

Збільшення об'ємної частки графіту від 0,5 до 3 % за постійної частки кобальту, призводить до збільшення залишкових напружень розтягу алмазної фази в 1,3 рази.

В работе изучается влияние объемного содержания кобальта и графита на значение остаточных напряжений в алмазной фазе композита, образованного путем пропитки кобальтом алмазного нанопорошка детонационного синтеза УДА под действием высокого давления.

Ключевые слова: пропитка, остаточные напряжения, алмазный нанопорошок, многофазный материал

The effect of volume content of cobalt and graphite on value of residual stresses in the diamond phase composite formed by high pressure cobalt impregnation of detonation synthesized diamond nanopowder UDD have been studied.

Key words: impregnation, residual stresses, diamond nanopowder, multiphase material

Література

1. Хорошун Л. П. Методы теории случайных функций в задачах о макроскопических свойствах микронеоднородных сред // Прикладная механика. – 1978. – 14, № 2. – С. 3–17.
2. Григорьев О. Н., Трефилов В. И., Хорошун Л. П. Остаточные напряжения в двухфазных керамических материалах // Материалы III Всесоюзного симпозиума «Технологические остаточные напряжения». Москва: Изд-во АН СССР. – 1988. – С. 129–133.
3. Бочечка А. А. Остаточные напряжения в композите, полученном пропиткой кремнием алмазного порошка при высоком давлении // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, ИПЦ АЛКОН НАН Украины, 2004. – С. 32–135.
4. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза.– К.: Наук. думка, 1989. – 192 с.

Надійшла 15.07.14

УДК 621. 921:661.65

Н. О. Олійник, Г. Д. Ільницька, кандидати технічних наук; **І. О. Боримський;**
О. І. Боримський, канд. техн. наук; **В. М. Ткач**, д-р фіз-мат. наук;
Г. А. Базалій, В. В. Тимошенко, І. М. Зайцева

Институт надтвердых материалов им. В. М. Бакуля НАН Украины, м. Київ

ПЕРСПЕКТИВИ РОЗВИТКУ ПЕРЕРОБКИ ПРОДУКТІВ СИНТЕЗУ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ, СИНТЕЗОВАНИХ ЗА НЕТРАДИЦІЙНИМИ ТЕХНОЛОГІЯМИ

Досліджено продукт синтезу і полідисперсний порошок кубічного нітриду бору, отриманий за нетрадиційними технологіями синтезу. Показано, що кристали порошку мають розмір менше 20 мкм, для переробки продукту синтезу з економічною і екологічною перевагами доцільно застосовувати ультразвукову обробку.

Ключові слова: порошки кубічного нітриду бору, продукт синтезу, ультразвукова обробка, екологічні та економічні переваги переробки.

Вступ

Для розроблення нових інструментальних матеріалів та абразивного інструменту з використанням порошоків кубічного нітриду бору (сBN) є потреба вдосконалення переробки його продуктів синтезу (ПС) з метою підвищення екологічної безпеки.

Продукт синтезу сBN – це компакт щільно зрощених кристалів і зростків кубічного нітриду бору (24–26 мас.%), гексагонального нітриду бору (hBN) (50–52 мас.%) та ~24 мас.% фаз, що містять метал. У продукті синтезу сBN, отриманому за традиційною технологією, мистяться $Mg_3B_2N_4$, MgB_2 , h- Mg_3BN_3 , l- Mg_3BN_3 і фази домішок Mg_2O , B_2O_3 , $B(OH)_3$, HBO_2 , C (графіт) [8]. Розміри синтезованих частинок сBN різні, як правило, не перевищують 300 мкм. За нетрадиційними технологіями синтезу можна отримувати ПС, з вмістом металомістких фаз до 40%, до 10% hBN, до 50% сBN. Розміри частинок сBN можуть становити 60–0,1 мкм, колір може бути чорний, сірий, білий або жовтий.

Традиційна переробка ПС сBN складається з трьох етапів: розчинення фаз, що містять метал, з попереднім подрібненням компактів; окислення hBN; фінішне очищення сировини сBN (полідисперсного порошку сBN, придатного для виготовлення кондиційних порошоків КНБ різної зернистості) від домішок [1–7].

