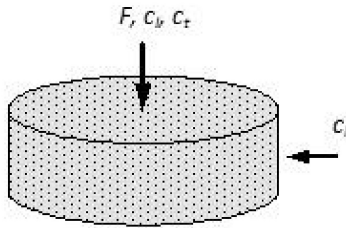


Рис. 1. Образец для исследований с направлениями прессования  $F$  и прозвучивания  $c_l$ ,  $c_t$ .

В образцах такой формы и размеров характеристики упругости могут быть определены импульсным методом. В соответствии с [7] частоты  $f$  для использования импульсного метода определяются размерами образца и наибольшими элементами внутренней структуры материала, что для нашего случая составляет  $20 \text{ ГГц} > f > 4 \text{ МГц}$ .

#### Разработка модели измерительного эксперимента

Для выявления связи между измеряемыми в процессе эксперимента параметрами и характеристиками упругости был проведен постановочный эксперимент, который заключался в установлении степени анизотропии материала. Для этого выборочно в некоторых образцах на частоте 5 МГц методом радиоимпульса с дискретной задержкой [8] были проведены измерения скорости распространения (СР) продольной упругой волны (УВ)  $c_l$  в направлении прессования и перпендикулярном ему (см. рис. 1). Результаты эксперимента приведены на рис. 3.

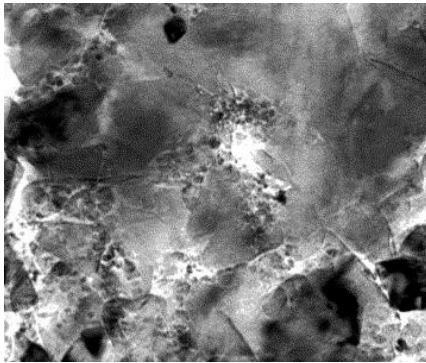


Рис. 2. Типичная микроструктура спеченного композита на основе фаз высокого давления углерода и нитрида бора

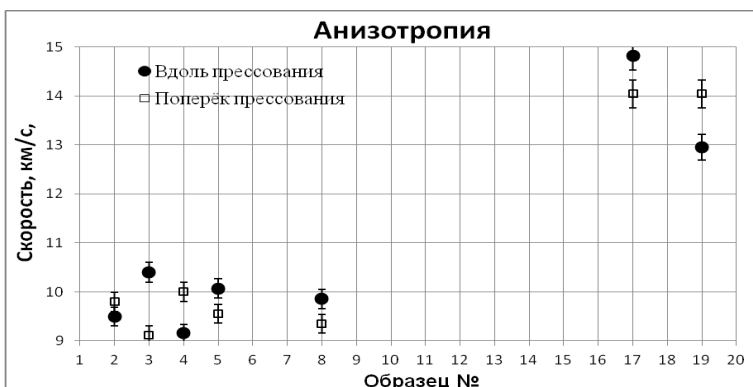


Рис. 3. Результаты измерения скорости распространения упругой волны в разных направлениях

Как видно из рисунка, различия СР УВ в двух направлениях превышают погрешности измерений для всех образцов. Следует отметить, что эти различия не для всех образцов существенны. Поэтому для измерительного эксперимента принято две гипотезы об анизотропии материала, которым соответствуют модели квази- и трансверсально-изотропного тела.

В соответствии с первой гипотезой материал описывают двумя эффективными характеристиками упругости, которые определяют по двум измеренным СР разных УВ [9], например:

$$E = \frac{c_t^2 \rho (1 + \nu)(1 - 2\nu)}{(1 - \nu)}; G = c_t^2 \rho, \quad (1)$$

где  $E$ ,  $G$  – модули Юнга и сдвига, соответственно;  $\rho$  – плотность;  $c_t$  – СР поперечной УВ и коэффициент Пуассона

$$\nu = \frac{1 - 2(c_t / c_l)^2}{2(1 - (c_t / c_l)^2)} \quad (2)$$

В соответствии со второй гипотезой материал описывают пятью эффективными характеристиками упругости [9], в том числе для направления прессования:

$$C_{33} = c_l^2 \rho \quad C_{44} = c_t^2 \rho \quad (3)$$

Для направления, перпендикулярного прессованию, получение экспериментальных значений характеристик упругости на исследуемых образцах проблематично.

#### Измерительный эксперимент

Определение характеристик упругости проводили по результатам измерения СР УВ продольных и поперечных, параметры возбуждения которых выбирали с учетом размеров элементов структуры и образцов.

СР УВ определяли по времени сквозного прохождения упругого импульса через исследуемый образец [10]. Измерение времени прохождения проводили на частоте 5 МГц методом радиоимпульса с дискретной задержкой [8].

СР УВ (продольной или поперечной) определяли по формуле:

$$c = \frac{h}{t_{изм} - t_o}, \quad (4)$$

где  $t_{изм}$  – измеряемое время;  $t_o$  – систематическая погрешность измерений.

