

УДК 534.631:539.32

Л. Н. Девин*, **Н. П. Беженар**, **С. В. Рычев**,
Я. М. Романенко

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля
НАН Украины, г. Киев, Украина
*ldevin350@gmail.com

Влияние зернистости шихты на ударную прочность и демпфирующие характеристики композитов BN–Al

Исследовано ударную прочность и демпфирующие характеристики композитов системы cBN–Al в зависимости от удельной поверхности (зернистости) порошков кубического нитрида бора. Установлено корреляцию между демпфирующими характеристиками композита и его фазовым составом. Показана зависимость фазового состава композита от удельной поверхности исходных порошков cBN. Максимальную ударную прочность имеют композиты с двухфазной структурой и наивысшими для такой структуры плотностью и твердостью.

Ключевые слова: поликристаллические сверхтвердые материалы, кубический нитрид бора, динамическая прочность, удельная поверхность исходной шихты, акустическая эмиссия, демпфирующие характеристики.

ВВЕДЕНИЕ

Поликристаллические сверхтвердые материалы на основе кубического нитрида бора (ПКНБ) широко известны в мире как инструментальные материалы, обладающие высокой твердостью, термостойкостью, теплопроводностью и химической инертностью к железоуглеродистым сплавам. Такие свойства предопределяют эффективное применение ПКНБ при лезвийной обработке закаленных сталей и чугунов, где они не могут быть заменены более твердыми алмазными материалами и успешно конкурируют с оксидной керамикой и твердыми сплавами [1, 2].

Высокие скорости резания при токарной обработке способствует появлению в зоне резания негативных вибрационных колебаний, которые, в свою очередь, приводят к ускоренному износу или даже к разрушению инструмента. Такие вибрации ухудшают состояние обработанной поверхности. При этом материал режущей пластины испытывает значительные динамические нагрузки, которые желательно демпфировать в процессе резания [3].

Спекание порошков кубического нитрида бора (сBN) с алюминием в условиях высокого давления – общепринятый способ получения ПКНБ [4–7]. Относительно невысокая температура плавления алюминия и оптимальные физико-механические свойства керамики, образующейся в процессе взаимодействия сBN и Al (AlN , AlB_2 , AlB_{12}), способствуют получению материалов с прочными границами зерен, что обеспечивает высокую твердость, термостойкость и механическую прочность ПКНБ [5].

Целью данной работы является исследование влияния зернистости исходных порошков кубического нитрида бора на ударную прочность и демпфирующие характеристики поликристаллических материалов, полученных при спекании порошков системы сBN–Al.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Спекание проводили в стальном аппарате высокого давления “наковальня с углублением” с диаметром лунки 40 мм [5]. Исходные порошки: кубический нитрид бора марки КМ зернистостью от 3/2 до 60/40 мкм производства концерна АЛКОН НАН Украины (рис. 1) и порошок алюминия марки АСД (фракция –40).

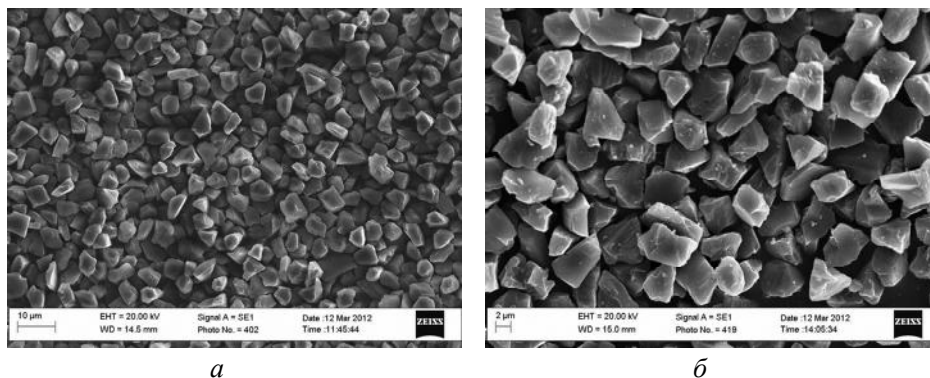


Рис. 1. Общий вид порошков сBN марки КМ зернистостью 3/2 (а) и 60/40 (б) мкм.

Исследовали пять вариантов смеси исходной шихты: 1 – КМ 3/2 + АСД (9:1); 2 – КМ 3/2 + КМ 60/40 + АСД (7:2:1); 3 – КМ 3/2 + КМ 60/40 + АСД (9:9:2); 4 – КМ 3/2 + КМ 60/40 + АСД (2:7:1), 5 – КМ 60/40 + АСД (9:1).

