

increase the wear resistance diamond grinding wheels.

Key words: carbon bunch, micropowders of Yakut natural diamond, compacts, grinding powders, grinding wheels, wear resistance.

Литература

1. Маршинцев В. К. Технические алмазы и производство алмазного инструмента в РС (С) / В. К. Маршинцев, Е.А. Дудко // «Кундэл»: (Науч.-информ. Сб. НИИЦ алмазов). – Якутск, 2003. – С. 21–24.
2. Новый композиционный абразивный материал из неостребованных порошков природного алмаза / В. Г. Полторацкий, Г. А. Петасюк, М. Н. Сафонова и др. // Сверхтвердые матер. – 2014. – № 2. – С. 93–104.
3. List E. A new system for single particle strength testing of grinding powders / E. List, J. Frenzel, H. Vollstadt // Industrial diamond rev. - 2006. - №1. - p. 42–47.
4. Сафонова М. Н. Компьютерно-аналитические методы диагностики эксплуатационных характеристик алмазных порошков и композиционных материалов на их основе / М. Н. Сафонова, Г. А. Петасюк, А. С. Сыромятникова. – Новосибирск : Изд-во СО РАН, 2013.–223 с.
5. Петасюк Г.А. Інтерпретаційні і прикладні аспекти деяких морфологічних характеристик порошків надтвердих матеріалів / Г.А. Петасюк // Сверхтвердые матер. – 2010. – № 2. – С. 80–95.
6. Композити на основі мікропорошків КНБ, структурованих вуглецевою зв'язкою, як функціональні елементи в структурі робочого шару алмазно-абразивного інструмента. Повідомлення 1. Шліфпорошки з композитів як абразивні елементи / В.І. Лаврінченко, Б.В. Ситник, В.Г. Полторацький та ін. // Сверхтвердые матер. – 2014. – № 3. – С. 65–72.
7. Композити на основі мікропорошків КНБ, структурованих вуглецевою зв'язкою, як функціональні елементи в структурі робочого шару алмазно-абразивного інструмента. Повідомлення 2. Композити як опорні елементи / В.І. Лаврінченко, Б.В. Ситник, В.Г. Полторацький та ін. // Сверхтвердые матер. – 2014. – № 5. – С. 53–60.
8. Підвищення ефективності шліфування матеріалів кругами з НТМ врахуванням електричних явищ, що супроводжують абразивну обробку // Автореф. дис. ... канд. техн. наук / О.А. Девицький. – К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2014. – 20 с.
9. Вплив функціональних домішок у робочому шарі кругів з надтвердих матеріалів та покриттів зерен на процеси електризації при шліфуванні / В.І. Лаврінченко, О.А. Девицький, Б.В. Ситник та ін. // Процеси механічної обробки в машинобудуванні : зб. наук. пр. ЖДТУ. – Житомир : ЖДТУ, 2010. – Вип. 9. – С. 92–98.
10. Петасюк Г.А. Компьютерно-программная система многовариантного построения и анализа эмпирических математических моделей L_gАргох для применения в научно-прикладных задачах материаловедения / Г.А. Петасюк, О.У. Петасюк // Порошковая металлургия : республ. межвед. сб. науч. тр.– Минск, 2008. – Вып. 31. – С. 58–63.

Поступила 20.05.15

УДК 661.657.5;621.762.5

М. П. Беженар¹, д-р техн. наук, **С. М. Коновал**¹, **Т. О. Гарбуз**¹, **В. Т. Весна**², кандидати технічних наук, **В. М. Ткач**¹, д-р фіз.-мат. наук, **Я. М. Романенко**¹

¹Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ

²Науково-виробнича фірма „Арвіна”, м. Київ, Україна

ОДЕРЖАННЯ НАДТВЕРДИХ КОМПОЗИТИВ З ОДНОРІДНОЮ СТРУКТУРОЮ ПРИ СПІКАННІ В УМОВАХ ВИСОКОГО ТИСКУ ПОРОШКІВ cBN, ВКРИТИХ ТИТАНОМ

Одержано надтвердий матеріал PCBN з однорідною структурою шляхом спікання за високого тиску порошків cBN, попередньо покритих титаном. Особливості структури –

відсутність контактів між зернами cBN, у складі зв'язки - субмікронні та нанорозмірні TiN і TiB₂. Твердість композиту – 30 ГПа, електропровідність – 50 Ом⁻¹·м⁻¹. Випробування в лезовому інструменті за режимів тонкого точіння показали кращу на 30% зносостійкість, ніж відомих матеріалів, одержані в системі cBN–Al киборит 1 і киборит 2.