Погрешность определения СР УВ в исследуемых образцах не превышала 2 % для продольной волны. Для поперечной волны частота измерений лежала вне рекомендуемого диапазона и, соответственно, результаты измерений оказались некорректными. Поэтому, в рамках первой гипотезы для определения модулей упругости было принято рекомендованное [11] значение  $\nu=0,13$ , не зависящее от технологии и состава материала. При этом погрешность измерения характеристик упругости составила 4 %.

Результаты определения модулей упругости приведены на рис. 4. Из рисунка видно следующее:

– модули упругости, полученные по обеим гипотезам, дали качественно одинаковые зависимости. Полученные результаты отличаются только абсолютными значениями  $E$  и  $C_{33}$ . Это отличие составляет 4 %. Поэтому оценка модуля Юнга для исследуемого материала может быть проведена по упрощённому алгоритму (см. формулу (3));

– композит с алмазами статического синтеза имеет характеристики упругости вдвое выше, чем с алмазами динамического синтеза;

– все зависимости от температуры спекания имеют максимум при 1700 °С;

– закономерности влияния времени спекания чётко не просматриваются.

Для проверки результатов исследований на соответствие известным [5] представлениям о формировании эффективных свойств гетерофазной системы на основании справочных данных [4, 12] для вюртцитного и сфалеритного нитрида бора, графита, лонсдейлитного и кубического алмаза, которые могут присутствовать в композите в зависимости от режима спекания, рассчитаны разные варианты "вилки" Фойхта-Рейсса [5], которая характеризует предельные значения физического свойства многофазной смеси. Полученный результат показывает, что для рассматриваемой смеси модуль Юнга должен лежать в пределах  $804 \leq E \leq 981$  ГПа. Более низкие значения модуля Юнга, полученные нами можно объяснить следующими причинами:

- в справочнике [4] для нитрида бора приведены приближённые расчётные значения, определённые по другим физическим постоянным;
- в наших расчётах не учтена пористость материала, которая может существенно снизить прогнозируемые значения;
- в композите могут присутствовать другие фазы.

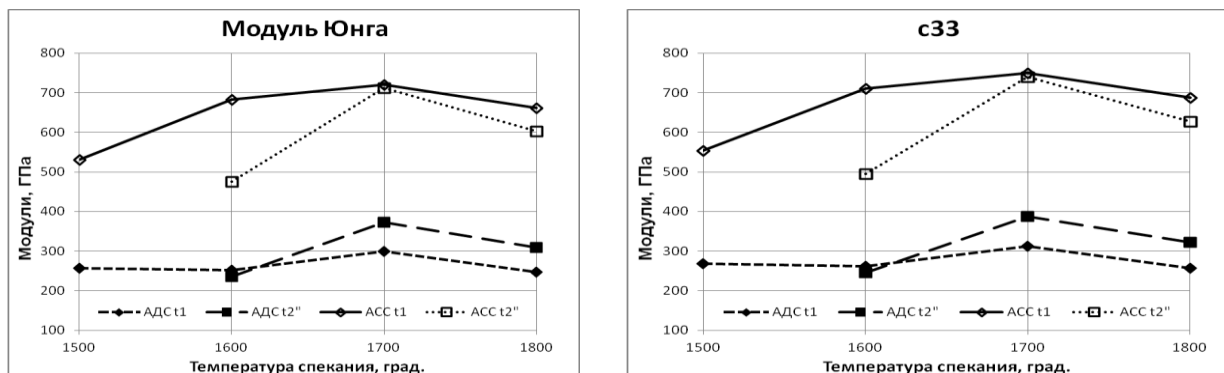


Рис. 4. Зависимости характеристик упругости от режимов спекания и состава: АДС – алмаз динамического синтеза, АСС – алмаз статического синтеза; время спекания  $t_1 = 60$ ,  $t_2 = 120$  с

### Выводы

1. Характеристики упругости композитов на основе фаз высокого давления углерода и нитрида бора, определённые по результатам измерений скоростей распространения упругих волн, чувствительны к составу материала (алмаз динамического или статического синтеза) и особенностям технологического процесса (температуры и продолжительности спекания).
2. Адаптированные к особенностям исследованного объекта и решаемой задаче акустические неразрушающие методы могут быть эффективно использованы для отработки по критерию упругости материала, состава и технологии изготовления композитов на основе фаз высокого давления углерода и нитрида бора даже в условиях малых объёмов исследуемого материала.
3. Развитие работ в этом направлении может быть связано с учётом влияния на результаты измерений новых фаз, которые могут возникать при спекании материала.

