

Л. М. Девін*, М. П. Беженар, С. В. Ричев

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакула

НАН України, м. Київ, Україна

*ldevin350@gmail.com

Особливості вимірювання модуля пружності та декременту коливань полікристалів надтвердих матеріалів динамічним методом

Визначено резонансні частоти власних коливань зразків у формі диска в залежності від модуля пружності й розмірів зразка. Виконано оцінку впливу місця закріплення зразка на точність визначення модуля пружності та декременту коливань партій зразків полікристалів з кубічного нітриду бору та алмазу. Всі розглянуті варіанти спечених полікристалів можна розділити на три групи в залежності від вмісту алмазного порошку. Властивості (модуль пружності, декремент коливань, швидкість звуку, добротність) кожній з цих груп полікристалів відрізняються.

***Ключові слова:** кубічний нітрид бору, декремент коливань, добротність, модуль пружності*

АКТУАЛЬНІСТЬ, СТАН ПИТАННЯ, МЕТА ДОСЛІДЖЕННЯ

Для оцінки показників надійності або розрахунку на міцність чи жорсткість виробів з крихких матеріалів важливе значення має модуль пружності, який фактично є мірою сили міжатомних зв'язків. Як правило, методи вимірювання модуля пружності відносяться до методів неруйнівного контролю. Їх можна використовувати як на стадії оптимізації технології, складу або структури під час створення нових матеріалів, так і в процесі контролю якості виробів з існуючих матеріалів.

На даний час існує декілька основних методів визначення модуля пружності крихких матеріалів, які можна поділити на статичні та динамічні. На думку деяких дослідників динамічні методи мають більшу точність і роздільну здатність, ніж статичні [1]. Динамічні, в свою чергу, в залежності від методу збудження коливань поділяються на вимушені, імпульсні та вільні коливання.

Для зразків малих розмірів вільні коливання не ефективні в силу швидкого згасання коливань. У разі використання імпульсних методів (за швидкості звуку та густини) внаслідок малих розмірів досліджених зразків можлива трансформація поперечної ультразвукової хвилі в релеївську, що призводить до залежності акустичних характеристик від напрямку хвилі. Це вимагає додаткового вивчення та застосування імпульсних методів збудження коливань із залученням інших структурно-чутливих методів досліджень [2].

В даній роботі автори використовували вимушені коливання дискових зразків малих розмірів, в яких збуджували коливання змінної частоти та фіксували частоти, за яких в зразку має місце резонанс збуджуючої частоти з частотою власних коливань зразка. Основною проблемою за такої умови є визначення резонансної частоти власних коливань, яка залежить не тільки від модуля пружності

жності і розмірів зразка, а й від відношення діаметра зразка до його товщини (для дискового зразка), а також від моди коливань, тобто який тип коливань вимірюється – згинальні, поздовжні чи крутильні коливання. Це зумовлює розміщення вузлів та пучностей коливань, а також залежності, які зв'язують частоту резонансу з модулем пружності. Все це потрібно враховувати під час вибору місця закріплення зразка між збудником та приймачем коливань.

Тому метою даного дослідження було обґрунтування оптимального методу закріплення зразка в формі диска, вибір апаратури для збудження коливань і запису резонансних частот коливань зразка, оцінка впливу місця закріплення на точність визначення модуля пружності та дослідження модуля пружності зразків полікристалів з кубічного нітриду бору (КНБ) з різними добавками.

Крім того, використана методика дозволила не тільки визначити модуль пружності та швидкість звуку, а також по ширині резонансної кривої оцінити показники внутрішнього тертя (дисипації енергії) дев'яти партій досліджуваних матеріалів, тобто логарифмічного декременту коливань. Показники внутрішнього тертя є чутливими до пористості та наявності дефектів на границях зерен. Особливо корисний цей метод для композитів, що складаються з дрібних спечених частинок, оскільки такі композити мають велику площу міжзеренних границь, вивчення яких проблематично оптичними методами.

