

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. Петруша<sup>1</sup>**, д-р техн. наук; **О. С. Осіпов<sup>1</sup>**, **В. М. Бушля<sup>2</sup>**, **Т. І. Смірнова<sup>1</sup>**,  
**Ю. О. Мельничук<sup>1</sup>**, кандидати техн. наук; **С. Ю. Муковоз<sup>1</sup>**

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

<sup>2</sup>Лундський 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.

Вміст  $cBN$  у КМК, як правило, адаптують до умов обробки і хімічного складу оброблюваних матеріалів і він може значно змінюватись: 1) 45–65 об. %  $cBN$  у матриці на основі сполук елементів Ti, C, N, B, Al, O (група *BL*, *low-CBN grades*); 2) 70–95 об. %  $cBN$  переважно з металевою матрицею Co і Ni (група *BH*, *high-CBN grades*). Для використання як матричні матеріали найпридатніші сполуки: TiN, Ti(C,N), TiC, TiB<sub>2</sub>, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, SiC, МАХ-фази (наприклад Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>), що зумовлено їх високою твердістю, значним модулем пружності, хімічною стабільністю, високим опором корозії та високою зносостійкістю.

Для матеріалів групи *BL* характерний підвищений знос задньої поверхні інструмента при важкому переривчастому точінні, у той час як матеріали групи *BH* не такі чутливі до переривань, але швидко зношуються за високої швидкості різання [2–4]. Зарубіжні дослідники [5] з'ясували механізми зносу та причини різної поведінки матеріалів груп *BL* і *BH* при безпереривчастій, напів-переривчастій і переривчастій обробці загартованої сталі (HRC 52) AISI 4340. Застосовували три види КМК: PCBN-50 (50 об. %  $cBN$  у матриці TiC), PCBN-65 (65 об. %  $cBN$  у матриці TiCN) і PCBN-90 (90 об. %  $cBN$  у матриці Co-Ni). Компонент  $cBN$  зношувався при різанні внаслідок хімічних реакцій, які термічно активуються. Зі збільшенням об'ємного вмісту  $cBN$  у композиті підвищується швидкість його зносу при безпереривчастій обробці сталі, особливо за високої швидкості різання. Компоненти TiC і TiCN у КМК в умовах безпереривчастого точіння зношуються повільніше в умовах, що в результаті визначає зменшений загальний знос інструменту з матеріалів групи *BL*. При безпереривчастому обробленні інтенсивно зношується задня поверхня інструменту з PCBN-90, в той час як PCBN-50 зношується значно повільніше. У цьому разі кращим виявився інструмент з PCBN-65. При жорсткому переривчастому точінні термічно індукований знос зерен  $cBN$  зменшується, проте зв'язуючі фази видаляються з інструментального матеріалу з підвищеною швидкістю. Інструмент з PCBN-90, який містить 90 об. %  $cBN$ , у цих умовах виявив найдовший термін служби.

В нашій роботі досліджували КМК групи *BL* на базі двох основних компонентів ( $cBN$  і TiC) з додаванням невеликої кількості мікродисперсного Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (5 об. %). Функціонально використання Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> пов'язано зі специфічною превентивною дією цієї сполуки, внаслідок якої суттєво зменшується вірогідність забруднення зразків домішками з навколишнього середовища при спіканні КМК [6, 7]. Матриця в КМК, відповідно до концепції матеріалу групи *BL*, повинна суттєво стримувати оксидування і захищати  $cBN$  від руйнівної дії кисню за високою температури різання. Відомо, що через низьку точку плавлення V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, яка становить ~450 °C, стійкість до оксидування фази VN дуже низька. З огляду на це додавання Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> так само може сприяти підвищенню стійкості різального матеріалу, оскільки, як і у випадку SiC, після оксидування Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> утворюється щільний шар SiO<sub>2</sub>, який перешкоджає дифузії кисню аж до температури ~1600 °C. Аналогічні процеси спостерігаються в покриттях типу *nc-TiN/a-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>*, де *nc* – нанокристалічний стан; *a* – аморфний стан. Підвищена стійкість покриттів до оксидування зумовлена наявністю міцних і щільних міжфазних границь TiN з Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, що стримують дифузію кисню в об'ємі плівкового матеріалу [8].