*У роботі за допомогою акустичних вимірювань виявлені закономірності впливу параметрів вихідних порошків і технологічного процесу виготовлення композитів на основі фаз високого тиску вуглецю і нітриду бору на їх характеристики пружності. Для підвищення достовірності результатів проведена адаптація алгоритму акустичного вимірювального експерименту до особливостей досліджуваного об'єкта і розв'язуваної задачі. Результати вимірювань зіставлені з оцінками за Фойхт-Рейссом. Показана ефективність використання акустичних методів для вирішення завдань оптимізації складу і технології виготовлення матеріалу навіть в умовах малих обсягів досліджуваного матеріалу.*

**Ключові слова:** композит, фаза високого тиску, вуглець, нітрид бору

*The work by acoustic measurements revealed patterns of influence of parameters of original powders and the process of manufacturing composites based on high-pressure phases of carbon and boron nitride on their characteristics of elasticity. To improve the reliability of the results carried out adaptation algorithm acoustic measuring experiment to features of the object and task at hand. The measurement results are compared with the estimates of the Voigt-Reuss. The efficiency of the use of acoustic methods for solving optimization problems of composition and technology of material even in small amounts of the test material.*

**Key words:** composite high-pressure phase, carbon, boron nitride

### Литература

1. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза. / Отв. ред. Новиков Н.В.: АН УССР. Ин-т сверхтвёрдых материалов – К.: Наук. думка, 1985. – 192 с.
2. Роман О .В., Скороход В. В., Фридман Г. Р. Ультразвуковой и резистометрический контроль в порошковой металлургии. – Мн.: Высш. шк., 1989. – 182 с.

3. Безымянный Ю. Г. Возможности акустических методов при контроле структуры и физико-механических свойств пористых материалов // Порошковая металлургия. – 2001. № 5–6. – С. 23–33.
4. Францевич И. Н., Воронов Ф. Ф., Бакута С. А. Упругие постоянные и модули упругости металлов и неметаллов. Справочник – К.: Наукова думка, 1982. – 285 с.
5. Скороход В. В. Теория физических свойств пористых и композиционных материалов и принципы управления их микроструктурой в технологических процессах // Порошковая металлургия. – 1995. – № 1/2. – С.53–71.
6. Безымянный Ю. Г., Козирацкий Е. А., Колесников А. Н., Тесленко Л. О. Сравнение динамических методов при определении упругих характеристик разных материалов // Вісник національного технічного університету «ХПІ». Серія: Електроенергетика та перетворювальна техніка. Зб. наук. праць. – 2014. – № 19 (1062). – С.15–22.
7. Безымянный Ю. Г. Акустичний контроль матеріалів з розвинутою мезоструктурою // Фізико-хімічна механіка матеріалів. – 2007. – № 4. – С.53–65.
8. Труэлл Р., Эльбаум Ч., Чик Б. Ультразвуковые методы в физике твердого тела. – М.: Мир, 1972. – 302 с.
9. Шутилов В. А. Основы физики ультразвука. – Л.: Изд-во Ленинградского ун-та, 1980. – 280 с.
10. Неразрушающий контроль: Справочник: В 7 т. / под общ. ред. В. В.Клюева. Т. 3: И. Н. Ермолов, Ю. В.Ланге. Ультразвуковой контроль. – М.: Машиностроение, 2004. – 864 с.
11. Волкогон В. М. Фізико-технічні основи отримання та управління фомуванням властивостей інструментальних полікристалічних надтвердих матеріалів з вюрцитного нітриду бору: Автореф. дис... докт. техн. наук: 05.02.01 / Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М.Францевича НАН України.– Київ, 2004. – 40 с.
12. Физические величины: Справочник / Под ред. И. С. Григорьева, Е. З. Мейлихова. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 1232 с.

Поступила 16.07.15

УДК 536.421.1:620.187:661.057.5

**І. А. Петруша<sup>1</sup>, В. М. Бушля<sup>2</sup>**, доктори технічних наук;  
**О. С. Осіпов<sup>1</sup>, Т. І. Смірнова<sup>1</sup>**, кандидати технічних наук; **Н.М. Білявина<sup>3</sup>**, канд. фіз.-мат. наук

<sup>1</sup>Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ

<sup>2</sup>Лундський університет, м. Лунд, Швеція

<sup>3</sup>Київський національний університет імені Тараса Шевченка Україна

## ТЕРМОБАРИЧНЕ СПІКАННЯ І ПРАЦЕЗДАТНІСТЬ РІЗАЛЬНОГО КОМПЗИТУ cBN-TiC ГРУПИ VL ПРИ ТОЧІННІ ЗАГАРТОВАНОЇ СТАЛІ CALDIE

Шляхом спікання мікропорошків при тиску ~8 ГПа і оптимальній температурі 2050 °С одержано різальний композит K-VL у системі cBN-TiC (група VL, вміст cBN ~60 об.%). За основними показниками працездатності при чистовому безударному точінні загартованої сталі CALDIE зі швидкістю 180 м/хв інструмент з K-VL демонструє значну перевагу перед матеріалом групи VH на основі cBN (96,8 об.%) Борсинітом<sup>TM</sup>.

**Ключові слова:** кубічний нітрид бору, карбід титану, термобаричне спікання, різальний інструмент, загартована сталь, зносостійкість