Спекание проводили в две стадии: вначале пропитывали шихту алюминием при $p = 2,5$ ГПа, $T = 1100$ К, в течение $\tau = 30$ с, затем завершали спекание при $p = 4,2$ ГПа, $T = 1750$ К, $\tau = 240$ с.

Полученные образцы подвергали механической обработке (плоское и цилиндрическое шлифование свободным и связанным абразивом) для очистки поверхности, получения необходимой формы и размеров образцов и качества поверхности в соответствии с методами дальнейших исследований. Образцы после механической обработки имели правильную геометрическую форму (диск диаметром 10 мм и высотой 4 мм), поэтому плотность определяли точным измерением их диаметра, высоты и массы; точность определения плотности составляла 0,3 %.

Фазовый состав композитов определяли методом рентгеноструктурного анализа на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3.

В табл. 1 приведена удельная поверхность исходный порошков кубического нитрида бора, а также фазовый состав, плотность и твердость спеченных композитов сBN–Al.

Таблица 1. Свойства и фазовый состав композитов системы cBN–Al (спеченных при $p = 4,2$ ГПа, $T = 1750$ К, $\tau = 4$ мин)

Шихта	1	2	3	4	5
Удельная поверхность исходной шихты S , m^2/g	2,80	2,2	1,46	0,71	0,11
Фазовый состав композитов, % (по массе)	87cBN + 13AlN	87cBN + 13AlN	87cBN + 13AlN	88cBN + 10AlN + 1AlB ₂ + 1Al	86,7cBN + 10AlN + 3AlB ₂ + 0,3Al
Плотность ρ , g/cm^3	3,33	3,37	3,39	3,39	3,39
Относительная плотность ρ , %	96,5	97,7	98,5	99,3	99,5
Твердость по Кнупу, ГПа	25	26	27	27	28

Динамические испытания на прочность образцов в форме диска диаметром $d = 10,2 \pm 0,2$ мм и толщиной $h = 3,15 \pm 0,1$ мм проводили с использованием измерительной системы на базе мерных стержней Гопкинсона-Кольского (рис. 2, а) [8]. При этом за счет диаметрального сжатия дисковых образцов определяли предел прочности при растяжении σ_p^{dc} [9]. Скорость бояка составляла от 0,5 до 3,0 м/с. Для определения прочности хрупких материалов измеряли максимальную силу $P_{кр}$, при которой произошло разрушение образца. Пример осциллограммы разрушения показан на рис. 2, б.

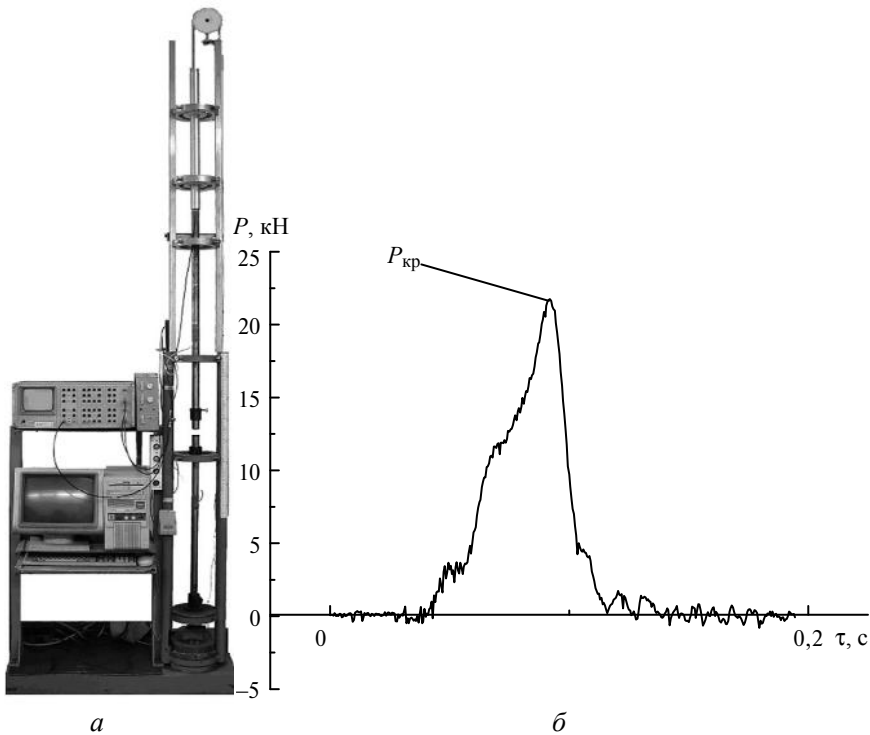


Рис. 2. Определение прочности при растяжении σ_p^{dc} с использованием мерных стержней Гопкинсона-Кольского (а) по разрушающей нагрузке в нижнем стержне (б).

