

УДК 536.421.1:620.187:661.057.5

**О. И. Запорожец**<sup>1</sup>, канд. физ.-мат. наук; **Н. А. Дордиенко**<sup>1</sup>;  
**А. В. Бочко**<sup>2</sup>, д-р техн. наук; **Г. С. Доронин**<sup>3</sup>, канд. физ.-мат. наук;  
**Н. Н. Кузин**<sup>4</sup>, канд. хим. наук; **И. А. Петруша**<sup>5</sup>, д-р техн. наук

<sup>1</sup>Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины, г. Киев

<sup>2</sup>Институт проблем материаловедения им. И. М. Францевича НАН Украины, г. Киев

<sup>3</sup>ОАО «Государственный научно-исследовательский институт машиностроения им.  
В. В. Бахирева», г. Дзержинск, Россия

<sup>4</sup>Институт физики высоких давлений им. Л. Ф. Верещагина РАН г. Троицк, Россия

<sup>5</sup>Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев

### ИССЛЕДОВАНИЕ УПРУГИХ МОДУЛЕЙ ПСТМ ТИПА DBN, ПТНБ И ГЕКСАНИТА-Р ИМПУЛЬСНЫМ УЗ-МЕТОДОМ

*Elastic properties of polycrystalline superhard materials on a base of the dense modifications of boron nitride (DBN, PTNB, hexanit-R) were investigated by pulsed ultrasound method. A feature of DBN samples produced by solid phase transformation using a pyrolytic boron nitride as an initial material is the anisotropy of the longitudinal velocity of ultrasonic wave propagation. The degree of anisotropy varies from 0,25 to 1,69 % and always the velocity along the axial direction of the sample was lower than along radial one, what is possible due to texture of the polycrystalline material.*

#### Введение

В последние годы в семействе отечественных сверхтвердых материалов на основе нитридов бора кубического (эльбор-Р, киборит) и вюрцитного (гексанит-Р, ПТНБ) появились два новых материала, которые получают из различных разновидностей исходного пиролитического нитрида бора (ПНБ) методом прямого твердофазного превращения графитоподобных структур BN в алмазоподобные под действием высокого давления и температуры. Высококачественные поликристаллы кубического нитрида бора (сBN), полученные из бимодального ПНБ [1], рекомендовались для операций безударного точения [2, 3].

Второй материал с торговым названием DBN, также предназначен для прецизионных лезвийных инструментов при обработке деталей авто- и авиадвигателей, штампов и пресс-форм, приборов, запорно-распределительной арматуры и уплотнений, гидро- и пневмосистем, насосов, часов, радио- и видеотехники, контактных линз, световодов и волноводов, металлооптики, турбин, магнитов, микрофорсунок, наконечников измерительных приборов, выглаживателей и пр. Уникальные возможности DBN обусловлены высоким уровнем его физико-механических свойств, который определяется как чистотой, так и дисперсностью структуры материала (размер зерен 10–100 нм) [4]. Однако до сих пор DBN недостаточно полно охарактеризован по упругим характеристикам, что и явилось основным предметом исследования настоящей работы.

Ранее при изучении акустических и упругих свойств сверхтвердых материалов на основе плотных модификаций нитрида бора эффективно использовали метод импульсной ультразвуковой диагностики [5], который применяли и в данной работе при исследовании свойств наноструктурного DBN, полученного методом твердофазного превращения из исходного ПНБ. Результаты акустических исследований использовали для расчета упругих характеристик, значения которых сравнили с аналогичными значениями двух эталонных образцов ПТНБ, при получении которых использовали исходные смеси с различным содержанием порошков сBN и вюрцитного нитрида бора (wBN).

Кроме того, в работе исследовали режущую способность различных образцов DBN в условиях прерывистого точения закаленной стали. При этом полученные данные сопоставляли с аналогичными известными для гексанита-Р.