Зміна хімічного складу ПС та зменшення розмірів кристалів сBN можуть ускладнити застосування традиційної переробки ПС.

Відомо, що хімічна дія агресивних середовищ (розплавів лужних металів, суміші сірчаної кислоти та сульфату калію) спричиняє зміну структури поверхні кристалів сBN. При цьому знижується адсорбційна активність порошку, в окремих випадках зменшуються розміри кристалів [9].

Для скорочення тривалості контакту кристалів сBN з хімічними реагентами застосовують комплексну переробку ПС. Вона включає фізичний та хімічний впливи, спрямовані на розкриття ПС та отримання вільних частинок сBN і hBN. Для їх розподілу застосовують методи збагачення: флотаційний або гравітаційний розподіл на концентраційних столах [9].

Як відомо, ефективність переробки ПС залежить від ступеня розкриття і розподілу за розмірами частинок дисперсного ПС. Для максимального розкриття ПС та отримання однорідної за розмірами суміші частинок сBN, hBN і графіту застосовують стадійне подрібнення ПС з проміжним хімічним розчиненням фаз, що містять метал, та подальшу хімічну дезінтеграцію.

Відомо, що для розкриття тонковкраплених корисних копалин, які містять зерна мікронних розмірів, застосовують різні електрофізичні методи, наприклад, ультразвукову обробку. Для отримання концентрату корисного компонента та його подальшого вилучення застосовують флотацію [10].

Мета цієї роботи – дослідити вплив фізичних та хімічних дій на характеристики продуктів переробки ПС сBN, синтезованих за нетрадиційними технологіями, та визначити перспективи вдосконалення переробки цього ПС.

Мета дослідження передбачає розв'язання низки завдань:

1. Дослідження топографії, форми, розмірів та елементного складу сировини сBN.
2. Визначення можливості застосування ультразвукової обробки після розчинення фаз, що містять метал, для дезінтеграції ПС сBN при його переробці та дослідження її впливу на технологічні характеристики (ступінь розкриття і розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС).
3. Оцінювання еколого-економічного стану різних типів переробки ПС сBN.

Методика дослідження

Досліджували ПС, з вмістом тонкозернистих порошоків КНБ, синтезованих у лабораторії № 7/1 ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України.

Схему підготовки зразків ПС сBN для дослідження показано на рис. 1.