Предел прочности при растяжении σ_p^{dc} определяли на дисковых образцах при сжатии их вдоль диаметра (рис. 3) между твердосплавными опорами. Для расчета σ_p^{dc} использовали формулу [8, 9]

$$\sigma_p^{dc} = \frac{2P_{кр}}{\pi dt},$$

где $P_{кр}$ – разрушающая нагрузка; d и t – диаметр и толщина диска соответственно.

Для регистрации сигналов акустической эмиссии (АЭ) при динамических испытаниях использовали широкополосный датчик АЭ ДИСМ-3 (см. рис. 3, б) [10] с частотным диапазоном от 0,2 до 2,0 МГц. Для регистрации АЭ при ударных нагрузках датчик был помещен в твердосплавную опору. Для согласования высокоомного датчика с аналогово-цифровым преобразователем (АЦП) использовали предусилитель с входным и выходным сопротивлением 2,5 МОм и 50 Ом соответственно. Коэффициент усиления предусилителя составлял 35 дБ с неравномерностью 5 дБ в частотном диапазоне от 0,2–2,0 МГц. Для детектирования сигнала АЭ использовали амплитудный детектор, расположенный в одном корпусе с усилителем [11]. Сигналы АЭ записывали на жесткий диск компьютера с частотой опроса датчика 5 МГц при помощи 14-ти разрядного АЦП E20-10 фирмы “L-Card” (Россия), управление которым осуществляли при помощи пакета PowerGraph.

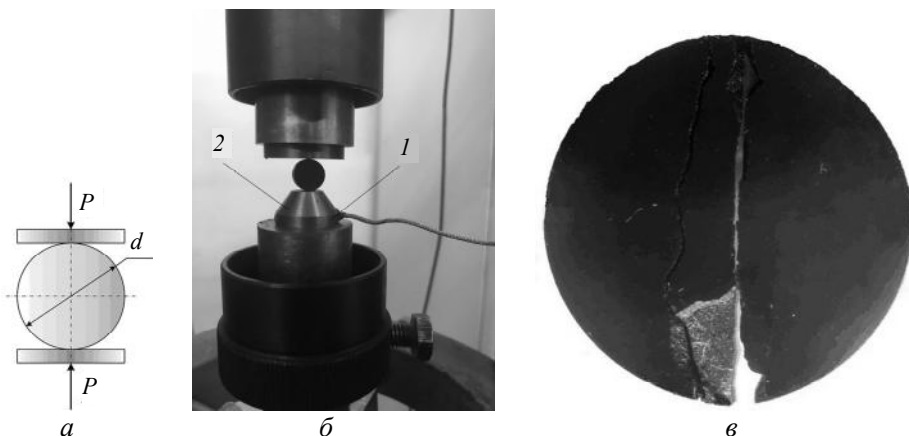


Рис. 3. Схема нагружения образцов при испытаниях на прочность (а), снимок нагружаемого образца в опорах установки копер (б) и реального образца после разрушения (в); 1 – датчик АЭ ДИСМ-3; 2 – твердосплавная опора.

Опыт показывает, что для большинства материалов, получаемых в аппаратах высокого давления или методами порошковой металлургии, можно использовать малогабаритные дисковые образцы диаметром 7–15 мм и толщиной 1/3–1/4 диаметра (т. е. 3–4 мм). Их поверхности были шлифованы до шероховатости не менее $R_a = 0,63$ мкм [8]. Модуль упругости, скорость звука, логарифмический декремент колебаний определяли резонансным методом [12], суть которого заключается в возбуждении колебаний дискового образца вдоль его оси при помощи генератора качающейся частоты анализатора спектра СК4-59 и определении резонанса. Для определения демпфирующих свойств образцов была использована установка на базе измерительной стойки прибора Звук-107 [13, 14]. Измерительная установка состояла из стойки, ана-

лизатора спектра СК4-59, широкополосного усилителя УЗ-32, согласующего усилителя, АЦП ADA 1406 и персонального компьютера. Блок-схема установки показана на рис. 4. Испытываемые образцы имели форму круглых пластин диаметром 10 мм и толщиной 3 мм.

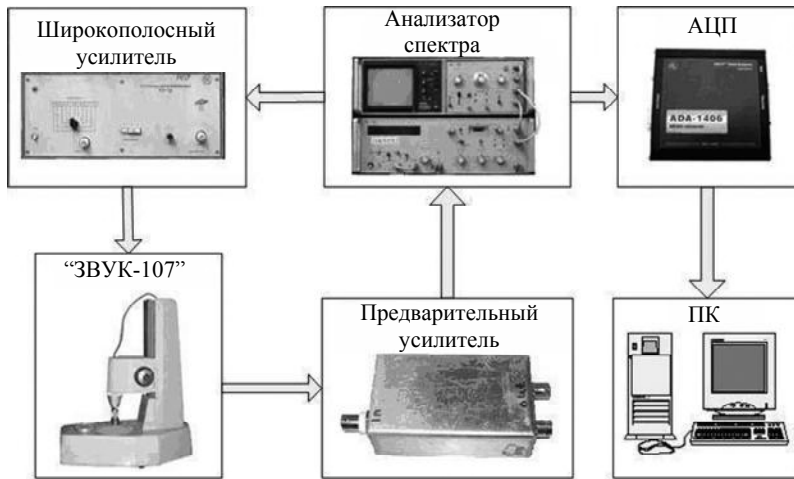


Рис. 4. Система контроля демпфирующих характеристик.