### Методика эксперимента

На этапе исследования акустических и упругих свойств *DBN* использовали образцы цилиндрической формы с плоскопараллельными лысками, параллельными оси цилиндра. Наличие лысок на цилиндрической поверхности позволило исследовать эффекты анизотропии в распространении ультразвуковых колебаний в терминах скорости ультразвука (*УЗ*) продольной ( $v_l$ ) и поперечной ( $v_t$ ). Указанные эффекты могут быть связаны как с вероятной аксиальной текстурой в образцах, так и с трансформацией поперечной ультразвуковой волны в поверхностную релеевскую волну, которая распространяется вдоль поверхности цилиндра в осевом направлении. Представлялось целесообразным изучить анизотропию скорости *УЗ*  $v_l$  и  $v_t$  в осевом и радиальном направлениях, исключив возможность трансформации поперечной волны в релеевскую путем механического закругления ребер на лысках образцов у основания цилиндра.

Продольную и поперечную скорости измеряли для разных ориентаций волнового вектора ( $\vec{k}$ ) и вектора поляризации ( $\vec{S}$ ) ультразвуковой волны. Определяли их средние величины, а также максимальный разброс для восьми образцов *DBN*. При этом векторы  $\vec{k}$  и  $\vec{S}$  направляли вдоль главных осей ортогональной системы координат (1 – ось цилиндра образца *Z*; 2 – *X*; 3 – *Y*). В обозначении скорости *УЗ* ( $v_{ij}$ ) первая цифра  $i$  подстрочного двузначного числа обозначает направление распространения волны, вторая  $j$  соответствует направлению вектора поляризации. Случаи  $i = j$  соответствуют продольной ультразвуковой волне,  $i \neq j$  – поперечной. Скобки  $\langle \dots \rangle$  обозначают среднее арифметическое измеренных или рассчитанных значений величин. Кроме того, для изучения анизотропии поперечной скорости *УЗ* и соответствующих сдвиговых компонент эффективных упругих коэффициентов вектор поляризации  $\vec{S}$  поворачивали  $360^\circ$  в плоскости, перпендикулярной к  $\vec{k}$ , и ориентировали в направлении 1 или 3. Таким образом получали информацию об угловой зависимости  $v_t(\varphi)$  в осевом 3 или радиальном 1, 2 направлениях.

В этой части исследований устанавливали также связь между акустическими параметрами исследованных наноматериалов, их фазовым составом и механическими свойствами. Фазовый состав образцов определяли рентгеновским методом (дифрактометр ДРОН-3М с графитовым монохроматором,  $\text{CuK}_\alpha$ -излучение). Полученные экспериментальные данные обрабатывали с помощью программы XRAY AN и базы данных PDF (комплекс КО-ИМЕТ РАН).

Режущие пластины из *DBN* испытывали в условиях прерывистого течения закаленной стали ХВГ ( $60 \pm 2$  HRC) на токарно-винторезном станке 16K20 по стандартной методике. Обрабатываемая деталь диаметром 70–74 мм и длиной 250 мм вдоль цилиндрической поверхности имела паз шириной 5 мм. Режим течения: скорость вращения детали  $n = 315$  об/мин; подача  $s = 0,06$  мм/об; глубина резания  $t = 0,2$  мм. Геометрия резцов в соответствии с общепринятыми обозначениями:  $\varphi = -45^\circ$ ;  $\varphi_1 = -15^\circ$ ;  $\lambda, \gamma = 0$ ;  $\alpha = \alpha_1 = 10^\circ$ ;  $R = 0,4$  мм. Исследовали зависимость износа режущей кромки пластины на задней поверхности от продолжительности течения.

### Результаты и их обсуждение

Структуры поликристаллических материалов, полученных из ПНБ в  $p, T$ -условиях, при которых рекристаллизационные процессы в образующейся кубической фазе *BN* неактивны, незначительно отличаются от структур ультрадисперсного гексанида-Р (рис. 1).