### **Одержання керамо-матричних композитів на основі $cBN$**

При одержанні КМК використовували апарат високого тиску тороїдального типу АВТ-30 та стандартні методики термобаричних експериментів у спеціальних комірках високого тиску (КВТ) з контейнером з травертину та графітовим нагрівачем. Конструкція КВТ уможлиблює спікання за тиску 7–8 ГПа і температури до 2400 °C. Тривалість *p, T*-дії складає  $t = 30–90$  с.

Суміші готували з комерційно доступних порошків фірми H.C. Starck GmbH KG, зокрема TiC марки HV 250 та Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> марки M11 з розмірами частинок відповідно 4,5–7 і 0,3–1,5 мкм. Вихідний нітрид бору використовували у вигляді як готової фази (порошок  $cBN$

марки КМ 2/1 ИМ НАН України за ТУ 88.090.018-98), так і проміжної фази вюрцитного BN (ультрадисперсний wBN виробництва ПАТ «Запоріжбразив» за ТУ У 26.8-00222226-007-2003). В останньому випадку за оптимальної температури спікання КМК щодо досягнення максимальної густини композиту 2030 °С ( $t = 45$  с) спостерігалось майже повне перетворення wBN → cBN (~98,5 %).

У вихідних сумішах для спікання КМК вміст компонентів cBN (або wBN)–TiC–Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> становив 55–40–5 об. %. Гомогенізації сумішей досягали при дезагрегації порошків ацетоном з одночасним перемішуванням шихти в поворотному кульовому змішувачі з поліпропілену, який заповнювали на третину кульками з диоксиду цирконію. Загальна місткість поліпропіленового змішувача становила 200 мл, діаметр кульок не перевищував 10 мм. Тривалість змішування дорівнювала 30 хв. За цей час суміш порошків з ацетоном перетворювалась на сметаноподібну масу. Ацетон видаляли з одержаної маси випаровуванням за кімнатної температури, після чого суміш додатково пропікали за температури 100 °С протягом 10–12 год.

Суміш у вигляді прес-гранулята із самозв'язаних гранул розміром ≤0,5 мм брикетували у сталевій прес-формі під тиском 1 т/см<sup>2</sup>. У результаті одержали циліндричні зразки діаметром 13 мм і товщиною 7 мм для розміщення в КВТ. Діаметр спечених заготовок становив ~11,5, товщина – 5 мм, що дало змогу після їх механічного оброблення одержати різальні пластини типу RNMN 09T300 відповідно до вимог міжнародних стандартів. У разі використання вихідного cBN одержані композити позначали КМК-1, у разі використання wBN – КМК-2 (рис. 1).

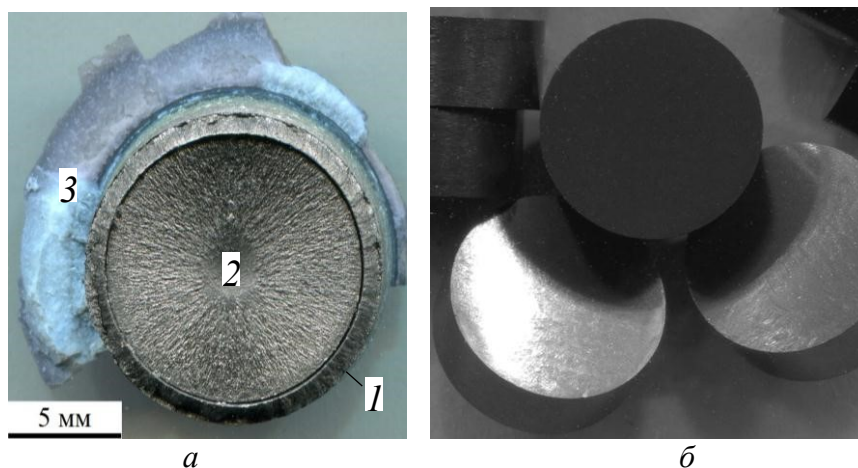


Рис. 1. Загальний вигляд КМК-1: а – після спікання в КВТ (1– графітовий нагрівач; 2 – спечена заготовка; 3 – фрагмент контейнера з травертину); б – різальні пластини RNMN 09T300F (ISO)

### Структура, фізико-механічні та різальні властивості КМК

Вивчення структур одержаних КМК здійснювали за стандартними процедурами рентгенівського та електронно-мікроскопічного дослідження. Вибірково вимірювали густину, пружні модулі методом УЗ тестування та твердість за Берковичем тільки зразків КМК-1 (рис. 2).