Модуль упругости вычисляли по методу, описанному в [12, 15], используя решение для нижней моды колебаний дисков, так как она представляет наибольший практический интерес в силу простоты идентификации резонанса. При этом частота собственных изгибных колебаний диска с одним узловым диаметром $f_1 = \frac{\omega_1}{D} C_l$, где D – диаметр диска; ω_1 – безразмерный коэффициент, который зависит от отношения высоты диска h к его диаметру. Значения коэффициентов ω_1 приведены в [12], и для конкретных h/D они изменялись в пределах 0,06–0,30. Тогда скорость звука будет $C_l = f_1 \frac{D}{\omega_1}$, а модуль упругости – $E = \rho C_l^2$, где ρ – плотность материала.

В качестве количественной оценки демпфирующих характеристик материала использовали логарифмический декремент колебаний $\delta = \frac{\pi}{Q}$, где Q – добротность (энергетическая характеристика затухания колебаний, которая отражает скорость потери энергии в образце). Добротность связана с коэффициентом затухания β соотношением $Q = \frac{\pi}{\ln \beta}$.

Ширину пика резонансной кривой B , которая зависит от значения добротности, измеряли на высоте 70 % (точнее при $1/\sqrt{2} = 0,707$) от его максимального значения (рис. 5). Формула для определения добротности имеет вид

$$Q = \frac{f_0}{B},$$

где f_0 – частота, которая соответствует максимальной амплитуде сигнала (резонансная частота); $B = F_b - F_h$, F_b и F_h – верхняя и нижняя частоты соответственно на высоте 70 % резонансной кривой (см. рис. 5).

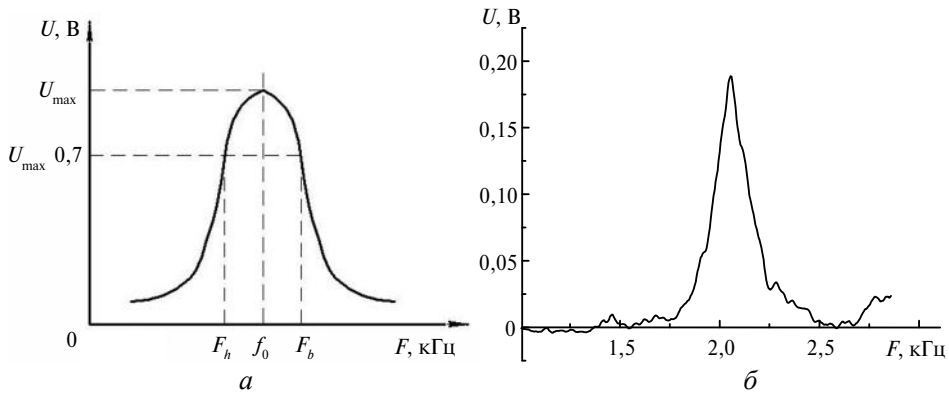


Рис. 5. Резонансный пик: схема измерений (а), после обработки реального пика в программе PowerGraph (б).

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ АНАЛИЗ

После проведенных измерений были получены значения добротности Q , логарифмического декремента колебаний δ , модуля упругости E , скорости звука c и построены их зависимости от удельной поверхности исходных порошков кубического нитрида бора в шихте (рис. 6).

