

І. А. Петруша, д-р техн. наук; **Ю. О. Мельничук**, **О. С. Осіпов**, **В. Є. Моціль**,
Д. А. Стратійчук, **Т. І. Смірнова**, кандидати технічних наук¹;
Н. М. Білявіна, канд. фіз.-мат. наук²; **В. М. Ткач**, д-р фіз.-мат. наук;
Є. Ф. Кузьменко, н. с.; **Ю. І. Садова**, аспірантка¹

¹Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2,
04074, м. Київ, Україна, e-mail: dialab@ism.kiev.ua

²Київський національний університет ім. Тараса Шевченка, пр. Академіка Глушкова, 4,
03127, м. Київ, Україна, e-mail: nbelyavina@bigmir.net

ІНСТРУМЕНТАЛЬНИЙ МАТЕРІАЛ З КУБІЧНОГО BN ДЛЯ ОБРОБКИ ВОЛЬФРАМО-КОБАЛЬТОВИХ ТВЕРДИХ СПЛАВІВ

Процес прямого конверсійного спікання (ПКС) графітоподібного гексагонального нітриду бору (*hBN*), при якому за достатньо високих параметрів термобаричної дії можливе утворення монофазної полікристалічної структури виключно на основі кубічного BN, використано для отримання суттєво чистого (напівпрозорого) високотвердого матеріалу інструментального призначення (*BL-PcBN*). Для досягнення необхідних *p, T*-умов повної конверсії *hBN* → *cBN* було задіяно апарат високого тиску тороїдального типу (*ABTT-30*). Напівпрозорі зразки *BL-PcBN*, що мали діаметр до 12,2 мм при товщині 4,5 мм, отримані при тиску *p* = 8–9 ГПа і температурі *T* > 2250 °C за тривалості процесу 40 с. Рентгенівські дослідження свідчили про наявність в матеріалі сильної аксіальної текстури [111], такої, що її вісь нормальна до торцевої поверхні зразка. Найбільша ретикулярна густина поверхонь (111) кристалітів *cBN* та їх субструктурні особливості обумовлюють надзвичайно високу твердість цієї поверхні. Так, у разі тестування з використанням піраміди Віккерса *HV* = 80,9 ± 0,2 ГПа (навантаження *F* = 49 Н). Теплопровідність отриманого *BL-PcBN* при 300 К становила $\lambda \cong 195,4 \pm 2,3$ Вт/(м·К). Випробування працездатності матеріалів у ріжучому інструменті виконано в екстремальних умовах механічної обробки – точіння деталей з цементованого карбіду марки *BK 15*. В порівнянні з ріжучою керамікою групи *BN* на основі *cBN* (~ 97 об. %) зносостійкість різця з *BL-PcBN* вище в 1,5–1,9 рази, в залежності від режимів обробки. Крім цього, можливе підвищення швидкості точіння приблизно в 2 рази. Очікується, що отриманий *BL-PcBN* може бути ефективним і при фрезеруванні титанових сплавів, сплавів *Co-Cr* та жароміцних сплавів на нікелевій основі.

Ключові слова: графітоподібний гексагональний нітрид бору, високі тиски, пряме конверсійне спікання, кубічний BN, інструментальний матеріал, точіння цементованого твердого сплаву *BK 15*.

Чистий полікристалічний кубічний нітрид бору (монофазний *cBN*, *binderless cBN*, *BL-cBN*) останнім часом все більше привертає увагу як об'єкт інструментального матеріалознавства. Так, наприклад, нещодавно А. Ueda з групою менеджерів (*Sumitomo Electric Industries, Ltd*) проаналізували можливості комерційного продукту *BL-cBN* за торговою маркою «*SUMIBORON BINDERLESS*», виходячи з особливостей структури, фізичних властивостей, фізико-механічних та експлуатаційних характеристик ріжучого інструменту [1]. За відмінностями в дисперсності структури використовували два варіанти *BL-cBN* – ультратонкий з розміром зерна $l \cong 350$ нм (*NCB100*) і ультрасупертонкий (*IX002*) з $l \cong 50$ нм.

З матеріалу *NCB100*, який демонстрував більш високу твердість і теплопровідність, ніж традиційний *PCBN* зі зв'язкою, виготовляють змінні вставки геометрії *ISO* для високошвидкісної високоточної обробки з тривалим терміном служби інструменту. Він також застосовується для фрез, здатних обробляти важкі до різання матеріали на високих швидкостях, такі як жароміцні сплави та шаруваті матеріали.

Матеріал *IX002* характеризується значно більшою протяжністю міжзеренних границь, ніж *NCB100*, і його переважно застосовують в торцевих фрезах малого діаметру для фінішної обробки прес-форм із загартованих сталей, коли температура кромки залишається відносно

низькою під час різання. Очікується, що обидва матеріали будуть працездатними в тих випадках, коли механічний знос є основним фактором, що впливає на термін служби інструменту під час різання. Також існує певний позитивний прогноз щодо високої ефективності використання *BL-cBN* при обробці титанових сплавів, сплавів Co-Cr та жароміцних сплавів на нікелевій основі.

Наявні передумови щодо перспективності використання BL-cBN в якості інструментального матеріалу. Н. Sumiya і К. Hirano звернули увагу на тісну аналогію в одержанні за технологією ПКС нано-полікристалічних матеріалів алмазу (NPD) і *BL-PcBN* [2, 3]. В разі алмазу високочистий вуглецевий матеріал (99,99 мас. % C) трансформували в NPD прямим твердофазним перетворенням за екстремальних параметрів термобаричної дії ($p = 16\text{--}17$ ГПа, $T = 2200\text{--}2300$ °С, $t = 20$ хв), використовуючи двоступінчастий багатопуансонний апарат високого тиску «*Dia*» (різновид апарату «*Kawai*»; див. відео з інтернет ресурсів на <https://www.youtube.com/watch?v=RBHq6mz8VMo>). Встановлено, що отриманим NPD притаманна надзвичайно висока жароміцність у порівнянні з традиційним матеріалом *PCDTM*, що очевидно пов'язано з підвищенням рівня міжзеренної когезії у високочистій структурі за відсутності біндерних фаз. Крім того, рекристалізаційний ріст зерен, що потенційно небезпечно падінням міцності NPD, фіксувався в умовах високих тисків лише починаючи з температури ~ 2700 °С.