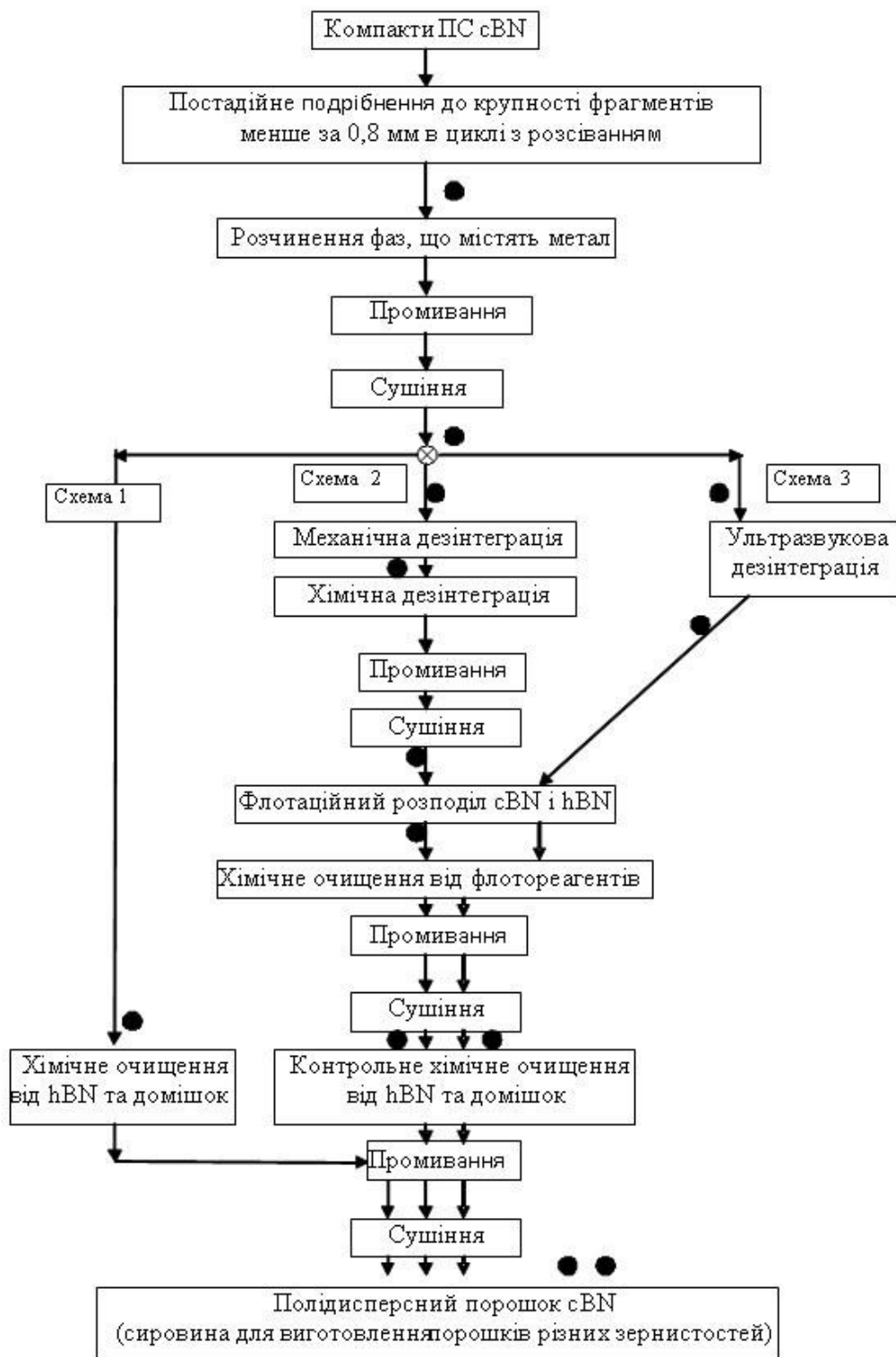


Рис. 1. Принципова схема підготовки зразків ПС сBN для дослідження: • – місця відбору проб для дослідження

Для дослідження дисперсного ПС використовували відомі експериментальні методи: хімічний та гравіметричний для дослідження хімічного складу зразків. З метою визначення розподілу частинок дисперсного ПС cBN за розмірами та належності до класів крупності застосовували ситовий аналіз. Класом крупності вважають продукт, який просіявся крізь сито та залишився на наступному ситі з меншими отворами або на піддоні. Для позначення класу крупності в цьому дослідженні застосовували метод «мінус–плюс» за методикою, наведеною в [10].

Масову частку компонентів ПС визначали за методикою, викладеною в [11]. Ступінь розкриття матеріалу визначали за результатами флотаційного розподілу за критерієм Фоменка, який дорівнює добутку витягу cBN до камерного продукту на витяг hBN до пінного продукту [12]. Методами електронної мікроскопії з застосуванням мікроскопа PEM ZEISS EVO 50 з енергодисперсійним аналізатором рентгенівських спектрів INCA Penta FETx3 (OXFORD) вивчали форму, розміри, топографію поверхні, та елементний склад полідисперсних порошків cBN.

При підготовуванні зразків продуктів оброблення ПС та сировини cBN застосовували таке обладнання:

- лабораторну шоківу та роторну дробарку для механічного подрібнення компактів ПС;
- ультразвукову ванну ELMA Transsonc T1 10H MF3 (Німеччина) для ультразвукової дезінтеграції зразків матеріалу. Тривалість оброблення зразків матеріалу масою 20 г становила 15, 30, 45, 60 та 90 хв. Параметри експериментів: напруга – 220 В, сила струму – 4,5 А, частота – 35 КГц, інтенсивність 100%;
- лабораторну імпеллерну флотомашину для флотаційного розподілу продуктів оброблення ПС.