Ключові слова: композит PCBN, зерна cBN, покриття, спікання, структура, твердість, густина, зносостійкість.

Вступ

При роботі інструменту з підвищенням швидкості різання механізми зношування різального леза змінюються від абразивного до адгезійного і окислювального [1]. Наявність зв'язки на основі тугоплавких сполук титану захищає надтверду фазу cBN від адгезивного і окислювального зносу. Структура композитів, одержаних спіканням шихти складу cBN – TiN (TiC, TiB₂), має недоліки. При приготуванні шихти і подальшому спіканні дрібнозернистий (< 2 мкм) порошок TiN (TiC, TiB₂) внаслідок високої когезії утворює конгломерати розміром до 20 мкм, що спричинює неоднорідність структури композиту [2]. За визначенням однорідна структура – це незкінчена система, побудована з копій однієї і тієї самої кінцевої комірки; правила з'єднання комірок у системі єдині. Для різальних пластин з PCBN наявність неоднорідних ділянок із зернами розміром більше надтвердої фази може спричинити руйнування леза різця сколюванням при точінні. З огляду на це важливо одержати PCBN композитів з однорідною структурою, на рівні розміру зерна надтвердої фази. Можливий варіант реалізації такої структури – використання порошоків cBN, попередньо покритих титаном.

Матеріали і методи дослідження

Для одержання композитів використовували мікропорошки кубічного нітриду бору марки KM 3/2 із зернами розміром 2-3 мікрон і марки KM 7/5 із зернами розміром 5-7 мікрон, попередньо покриті титаном. Покриття наносили CVD методом із використанням газотранспортної реакції при температурі 1200–1300 К; транспортними агентами виступали іодиди титану [3]. Приріст маси мікропорошку (і товщину покриття) регулювались технологічно. Вміст титану в порошок з покриттям становив 15-50 мас.%. Спікали в апараті високого тиску типу «тороїд» з лункою діаметром 20 мм. Зразки після спікання шліфували вільним і зв'язаним алмазним абразивом для надання правильної циліндричної форми. Після точного розмірного оброблення отримані полікристали мали правильну геометричну форму, тому їх густину розраховували за геометричними розмірами (d , h) і масою (m), які визначали з похибками відповідно $5 \cdot 10^{-4}$ см і 10^{-5} г. Загальна інструментальна похибка розрахунку густини для зразків діаметром 7,5 мм і висотою 3,5 мм становила 0,015 г/см³. Електричний опір вимірювали цифровим омметром ЩЗ4, призначеним для діапазону 10^{-3} – 10^9 Ом. Відносна інструментальна похибка в досліджуваному діапазоні вимірювання не перевищувала 5%. Твердість визначали методом індентування з використанням алмазної піраміди Кнупа при навантаженні на індентор 10 Н. Структурні дослідження здійснювали шляхом рентгеноструктурного аналізу (ДРОН-3 з пакетом прикладних програм, CuK α випромінювання) та електронної мікроскопії (растровий електронний мікроскоп ZEISS EVO 50XVP, обладнаний енергодисперсійним аналізатором рентгенівських спектрів INCA 450).

Результати дослідження та їх обговорення

На рис. 1 показано вихідний порошок cBN марки 7/5 (а) і порошки із загальним вмістом титану 15 мас.% (б) і 50 мас.% (в).