При отриманні *BL-PcBN* Akaishi M. та Satoh T. з співвиконавцями використовували кристалічний *hBN* *Denkikagaku Co* ($d_{002} = 0,3327$ нм та $L_{c(002)} > 100$ нм), попередньо зменшивши в ньому вміст кисню від 0,3 до 0,06–0,07 мас. % шляхом термічної обробки порошку при 2100 °С протягом 2 годин у струмі високочистого азоту [4]. ПКС здійснювали за тиску 6,5–7,7 ГПа та температури 2000–2150 °С протягом 30 хв. Отриманий прозорий *BL-PcBN* відрізнявся високою термостійкістю. Так, після термообробок до 1300 °С розтріскування матеріалу не відбувалося, і навіть після додаткового відпалу зразка у вакуумі при 1400 °С протягом години утворення тріщин не спостерігалось, незважаючи на деякі ознаки початкових стадій зворотного перетворення *cBN*→*hBN*.

На відміну від NPD, в разі одержання *BL-PcBN* використовували модернізований варіант апарату «белт» з метою підвищення p, T -умов ПКС [2, 3, 5]. Тривалість термобаричної дії в експериментах становила 15 хв. Вихідний порошок *hBN* з менш ніж 0,03 мас. % домішки V_2O_3 розміщували в танталовій капсулі після пресування до густини $1,75$ г/см³ в сталевій прес-формі. Розміри зерен в зразках *BL-PcBN*, отриманих при температурах нижче 2300 °С, не перевищували 0,5 мкм. При температурах ПКС в діапазоні 2400–2700 °С зерна швидко зростають до ~ 5 мкм і більше. Порівняльні дослідження жароміцності при поперечному згинанні зразків (*TRS*) показали, що традиційний *PCBNTM* починає втрачати міцність починаючи з температур ~ 600 °С, тоді як для отриманого *BL-PcBN* спостерігається підвищення *TRS* майже вдвічі при нагріванні матеріалу аж до 1300 °С.

Ряд результатів з практичного застосування *BL-PcBN* свідчить про перспективність його використання в інструменті для прецизійної обробки залістистих матеріалів, хоча досягнутий розмір спечених заготовок відносно невеликий і не перевищує 7 мм за діаметром [5–7].

Зазначимо, що прозорість або напівпрозорість *BL-PcBN*, яку можна часто спостерігати при ПКС достатньо чистих вихідних порошкових та блочних піролітичних прекурсорів графітоподібного *BN*, можна розглядати як діагностичну ознаку повної завершеності твердофазного перетворення, при якому отримують полікристал *cBN* з гранично високою густиною, когезійною міцністю внутрішніх границь в субмікронній зеренній структурі та, відповідно, високими твердістю, термостійкістю, жароміцністю, теплопровідністю і пружними модулями. З огляду на технічні можливості в практичній реалізації процесів ПКС наявні результати вказують на те, що необхідні термобаричні умови можна створювати і в

апаратах тороїдального типу (АВТТ-20 і АВТТ-30) з використанням модернізованих конструкцій комірок високого тиску [8].

Розвиток технологій ПКС в ІНМ НАН України. В Інституті надтвердих матеріалів НАН України дослідження процесів ПКС hBN, а також вюртцитного BN, були розпочаті більше 50-ти років тому і в той час завершилися розробкою технологічних процесів отримання інструментальних матеріалів ісміт-2 (3) [9]. Для створення високих тисків і температур використовували АВТТ-13,5 (об'єм зразка $\sim 0,05 \text{ см}^3$). Подальший розвиток технологій базувався на застосуванні АВТТ-20 і АВТТ-30 з корисними робочими об'ємами для зразка відповідно до $\sim 0,4$ та $1,2 \text{ см}^3$.

Фундаментальні дослідження структурних механізмів твердофазних перетворень нітриду бору в багатьох аспектах проводились найбільш детально у тісній співпраці з фахівцями ІПМ НАН України, наприклад [10–12]. Було встановлено, що при високих тисках (7–10,5 ГПа) трансформації графітоподібних гексагональних або ромбоедричних структур BN в кубічну сфалеритоподібну в області відносно низьких температур відбуваються поетапно за механізмами кооперативних зсувних деформацій і, як правило, за участі проміжних метастабільних станів, зокрема з утворенням проміжної вюртцитної модифікації BN. Певні орієнтаційні співвідношення кристалічних ґраток вихідних та кінцевих фаз з появою в них текстур є показовим атрибутом альтернативної метастабільної поведінки за умов низької дифузійної активності. З переміщенням в область активної самодифузії незмінно досягається монофазний стан полікристалічного матеріалу виключно на основі стабільного cBN, причому текстурованість полікристалу може зберігатися, принаймні до активного розвитку збиральної рекристалізації.

Процес ПКС не є традиційним процесом спікання мікропорошків cBN і не пов'язаний з необхідністю їх придбання, або синтезу за трудомісткою технологією спонтанної масової кристалізації та збагачення продукту. Інтерес до конверсійного спікання безумовно посилюється через появу на світовому ринку різноманітних високоякісних прекурсорів hBN. Особливу увагу приділяють чистоті вихідних дисперсних матеріалів через їх схильність адсорбувати гази та вологу з повітря, а часто і через наявність в них технологічних забруднень. В процесі ПКС критичним чинником є необхідність повного завершення конверсії hBN \rightarrow cBN з досягненням в полікристалічних зразках рівня густини, що наближається до теоретичного значення густини cBN ($d \cong 3,492 \text{ г/см}^3$).