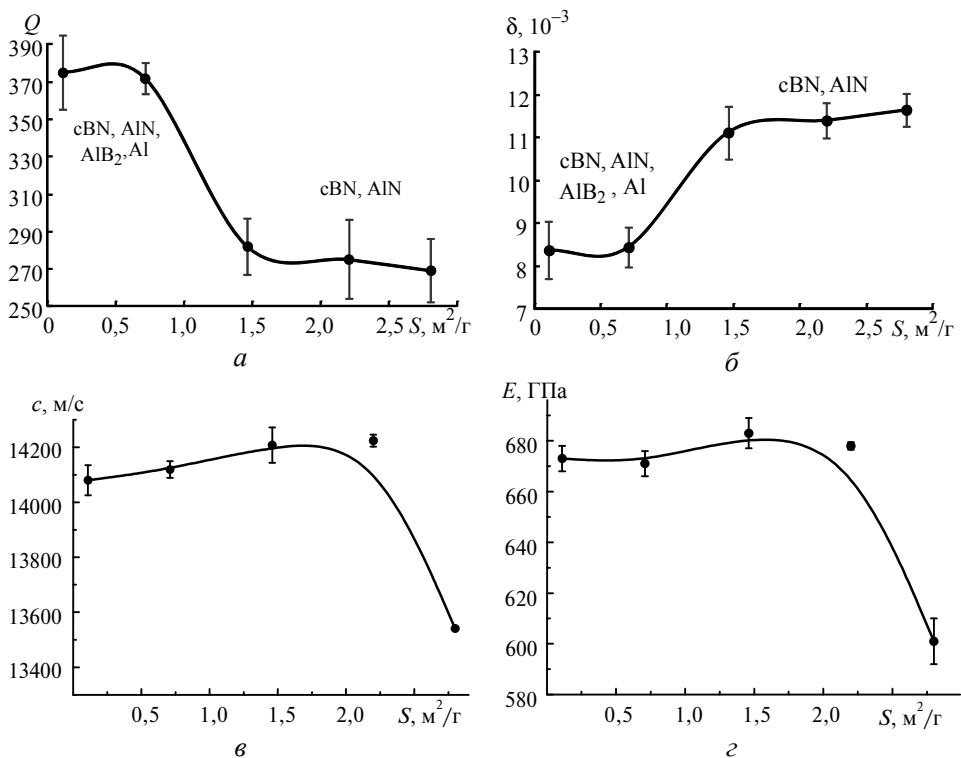


Рис. 6. Зависимости добротности Q (а), логарифмического декремента колебаний δ (б), скорости звука c (в) и модуля упругости E (г) от удельной поверхности исходных порошков кубического нитрида бора в шихте.

Как видно на рис. 6, а, максимальные значения имеет декремент колебаний композитов, полученных из порошков сBN с удельной поверхностью

2,8 м²/г, у которых наиболее низкая плотность, а следовательно большая пористость.

В результате испытаний на прочность установлено влияние зернистости на динамическую прочность ПКНБ. График зависимости предела прочности при растяжении от удельной поверхности исходных порошков приведен на рис. 7.

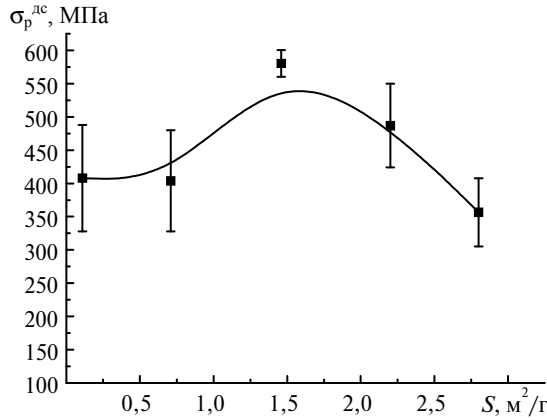


Рис. 7. Предел прочности при растяжении в зависимости от удельной поверхности исходных порошков кубического нитрида бора в шихте.

Для более подробного изучения механизма разрушения при динамическом нагружении дисковых образцов ПКНБ записывали сигнал АЭ с частотой опроса датчика 5 МГц. Результаты для ПКНБ максимальной прочности (образец зернистостью 7/5 мкм, см. табл. 1) показаны на рис. 8. Участки А и С –

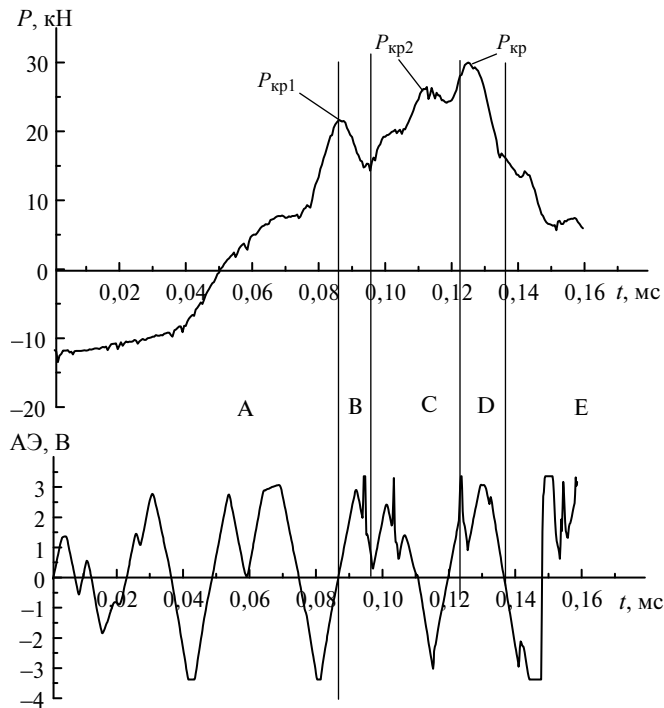


Рис. 8. Кривая нагружения $P(t)$ и соответствующая АЭ.