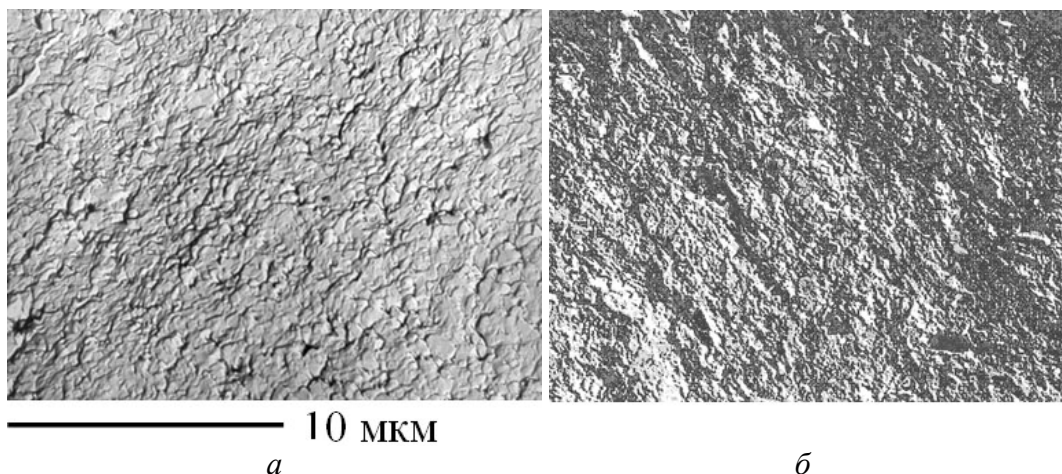


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение поверхности излома материалов, полученных различными способами: а – поликристалла *cBN* (метод твердофазного превращения из ПНБ [2, 3]), б – гексаниита-Р (метод спекания порошков)

Данные фрактограмм изломов свидетельствуют о тонкозернистом строении материалов. Плотность различных образцов DBN, установленная методом гидростатического взвешивания с применением кварцевых эталонов, составляет 3,411–3,4825 г/см<sup>3</sup> (табл. 1). Результаты рентгеновских исследований свидетельствуют о наличии графитоподобного нитрида бора (*hBN*) в образцах пониженной плотности и отсутствии в образцах максимальной плотности (табл. 1, рис. 2).

Таблица 1. Плотность и фазовый состав исследованных образцов DBN, а также усредненные значения скорости УЗ в образцах продольной  $\langle v_l \rangle$  и поперечной  $\langle v_t \rangle$

Образец	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Фазовый состав, об. %			Скорость УЗ, м/с	
		<i>cBN</i>	<i>wBN</i>	<i>hBN</i>	$\langle v_l \rangle$	$\langle v_t \rangle$
DBN-1	3,411	94,57	0,12	5,31	15563	10267
DBN-2	3,426	Не определяли			15676	10270,5
DBN-3	3,4636	99,80	0,07	0,12	15904	10364,5
DBN-4	3,469	95,79	0,03	4,18	15967	10515
DBN-5	3,4795	98,32	0,11	1,58	16170	10654
DBN-6	3,4815	Не определяли			16229	10488
DBN-7	3,4815	100,0	–	–	16295	10528,5
DBN-8	3,4825	99,94	0,06	–	16238	10736

Отметим, что для всех измеренных величин характерен количественный разброс по образцам, в частности минимальный разброс характерен для плотности ( $\Delta\rho/\langle\rho\rangle = 2,06\%$ ), максимальный – поперечной скорости в осевом направлении ( $\Delta v_{3j}/\langle v_{3j} \rangle = 6,28\%$ ). Продольная скорость в осевом направлении для всех образцов  $v_{33}$  ниже, чем в радиальном  $v_{11,22}$ . Степень анизотропии  $v_l$  образцов составляет от 0,253 до 1,693 %.

Поперечная скорость УЗ зависит как от направления волнового вектора  $\vec{k}$ , так и вектора поляризации  $\vec{S}$ . В частности, для вектора  $\vec{k}$ , ориентированного вдоль оси 3,  $v_t$  независимо от ориентации  $\vec{S}$  ( $v_t(\varphi) = const$ ), ниже, чем для вектора  $\vec{k}$ , перпендикулярного к оси 3 (параллельного осям 1, 2) и поляризованной в радиальном направлении  $v_{3j} \langle v_{12,21} \rangle$ .