В наших експериментах з прямого конверсійного спікання чистого hBN, що були виконані в АВТТ-20 на базі пресового устаткування моделі ДО-043, використовували високі температури понад 2000 °С і тиск, підвищений до $\sim 10,5$ ГПа [13]. При $T \approx 2200$ °С за 40 с термобаричної дії утворювався напівпрозорий полікристалічний матеріал cBN без будь-яких залишків графітоподібної фази BN. Одержані зразки мали форму циліндрів діаметром і висотою відповідно до 8 і 4,5 мм. Методика виконання аналогічних експериментів з використанням АВТТ-30 в загальних рисах не відрізнялась, хоча і мала певні особливості [14, 15]. В даній роботі наведений ряд результатів з попередніх досліджень отриманих зразків VL-PcBN великих розмірів (структурні характеристики, деякі фізичні і фізико-механічні властивості). Прогнози щодо використання матеріалу в якості інструментального ґрунтувалися на результатах визначення зносостійкості ріжучого інструменту, що був оснащений VL-PcBN. Тестування інструменту здійснювали в тяжких умовах обробки твердого сплаву з цементованого карбїду системи WC-Co (марка ВК 15).

За зовнішньою морфологією частинкам вихідного порошку прекурсору hBN притаманна лускоподібна кругляста форма (пластинчастий габїтус), що узгоджується з аналогічними результатами [13] (рис. 1, а).

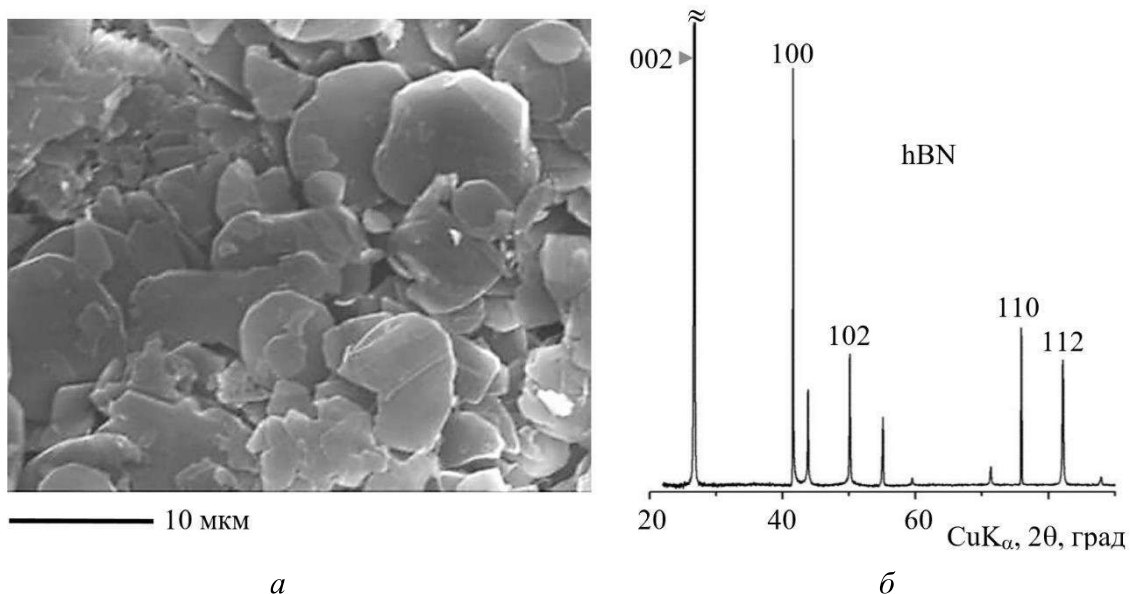


Рис. 1. Вихідний прекурсор hBN для отримання VL-PcBN шляхом ПКС: а – зовнішня морфологія частинок порошку (зображення в СЕМ Zeiss EVO 50 XVP); б – дифракційний рентгенівський спектр при зйомці на відбиття (геометрія Брегга-Брентано); індекси Міллера площин в ґратці hBN наведено тільки для найбільш інтенсивних відбиттів

Рентгенівська дифракційна картина складається виключно з відбиттів гексагональної графітоподібної модифікації VN (рис 1, б). Про високий рівень 3D-упорядкування структури з малою концентрацією турбостратних дефектів, що оцінена як $\beta \leq 2,6 \%$, свідчила відсутність помітного розмиття дифракційних рентгенівських піків. Періоди кристалічної ґратки hBN становили $a = b = 0,25041(1)$ нм і $c = 0,66551(5)$ нм (просторова група $P6_3/mmc$). Об'єм елементарної комірки $V = 36,1595 \text{ \AA}^3$, густина $d = 2,279 \text{ г/см}^3$.

Процес ПКС hBN здійснювали при температурі $T \approx 2250 \text{ }^\circ\text{C}$ і тиску $p \approx 8 \text{ ГПа}$ за тривалості термобаричної дії 40 с [14, 15]. Отримані зразки VL-PcBN сягали розмірів 12,2 мм за діаметром при товщині до 4,5 мм. Матеріал виглядав напівпрозорим, а за результатами рентгенофазового аналізу перетворення hBN \rightarrow cBN було повністю завершеним (рис. 2).

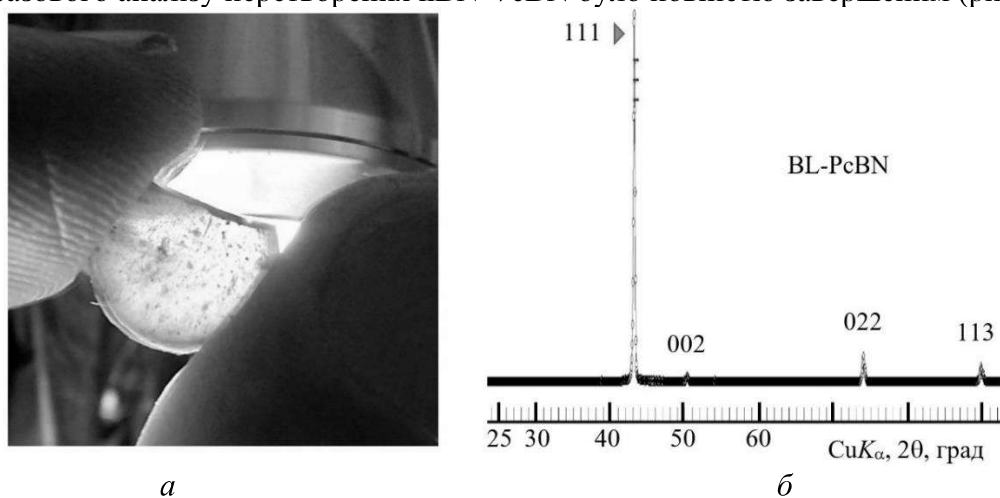


Рис. 2. Напівпрозорий VL-PcBN, отриманий методом ПКС кристалічного порошкового прекурсорі hBN при тиску $p \approx 8 \text{ ГПа}$ і температурі $T \approx 2250 \text{ }^\circ\text{C}$ за тривалості процесу 40с: а – зовнішній вигляд зразка після видалення поверхневих забруднень; б – рентгенівська дифракція в разі стандартної геометрії падаючого пучка на базисну площину зразка