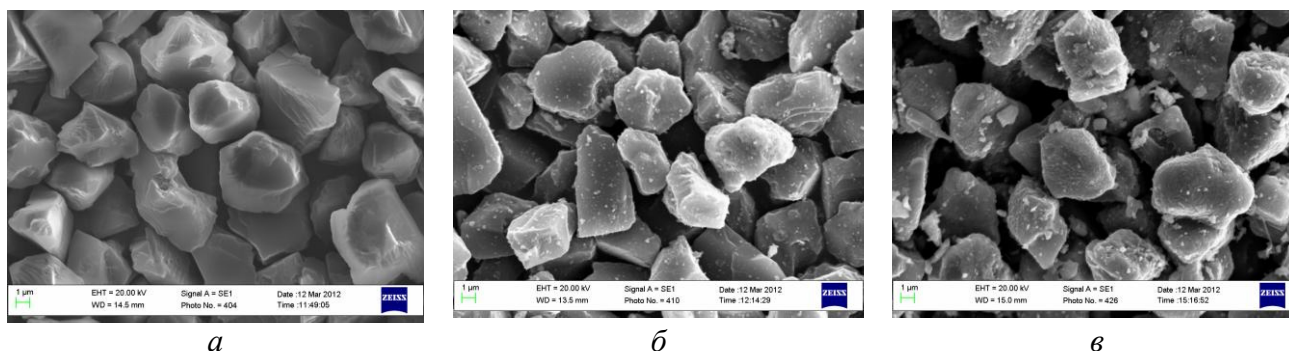


Рис. 1. Загальний вигляд порошку кубічного нітриду бору КМ 7/5: а – вихідного; б, в – покритий плівкою на основі титану (загальний вміст титану в порошку: б - 15 мас.%; в - 50 мас.%)

Результати рентгеноструктурного дослідження порошків з покриттям показали, що їх фазовий склад становлять cBN, TiN і TiB₂, тобто при осадженні відбувається хімічна взаємодія титану з нітридом бору за реакцією $\text{BN} + 3/2 \text{Ti} = \text{TiN} + 1/2 \text{TiB}_2$. Нітрид титану, як правило, нестехіометричний, є вакансії в підгратці азоту, а крім дибориду титану можливе утворення інших боридів, таких як TiB, Ti₃B₄, Ti₂B₅, але в дуже малих кількостях, що ідентифікуються як сліди.

Припускаючи, що вихідні порошки cBN мають форму кулі діаметром, як середнє вихідне зерно порошку cBN (для КМ 7/5–6 мкм, для КМ 3/2–2,5 мкм), розрахували діаметр порошків з покриттям (d_2), діаметр зерна cBN після часткової втрати маси у зв'язку з хімічною взаємодією (d_1) та товщину покриття Δd (склад покриття – TiN + TiB₂). Густину порошків з покриттям визначали за формулою:

$$\rho = \frac{m_1 + m_2 + m_3}{\frac{m_1}{\rho_1} + \frac{m_2}{\rho_2} + \frac{m_3}{\rho_3}}, \quad (1)$$

де $m_1, m_2, m_3, \rho_1, \rho_2, \rho_3$ – відповідно масова доля і густина кожної з фаз (cBN, TiN, TiB₂).

Товщину покриття порошків визначали за формулою

$$\Delta d = \left[\left(1 + \frac{m_2 \rho_1}{m_1 \rho_2} \right)^{\frac{1}{3}} - 1 \right] \cdot d_1, \quad (2)$$

де m_1, ρ_1 – відповідно масова доля і густина cBN; m_2, ρ_2 – відповідно масова доля і густина покриття (TiN + TiB₂).

Фазовий склад і густину порошків cBN після покриття титаном CVD методом, а також середній діаметр зерен з покриттям d_2 , товщина покриття Δd і діаметр зерна cBN після часткової втрати маси в зв'язку з хімічною взаємодією d_1 , наведено в табл. 1.

Умови спікання порошків cBN вибрали з класичного уявлення, що температура спікання – це (0,6–0,7) температури плавлення. Згідно з діаграмою стану температура плавлення BN 3450 К (9,5 ГПа, потрійна точка на діаграмі). Таким чином, температура спікання порошку КНБ повинна становити 2000–2300 К. З огляду на те, що cBN – фаза високого тиску, для забезпечення її стабільності при температурах спікання необхідно згідно з діаграмою стану підтримувати тиск не нижче 7 ГПа. Такі умови можна створити тільки у твердосплавних апаратах високого тиску, розрахованих на створення тиску до 8–10 ГПа. Зниження температури і тиску спікання можливе за активації ущільнення і структуроутворення полікристалів завдяки введенню активуючих добавок до шихти для спікання, застосування реакційного спікання та спікання з участю рідкої фази.