При распространении поперечной ультразвуковой волны вдоль оси 1 при вращении вектора  $\vec{S}$  в плоскости, перпендикулярной к ней, наблюдается анизотропия  $v_t(\varphi)$ . При этом  $v_{12,21} > v_{13,23}$ , т. е. при ориентации вектора поляризации в радиальном направлении поперечная

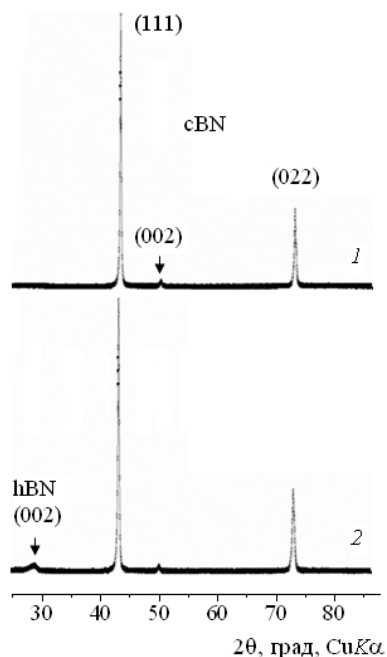


Рис. 2. Рентгеновские дифрактограммы образцов DBN (табл. 1):  
1 – DBN-8; 2 – DBN-1 (5,31 об. % hBN)

ствием недостаточной воспроизводимости условий термобарического воздействия, поскольку процесс осуществляется при предельно высоких параметрах термобарического воздействия ( $p = 8-9$  ГПа,  $T = 2500$  К).

Таблица 2. Усредненные значения упругих модулей и коэффициента Пуассона образцов DBN по сравнению с эталонными образцами ПТНБ

Образец	Упругий модуль, ГПа			Коэффициент Пуассона $\langle \eta \rangle$
	$\langle E \rangle$	$\langle G \rangle$	$\langle B \rangle$	
DBN-1	801,6	359,6	346,8	0,115
DBN-2	812,4	361,4	360,0	0,124
DBN-3	841,5	372,1	380,0	0,131
DBN-4	856,9	383,5	373,0	0,117
DBN-5	881,9	394,9	383,2	0,116
DBN-6	874,2	382,9	406,3	0,141
DBN-7	881,2	385,9	409,9	0,142
DBN-8	892,5	401,4	383,0	0,112
ПТНБ (10)*	902±7	398±2	411±4	0,134±0,002
ПТНБ (20)**	903±7	398±2	412±4	0,135±0,002

\*, \*\* – соответственно 10 и 20 мас. % wBN в исходной смеси с cBN;

При изучении работоспособности инструмента установили, что поведение всех исследованных режущих пластин DBN в условиях прерывистого точения примерно одинаково до 15 минуты работы (табл. 3). Отметим, что обычно для высокочистых поликристаллических материалов cBN, обладающих относительно низкой трещиностойкостью, разрушение режущей кромки наблюдается на 1–5-й минутах точения при указанном режиме обработки. Работоспособность DBN в первые 15 минут точения практически такая же, как и у гексанита-Р

скорость выше, чем при ориентации  $\vec{S}$  вдоль оси цилиндра. В изученной партии образцов значение анизотропии  $v_i(\varphi)$  колеблется от 9,81% до 13,18%.

Одной из причин выявленной анизотропии скорости УЗ может быть текстура исследуемых заготовок. При этом с учетом наблюдавшейся устойчивости  $v_i(\varphi)$  для  $\vec{k}$  вдоль оси 3 (осевое направление) можно сделать вывод об аксиальности возможной текстуры. Однако следует заметить, что зафиксированное различие значений  $v_{12}$  и  $v_{13}$  может обуславливаться также другими причинами, например, возбуждением в образце при  $\vec{S}$  параллельно оси 3, кроме поперечной ультразвуковой волны с  $\vec{k}$  в радиальном направлении, поверхностной релеевской волны, скорость которой  $v_R$  ниже  $v_i$  примерно на 10 %, а затухание может быть существенно ниже.