ОБґРУНТУВАННЯ ЗАСТОСУВАННЯ ТА ОПИС ОБРАНОЇ МЕТОДИКИ ВИМІРЮВАННЯ

Детальний розгляд методу визначення модуля пружності, швидкості звуку і логарифмічного декременту коливань (внутрішнього тертя) на зразках малих розмірів розглянуто в [3]. Невеликі розміри характерні для зразків з полікристалів надтвердих матеріалів, які отримують в апаратах високого тиску, або для інших спечених матеріалів (карбіду бору, нітриду кремнію, твердих сплавів), що мають високі твердість та модуль пружності. Більшість таких матеріалів під час роботи у виробках (металорізальних інструментах, елементах бронезахисту) зазнають значних динамічних навантажень, тому визначення модуля пружності для таких матеріалів неруйнівними методами дуже важливе.

Для визначення резонансних частот власних коливань використовували стійку приладу Звук-107 [1], між опорами якої (збудником та приймачем коливань) розміщували дослідні зразки (рис. 1, а). Схеми розміщення зразків між опорами показано на рис. 1, б. Приклади отримуваних резонансних піків власних коливань показано на рис. 1, в. Схему вимірювання ширини резонансного піку для визначення логарифмічного декременту коливань наведено на рис. 1, г. Для підсилення потужності сигналу синусоїдальної форми на виході генератора частоти аналізатора спектра, використовували універсальний широкосмуговий підсилювач УЗ-32 з коефіцієнтом підсилення 20 дБ. Сигнал від стійки Звук-107 через попередній підсилювач поступав на вхід аналізатора спектра СК4-59 для спостереження та вимірювання спектра частот і рівнів періодичних сигналів в діапазоні частот від 100 до 500 кГц за рівня вхідного сигналу від 0,08 до 0,80 мВ. Огинаючи (амплітудно-частотну характеристику) за допомогою аналогово-цифрового перетворювача ADA-1406 фірми "Holi Data Systems" з розрядністю 14 біт і частотою перетворення до 350 кГц за допомогою програми PowerGraph 3.3 Professional передавали на персональний комп'ютер, де здійснювали його подальшу обробку і записували отримані резонансні піки (див. рис. 1, в).

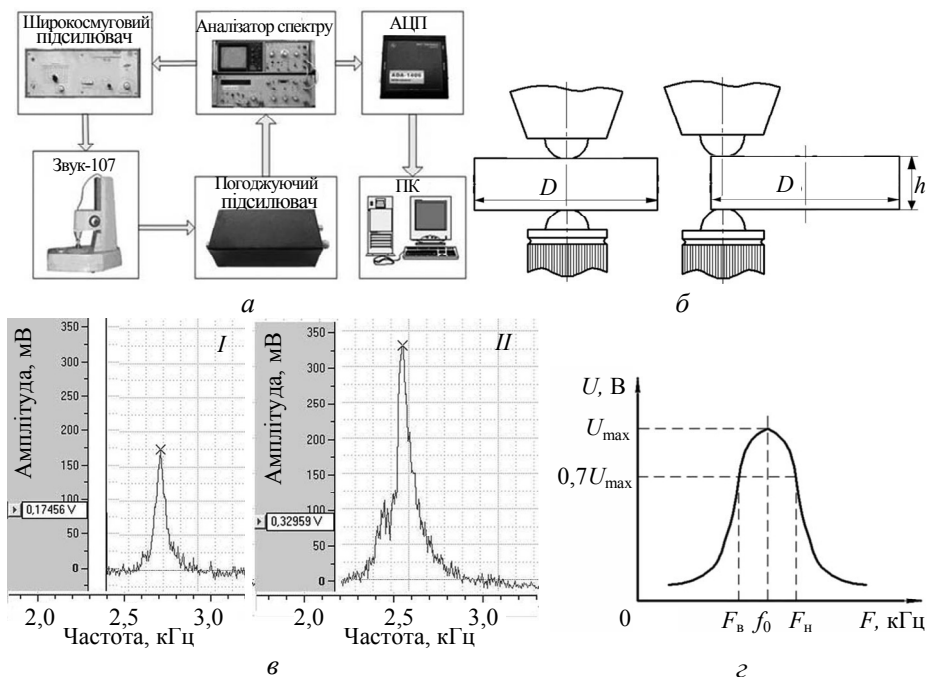


Рис. 1. Блок-схема системи вимірювання логарифмічного декременту коливань δ та модуля пружності E (а), схеми розміщення зразків між опорами (б), піки резонансу на частотах власних коливань зразка у разі його розміщення по центру (I) та з краю (II) між опорами (в), схема вимірювання ширини резонансного піка для визначення логарифмічного декременту коливань (г).

РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕННЯ ЗРАЗКІВ З РІЗНИМ КРІПЛЕННЯМ МІЖ ОПОРАМИ

Як відомо, частоту f власних коливань диска з ізотропного матеріалу можна в загальному вигляді виразити формулою [1]

$$f = F(D/h, \mu) C_1,$$

де $F(D/h, \mu)$ – коефіцієнт, який залежить від співвідношення діаметра і товщини диска, а також від коефіцієнта Пуассона; $C_1 = (E/\rho)^{1/2}$ – швидкість пружних коливань у нескінченно довгому стрижні; E – модуль нормальної пружності; ρ – щільність матеріалу. Тобто, якщо відомо для конкретного зразка відношення діаметра до товщини диска (коефіцієнт $F(D/h, \mu)$), то можна поміряти частоту власних коливань диска та обчислити модуль нормальної пружності $E = \rho f^2 / F^2(D/h, \mu)$. Значення коефіцієнта $F(D/h, \mu)$ для D/h змінюється від 3 до 15 [1].

Але для диска існує декілька частот власних коливань, що відповідають різним типам коливань (поздовжні, поперечні, згинальні), які будуть утворювати резонансні піки. Для диска цю проблему можна вирішити вибором такого розміщення зразка між опорами збудника і приймача, коли похибка вимірювання модуля пружності буде мінімальна. Для прикладу в табл. 1 наведено результати вимірювання модуля пружності у разі кріплення зразка в формі диска в його центрі та з краю (див. рис. 1, б). Використовували дві нижні моди f_1 та f_2 коливань дисків, тому що згідно з [1] у такому разі полегшується їхня ідентифікація. Тут f_1 – частота власних згинальних коливань з двома взаємно перпендикулярними діаметрами, а f_2 – частота власних згинальних коливань з одним вузловим колом.

Всі показники розсіювання модуля пружності і швидкості звуку у разі розміщення зразка між опорами в центрі диска в 1,7–4,6 разів менші, ніж у разі розміщення зразка з краю (див. табл. 1). За такої умови амплітуда сигналу у разі розміщення зразка по центру в 1,2–1,5 разів менша (див. рис. 1, в, зліва), ніж з краю (див. рис. 1, в, справа). Це пов'язано з тим, що у разі розміщення зразка між опорами з краю в місці опор знаходяться пучності коливань з частотами f_1 та f_2 , що знаходяться поряд і частково накладаються одна на другу. А у разі розміщення зразка в центрі в місті опор знаходиться вузол згинальних коливань з двома взаємно перпендикулярними діаметрами з частотою f_1 і пучність для власних згинальних коливань частотою f_2 з одним вузловим колом в центрі. Це призводить до зменшення сумарної амплітуди коливань, але до більшої стабільності результатів.

Таблиця 1. Середні значення та показники розсіювання результатів виміру модуля пружності та швидкості звуку двох різних зразків в залежності від місця їхнього кріплення (статистика по 40 вимірам кожного зразка)

Параметр	Модуль пружності E , МПа				Швидкість звуку c , м/с			
	Край		Центр		Край		Центр	
Місце кріплення								
Зразок	1	2	1	2	1	2	1	2
Середнє значення E_{cp}	633	651	634	650	13452	13783	13439	13368
Стандартне відхилення S	8,16	5,15	1,68	3,02	88,40	54,42	18,70	32,22
Стандартне відхилення середнього S_{cp}	2,58	1,63	0,53	0,96	27,96	17,21	5,91	10,19
Довірчий інтервал	5,84	3,68	1,20	2,16	63,24	38,93	13,38	23,05
Відносна похибка, %	0,92	0,57	0,20	0,34	0,46	0,28	0,10	0,17