Таблиця 1. Фазовий склад і густина порошків cBN після покриття титаном CVD методом, середній діаметр зерен з покриттям d_2 , товщина покриття Δd і діаметр зерна cBN після часткової втрати маси у зв'язку з хімічною взаємодією d_1

Марка cBN	cBN	TiN	TiB ₂	Густина, г/см ³	d_1 , мкм	d_2 , мкм	Δd , мкм
КМ 7/5	50	32,0	18,0	4,13	5,57	6,63	1,06
КМ 7/5	65	22,4	12,6	3,92	5,75	6,39	0,64
КМ 7/5	85	9,6	5,4	3,66	5,92	6,15	0,23
КМ 3/2	73	17,2	9,7	3,81	2,43	2,63	0,20

При спіканні порошків з покриттями безпосередньо контактують не зерна cBN, а матеріали покриття, властивості яких суттєво відрізняються від властивостей кубічного нітриду бору, і якщо виходити з гіпотези, що у структурі композитів не існує безпосереднього зв'язку між зернами КНБ, температура спікання композиту визначається температурою спікання матеріалу покриття. Температуру плавлення і можливу температуру спікання для порошків cBN з покриттями, наведено в табл. 2. При цьому основна умова – покриття повинні бути рівномірно розподілені по поверхні зерен cBN. Згідно з даними XRD аналізу про те, що покриття на порошках cBN складається з TiN та TiB₂, тобто металічного титану в покритті немає, температуру спікання порошків брали 1900–2300 К.

Таблиця 2. Характеристики матеріалів покриттів порошків cBN

Сполука	Густина, г/см ³	$T_{пл.}$, К	(0,6-0,7) $T_{пл.}$, К	(0,6-0,7) $T_{пл.}$, °С
Ti	4,504	1941	1165-1359	1001-1168
TiB ₂	4,53	3063	1838-2144	1674-1953
TiN	5,44	3223	1934-2256	1770-2065
cBN	3,49	3450 (9,5 ГПа)	2070-2415	1906-2224
C _{алмаз}	3,51	4000 (12 ГПа)	2400-2700	2236-2609

Спікали порошки з покриттям в апараті високого тиску типу «тороїд» за тиску 7,7 ГПа і температури 2100 і 2300 К протягом хвилини. Найтехнологічними виявилися досліди, в яких використовували вихідні порошки КМ 3/2 з покриттям товщиною 0,20 мкм і КМ 7/5 з покриттям товщиною 0,23 мкм. У разі використання порошків з більшою товщиною покриття (0,64 і 1,06 мкм) зразки після спікання мали тріщини, що ускладнювало подальше дослідження їх фізико-механічних і експлуатаційних властивостей.

Густина, твердість і питомий електроопір дослідних зразків, наведено в табл. 3. Електронномікроскопічні зображення структури композиту, спеченого з порошку КМ 3/2 з покриттям титану (TiN, TiB₂) товщиною 0,20 мкм за температури 2100 К (а, в) і за температури 2300 К (б) показано на рис. 2. Зауважемо, що зразки, одержані за температури 2300 К, виявились більш твердими і щільними порівнянно з одержаними за температури 2100 К, але не такі технологічні, при механічному обробленні в них частіше утворювались сколи і тріщини. Напевно, за температури спікання 2300 К у фазах (TiN і TiB₂) вже починалися відпал дефектів і рекристалізація, що і спричинили утворення тріщин і сколів.