Результати дослідження та їх обговорення

Результати дослідження форми, розмірів та елементного складу сировини cBN

Результати дослідження сировини, видобутої з ПС cBN хімічним методом наведено на рис. 2, та в табл. 1, 2.

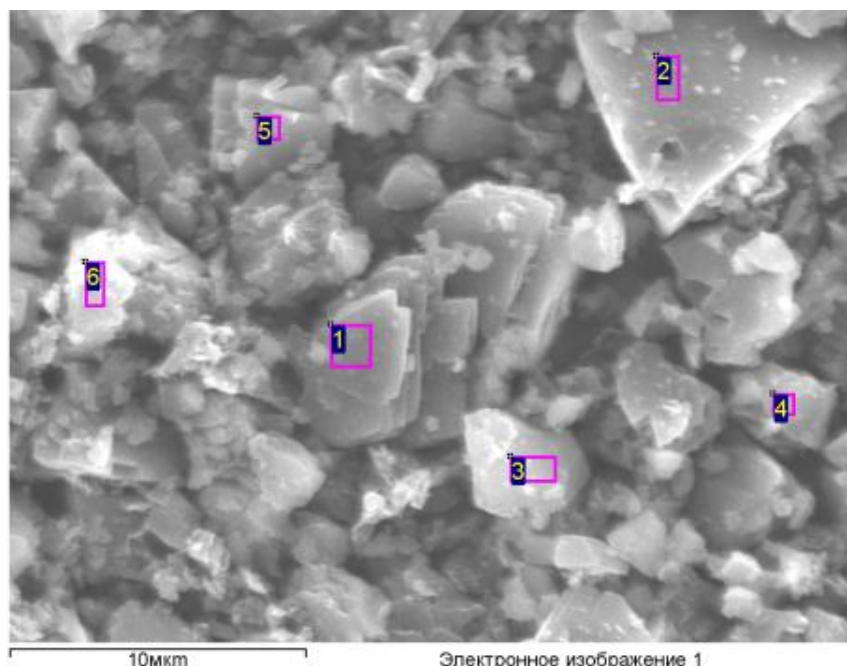


Рис. 2. PEM-зображення загального виду сировини (полідисперсного порошку cBN)

Таблица 1. Результаты микрорентгеноспектрального анализа кристаллов зразка сировини cBN

Номер спектра	Вміст елемента (нормалізовано), мас. %			
	B	N	Mg	Разом
1	34,58	61,99	3,43	100,0
2	37,16	61,69	1,15	100,0
3	34,92	64,26	0,82	100,0
4	35,06	64,09	0,85	100,0
5	36,60	62,62	0,78	100,0
6	34,91	64,79	0,30	100,0
Середнє	35,54	63,24	1,22	100,0
Стандартне відхилення	1,07	1,31	1,12	–

Таблица 2. Економічні витрати на хімічні реагенти при переробці ПС cBN з урахуванням витрат на нейтралізацію промислових стоків

Хімічні реагенти	Сумарні витрати (грн.) на хімічні реагенти для оброблення 1 кг ПС cBN за схемами					
	1		2		3	
	грн	у.о.	грн	щодо способу 1, у.о.	грн	щодо способу 1, у.о.
Кислоти	26,6	1,0	20,2	0,8	19,7	0,7
Ангідрид хромовий	8,0	1,0	0	0	0	0
Луги	91,0	1,0	25,9	0,3	18,9	0,2

За дослідженням проб сировини за допомогою растрово-електронного мікроскопа виявили області з дрібними кристалами і частинки порошку зі значно більшою площею поверхні. У результаті рентгеноспектрального аналізу площини поверхонь великих частинок виявили, що ці частинки є домішками, що містять хімічні елементи: B, C, N, O, Mg, Si, S, Cl, K, Ca, Cr, Fe, Ni.