В табл. 2 наведено результати вимірювання логарифмічного декременту коливань δ та добротності Q у разі кріплення зразка в формі диска в його центрі та з краю (див. рис. 1, б). На рис. 1, з показано схему вимірювання ширини резонансного піку, по якій можна оцінити добротність коливальної системи та вичислити логарифмічний декремент коливань δ . Якщо визначити ширину смуги резонансного максимуму B через вимірювання її на рівні 70 % від максимального значення, то за не дуже сильного демпфування, тобто для значень добротності, що перевищують 10, отримуємо формулу добротності

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

де f_0 – частота, що відповідає максимальній амплітуді сигналу (резонансна частота); B – ширина резонансного піку на рівні 70 % від максимального значення амплітуди резонансного піку U_{max} , $B = F_B - F_H$, F_B і F_H – частоти коливань на рівні $0,7U_{max}$ (див. рис. 1, з). Тоді логарифмічний декремент коливань можна визначити за формулою

$$\delta = \frac{\pi}{Q} = \frac{\pi}{f_0 / (F_B - F_H)}.$$

Середнє значення логарифмічного декременту коливань у разі кріплення зразка з краю майже в 2 рази більше, ніж у разі кріплення зразка по центру (див. табл. 2). Це також пов'язано з тим, що у разі кріплення зразка з краю

між опорами в місці опор знаходяться пучності коливань з частотами f_1 та f_2 , які розташовані поряд і частково накладаються одна на другу. Тому і похибка вимірювання, і довірчий інтервал у разі кріплення зразка з краю майже в 2 рази більші, ніж у разі закріплення в його центрі.

Таблиця 2. Середні значення та показники розсіювання результатів виміру логарифмічного декременту коливань та добротності зразка в залежності від місця кріплення (статистика по 40 вимірам)

Параметр	Добротність Q		Логарифмічний декремент коливань δ	
	Край	Центр	Край	Центр
Місце кріплення				
Середнє значення	397,50	666,90	0,88	0,48
Стандартне відхилення S	137,93	93,65	0,28	0,07
Стандартне відхилення середнього	43,62	29,61	0,09	0,02
Довірчий інтервал	98,67	66,99	0,20	0,05
Відносна похибка, %	24,82	10,05	22,70	10,72

РЕЗУЛЬТАТИ ВИМІРЮВАННЯ ПРУЖНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ КНБ РІЗНОГО СКЛАДУ (КНБ + АЛМАЗ)

Для дослідження було виготовлено дев'ять партій зразків з кубічного нітриду бору і алмазного порошку, технологію отримання яких описано в [4, 5]. Деякі їхні властивості наведено в табл. 3. Введення в шихту дисперсних алмазних порошоків дозволило отримати великий спектр продуктів їхньої взаємодії (за даними рентгенівського дослідження). Кінетику взаємодії визначали за реакціями в рідкій фазі з кристалізацією продуктів реакцій. Деякі з таких продуктів реакцій, в залежності від складу, кількості і морфології, переважного розташування по границях зерен та інших факторів, є структурними елементами, що забезпечили дисперсійне зміцнення композита.

Таблиця 3. Склад шихти, фазовий склад і властивості зразків КНБ після реакційного спікання

Шихта $C_a + cBN + Al$	C_a , % (за масою)								
	0	5	10	15	20	25	30	40	50
	cBN , % (за масою)								
	90	85	80	75	70	65	60	50	40
Фазові складові	Вміст фаз, % (за інтенсивністю відбиттів за даними рентгенівського дослідження)								
cBN	80	76	71	71	71	66	62	51	45
C_a	0	2	11	16	22	25	30	39	48
Модуль пружності E , ГПа	599	631	635	657	637	657	652	643	560
Добротність Q	484	384	314	488	468	405	343	311	326
Логарифмічний декремент δ , %	0,65	0,85	1,02	0,69	0,68	0,79	0,99	1,08	0,97
Швидкість звуку c , м/с	13380	13592	13791	14039	13807	14022	13973	13889	12938

Всі розглянуті варіанти фізико-хімічної взаємодії в шихті за критерієм переваги в продуктах реакцій тих чи інших фаз, можна розділити на три групи.

Властивості (модуль пружності, декремент коливань, швидкість звуку, добротність) кожній з цих груп відрізняються.