Таблиця 3. Густина, твердість і питомий електроопір композитів cBN

Марка cBN	Товщина покриття, мкм	Температура спікання, К	Густина, г/см ³	Відносна густина, %	Твердість, ГПа	Пит. електроопір, Ом·м
КМ 3/2	0,20	2100	3,76±0,1	98,8	30±1	0,02±0,01
		2300	3,77±0,1	99,0	32 ±1	0,02±0,01
КМ 7/5	0,23	2100	3,61±0,1	98,6	31±1	0,03±0,02
		2300	3,64±0,1	99,4	33±1	0,03±0,02

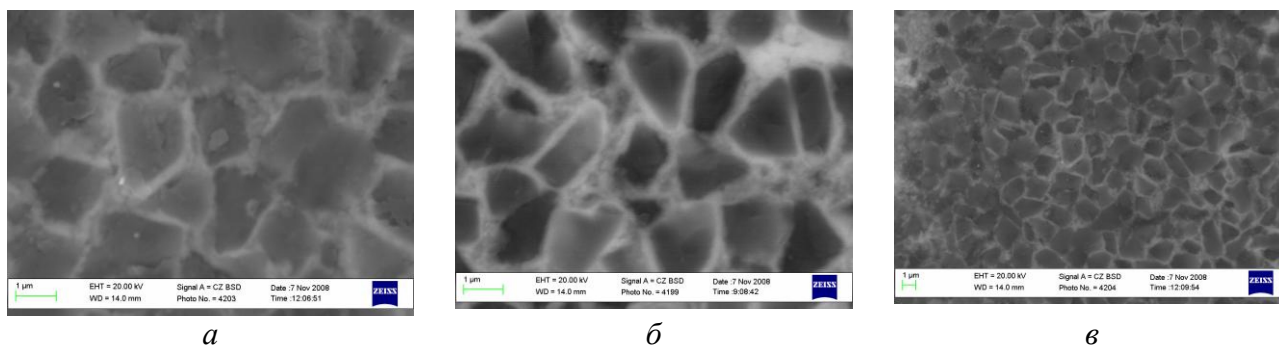


Рис. 2. Структура композиту, одержаного з порошку КМ 3/2 з покриттям титану (TiN , TiB_2) товщиною 0,20 мкм за температури: а, в - 2100 К; б - 2300 К

Слід наголосити на високу твердість одержаних композитів (на рівні відомого інструментального матеріалу киборит 2) і однорідності структури на рівні розміру зерна надтвердої фази. Такої однорідності не можливо домогтись при одержанні шихти механічним змішуванням порошків. Проаналізувавши мікроструктуру композиту, можна стверджувати, що між зернами cBN немає безпосереднього контакту, тобто немає неперервного каркасу cBN у композиті, що є однією з вимог до матеріалів PCBN для високошвидкісного тонкого точіння. Такі матеріали застосовують в умовах адгезивного і окислювального зношення.

Для дослідження різальних властивостей відібрали зразки, з порошку КМ 3/2 з покриттям товщиною 0,20 мкм за температури 2100 К. Дослідження здійснювали на малому дослідно-науковому виробничому підприємстві «Лінатек» при обробленні сталі ХВГ HRC 58-60 за режимів тонкого точіння (швидкість різання $V = 90$ м/хв; глибина різання $t = 0,02$ мм; подача $S = 0,07$ мм/об.). Порівнювали нові пластини з різцями з відомих матеріалів киборит 1 і киборит 2. Результати випробувань, наведено в табл. 4.

Таблиця 4. Результати випробувань різальних властивостей надтвердих композитів системи cBN–Ti

Номер пластини	Умови одержання зразка			Зношення по задній поверхні h_3 , мм за тривалості роботи різця	
	Склад шихти, мас. %	Параметри спікання			
			p , ГПа	T , К	10 хв
1	cBN КМ 3/2, вкритий плівкою Ti товщиною 0,2 мкм	7,7	2100	0,10	0,17
2	98% cBN, 2% Al (киборит 1)	7,7	2300	0,11	0,26
3	90% cBN, 10% Al (киборит 2)	4,2	1750	0,12	0,22

Таким чином, для одержання надтвердих PCBN композитів, використання порошків cBN з титановим покриттям дозволило одержати інструментальний матеріал з щільною однорідною структурою, високою твердістю і зносостійкістю. Результати випробування нового матеріалу в лезовому інструменті при обробленні сталі ХВГ HRC 58-60 за режимів тонкого точіння засвідчили, що зносостійкість досліджуваних зразків на 25-33 % вища зносостійкості відомих матеріалів одержаних у системі cBN–Al – киборит 1 і киборит 2.

