



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2013104283/28, 04.02.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
04.02.2013

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 04.02.2013

(45) Опубликовано: 20.07.2014 Бюл. № 20

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2463372C1, 10.10.2012 . RU 2131403C1, 10.06.1999. RU 2056635C1, 20.03.1996. US 20050044972A1, 03.03.2005. JP 10246698A, 14.09.1998 . US 5958311A, 28.09.1999

Адрес для переписки:

107023, Москва, ул. Большая Семеновская, 49,
ОАО "ВНИИИНСТРУМЕНТ".

(72) Автор(ы):

Пшеничный Михаил Вадимович (RU),
Боровский Георгий Владиславович (RU),
Филоненко Владимир Павлович (RU),
Мальшев Сергей Николаевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Российская Федерация, от имени которой
выступает Министерство промышленности
и торговли Российской Федерации (RU)

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕРМОСТОЙКОСТИ ИЗДЕЛИЙ ИЗ СВЕРХТВЕРДОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА

(57) Реферат:

Использование: для определения термостойкости изделий из сверхтвердой керамики на основе кубического нитрида бора. Сущность изобретения заключается в том, что осуществляют термообработку испытуемых образцов в вакууме или в инертном газе с последующим анализом, при котором определяют степень превращения алмазоподобных форм нитрида бора в графитоподобную фазу с

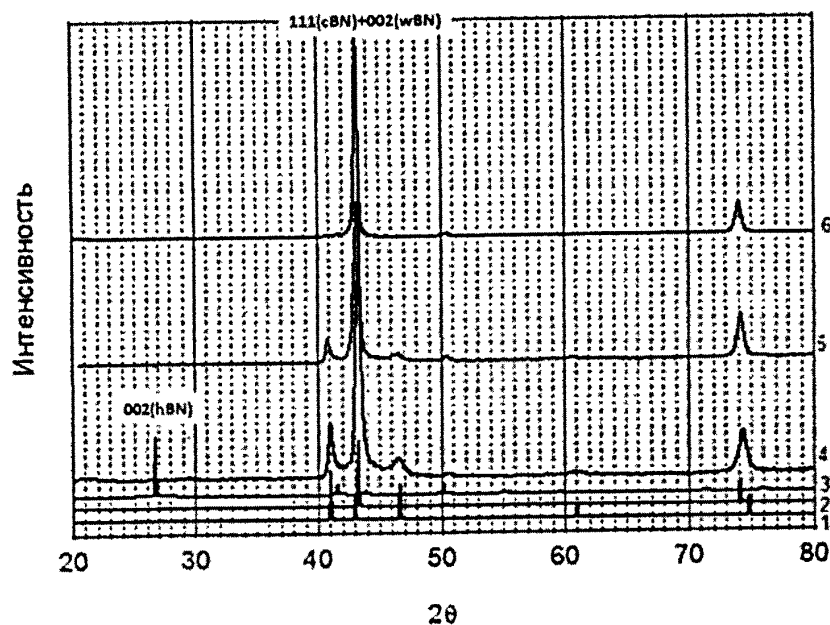
гексагональной структурой и по ней судят о величине термостойкости изделий, при этом перед термической обработкой образцы дробят до величины фракций размером 100÷500 мкм, а анализ образцов производят рентгенофазовым методом. Технический результат: обеспечение возможности получения достоверного результата термостойкости изделий. 1 табл., 1 ил.

С 1
2 5 2 2 7 6 2
R U

R U
2 5 2 2 7 6 2
С 1

Табл.

Вид композита	Содержание гексагональной фазы, %		
	воздух, 800 °С, 30 мин.	вакуум, 1300 °С, 30 мин.	аргон, 1300 °С, 30 мин.
Гексанит-Р	10 - 15	25 - 30	25 - 30
ПТНБ	3 - 5	5 - 10	5 - 10
DBN	-	3 - 5	-



Дифрактограммы эталонов и сверхтвердых композитов из нитрида бора

1 – эталон вюрцитной фазы; 2 – эталон сфалеритной фазы;

3 – эталон гексагональной фазы, 4 – Гексанит-Р; 5 – ПТНБ; 6 – DBN

RU 2522762 CS

RU 2522762 CS



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2013104283/28, 04.02.2013

(24) Effective date for property rights:
04.02.2013

Priority:

(22) Date of filing: 04.02.2013

(45) Date of publication: 20.07.2014 Bull. № 20

Mail address:

107023, Moskva, ul. Bol'shaja Semenovskaja, 49,
OAO "VNIINSTRUMENT".