Параметри реальної структури BL-PcBN визначені з урахуванням специфічного характеру рентгенівської дифракції для даної геометрії зйомки від базисної поверхні зразка (табл. 1).

Таблиця 1. Результати розрахунків тонкої структури BL-PcBN за даними рентгенівських досліджень

Характеристика	Значення показника
Параметр решітки ($a=b=c$), Å	3,6139 (3)
Об'єм комірки, Å ³	47,1989
Густина, г/см ³	3,493
Лінійний коефіцієнт поглинання, см ⁻¹	18,46
Мікроспотворення, $\delta d/d$	0,00052 (4)
Мікронапруги, ϵ , ГПа	0,62 (5)
Розмір ОКР, нм	37,2 (18)
Щільність дислокацій, D , см ⁻²	0,220E+12

Як можна побачити, на рівні субструктурного стану отриманий полікристалічний матеріал є ультрафрагментованим з розміром областей когерентного розсіяння $37,2 \pm 0,18$ нм. Суттєво підсилене відбиття 111 на дифракційній картині зразка вказує на наявність в полікристалічному BL-PcBN сильної аксіальної текстури [111], такої, що її вісь нормальна до торцевої поверхні зразка. Як відомо з розрахунків співвідношень інтенсивностей ліній cBN [16], у випадку повної ізотропії відбиття 022 має становити 37 % від максимуму інтенсивності відбиття 111, а не 7,8 %, як це спостерігалось (рис. 2, б). Дифракція при ортогональній орієнтації зразка (призматична площина), навпаки, дає послаблене відбиття 111 і посилене до 41 % відбиття 022. Безумовно, поява текстури пов'язана з наявністю текстури укладання при компактуванні зразка прекурсору hBN через пластинчастий габітус його частинок, що мають розвинуту базисну площину 002 hBN (рис. 1, а). Кристалоорієнтований характер перетворення hBN \rightarrow cBN, якому сприяє високий рівень 3D-упорядкування вихідної гексагональної структури ($P_3 = 1 - \beta$; $P_3 \geq 97,4$ %), визначає певні орієнтаційні співвідношення між вихідною та кінцевою фазами, а саме $(002)_h // (002)_w // (111)_c$, де w позначає проміжну метастабільну модифікацію вюртцитного BN [12]. Внаслідок такої поведінки по завершенню ПКС кристаліти cBN однією з тетраедричних площин $\{111\}$ виявляються орієнтованими переважно паралельно базисній поверхні зразка, а трьома іншими – хаотично розвернутими в азимутальних напрямках. Найбільша ретикулярна густина площин (111) кристалітів cBN та їх субструктурні особливості обумовлюють надзвичайно високу твердість цієї поверхні.

Твердість BL-PcBN за Віккерсом. Для визначення твердості базисної поверхні зразка був застосований твердомір Innovatest Europe BV, type Falcon 509. Для порівнянь також вимірювали твердість ріжучого матеріалу керамічного типу групи BH на основі cBN (~97 об. %), позначеного далі як PcBN(BH), що отриманий за традиційною технологією спікання мікропорошків кубічного BN в умовах високих тисків і температур [17]. Значення твердості відповідали середнім величинам з трьох рівноточних тестувань для кожного зі зразків. Тривалість зосередженого навантаження індентором при фіксованому зусиллі (P) становила 10 с. Вимірювання і розрахунки твердості виконували за стандартними процедурами з використанням співвідношення HV (ГПа) = $1,854 \cdot P / (10^3 \cdot D^2)$, де розмірності P і D мають бути

відповідно в Н і мм; $D = (d_1 + d_2)/2$, де d_1 і d_2 – довжини ортогональних діагоналей відбитку від піраміди Віккерса на поверхні зразка.

Встановлено, що твердість РсBN(BH) суттєво залежить від структурного стану спеченої кераміки. Так, твердість зразків з максимальним рівнем деформаційного зміцнення (оптимальна температура спікання) досягає $47,2 \pm 5,1$ ГПа при $P = 19,6$ Н. В умовах високотемпературного відпалу дефектів (при спіканні вище 2400 °С) внаслідок рекристалізаційного знеміцнення структури кераміки її твердість падає приблизно до $31,8$ ГПа.

В разі BL-РсBN визначення твердості для того ж P були ускладнені через малі розміри відбитків, які утворювалися на базисній поверхні зразка. Збільшення зусилля навантаження до 49 Н і, відповідно, розміру відбитків дозволило виконати певні попередні оцінки твердості полікристалу, середнє значення якої досягло $80,9 \pm 0,2$ ГПа.

Відомо, що існує деяка неузгодженість даних з твердості монокристалів сBN через використання різних методів топографічного аналізу відбитків від піраміди [18]. Але навіть орієнтовні порівняння значень зі значною долею впевненості свідчать про більш високу твердість BL-РсBN. Зокрема, твердість грані (111) монокристалу сBN навіть при відносно малому зусиллі навантаження $P = 1,96$ Н становить $48,2$ – $48,9$ ГПа за даними вимірювань з використанням атомно-силової мікроскопії. Разом з тим, попередні оцінки за даними вимірювань з застосуванням оптичної мікроскопії відповідають значенню ~ 62 ГПа [19].