Першу групу складають зразки з шихти зі вмістом алмазу від 0 до 15 % (за масою). В процесі спікання тут переважали реакції в системі $cBN-Al$, а в продуктах реакції був відносно високий вміст AlN і AlB_2 [4, 5]. Зразки цієї групи доречно зіставити з базовим зразками, бо за продуктами реакції вони подібні, але їхня твердість зростає зі збільшенням вмісту алмазу, що безумовно свідчить про вплив саме цього фактору. Водночас зростають модуль пружності E , швидкість звуку та логарифмічний декремент коливань δ (рис. 2, a, b, z).

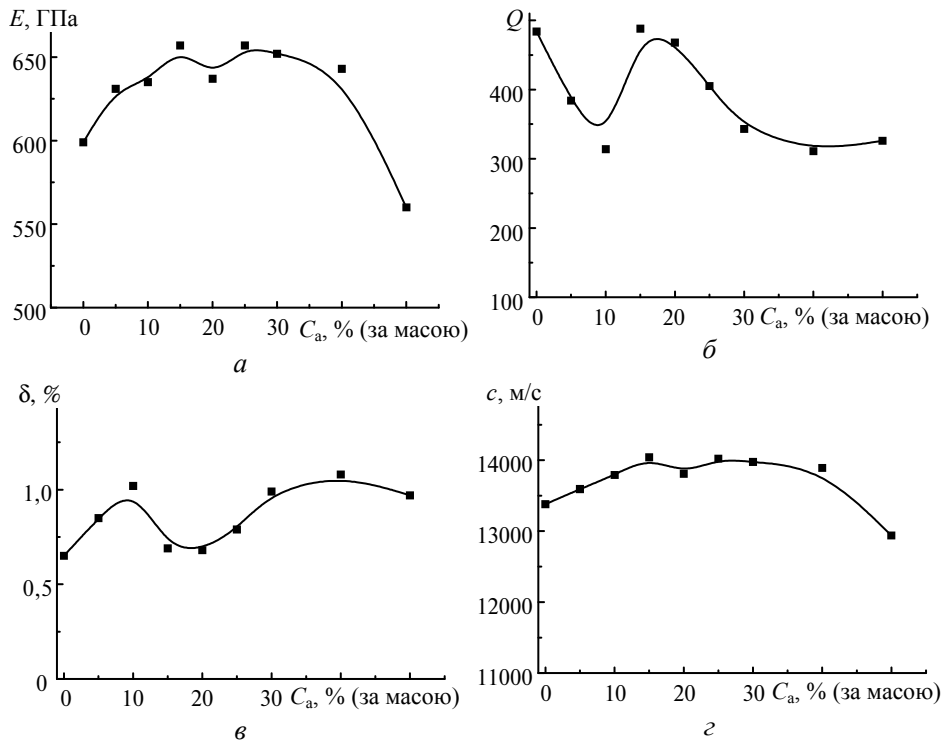


Рис. 2. Залежність модуля пружності E (a), добротності Q (b), логарифмічного декременту коливань δ (e) та швидкості звуку c (z) від вмісту алмазу в шихті.

Подальше зменшення модуля пружності E та логарифмічного декременту коливань δ підтверджує, що впливає не адитивна залежність цих характеристик від вмісту фази з більш високим модулем пружності, а ефект дисперсного зміцнення.

В другій групі зразків, де значно менше AlN , а основним продуктом реакції є Al_3BC , ефект дисперсного зміцнення алмазним порошком, як сказано вище, не діє. Тому слід звернути увагу на зниження добротності та декременту коливань (див. рис. 2, b). Це можна пояснити високою пластичністю Al_3BC , релаксацією тріщин в локальних об'ємах структури, якими є міжфазні границі $cBN-Al_3BC$ -алмаз. Подальше зростання вмісту в шихті алмазного порошку до 25–30 % (за масою) і зростання вмісту Al_3BC разом обумовлюють зниження модуля пружності і добротності.

До третьої групи віднесено зразки, в яких реакційна взаємодія майже виключно йде між алмазом і алюмінієм, а основними фазовими складовими є

алмаз, кубічний нітрид бору і карбід алюмінію, який найбільш ймовірно розташований між зернами алмазу. Модуль пружності для зразків третьої групи різко зменшується (див. рис. 2, а).