У структурі КМК-1 розміри областей з фазою TiC в 3–5 разів перевищували розміри зерен cBN (~1–2 мкм), що є наслідком використання недостатньо дисперсних вихідних порошків карбіду титану (розміром 4,5–7 мкм). Цю обставину можна розцінювати як певний недолік структури КМК, який у подальшому необхідно усунути. Візуально нові фази не виявлялись у композиті. Водночас результати рентенофазового аналізу засвідчили незначний вміст у зразку сполук TiCN і TiB<sub>2</sub>, що, ймовірно, свідчить про відносно слабку

хімічну взаємодію основних компонентів суміші в процесі термобаричного спікання. На макрорівні структура КМК-2 аналогічна структурі КМК-1.

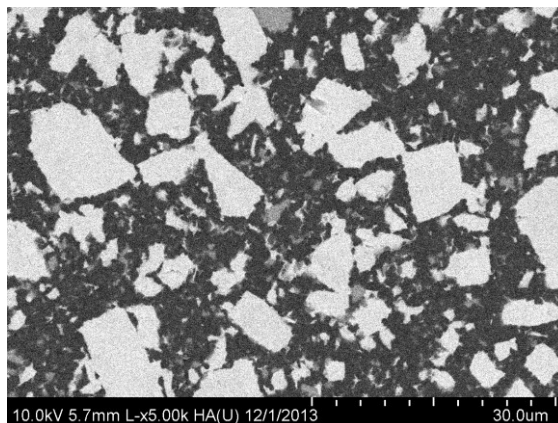


Рис. 2. Електронно-мікроскопічне зображення структури КМК-1: світлі області – TiC; темні зони – cBN; сіра фаза серед частинок cBN – Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

Середнє значення густини зразків КМК-1  $\bar{d} = 4,02 \pm 0,01$  г/см<sup>3</sup> з довірчою ймовірністю  $P = 95$  %. Модуль Юнга  $E = \sim 630$  ГПа, модуль зсуву  $G = \sim 270$  ГПа та модуль всебічного стискання  $B = \sim 320$  ГПа. Коефіцієнт Пуассона  $\eta = 0,17$ . У результаті дослідження навантажувальних характеристик (здійснювали 5 вимірювань кожного зразка) встановили, що при навантаженні 5 Н для трьох зразків КМК-1 заглиблення індентора Берковича  $h_c = 2,66 \pm 0,08$  мкм, розрахована твердість  $HB_{0,5} = 49 \pm 3,9$  ГПа при  $P = 95$  %.

Дослідження працездатності КМК при точінні загартованої сталі ШХ15 (62 HRC). Хімічний склад сталі наведено в табл. 1.

Таблиця 1. Хімічний склад сталі ШХ15\*

| Вміст хімічного елемента у сталі ШХ15, мас. % |           |         |        |         |          |          |         |     |
|---|-----------|---------|--------|---------|----------|----------|---------|-----|
| C   | Si        | Mn      | Ni     | S       | P        | Cr       | Cu      | Fe  |
| 0,95–1,05                                     | 0,17–0,37 | 0,2–0,4 | До 0,3 | До 0,02 | До 0,027 | 1,3–1,65 | До 0,25 | ~96 |

\* Зарубіжні аналоги сталі ШХ15: 1.3505, 100Cr6 (ЄС); 2258 (Швеція); LH15 (Польща).