Дослідивши форму і розміри кристалів cBN, зафіксували, що це окремо розташовані кристали розміром до 20 мкм та пластинчасті розміром до 10 мкм чіткої геометричної форми з гранями і кутами (рис. 2). На поверхні цих кристалів розміщуються дуже дрібні кристали (менше 0,5 мкм), скупчення дрібних кристалів у вигляді пластинчастих зростків розміром 1–3 мкм і дуже дрібних кристалів розміром менше 1 мкм.

У результаті микрорентгеноспектрального аналізу поверхні кристалів, результати якого наведено в табл. 1, виявили, що на поверхні кристалів cBN міститься Mg.

Слід зазначити: що дрібніший кристал або зросток, містить менше Mg.

Результати дослідження можливості застосування ультразвукової обробки для дезінтеграції ПС при його переробці та дослідження її впливу на технологічні характеристики (ступінь розкриття і розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС)

Результати дослідження наведено на рис. 3, 4, та в табл. 2.

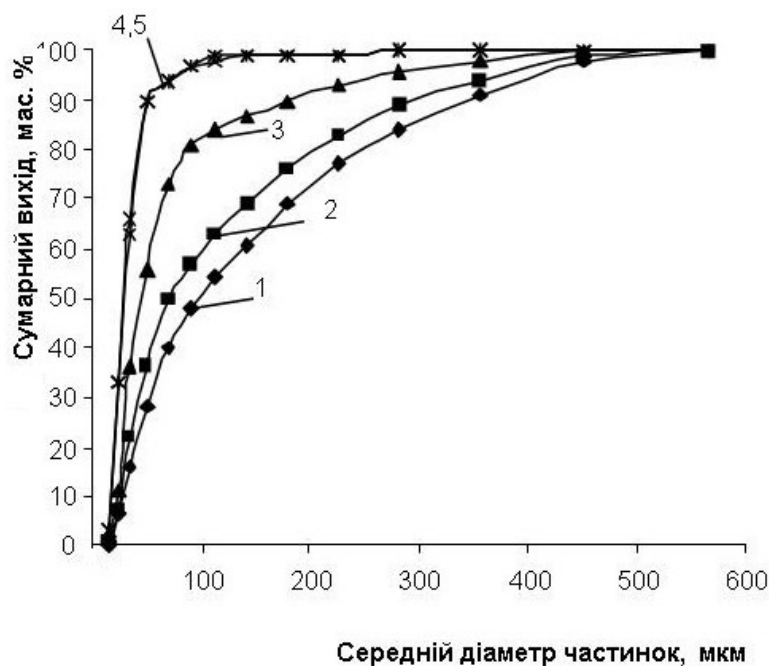


Рис. 3. Розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС сBN після поетадійного подрібнення, розчинення фаз, що містять метал та ультразвукової дезінтеграції (35 кГц) за різної тривалості: 1 – 15 хв.; 2 – 30 хв.; 3 – 45 хв.; 4 – 60 хв.; 5 – 75 хв.