ВИСНОВКИ

Амплітуда сигналу на резонансній частоті у разі розміщення зразка з краю між збудником та приймачем в 1,2–1,5 разів більша, ніж у разі розміщення по центру. Це пов'язано з тим, що у разі кріплення зразка з краю в місці контакту з опорами знаходяться пучності коливань з частотами f_1 та f_2 , що знаходяться поряд і частково накладаються одна на другу. Але всі показники розсіювання значень модуля пружності і швидкості звуку у разі розміщення зразка між опорами в центрі диска в 1,7–4,6 разів менші, ніж з краю. Тобто розміщення зразка між опорами по центру призводить до зменшення сумарної амплітуди коливань, але дає більш стабільні результати вимірів.

Середнє значення логарифмічного декременту коливань у разі кріплення зразка з краю майже в 2 рази більше, ніж у разі кріплення в його центрі. Це також пов'язано з тим, що у разі кріплення зразка з краю в місці опор знаходяться пучності коливань з частотами f_1 та f_2 , що знаходяться поряд і частково накладаються одна на другу. Тому й середнє значення логарифмічного декременту коливань, і похибка вимірювання у разі кріплення зразка з краю майже в 2 рази більші, ніж у разі кріплення в центрі. Також тому найбільш надійними слід вважати результати, які отримані у разі кріплення зразка в центрі.

Введення в шихту разом з порошком КНБ дисперсних алмазних порошоків дозволило отримати великий спектр продуктів їхньої взаємодії. Всі розглянуті варіанти можна розділити на три групи в залежності від вмісту алмазного порошку: 1 група – 0–15 %, 2 група – 15–30 % та 3 група – 30–50 %. Властивості (модуль пружності, декремент коливань, швидкість звуку, добротність) кожній з цих груп відрізняються.

L. M. Devin, M. P. Bezhenar, S. V. Rychev
Bakul Institute for Superhard Materials,
National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
Features of measuring the modulus of elasticity and decrement
of vibration of polycrystals of superhard materials using
the dynamic method

In the work, the resonant frequencies of natural oscillations of disk-shaped specimens were determined, which depended on the modulus of elasticity and the dimensions of the specimen. The influence of the place of attachment on the accuracy of determining the modulus of elasticity and the decrement of oscillations of 9 batches of samples of polycrystals of cubic boron nitride and diamond was evaluated. All considered variants of sintered polycrystals can be divided into three groups depending on the content of diamond powder. Each of these groups has certain properties – modulus of elasticity, decrement of oscillations, speed of sound, Q factor.

Keywords: cubic boron nitride, vibration decrement, Q factor, modulus of elasticity.

1. Глаговский Б. А., Московенко И. Б. Низкочастотные акустические методы контроля в машиностроении. Ленинград: Машиностроение, 1997. 208 с.
2. Запорожец О.И., Дордиенко Н.А., Бочко А.В., Доронин Г.С., Кузин Н.Н., Петруша И.А. Исследование упругих модулей ПСТМ типа DBN, ПТНБ и гексаниа-Р импульсным УЗ-методом. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника*

и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. 2010. Вып. 13. Київ: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2010. С. 229–234.

3. Девин Л.Н. Особенности определения физико-механических характеристик хрупких материалов на образцах малых размеров. *Проблемы прочности*. 2018. № 6. С. 99–109. (Devin L.N. Peculiarities of determining the physico-mechanical characteristics of brittle materials on small-sized specimens. *Strength of Materials*. 2018. No. 50. P. 909–917.)
4. Беженар М.П., Божко С.А., Білявіна Н.М., Нагорний П.А., Коновал С.М. Фазовий склад композитів, отриманих реакційним спіканням в системі кубічнийнітрид бору–алмаз–алюміній при високому тиску. *Сверхтв. материалы*. 2007. № 6. С. 27–37.
5. Беженар М.П., Нагорний П.А., Боженко В.Н. Твердость и абразивная стойкость керамики на основе кубического нитрида бора и возможности их повышения. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сборник научных трудов*. 2004. Вып. 7. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2004. С. 164–168.

Надійшла до редакції 24.02.23

Після доопрацювання 29.03.23

Прийнята до опублікування 04.04.23