Висновки

1. Одержано надтверді композити на основі кубічного нітриду бору шляхом спікання в умовах надвисокого тиску (7,7 ГПа) і температури (2100-2300 К) мікропорошків кубічного нітриду бору з покриттям титану товщиною 0,2-1 мкм.

2. Особливість структури композитів системи cBN–Ti – відсутність безпосереднього контакту між зернами cBN. Однорідність структури – на рівні розміру зерна надтвердої фази. Фазовий склад

композиту – cBN, TiN, TiB₂, тобто при нанесенні покриття CVD методом за температури 1200-1300 К і подальшого спікання за температури 2100-2300 К між кубічним нітридом бору і титаном відбулась хімічна взаємодія.

3. Відносна густина композиту 98,5-99,5 % залежить від температури спікання, зернистості порошку cBN і товщини покриття. Твердість за Кнупом 30-33 ГПа – на рівні відомих надтвердих матеріалів PCBN. Зносостійкість при точінні загартованої сталі ХВГ на 25-35 % перевищує зносостійкість відомих матеріалів, одержаних у системі cBN-Al киборит 1 і киборит 2.

Получен сверхтвердый PCBN материал с однородной структурой путем спекания при высоком давлении порошков cBN, предварительно покрытых титаном. Особенность структуры - отсутствие контактов между зернами cBN, в составе связки - субмикронные и наноразмерные TiN и TiB₂. Твердость композита – 30 ГПа, электропроводность – 50 Ом⁻¹·м⁻¹. Испытания лезвийного инструмента в режиме тонкого точения показали лучшую на 30% износостойкость, чем известных материалов, полученных в системе cBN-Al киборит 1 и киборит 2.

Ключевые слова: PCBN композит, зерна cBN, покрытие, спекание, структура, твердость, плотность, износостойкость.

PCBN superhard material was obtained with a homogeneous structure by sintering at high pressure powders cBN, pre-coated titanium. Feature structures - the lack of contact between the grains of cBN, bundle includes submicron and nanoscale TiN and TiB₂. The hardness of the composite is of 30 GPa, the electrical conductivity is of 50 Ом⁻¹·м⁻¹. Tests in edge cutting tool for fine turning modes showed 30% better wear resistance than known materials obtained in the system cBN-Al kaborit 1 and kaborit 2.

Key words: composite PCBN, grains cBN, coating, sintering, structure, hardness, density and durability.

Література

1. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: в 6 т. / под общ. ред. Н. В. Новикова. // Обработка материалов лезвийным инструментом. / Под ред. С.А. Клименко. – К.: ИСМ им В. Н. Бакуля НАН Украины; ИПЦ «Алкон», 2006. – Т. 5. – 316 с.
2. Формирование структуры и твердость композитов кубического нитрида бора при реакционном спекании на твердосплавной подложке. / А. А. Шульженко, Н. П. Беженар, С. В. Ткач и др. // Сверхтвердые матер. – 2005. – № 3. – С. 3-13.
3. Взаимодействие кубического нитрида бора с ионидами титана / В. Т. Весна, В. П. Маслов. // Порошковая металлургия - 1984. - №10. - С. 57-59.

Надійшла 14.07.15

УДК 661.657.5; 621.762.5

Я. М. Романенко; М.П. Беженар, д-р техн. наук,
С. М. Коновал¹, Т. М. Дуда¹, В.Т. Весна², кандидаты технических наук

¹Институт надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ

²Науково-виробнича фірма „Арвіна”, м. Київ, Україна

ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ НАДТВЕРДИХ КОМПОЗИТИВ СИСТЕМ cBN-Ti, cBN-Al, cBN-ПЕРЕХІДНИЙ МЕТАЛ-Al, ОТРИМАНИХ РЕАКЦІЙНИМ СПІКАННЯМ ЗА ВИСОКОГО ТИСКУ

Досліджено фізико-механічні властивості (густина, твердість, електропровідність та її залежність від температури спікання) отриманих реакційним спіканням при високому тиску експериментальних зразків композитів системи cBN-Me-Al, де Me – Co, Ni, Ti, з варіюванням