Твердість оброблюваних заготовок вимірювали динамічним твердоміром ТДМ -1 (НПФ «Промприлад») і контролювали через кожні 2 мм знятого припуску. Лезову обробку здійснювали на токарно-гвинторізальному верстаті ФТ-11. Пластини встановлювали у прохідний різець з механічним кріпленням. Геометричні параметри різальної частини: передній кут  $\gamma = -10^\circ$ , задній  $\alpha = 10^\circ$ . Дослідження здійснювали за постійної подачі  $S = 0,1$  мм/об. та глибини різання  $t = 0,2$  мм.

Порівняльну працездатність одержаних КМК при точінні сталі ШХ15 оцінювали за результатами аналогічних випробувань стандартних пластин групи BL CBN100 (Seco, Швеція) з  $\sim 50$  об. % cBN та пластин групи BH типу Борсиніт з 96,7 об. % cBN (ІНМ НАН України).

Кінетику зношування різальних пластин при точінні в режимі реального часу вивчали з урахуванням зміни складових сили різання, які вимірювали універсальним динамометром УДМ-1200. Одержані дані фіксували в апаратно-програмному комплексі з модулем вимірювання з АЦП та опрацьовували на персональному комп'ютері.

Точіння з швидкістю різання до  $v = 140$  м/хв характеризується поступовим рівномірним зношуванням пластин та монотонним збільшенням сил різання. У разі обробки пластинами CBN100 відзначається вищий рівень складових сил різання порівняно з КМК-1. З підвищенням швидкості різання до  $v = 175$  м/хв зношування різальних пластин з Борсиніту мало вкрай нестабільний та інтенсивний характер. Різке ступінчасте збільшення сил різання засвідчило про утворення мікросколів на кромках і контактних поверхнях інструменту. Дані реєстрації сил різання інструменту з КМК та CBN100 свідчить про відносно низьку швидкість зношування. У свою чергу, зміна складових сили різання при точінні сталі ШХ15 зі швидкістю  $v = 225$  м/хв свідчить про високу працездатність КМК-1 і КМК-2. Інтенсивність зростання  $Y$ -компоненти сили при обробці пластиною з КМК-1 навіть нижча порівняно з CBN100, проте характеризується деякими коливаннями.

За отриманими даними побудували залежність швидкості зношування дослідних зразків від швидкості різання на початковій стадії зносу, що свідчить про перспективність застосування розроблених КМК групи BL для різання з високими швидкостями (рис. 3).

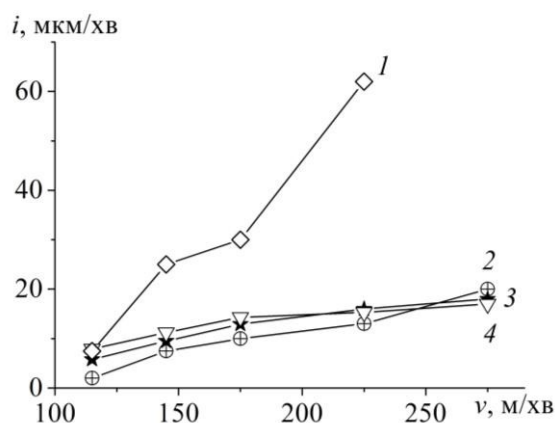


Рис. 3. Залежності швидкості зношування різального інструменту з різних матеріалів від швидкості точіння на початковій стадії зносу при точінні сталі ШХ15 (62 HRC) ( $S = 0,1$  мм/об.;  $t = 0,2$  мм): 1 – Борсиніт; 2 – CBN100; 3 – КМК-2; 4 – КМК-1

### Висновки

Результати дослідження показали, що одержані керамо-матричні композити на основі cBN групи BL КМК-1 і КМК-2 (вміст cBN – 55 об. %) дають змогу ефективно обробляти загартовані сталі твердістю 62 HRC типу ШХ15 за високої швидкості різання  $v = 250$ – $275$  м/хв при чистовому точінні. За швидкості різання понад 250 м/хв композити за працездатністю не поступаються світовим аналогам (CBN100 фірми SECO).