Значения модулей Юнга  $E$ , сдвига  $G$ , всестороннего сжатия  $B$  и коэффициента Пуассона  $\eta$  в расчетах усреднены по всем направлениям (табл. 2).

Результаты анализа полученных данных показывают, что модули  $\langle E \rangle$ ,  $\langle G \rangle$  и  $\langle B \rangle$ , а также коэффициент Пуассона с повышением плотности DBN увеличиваются (рис. 3). При этом при повышенных значениях  $\rho$  наблюдается существенный разброс данных, что может быть связано с различием фазового состава образцов и, очевидно, является следствием

(диаметр – 5,0 мм, плотность  $\rho = 3,45 \text{ г/см}^3$ ,  $E = 795 \text{ ГПа}$ ), что, очевидно, обусловлено особенностями наноструктурного состояния материалов.

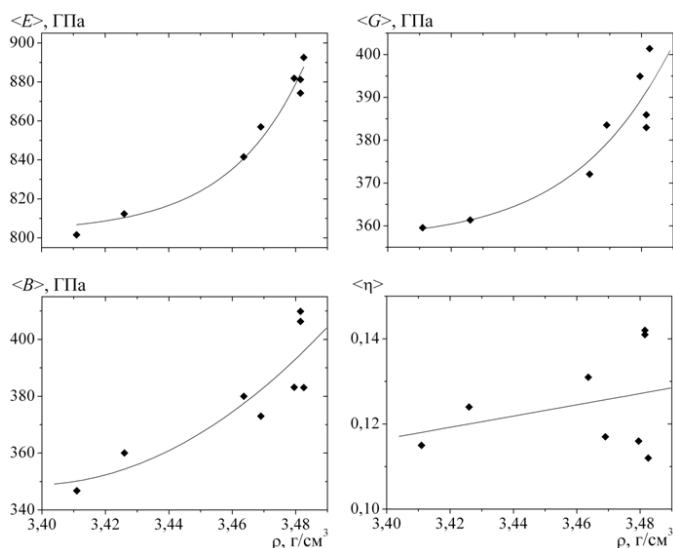


Рис. 3. Зависимости усредненных значений модулей Юнга  $E$ , сдвига  $G$ , всестороннего сжатия  $B$  и коэффициента Пуассона  $\eta$  от плотности образцов DBN

Таблица 3. Результаты испытаний режущего инструмента, оснащенного пластинами из DBN, при прерывистом точении закаленной стали ХВГ

Режущая пластина*	Износ на задней поверхности, мм, при продолжительности точения, мин				
	1,5	5	10	15	20
DBN-1	0,04	0,05	0,09	0,14	0,20
DBN-3	0,025	0,05	0,09	0,11	0,13
DBN-4	0,03	0,05	0,07	0,14	0,18
DBN-5	0,035	0,08	0,09	0,11	0,21
DBN-7	0,03	0,06	0,09	0,11	0,16
DBN8	0,04	0,065	0,09	0,11	0,14

\* Обозначение режущей пластины соответствует обозначениям образцов в табл. 1 и 2.

Вместе с тем уже на 20 минуте износ пластин DBN резко повышается до  $h_3 = 0,2 \text{ мм}$ , что довольно существенно отличается от поведения гексанита-Р, который равномерно изнашивается до  $h_3 = 0,2 \text{ мм}$  за 30–40 мин обработки (рис. 4).