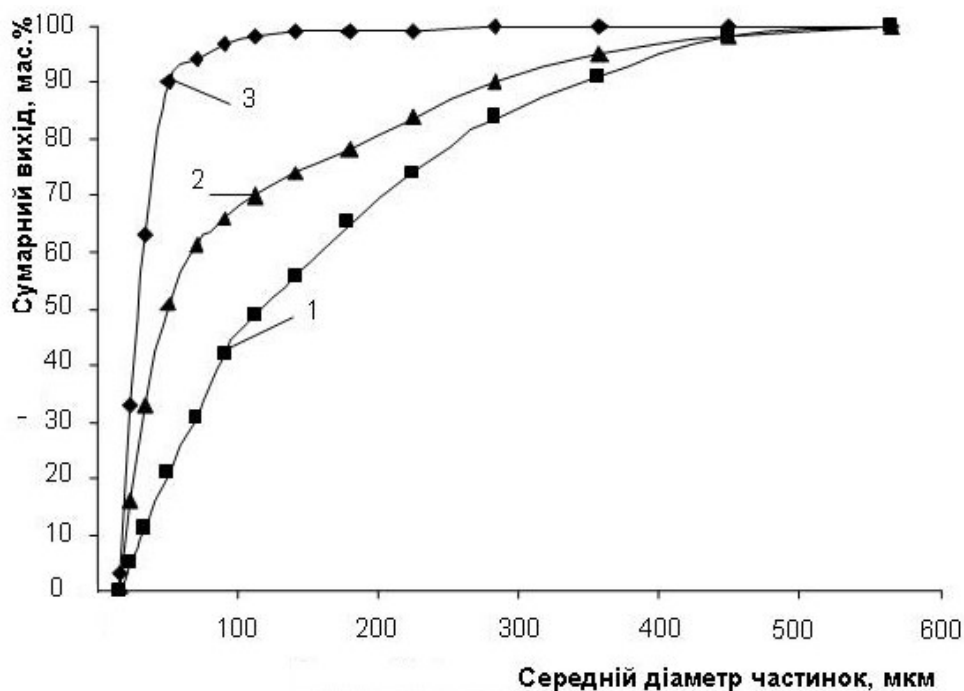


Рис. 4. Розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС сBN після поетадійного подрібнення, розчинення фаз, що містять метал (1) та; послідовності таких видів оброблення: сушіння, механічна, хімічна дезінтеграція, промивання (2); ультразвукова дезінтеграція (35 кГц; 60 хв.)

Розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС сBN після поетадійного подрібнення, розчинення фаз, що містять метал та ультразвукової дезінтеграції (35 кГц) за різної тривалості оброблення показано на рис. 3.

Як впливає з даних рис. 3, послідовне оброблення ПС, що включає подрібнення, розчинення фаз, які містять метал та ультразвукову дезінтеграцію впродовж 15; 30 і 45 хв., спричиняє концентрацію матеріалу до 75 мас.% у класі крупності менше 500 мкм. Максимальна однорідність за крупністю дисперсного ПС (концентрація маси матеріалу 90 мас.%) досягається після 60 та 75 хв. ультразвукової дезінтеграції. Для порівняння розподілу за розмірами частинок після ультразвукової дезінтеграції впродовж 60 хв. (крива 4) на рис. 3 показано розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС cBN після постадійного подрібнення, розчинення фаз, що містять метал (крива 1) та послідовності таких видів оброблення: сушіння, механічна, хімічна дезінтеграція, промивання (крива 2), що виконують при переробці ПС за схемою 2.

Для порівняння на рис. 4 показано розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС cBN після постадійного подрібнення, розчинення фаз, що містять метал, послідовності таких видів оброблення: сушіння, механічна, хімічна дезінтеграція, промивання, а також; ультразвукової дезінтеграції (35 кГц; 60 хв.).

Як впливає з даних рис. 4 застосування ультразвукової дезінтеграції після розчинення фаз, що містять метал, так само як послідовне застосування сушіння, механічної та хімічної дезінтеграції з промиванням ПС cBN, спричиняє концентрацію продуктів оброблення до 90 мас.% у класі крупності менше 500 мкм.

Ступінь розкриття ПС cBN, який розраховали згідно з критерієм Фоменка за результатами флотажного розподілу продуктів за видами оброблення, становив: після розчинення фаз, що містять метал – 0,6; після послідовного застосування механічного та хімічного оброблення – 0,85; після ультразвукового оброблення – 0,9.

У результаті розподілів за розмірами частинок сировини cBN, яку отримали за схемою з ультразвуковою дезінтеграцією (схема 3) та схемою 2, встановили, що ці розподіли різняться неістотно. Матеріал (97 мас.%) концентрується у класі крупності менше 100 мкм.

Результати оцінювання еколого-економічного стану різних типів переробки ПС cBN

Екологічний вплив на довкілля та економічні витрати на переробку ПС cBN оцінювали згідно з розрахунком фактичних витрат хімічних реагентів та їх ціни у 2014 р. при розфасуванні для підприємств. Витрати хімічних реагентів на переробку ПС з урахуванням витрат на нейтралізацію промислових стоків та їх відносне значення до суми витрат на хімічні реагенти при переробці ПС cBN за схемою 1, які взято за одиницю наведено в табл. 2

Як впливає з даних табл. 2 загальні витрати на хімічні реагенти при переробці ПС cBN за схемами 2 та 3 відносно схеми 1 вдається значно знизити та виключити з процесу застосування хромового ангідриду (речовини 1-го класу небезпеки).