Спеканием микророшков при высокой температуре (2000–2100 °C) под давлением 7,7 ГПа получены керамо-матричные композиты на основе кубического нитрида бора в системах cBN-TiC-Si3N4 и (wBN→cBN)-TiC-Si3N4. Результаты испытаний режущего инструмента из полученных композитов при чистовом точении закаленной стали ШХ15 (62 HRC) при скоростях до ~300 м/мин показали, что по основным показателям работоспособности они значительно превосходят материал группы ВН типа Борсинит и не уступают керамике группы BL типа CBN100 (SECO).

**Ключевые слова:** кубический нитрид бора, карбид титана, нитрид кремния, высокое давление, высокая температура, спекание, керамо-матричный композит, режущий инструмент

Ceramic-matrix composites based on cubic boron nitride have been manufactured by micropowders sintering at temperature of 2000–2100 °C under pressure of 7,7 GPa using cBN-TiC-Si3N4 and (wBN→cBN)-TiC-Si3N4 systems. Cutting tests at finish turning of the hardened ShH15 steel (62 HRC) at speeds up to ~300 m/min showed that the produced composites in terms of

*efficiency significantly exceed the BH group material like Borsinit and not inferior the ceramic of BL group CBN100 type (SECO).*

**Key words:** *cubic boron nitride, titanium carbide, silicon nitride, high pressure, high temperature, sintering, ceramic-matrix composite, cutting tool.*

### Література

1. Costes J.P., Guillet Y., Poulachon G., Dessoly M. Tool-life and wear mechanisms of CBN tools in machining of Inconel 718 // Intern. J. of Machine Tools & Manufacture. – 2007. – V. 47. – P. 1081–1087.
2. Chou Y. K. Hard turning of M50 steel with different microstructures in continuous and intermittent cutting // Wear. – 2003. – V. 255. – P. 1388–1394.
3. Chou Y. K., Evans C. J. Cubic boron nitride tool wear in interrupted hard cutting // Wear. – 1999. – V. 225–229. – P. 234–245.
4. Diniz A. E., Gomes D. M., Braghini A. Jr. Turning of hardened steel with interrupted and semi-interrupted cutting // Mater. Processing Technol. – 2004. – V. 129, N2. – P. 240–248.
5. Halpin T., Byrne G., Barry J., Ahearne E. The performance of polycrystalline cubic boron nitride tools in continuous, semi-interrupted, and interrupted hard machining // Proc. IMechE. – 2009. – V. 223. – Part B: J. Eng. Manufacture. – P. 947–953.
6. Инфильтрационные явления в условиях высокого давления при спекании кубического нитрида бора / И. А. Петруша, М. В. Никишина, И. А. Боримский и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. 12. – С. 265–270.
7. Никишина М. В., Петруша И. А., Смирнова Т. И. Высокотемпературное спекание кубического нитрида бора с участием механизма рекристаллизационной ползучести // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2013. – Вып. 16. – С. 280–287.
8. Погребняк А. Д., Шпак А. П., Азаренков Н. А., Береснев В. М. Структура и свойства твёрдых и сверхтвёрдых нанокомпозитных покрытий // Успехи физ. наук. – 2009. – Т. 179, № 1. – С. 35–64.

*Поступила 19.06.14*

УДК 661.657.5

**Т. А. Гарбуз**, канд. техн. наук

*Институт сверхтвёрдых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев*

### **ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СВЕРХТВЕРДЫХ КОМПОЗИТОВ В СИСТЕМЕ cBN-B<sub>6</sub>O-Al**

*Приведены результаты исследования композитов, полученных в системе cBN-B<sub>6</sub>O-Al при спекании в аппаратах высокого давления типа «чечевица» при 4,2 ГПа и 1750 К. Установлено, что реакционное взаимодействие происходит с участием всех компонентов шихты. Определено оптимальное содержание субоксида бора в шихте – до 10 мас. %, при содержании 10 мас. % Al*

**Ключевые слова:** *кубический нитрид бора (cBN), субоксид бора (B<sub>6</sub>O), аппарат высокого давления (АВД) типа «чечевица», сверхтвёрдая фаза, параметры кристаллической решетки, твердость, плотность.*