Теплопровідність напівпрозорого полікристалічного BL-РсBN. Теплопровідність полікристалу визначали при температурі 300 К нестационарним методом теплової хвилі за допомогою вимірювача ІТ-02Ц, що передбачав використання еталону теплопровідності з міді високої чистоти, для якої $\lambda = 401$ Вт/(м·К). Середнє значення теплопровідності з десяти незалежних вимірювань становило $\bar{\lambda} \cong 195,4 \pm 2,3$ Вт/(м·К), де довірчий інтервал відповідає надійності 95 %. Вказане значення теплопровідності більш ніж на 40 % перевищує теплопровідність керамічного ріжучого матеріалу РсBN(BH). Дані по теплопровідності деформаційно зміцненого РсBN(BH) з густиною $3,447$ г/см³ для широкого інтервалу температур 25 – 1100 °С були отримані раніше за допомогою устаткування *LFA 467 HT HyperFlash® NETZSCH* лазерного спалаху (*NETZSCH-Gerätebau GmbH Applications Laboratory*, за участі Dr.-Ing. André Lindemann). Зразок для досліджень мав діаметр $12,5$ мм і товщину 2 мм. Виконували по п'ять вимірювань за кожної з температур, визначаючи не тільки $\lambda(T)$, але й температурні залежності температуропровідності (A) та питомої теплоємності (C_p), компіляція результатів з якими наведена в табл. 2.

Таблиця 2. Теплофізичні характеристики матеріалів на основі сBN: теплопровідність (λ), температуропровідність (A) та питома теплоємність (C_p) в залежності від температури

Температура, °С	BL-РсBN	РсBN(BH), густина $3,447$ г/см ³ [17]		
	λ , Вт/(м·К)	λ , Вт/(м·К)	A , мм ² /с	C_p , Дж/(г·К)
1	2	3	4	5
25	$195,4 \pm 2,3$	140,357	60,778	0,670
100	-	133,810	46,765	0,830
200	-	125,893	35,961	1,016
300	-	116,855	29,730	1,140
400	-	110,266	25,699	1,245

Закінчення табл. 2

1	2	3	4	5			
500	-	103,431	22,870	1,312			
600	-	97,542	20,680	1,368			
700	-	91,492	18,895	1,405			
800	-	86,583	17,389	1,445			
900	-	81,585	16,085	1,471			
1000	-	75,271	14,761	1,479			
1100	-	70,227	13,653	1,492			

Оцінка працездатності ріжучого інструменту з *BL-PcBN*. Оскільки для отриманого *BL-PcBN* характерна підвищена твердість, проводити дослідження їх працездатності при

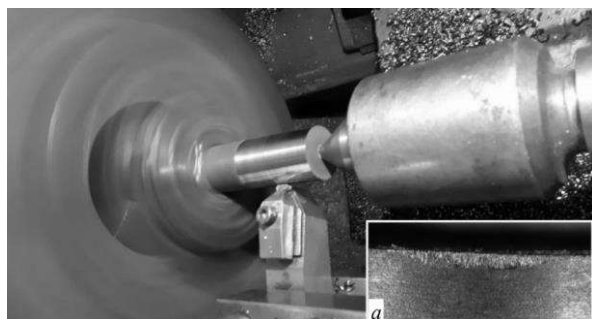


Рис. 3. Точіння втулки з цементованого твердого сплаву марки *VK15* системи *WC-Co* різальною пластинною *RNMN 09T300F* з *BL-PcBN*: *a* – характер зносу інструменту при точінні зі швидкостями різання до 30 м/хв

точінні високотвердих залізобуглецевих сплавів є недоцільним у зв'язку з тим, що стійкість різальних інструментів, оснащених стандартними композитами на основі *cBN*, становить понад 60 хвилин. У той же час далеко не всі відомі на сьогодні композити на основі *cBN* дозволяють ефективно оброблювати лезовим інструментом вироби з цементованих карбідів. Для вивчення можливостей застосування *BL-PcBN* виготовлено різальні пластини круглої форми типорозміру *RNMN 09T300F* (номінальні розміри: діаметр 9,52 мм, товщина 3,97 мм). Дослідження

працездатності проводились при повздовжньому безударному точінні деталей з цементованого твердого сплаву марки *VK15* системи *WC-Co*. Обробляли втулку діаметром 30 мм, довжиною 80 мм на токарно-гвинторізному верстаті *ФТ-11* (рис. 3).

Для створення однакових умов проведення досліджень дефектний поверхневий шар із деталей попередньо було видалено. Виготовлені різальні пластини встановлювали в прохідному різці з механічним кріпленням. Геометричні параметри різальної частини: передній кут $\gamma = -10^\circ$, задній кут $\alpha = 10^\circ$. Дослідження проводили при незмінних величинах подачі $S = 0,1$ мм/об та глибини різання $t = 0,2$ мм.

Для порівняння показників стійкості при точінні використовували різальні пластини того ж типорозміру *RNMN 09T300F*, але виготовлені з інструментального матеріалу керамічного типу *PcBN(BH)* [17]. На сьогодні різальний інструмент, оснащений такими пластинами, доволі ефективно застосовується при точінні виробів із твердого сплаву групи *VK*. Співставлення результатів випробувань за швидкістю та характером зношування різальної кромки пластин показало, що матеріал *BL-PcBN* демонструє ряд переваг, зокрема, що його можна використовувати при значно збільшених швидкостях різання до 60 м/хв (табл. 3).