З порівняння витрат на хімічні реагенти для переробки ПС cBN впливає, що схема 3 (з ультразвуковою дезінтеграцією) найбільшою мірою ресурсозберігаюча та екологічна.

У разі застосування ультразвукової обробки ПС можна скасувати послідовність видів оброблення, які традиційно застосовують при переробці ПС cBN (зокрема сушіння, механічну та хімічну дезінтеграцію, промивання).

Висновки

1. Експериментально встановлено, що при застосуванні ультразвукової дезінтеграції ПС cBN після розчинення фаз, що містять метал, можна отримати однорідну (з концентрацією 98 мас.%) масу матеріалу розміром менше 130 мкм та розкрити суміш cBN+hBN+графіт, ступінь розкриття якої за критерієм Фоменка становить 0,9.

2. У результаті растрово-електронної мікроскопії та мікрорентгеноспектрального аналізу встановлено, що порошок cBN, який синтезовано з використанням нових ініціаторів перетворення, полідисперсний з розмірами кристалів та їх зростків менше 20 мкм; кристали

порошку містять у різних співвідношеннях хімічні елементи: В, С, N, O, Mg, Si, S, Cl, K, Ca, Cr, Fe, Ni; у порошок містяться домішки переважно з кальцію, вуглецю та кисню.

3. Для розкриття ПС cBN перспективне застосування ультразвукової дезінтеграції за рахунок скасування трьох стадій оброблення. Удосконалення переробки ПС з використанням ультразвукової дезінтеграції та подальшої флотації сприяє зменшенню витрат хімічних реагентів: мінеральних кислот – на 30%, лугів – на 80% та виведення з процесу речовини 1-го класу небезпеки, що, у свою чергу, поліпшить екологічний стан навколишнього середовища.

Исследованы продукт синтеза и полидисперсный порошок кубического нитрида бора, полученные по нетрадиционным технологиям синтеза. Показано, что кристаллы порошка имеют размеры менее 20 мкм, для переработки продукта синтеза с экономическим и экологическим преимуществами целесообразно применять ультразвуковую обработку.

Ключевые слова: порошки кубического нитрида бора, продукт синтеза, ультразвуковая обработка, экологические и экономические преимущества переработки

The article is dedicated to the investigation of the product of synthesis and polydisperse powder of cubic boron nitride which have been synthesized that receive non-traditional technologies synthesis. The crystals of the powder are sized less than 20 micron. Ultrasonic treatment should be used to improve the environmental and economic characteristics of the synthesis product processing

Key words: cubic boron nitride powders, product of synthesis, ultrasonic processing, environmental and economic benefits of processing.

Література

1. Муханов В. А., Гурьев А. В., Гурьев В. В. Извлечение кубического нитрида бора из спеков // Сверхтвердые матер. – 2005. – № 4. – С. 80–83.
2. Инструменты из сверхтвердых материалов / под ред. Н.В. Новикова. – М.: Машиностроение, 2005. – 555 с.
3. Лапшин А. В., Германский А. М., Богданов С. П. Кинетика взаимодействия кубического нитрида бора с расплавом гидроксида натрия // Журн. прикладной химии. – 2004. – Т. 77. – Вып. 1. – С. 3–6.
4. Пат. 2216509 Россия, С01В31/06, С30В29/04. Способ очистки кубического нитрида бора / В. Г. Казаков, М. В. Казаков, С. А. Кожухова и др. – Оpubл. 20.11.2003. – Бюл. № 9.
5. Пат. 2163222 Россия, С01В21/064. Способ очистки кубического нитрида бора / С. П. Богданов, А. М. Германский – Оpubл. 20.02.2001. – Бюл. № 1.
6. Пат. 93019102 Россия, С01В21/064. Способ очистки кубического нитрида бора от примесей гексагональной модификации / А. Ф. Редькин, Ю. А. Литвин – Оpubл. 09.07.1995. – Бюл. № 5.
7. О химическом взаимодействии кубического нитрида бора с агрессивными средами / Г. П. Богатырева, Н. В. Котова, В. Л. Гвяздовская, Г. А. Подзярей // Докл. акад. наук Украины. – 1994. – № 10. – С. 110–119.
8. Исследование фазового состава продукта синтеза кубического нитрида бора / В. З. Туркевич, Г. П. Богатырева, О. Г. Кулики др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – Вып. 8. – С. 132–135.