упругое нагружение, В и D – продвижения трещин, Е – долом образца. Видно, что участкам продвижения трещины соответствуют резкий спад нагрузки и изменение характера сигналов АЭ. По длительности импульсов АЭ можно оценить скорость распространения трещины, которая составила 1250 м/с, т. е. 8,8 % от скорости звука в образце (см. рис. 6)

На рис. 7 видно, что максимальную прочность имеют образцы ПКНБ системы cBN–Al, полученные из порошков cBN с удельной поверхностью 1,46 м²/г. Это можно объяснить тем, что данные образцы имеют высокую плотность и не содержат в своем составе дополнительных фаз боридов алюминия или остаточного алюминия (рис. 9), для исходной шихты с порошком кубического нитрида бора марки КМ3/2 и КМ 60/40 рентгенограмма одинаковая.

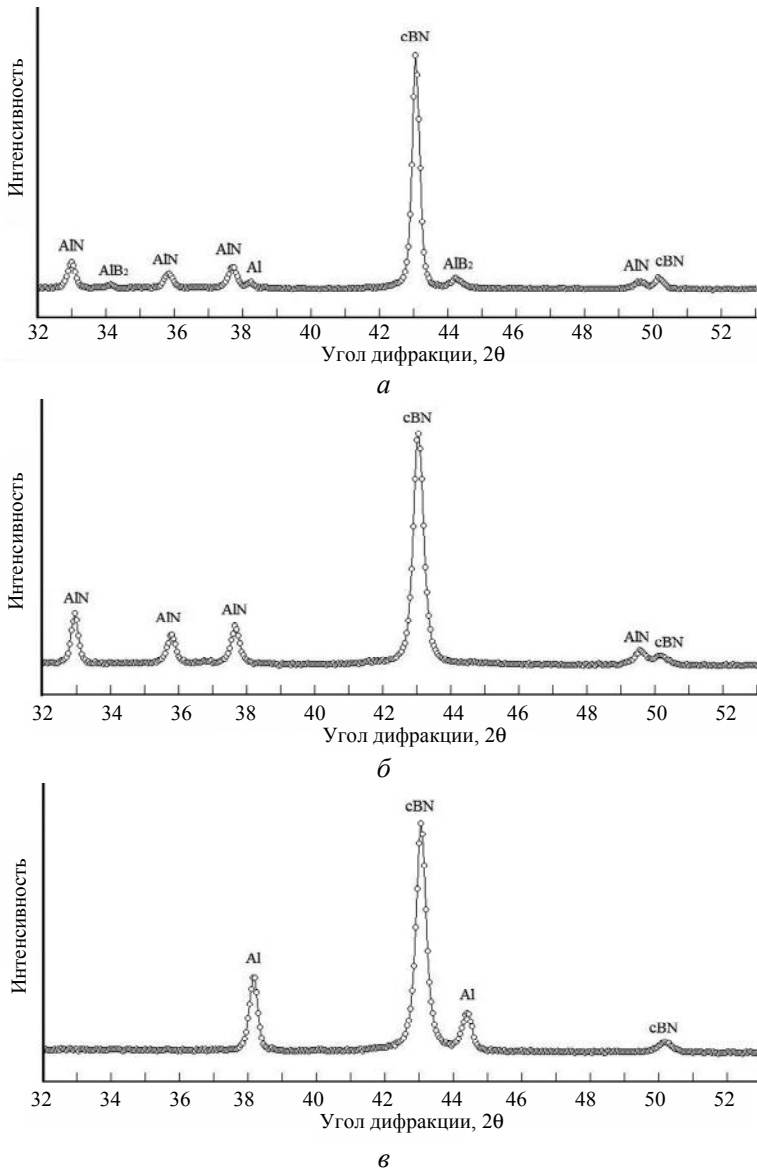
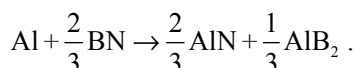


Рис. 9. Рентгенограммы спеченных образцов cBN–Al ($p = 4,2$ ГПа, $T = 1750$ К, $\tau = 240$ с): спеченные композиты из шихты (КМ 60/40 + АСД) (а), (КМ 3/2+АСД) (б), cBN–Al (КМ3/2 + КМ 60/40) + Al) (в).