(72) Inventor(s):

**Pshenichnyj Mikhail Vadimovich (RU),
Borovskij Georgij Vladislavovich (RU),
Filonenko Vladimir Pavlovich (RU),
Malyshev Sergej Nikolaevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Rossijskaja Federatsija, ot imeni kotoroj
vystupaet Ministerstvo promyshlennosti i
torgovli Rossijskoj Federatsii (RU)**

(54) **METHOD OF DETERMINING HEAT RESISTANCE OF PRODUCTS FROM SUPERHARD CERAMICS BASED ON CUBIC BORON NITRIDE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

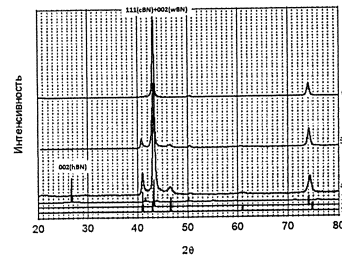
SUBSTANCE: thermal processing of tested samples in carried out in vacuum or inert gas with further analysis, in which a degree of conversion of diamond-like forms of boron nitride into a graphite-like phase with a hexagonal structure is determined and used to assess a value of the product heat resistance, with the samples being crushed to a fraction size value of 100÷500 mcm before thermal processing and carrying out the sample analysis by an X-ray phase method.

EFFECT: providing a possibility of obtaining a reliable result of the product heat resistance.

1 tbl, 1 dwg

Табл.

Вид компонента	Содержание гексагональной фазы, %		
	воздух, 800 °С, 30 мин.	вакуум, 1300 °С, 30 мин.	аргон, 1300 °С, 30 мин.
Гексанит-Р	10 - 15	25 - 30	25 - 30
ПТНБ	3 - 5	5 - 10	5 - 10
DBN	-	3 - 5	-



Дифрактограммы эталонов и сверхтвердых композитов из нитрида бора

1 – эталон вюрцитной фазы; 2 – эталон сфалеритной фазы;

3 – эталон гексагональной фазы, 4 – Гексанит-Р; 5 – ПТНБ; 6 – DBN

Изобретение относится к области сверхтвердых керамик на основе алмазоподобного нитрида бора, которые широко используются в качестве рабочих элементов режущего инструмента при обработке закаленных сталей и других труднообрабатываемых материалов, а также - в электронике.

5 Одной из важнейших характеристик сверхтвердых компактов и композитов из кубического нитрида бора является их термическая устойчивость, поскольку в рабочей зоне инструмента температура может подниматься до 1000°C.

10 Существуют стандартные методики определения термостойкости (см. ГОСТ 7875-83) огнеупорных изделий по различным параметрам: количеству термоциклов «нагрев-охлаждение» до появления первых трещин, до полного разрушения, до потери 20% первоначальной массы. Они позволяют давать только качественную оценку термостойкости, не выявляя ее связи с другими свойствами материала.

15 В патенте RU 2131403 C04B 35/00, 1999 «Способ определения термостойкости конструкционных керамических материалов» термостойкость определяют по сравнительным испытаниям на изгиб образцов с надрезом и без надреза до и после термоудара. Для этого изготавливают призматические образцы с боковым надрезом, моделирующим трещину и не содержащим при вершине наведенных дефектов, и без надреза, а термостойкость определяют по величинам отношений: $(1 - K^*_{1c}/K_{1c}) \cdot 100\%$ и σ_1/σ_2 , где K^*_{1c} - критический коэффициент интенсивности напряжений образца после термоудара, K_{1c} - среднее значение критического коэффициента интенсивности напряжений образцов до термоудара, σ_1 - предел прочности при изгибе надрезанного образца после термоудара, σ_2 - среднее значение предела прочности при изгибе образцов без надреза до термоудара.

25 В результате снижается ошибка определения термостойкости, имеет место нивелирование влияния фактора объема испытываемого образца на термостойкость, становится возможной количественная оценка сопротивления структуры керамики иницированию термических трещин и ее чувствительности к дефектам, образовавшимся в результате термоудара.

30 Для сверхтвердых керамик на основе алмаза и кубического нитрида бора проведение стандартизованных испытаний для определения прочности при изгибе или сжатие практически нереализуемо из-за небольших размеров композитов и их высокой стоимости. Поэтому в качестве критерия выбирается, как правило, эксплуатационная характеристика, чаще всего - величина абразивного износа после термического воздействия в сравнении с исходным материалом. Однако и такие методики требуют больших затрат времени и ресурсов, поскольку необходимо задействовать большое количество дорогостоящих образцов.

40 Известен способ определения термостойкости изделий из сверхтвердых композиционных материалов, описанный в патенте RU №2463372 от 29.08.2008 г., кл. С22С 26/00 - прототип, согласно которому испытываемые образцы нагревают в вакууме до 850°C со скоростью примерно 100°C в час и выдерживают в течение 2 часов, а затем медленно охлаждают до комнатной температуры. После охлаждения проводят спектроскопию комбинационного рассеяния, чтобы определить количество углерода, который перешел из алмазного состояния в графит. Также термообработанные образцы испытывают при фрезеровании гранита без охлаждения, определяя длину прохода до выхода фрезы из строя. Недостатком способа является низкая точность и локальность метода комбинационного рассеяния, т.е. низкая вероятность получения достоверной информации о состоянии всего объема образца.