Таблиця 3. Швидкість зношування різальної кромки інструменту в залежності від швидкості різання при точінні твердого сплаву ВК15 ($S = 0,1$ мм/об; $t = 0,2$ мм)

Швидкість різання, м/хв	Швидкість зношування, мкм/хв	
	РсBN(BH)	BL-РсBN
23	70	45
37	205	136
46	320	200
60	670	346

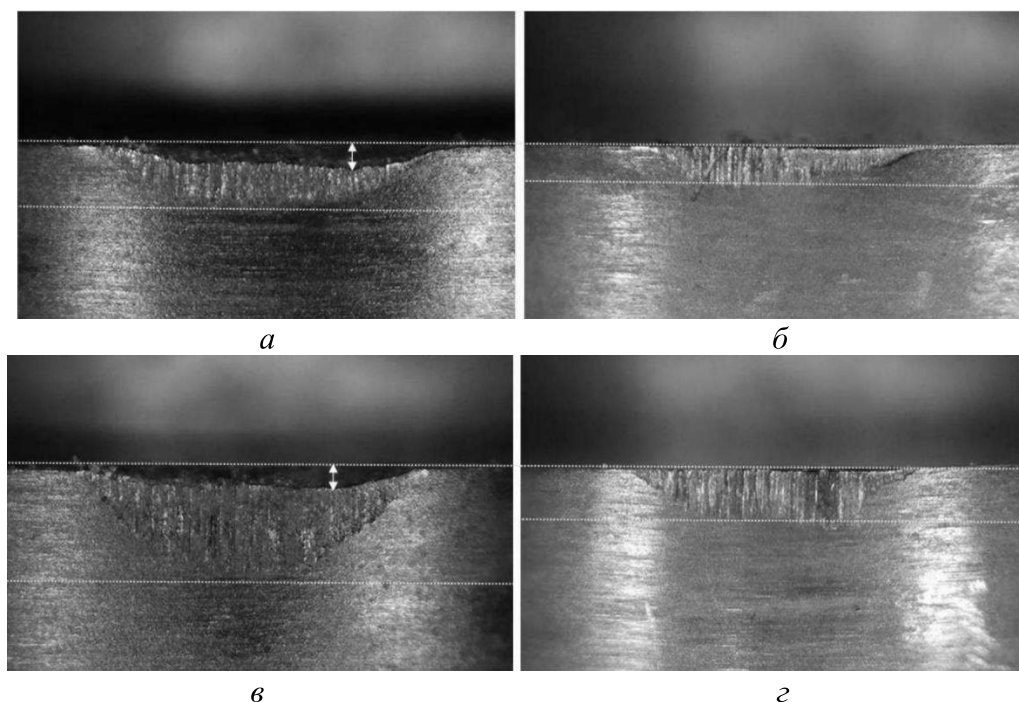


Рис. 4. Різальні кромки інструменту після точіння твердого сплаву ВК15 пластинами з різних інструментальних матеріалів зі швидкостями 37 (а, б) та 60 (в, г) м/хв: а, в – РсBN(BH); б, г – BL-РсBN. Відстань між пунктирними лініями відповідає зносу на задній поверхні кромки; стрілки на (а, в) демонструють просідання кромки внаслідок формування кратеру зносу на передній поверхні ріжучої вставки

Процес точіння зі швидкостями різання до $v = 30$ м/хв характеризується поступовим рівномірним зношуванням різальних пластин з формуванням фаски зносу тільки по задній поверхні (рис. 3, а). При збільшенні швидкості різання на пластинах з РсBN(BH) спостерігається інтенсивне руйнування різальної кромки: утворення кратеру зносу на передній поверхні і зростання фаски зносу по задній поверхні, що свідчить про більш високу інтенсивність зношування інструментального матеріалу (рис. 4).

Зауважимо, що в разі BL-РсBN зношування ріжучої кромки по передній поверхні з утворенням кратеру зносу практично не спостерігалось. Така поведінка очевидно пов'язана з підвищеною абразивною стійкістю базисної поверхні пластини завдяки її значно більш високій твердості. Результати розрахунків по визначенню швидкості зношування інструменту при точінні твердого сплаву ВК15, що наведені у табл. 3, свідчать про перспективність застосування BL-РсBN при обробці з високими швидкостями різання. У порівнянні із інструментом з РсBN(BH) стійкість BL-РсBN виявляється вищою в 1,5–1,9 рази.

Висновки

Одержання високоефективного інструментального матеріалу cBN без будь-яких біндерних фаз можливе за технологією ПКС при використанні висококристалічних вихідних прекурсорів hBN. В цьому разі пряме некаталітичне перетворення hBN→cBN відбувається відносно легко і при тиску 8–9 ГПа практично завершується за температур $\geq 2250^\circ\text{C}$. Для структури BL-PcBN характерна текстурованість з віссю [111], що свідчить про наявність базисної поверхні в зразках, на якій кристали cBN переважно орієнтовані площинами (111) паралельно поверхні. Ефективність використання BL-PcBN в якості інструментального матеріалу обумовлена як його високою твердістю $HV_5 = 80,9 \pm 0,2$ ГПа, так і підвищеною теплопровідністю $\bar{\lambda} \cong 195,4 \pm 2,3$ Вт/(м·К). Результати тестувань свідчать про суттєво більшу працездатність BL-PcBN при обробці цементованого твердого сплаву системи WC-Co марки VK15 в порівнянні з традиційним керамічним матеріалом групи BH на основі cBN.

Подяка

Автори висловлюють подяку академіку НАН України, проф. В. З. Туркевичу (ІНМ НАН України) та В. Н. Бушлі (Snr. Lect., Division of Production and Materials Engineering, Lund University, Sweden) за допомогу в організації досліджень та участь у обговоренні отриманих результатів.

Роботу виконано у відповідності до тематики досліджень наукових робіт III-1-17 (0135) ДР № 0117U000386 та III-1-22 (0138) ЦП ДР № 0122U000404 за рахунок загального фонду бюджетного фінансування НАН України.

**I. A. Petrusha¹, Yu. A. Mel'niichuk¹, A. S. Osipov¹, V. E. Moshchil¹, D. A. Stratiichuk¹,
T. I. Smirnova¹, N. N. Belyavina², V. N. Tkach¹, E. F. Kuzmenko¹, Yu. I. Sadova¹**