Исходя из данных табл. 1, в композитах с увеличением содержания доли крупной фракции сBN (от 2 до 60 мкм) удельная поверхность порошков уменьшается. Это способствует увеличению плотности композитов (от 96 и до > 99 %) и повышению твердости до 28 ГПа.

По результатам рентгеноструктурного анализа установлено, что в образцах с удельной поверхностью порошка сBN более 1,4 м²/г (что эквивалентно размеру зерна менее 7 мкм) фиксируются только две фазы – сBN и AlN. Если удельная поверхность порошка сBN меньше 1,4 м²/г (эквивалентный размер зерна больше 7 мкм), в образцах дополнительно фиксируется еще две фазы – AlB₂ и Al (см. табл. 1).

В [16, 17] показано, что на фазовый состав ПКНБ системы сBN–Al влияют три основных фактора – давление, температура спекания и зернистость (удельная поверхность) исходных порошков сBN. Исследуемые образцы получены при одних и тех же *p*, *T*-параметрах спекания (4,2 ГПа, 1750 К) и отличались только удельной поверхностью исходных порошков сBN в шихте, что приводит к различной пористости на этапе холодного прессования. При пропитке сжатой шихты алюминием давление в жидком алюминии зависит от того, полностью заполнены поры жидкостью или частично. В первом случае давление равно внешне приложенному (4,2 ГПа), во втором – капиллярному, которое на 2–3 порядка ниже [18, 19]. Для исследуемых образцов пороговой является удельная поверхность исходных порошков сBN – 1,4 м²/г. Для образцов, полученных из порошка с большей удельной поверхностью, суммарный объем пор перед пропиткой больше объема жидкого алюминия, давление в жидкости капиллярное (его уровень – десятки МПа), при температуре пропитки 1100–1200 К, фаза AlB₂ находится на пределе стабильности – в результате реакционного взаимодействия алюминия с нитридом бора образуется нитрид алюминия с растворенным в нем бором [16]. Если удельная поверхность исходных порошков сBN меньше 1,4 м²/г, то давление взаимодействия сBN с Al равно приложенному извне, высокое давление стабилизирует фазу AlB₂, фазовый состав композита – сBN, AlN, AlB₂. Химическая реакция проходит по типу (1):



В этой реакции присутствует остаточный Al, так как уменьшение поверхности контакта сBN с Al при взаимодействии требует более длительного времени спекания для полного прохождения химического взаимодействия.

ВЫВОДЫ

Исследование влияния удельной поверхности (зернистости) порошков сBN на ударную прочность и демпфирующие характеристики сверхтвердых композитов системы сBN–Al дало возможность установить по результатам рентгеноструктурного анализа, что в образцах с удельной поверхностью порошка сBN > 1,4 м²/г фиксируются только две фазы – сBN и AlN. Если удельная поверхность порошка сBN меньше 1,4 м²/г в образцах дополнительно фиксируется еще две фазы – AlB₂ и Al.

Установлена связь между демпфирующими характеристиками композита и его фазовым составом. В композитах состава сBN–AlN значения декремента колебаний на 40 % выше, чем в композитах, содержащих дополнительно фазы AlB₂ и Al.

Для композитов, полученных из порошков с наибольшей ($2,8 \text{ м}^2/\text{г}$) удельной поверхностью, отмечены наименьшие значения плотности, твердости, добротности, скорости звука, модуля Юнга

Максимальную ударную прочность имеют композиты с двухфазной структурой и наивысшими для такой структуры плотностью и твердостью.

Л. М. Девін, М. П. Беженар, С. В. Ричев, Я. М. Романенко
Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля
НАН України, м. Київ, Україна
Вплив зернистості шихти на ударну міцність
і демпфуючі характеристики композитів BN-Al

Досліджено ударну міцність і демпфуючі характеристики композитів системи cBN-Al в залежності від питомої поверхні (зернистості) порошків кубічного нітриду бору. Встановлено кореляцію між демпфуючими характеристиками композита і його фазовим складом. Показано залежність фазового складу композита від питомої поверхні вихідних порошків cBN. Максимальну ударну міцність мають композити з двофазною структурою і найвищими для такої структури густиною і твердістю.

Ключові слова: полікристалічні надтверді матеріали, кубічний нітрид бору, динамічна міцність, питома поверхня вихідної шихти, акустична емісія, демпфуючі характеристики.

L. N. Devin, M. P. Bezhenar, S. V. Rychev, Ya. M. Romanenko
Bakul Institute for Superhard Materials,
National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
The effect of charge grit on impact strength and damping
characteristics of BN-Al composites

Investigated the impact strength and damping characteristics of the composites of the cBN-Al system are depending on the specific surface (grain size) of cubic boron nitride powders. The correlation between the damping characteristics of the composite and its phase composition has been established. The dependence of the phase composition of the composite on the specific surface of the initial cBN powders is shown. Maximum impact strength, density and hardness have composites with a two-phase structure.