Для устранения указанных недостатков в предложенном способе, перед термической обработкой, испытуемые образцы дробят до величин фракций размером 100÷500 мкм, а анализ образцов производят рентгенофазовым методом.

При реализации способа проводилась термическая обработка композитов Гексанит-Р, ПТНБ и DBN в среде аргона и с помощью методов рентгенографии определялся их фазовый состав после термического воздействия. На образцах, прошедших термическую обработку, акустическим методом определяли упругие модули и износ при резании закаленных сталей. Было установлено, что значимое снижение характеристик по сравнению с исходными материалами фиксируется при появлении в фазовом составе композитов около 5% гексагональной фазы.

Количество гексагональной фазы в образцах определяли по соотношению интенсивностей на дифрактограммах отражения 002 от базовой плоскости гексагональной фазы к интенсивности отражения 111 кубической фазы. В случае наличия в композите вюрцитной модификации этот пик является суммой отражений 111 кубической фазы и 002 вюрцитной фазы.

Для проведения способа из партии композитов отбираются и дробятся несколько образцов, при этом отбирается фракция порошка с размерами от 100 до 500 мкм. Выбор такого диапазона обуславливается тем, что при нагреве в них слабо проявляются эффекты влияния поверхности, а рентгеновское излучение при анализе после термического воздействия дает информацию о фазовом составе всего объема частиц. Способ обеспечивает получение достоверного результата по термостойкости партии изделий без проведения дорогостоящих эксплуатационных испытаний.

Примеры реализации способа

1. Выбранные для анализа образцы композита-10 (Гексанит-Р) дробятся в металлической пресс-форме до размера частиц менее 0,5 мм. Порошок обрабатывается в смеси соляной и азотной кислот для удаления металлических примесей и просеивается для получения фракции 500÷100 мкм. В трубчатой печи сопротивления градуируется градиентная зона от 500 до 1000°C. Навески порошка с массой не менее 100 мг размещаются в керамической лодочке таким образом, чтобы при помещении в печь они находились в зонах, соответствующих разнице температур 100°C. При этом термопара размещается в печи в зоне с максимальной температурой. Производится разогрев печи до достижения максимальной температуры. Лодочка с образцами вдвигается в печь и выдерживается, после достижения термопарой температуры 1300°C в течение 30 минут, после чего выдвигается в холодную зону. На извлеченных образцах проводится рентгенофазовый анализ и по соотношениям интенсивности пиков кубической и гексагональной фаз определяется температурная стойкость композита.

2. Образцы композита-09 (ПТНБ) дробятся в металлической пресс-форме до размера частиц менее 0,5 мм. Порошок обрабатывается в смеси соляной и азотной кислот для удаления металлических примесей и просеивается для получения фракции 500÷100 мкм. Навески порошка с массой не менее 100 мг размещаются в керамической трубке таким образом, чтобы при помещении в печь они находились в зонах, соответствующих разнице температур 100°C. Трубка герметизируется с двух сторон для пропускания через нее аргона и производится продувка в течение 30 минут. Производится разогрев печи до достижения максимальной температуры, в которой находится термопара. Трубка с образцами вдвигается в печь и выдерживается после достижения термопарой температуры 1300°C в течение 30 минут, после чего выдвигается в холодную зону. На извлеченных образцах проводится рентгенофазовый анализ и по соотношениям интенсивности пиков кубической и гексагональной фаз определяется температурная

стойкость композита.

3. Образцы композитов DBN дробятся в металлической пресс-форме до размера частиц менее 0,5 мм. Порошок обрабатывается в смеси соляной и азотной кислот для удаления металлических примесей. Навески порошка с массой не менее 100 мг

5

размещаются в вакуумной печи с отградуированными температурными зонами. Производится откачка рабочего объема до достижения вакуума не ниже 10^{-3} Па и разогрев печи со скоростью 20-30°C/мин. до достижения максимальной температуры. После выдержки в течение 30 минут печь охлаждают до комнатной температуры и извлекают образцы. По рентгенофазовому анализу определяется термостойкость

10

композита. Некоторые результаты проведения рентгенофазового анализа после отжигов дробленых композитов в различных средах приведены в таблице, а на рисунке показаны дифрактограммы образцов до проведения отжига.

15

Формула изобретения

Способ определения термостойкости изделий из сверхтвердой керамики на основе кубического нитрида бора, согласно которому осуществляют термообработку испытуемых образцов в вакууме или в инертном газе с последующим анализом, при котором определяют степень превращения алмазоподобных форм нитрида бора в графитоподобную фазу с гексагональной структурой и по ней судят о величине термостойкости изделий, отличающийся тем, что перед термической обработкой образцы дробят до величины фракций размером 100÷500 мкм, а анализ образцов производят рентгенофазовым методом.

20

25

30

35

40

45