¹*V.N. Bakul Institute for superhard materials of NAS of Ukraine, Kyiv*

²*Taras Shevchenko National University of Kyiv*

CUBIC BN INSTRUMENTAL MATERIAL FOR PROCESSING OF TUNGSTEN-COBALT HARD ALLOYS

The process of direct conversion sintering (DCS) of graphite-like hexagonal boron nitride (hBN), in which at sufficiently high parameters of thermobaric exposure the formation of a single-phase polycrystalline structure exclusively on the basis of cubic BN is possible, was used to obtain a substantially pure (translucent) high-hard material for instrumental use (BL-PcBN). To achieve the necessary p,T-conditions for complete hBN→cBN conversion, a toroidal high-pressure device (ABTT-30) was applied. Translucent BL-PcBN samples with a diameter of up to 12.2 and a thickness of 4.5 mm were obtained at a pressure of p=8–9 GPa and a temperature of T >2250 °C with a process duration of 40 s. X-ray studies showed the presence of a strong axial texture [111] in the material, such that its axis is normal to the end surface of the sample. The highest reticular density of the (111) planes of cBN crystallites and their substructural features determine the extremely high hardness of this surface. When testing using the Vickers pyramid, HV = 80.9 GPa (load F=49 N). The thermal conductivity of the obtained BL-PcBN at 300 K was $\lambda \cong 195,4 \pm 2,3$ W/(m·K). The wear resistance test of the materials in the cutting tool was performed in extreme conditions of mechanical processing – turning of parts made from cemented carbide (WC-Co, VK 15 grade). In comparison with the cutting ceramics of the BH group based on cBN (~97 vol. %), the wear resistance of a BL-PcBN cutter is 1.5–1.9 times higher, depending on the processing conditions. In addition, it is possible to increase the turning speed by approximately 2 times. It is expected that the obtained BL-PcBN can be effective in milling titanium alloys, Co-Cr alloys and nickel-based heat-resistant alloys.

Key words: *graphite-like hexagonal boron nitride, high pressures, direct conversion sintering, cubic BN, tool material, turning of cemented hard alloy VK 15.*

Література

1. Ueda A., Watanobe N., Ishida Y., et al. Sumiboron Binderless Tools for Finishing Difficult-to-Cut Materials [Електронний ресурс] // Sumitomo Electric Techn. Rev. – 2021. – N 92. – P. 20–26. – Режим доступу – https://sumitomelectric.com/sites/default/files/2021-04/download_documents/E92-04.pdf.
2. Sumiya H. Novel Development of High-Pressure Synthetic Diamonds «Ultra-hard Nanopolycrystalline Diamonds» [Електронний ресурс] // SEI Technical Review. – 2012. – N 74. – P. 15–23. – Режим доступу – <https://global-sei.com/technology/tr/bn74/pdf/74-03.pdf>.
3. Sumiya H., Hirano K. Innovative Ultra-hard Materials: Binderless Nano-polycrystalline Diamond and Nano-polycrystalline Cubic Boron Nitride [Електронний ресурс] // SEI Techn. Rev. – 2016. – N 82. – P. 21–26. – Режим доступу – https://sumitomelectric.com/sites/default/files/2020-12/download_documents/82-04.pdf.
4. Akaishi M., Satoh T., Ishii M., et al. Synthesis of translucent sintered cubic boron nitride // J. Mater. Sci. Lett. – 1993. – Vol. 12, N 24. – P. 1883–1885.
5. Sumiya H., Uesaka S., Satoh S. Mechanical properties of high purity polycrystalline cBN synthesized by direct conversion sintering method // J. Mater. Sci. – 2000. – Vol. 35. – P. 1181–1186.
6. Taniguchi T., Akaishi M., Yamaoka S. Sintering of cubic boron nitride without additives at 7.7 GPa and above 2000 °C // J. Mater. Res. – 1999. – Vol. 14, N 1. – P. 162–169.
7. Fujisaki K., Yokota H., Furushiro N., et al. Development of ultra-fine-grain binderless cBN tool for precision ferrous materials // J. Mater. Process. Technol. – 2009. – V. 209. – P. 5646–5652.
8. Патент № 70815 Україна, МПК В 01 J 03/06. Пристрій для створення високого тиску та температури / А. Г. Гаран, І. А. Петруша, О. С. Осіпов. – Опубл. 15.10.04, Бюл. № 10.
9. Инструментальный материал исмит и применение его для обработки закаленных сталей и чугунов // Синтетические алмазы – ключ к техническому прогрессу: монография: [в 3 ч.] Ч. 2 / [А. М. Розенберг, А. И. Прихна, Ю. А. Муковоз и др.]; НАН Украины. Ин-т сверхтвердых материалов. – Киев: Наукова думка, 1977. – С. 288–294.
10. Kurdyumov A. V., Britun V. F., Petrusha I. A. Structural mechanisms of rhombohedral BN transformations into diamondlike phases // Diamond Relat. Mater. – 1996. – Vol. 5, N 11. – P. 1229–1235.
11. Britun V. F., Kurdyumov A. V., Petrusha I. A. The rBN-hBN-wBN-cBN crystal-oriented transformations in pyrolytic BN // J. Superhard Mater. – 2000. – Vol. 22, N 2. – P. 3–7.
12. Britun V. F., Kurdyumov A. V., Taniguchi T., et al. Transformations of highly ordered graphite-like phases of pyrolytic boron nitride at high pressures of static compression // J. Superhard Mater. – 2003. – Vol. 25, N 2. – P. 11–22.
13. Петруша І. А., Туркевич В. З., Осіпов О. С. та ін. Особливості структури полікристалів кубічного BN, одержаних прямим конверсійним спіканням // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – Выпуск 20. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2017. – С. 191–204.
14. Петруша І. А., Соколов О. М., Смірнова Т. І., Білоусов І. С. Накопичений досвід отримання прозорих моно- і полікристалів кубічного нітриду бору (короткий огляд) // Инструментальне матеріалознавство: зб. наук. праць. – Випуск 24. – К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2021. – С. 217–237; ISSN 2708-731X.
15. Звіт про НДР № III-1-17 (0135). Закономірності формування структури та властивостей термостабільних зносостійких матеріалів кубічного BN при

конверсійному спіканні та спіканні з багатокомпонентними однофазними зв'язками. – К.: ІНМ НАН України, 2021. – 276 с.