9. Звіт про НДР за темою 1.6.7.1073 «Дослідження впливу активного фізико-хімічного середовища на ефективність процесу одержання порошків кубічного нітриду бору цілеспрямованого призначення». – К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2007. – 263 с.
10. Подготовительные процессы: Справочник по обогащению руд / под ред. О. С. Богданова, В. А. Олевского. – М.: Недра, 1982. – 366 с.
11. Методика М 26.8-273:2007. Метод определения массовой доли компонентов в технологических партиях продукта синтеза кубонита. – К.: ИСМ НАН Украины, 2007. – 12 с.
12. Системный анализ в обогащении полезных ископаемых / Л. А. Барский, В. З. Козин– М.: Недра, 1978. – 486 с.

Надійшла 12.05.14

УДК 536.421.1:620.187:661.057.5

І. А. Петруша¹, д-р техн. наук; **О. С. Осіпов¹**, **В. М. Бушля²**, **Т. І. Смірнова¹**,
Ю. О. Мельничук¹, кандидати техн. наук; **С. Ю. Муковоз¹**

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

²Лундський університет, м. Лунд, Швеція

КЕРАМО-МАТРИЧНІ КОМПОЗИТИ НА ОСНОВІ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ ДЛЯ ШВИДКІСНОЇ ОБРОБКИ ЗАГАРТОВАНИХ СТАЛЕЙ ТИПУ ШХ15

Шляхом спіканням мікропорошків при високих температурах (2000–2100 °С) під тиском 7,7 ГПа одержано керамо-матричні композити на основі кубічного нітриду бору в системах $cBN-TiC-Si_3N_4$ і $(wBN \rightarrow cBN)-TiC-Si_3N_4$. Результати випробувань різального інструменту з одержаних композитів при чистовому точінні загартованої сталі ШХ15 (62 HRC) за швидкості до ~300 м/хв засвідчили, що за основними показниками працездатності вони значно перевищують матеріал групи ВН типу Борсиніт та не поступаються кераміці групи ВЛ типу CBN100 (SECO).

Ключові слова: кубічний нітрид бору, карбід титану, нітрид кремнію, високий тиск, висока температура, спікання, керамо-матричний композит, різальний інструмент.

Вступ

Продуктивність обробки загартованих сталей та жароміцних сплавів значно підвищується при використанні нових інструментальних матеріалів на основі кубічного нітриду бору (КНБ, cBN), серед яких сучасна кераміка групи ВЛ за ISO 513:2004 (E) з 45–65 об. % cBN найперспективніша. В 2007 р. фахівці з національної вищої школи мистецтв і ремесел (ENSAM, Франція) здійснили порівняльні дослідження працездатності інструментів з керамо-матричними композитами (КМК) на основі cBN з метою визначення оптимального варіанта різального матеріалу для фінішної обробки жароміцного сплаву *Inconel 718*. Вивчали КМК з матрицею на основі різних сполук: TiN , TiC , $Ti(C,N)$ з (Al, Co) -сполуками, TiN зі сполуками Al та ін. Дисперсність cBN -компонента становила 2–8 мкм. Ключовий результат полягав у тому, що низький вміст cBN (50–65 об. %) з дрібними зернами (2–3 мкм) у керамічній матриці найоптимальніший [1]. Домінуючим механізмом зносу інструменту при точінні за швидкості різання 250–300 м/хв є адгезія та дифузія внаслідок хімічної спорідненості елементів оброблюваних деталей і різальної вставки з подальшим механічним винесенням продуктів взаємодії із зони різання.