Keywords: polycrystalline superhard materials, cubic boron nitride, dynamic strength, specific surface area of the initial acoustic emission, damping characteristics.

1. Шульженко А.А., Божко С.А., Соколов А.Н. и др. Синтез, спекание и свойства кубического нитрида бора. Киев: Наук. думка, 1993. 256 с.
2. Barry J., Akdogan G., Smyth P., McAvinue F. O'Halloran P. Application areas for PCBN materials. *Ind. Diam. Rev.* 2006. Vol. 66, no. 3. P. 46–53.
3. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: В 6 т. / под общ. ред. Н.В. Новикова. Обработка материалов лезвийным инструментом / под ред. С.А. Клименко. Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля; ИПЦ АЛКОН НАНУ, 2006. Т. 5. 316 с.
4. Беженар М.П. Фізико-хімічна взаємодія при спіканні кубічного нітриду бору з алюмінієм в умовах високого тиску. *Сверхтв. матеріали*. 1999. № 2. С. 4–11.
5. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: В 6 т. / под общ. ред. Н.В. Новикова. Синтез алмаза и подобных материалов / под ред. А.А. Шульженко. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля; ИПЦ АЛКОН НАНУ, 2003. Т. 1. 319 с.
6. Benko E., Morgiel J., Czeppe T. BN sintered with Al: Microstructure and hardness. *Ceram. Int.* 1997. Vol. 23, no. 1. P. 89–91.
7. McKie A. Winzer J., Sigalas I., Herrmann M. Weiler L., Rödel J. Mechanical properties of cBN-Al composite materials. *Ceram. Int.* 2011. Vol. 37, no. 1. P. 1–8.
8. Девин Л.Н. Особенности определения физико-механических характеристик хрупких материалов на образцах малых размеров. *Проблеми міцності*. 2018. № 6. С. 99–109.

9. Девин Л.Н. Определение предела прочности при растяжении поликристаллических сверхтвердых материалов. *Сверхтв. материалы*. 1988. № 2. С. 24–28.
10. Пат. 23804 Україна, G 01 N 29/04. П'єзоелектричний перетворювач / Л.М. Девін, А.Г. Найденко, Т.В. Німченко. Заявл. 12.01.2007; Опубл. 11.06.2007, Бюл. № 8.
11. Девин Л.Н., Стахнив Н.Е., Сулима А.Г. Автоматизированная система для измерения сигнала акустической эмиссии в процессе прецизионного алмазного точения. Междуна- р. науч.-техн. семинар “Современные проблемы производства и ремонта в промышленности и на транспорте”: Сб. докл. г. Свалява, Карпаты, 21–25 февр. 2011 г. Киев: АТМ України, 2011. С. 79–81.
12. Глаговский Б.А., Ройтштейн Г.Ш., Яшин В.А. Контрольно-измерительные приборы и основы автоматизации производства абразивных инструментов. Ленинград: Машино- строение, 1980. 278 с.
13. Глаговский Б.А., Чофнус Е.Г. К вопросу контроля частот собственных колебаний конструкций. *Измерительная техника*. 1966. № 3. С. 38–44.
14. Devin L.M., Bondarenko V.P., Osadchyi O.A., Nimchenko T.V. Application of acoustic methods for the monitoring of products made of hard alloys. *Mater. Sci.* 2009. Vol. 45, no. 3. P. 392–398.
15. Баранов В.М. Определение констант упругости образцов материалов, имеющих форму диска. Завод. лаборатория. 1972. № 9. С. 1120–1124.
16. Беженар Н.П., Коновал С.М., Божко С.А., Белявина Н.Н., Маркив В.Я. Реакционное взаимодействие в системе сBN–Al при высоком давлении. *Физика и техника высоких давлений*. 2009. Т. 19, № 2. С. 41–47.
17. Беженар Н.П., Божко С.А., Белявина Н.Н., Маркив В.Я., Нагорный П.А. Фазовый состав поликристаллов, полученных при реакционном спекании кубического нитрида бора с алюминием. *Сверхтв. материалы*. 2002. № 1. С. 37–48.
18. Коновал С.М., Беженар М.П. Структурні неоднорідності надтвердих композитів системи сBN–Al. *Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: Сб. науч. тр. ИСМ НАН України*. Киев: Логос, 2010. С. 107–112.
19. Коновал С.М., Гарбуз Т.О., Беженар М.П., Божко С.А., Нагорный П.А. Моделювання пористої і зеренної структури при двох стадійному спіканні надтвердих PCBN систем сBN–Al та сBN–TiB₂ (TiN)–Al. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2008. Вып. 11. С.180–188.*

Поступила в редакцию 14.03.19

После доработки 06.06.19

Принята к публикации 07.06.19