16. Курдюмов А. В., Малоголовец В. Г., Новиков Н. В. и др. Полиморфные модификации углерода и нитрида бора. – М.: Металлургия, 1994. – 318 с.
17. I. A. Petrusha, A. S. Osipov, M. V. Nikishina, et al. Preventive Action of Silicon Nitride at HT-HP Sintering of Cubic Boron Nitride // *J. Superhard Mater.* – 2015. – Vol. 37, N 4. – P. 222–233.
18. S. Dub, P. Lytvyn, V. Strelchuk V., et al. Vickers Hardness of Diamond and cBN Single Crystals: AFM Approach // *Crystals.* – 2017. – Vol. 7, N 12. – P. 369 (1–13).
19. Novikov N. V., Dub S. N., Malnev V. I. Microhardness and fracture toughness of cubic boron nitride single crystals // *Sov. J. Superhard Mater.* – 1983. – Vol. 5. – P. 16–20.

Надійшла 11.07.22

References

1. Ueda, A., Watanobe, N., Ishida, Y., et al. (2021). Sumiboron Binderless Tools for Finishing Difficult-to-Cut Materials. *Sumitomo Electric Techn. Rev.*, 92, 20–26. Retrieved from https://sumitomelectric.com/sites/default/files/2021-04/download_documents/E92-04.pdf.
2. Sumiya, H. (2012). Novel Development of High-Pressure Synthetic Diamonds «Ultra-hard Nano-polycrystalline Diamonds». *SEI Techn. Rev.*, 74, 15–23. Retrieved from <https://global-sei.com/technology/tr/bn74/pdf/74-03.pdf>.
3. Sumiya, H., Hirano, K. (2016). Innovative Ultra-hard Materials: Binderless Nano-polycrystalline Diamond and Nano-polycrystalline Cubic Boron Nitride. *SEI Techn. Rev.*, 82, 21–26. Retrieved from https://sumitomelectric.com/sites/default/files/2020-12/download_documents/82-04.pdf.
4. Akaishi, M., Satoh, T., Ishii, M., et al. (1993). Synthesis of translucent sintered cubic boron nitride. *J. Mater. Sci. Lett.*, 12, 24, 1883–1885.
5. Sumiya, H., Uesaka, S., & Satoh, S. (2000). Mechanical properties of high purity polycrystalline cBN synthesized by direct conversion sintering method. *J. Mater. Sci.*, 35, 1181–1186.
6. Taniguchi, T., Akaishi, M., & Yamaoka, S. (1999). Sintering of cubic boron nitride without additives at 7.7 GPa and above 2000 °C. *J. Mater. Res.*, 14, 1, 162–169.
7. Fujisaki, K., Yokota, H., Furushiro, N., et al. (2009). Development of ultra-fine-grain binderless cBN tool for precision ferrous materials. *J. Mater. Process. Technol.*, 209, 5646–5652.
8. Garan, A. G., Petrusha, I. A., & Osipov, O. S. (2004). Patent of Ukraine № 70815.
9. An ismit tool material and its application for machining hardened steels and cast irons. *Synthetic diamonds – the key to technological progress*. A. M. Rozenberg, A. I. Prikhna, Yu. A. Mukovoz, et al. (1977); NAN Ukraine. In-t sverkhverdikh materialov. (Vols 3; Vol. 2), 288–294. Kiev: Naukova Dumka.
10. Kurdyumov, A. V., Britun, V. F., & Petrusha, I. A. (1996). Structural mechanisms of rhombohedral BN transformations into diamondlike phases. *Diamond and Relat. Mater.*, 5, 11, 1229–1235.
11. Britun, V. F., Kurdyumov, A. V., & Petrusha, I. A. (2000). The rBN-hBN-wBN-cBN crystal-oriented transformations in pyrolytic BN. *J. Superhard Mater.*, 22, 2, 3–7.
12. Britun, V. F., Kurdyumov, A. V., Taniguchi, T., et al. (2003). Transformations of highly ordered graphite-like phases of pyrolytic boron nitride at high pressures of static compression. *J. Superhard Mater.*, 25, 2, 11–22.
13. Petrusha, I. A., Turkevich, V. Z., Osipov, A. S., et al. (2017). Osoblyvosti structure polikrystaliv kubichnoho BN, oderzhanikh priamym konversiinym spikanniam [Structure peculiarities of the cubic BN polycrystals fabricated by direct conversion sintering].

- Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiya ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications*, 20, 191–204 [in Ukrainian].
14. Petrusha, I. A., Sokolov, A. N., Smirnova, T. I., & Bilousov, I. S. (2021). Nakopychenyi dosvid otrimannia prozorykh mono- i polikrystaliv kubichnogo nitridu boru (korotkyi oghiad) [Accumulated experience in obtaining transparent mono- and polycrystals of cubic boron nitride (brief review)]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science*, 24, 217–237 [in Ukrainian].
 15. ISM NAS Ukraine. (2021). Zakonomirnosti formuvannia struktury ta vlastyvoستي termostabilnykh znosostiikykh materialiv kubichnogo BN pry konversiinomomu spikanni ta spikanni z bagatocomponentnyimi odnofaznyimi zviazkamy [Regularities in the formation of the structure and properties of thermostable wear-resistant materials of cubic BN during conversion sintering and sintering with multicomponent single-phase binders]. *Zvit pro NDR № III-1-17 (0135), DR № 0117U000386*. Kyiv: ISM NAN Ukrainy, 276 – Report on a scientific project N III-1-17 (0135), SR N 0117U000386. Kyiv: ISM NAS Ukraine [in Ukrainian].
 16. Kurdiunov, A. V., Malogolovets, V. G., Novikov, N. V., et al. (1994). *Polimorfnye modifikatsii ugleroda i nitrída bora* [Polymorphic modifications of carbon and boron nitride]. Moskva: Metallurhiia [in Russian].
 17. Petrusha, I. A., Osipov, A. S., Nikishina, M. V., et al. (2015). Preventive Action of Silicon Nitride at HT-HP Sintering of Cubic Boron Nitride. *J. Superhard Mater.*, 37, 4, 222–233.
 18. Dub, S., Lytvyn, P., Strelchuk, V., et al. (2017). Vickers Hardness of Diamond and cBN Single Crystals: AFM Approach. *Crystals*, 7, 12, 369(1–13).
 19. Novikov, N. V., Dub, S. N., & Mal'nev, V. I. (1983). Microhardness and fracture toughness of cubic boron nitride single crystals. *Soviet J. Superhard Mater.*, 5, 16–20.