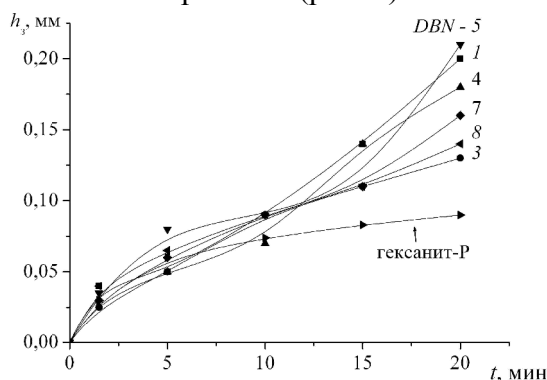


Рис. 4. Зависимости износа режущих кромок пластин из DBN на задней поверхности от продолжительности точения (прерывистое резание) цилиндрической детали из стали ХВГ HRC 58–60. Цифры 1, 3–5, 7 и 8 обозначают режущие пластины DBN в соответствии с табл. 3

Вероятно, ударно-волновое происхождение wBN, на основе которого создается структура гексаниа-Р, субмикронный размер частиц исходного порошка (0,05–1,0 мкм) и их наноструктурное состояние (30–50 нм) создают ему дополнительные преимущества по сравнению с DBN.

### Выводы

1. DBN представляет собой практически монофазный поликристаллический материал cBN, в котором wBN и hBN присутствуют в виде небольшого количества примесей (1–5 мас. %).

2. Модуль Юнга DBN в зависимости от плотности материала (3,41–3,48 г/см<sup>3</sup>) изменяется в пределах 800–890 ГПа.

3. Некоторая анизотропия упругих свойств DBN может быть вызвана слабой аксиальной текстурой поликристаллов. Вместе с тем вследствие малых размеров исследованных образцов возможна трансформация поперечной ультразвуковой волны в релеевскую, что также приводит к зависимости акустических характеристик от направлений. Указанный вопрос требует дополнительного изучения с привлечением структурно-чувствительных методов.

4. Сопоставление режущих свойств и упругих модулей DBN, ПТНБ и гексаниа-Р указывает на близость этих материалов с позиции их возможного применения в качестве инструментальных для обработки закаленных сталей и высокопрочных чугунов, являющихся основной номенклатурой машиностроения. В условиях малодоступности ПНБ, который необходим для получения DBN, предпочтительнее использовать в режущем инструменте ПТНБ и гексанит-Р.

5. Учитывая хорошую корреляцию между скоростью УЗ, плотностью и результатами механических испытаний исследованных образцов, можно также утверждать, что использованный в экспериментах УЗ метод имеет перспективу более широкого применения для экспрессной диагностики ПСТМ, в том числе и с нанокристаллической структурой.

Авторы выражают признательность Генеральному директору ООО «Микротехника» С. Н. Малышеву за предоставленную возможность приобрести образцы DBN для исследований.

### Литература

1. Шарупин Б. Н., Кравчик А. Е., Ефременко М. М. и др. Анализ структуры пиролитического нитрида бора // Журн. прикладной химии. – 1990. – Т. 63, № 8. – С. 1698–1701.
2. Novikov N. V., Petrusha I. A., Turkevich V. Z. et al. Promising High Purity Polycrystalline cBN Material for Precision Cutting // Proc. of the 1st Intern. Industrial Diamond Conf. «Diamond At Work», 20–21 October 2005, Barcelona, Spain. – CD ROM, Copyright © 2005 Diamond At Work Ltd, www.diamondatwork.com.
3. Dub S. N., Petrusha I. A. Mechanical properties of polycrystalline cBN obtained from pyrolytic gBN by direct transformation technique // High Pres. Res. – 2006. – V. 26, N 2. – P. 71–77.
4. Микротехника: Прецизионные лезвийные инструменты из ПСТМ на основе плотных модификаций нитрида бора (DBN) // <http://www.microtechnika.ru/> <http://www.microtechnika.ru/modules/catalog/index.php?categoryId=15>, С. 1.
5. Бочко А.В., Ярош В.В., Балан Т.Р. и др. Условия получения крупногабаритных заготовок гексаниа-Р и их характеристики // Порошковая металлургия. – 1998. – № 1/2. – С. 55–63.

Поступила 08.06.10