

**НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»
Навчально-науковий інститут
матеріалознавства та зварювання імені Є. О. Патона
Кафедра високотемпературних матеріалів та порошкової металургії**

До захисту допущено:

Завідувач кафедри

_____Юрій БОГОМОЛ

«__»_____2024 р.

Дипломна робота

**«Нанотехнології та комп'ютерний дизайн матеріалів» спеціальності
132 «Матеріалознавство»**

**на тему: «Вплив тиску, температури і тривалості спікання на твердість і густину
композитів системи cBN-AL інструментально-різального призначення, одержаних в
умовах високих тисків і температур»**

Виконав:

студент IV курсу, групи ФН-01

Лебедчук Артем Миколайович

Керівник:

Професор, д. х. н., академік НАН України

Туркевич Володимир Зіновійович

Консультант з економічно-організаційного розділу:

Доцент, к. е. н., доцент,

Нараєвський С. В.

Консультант з охорони праці:

Професор, д.т.н., професор

Левченко О. Г.

Нормоконтроль:

Доцент, к. т. н., доцент,

Бірюкович Л. О.

Рецензент:

к.т.н

Стратійчук Д. А.

Засвідчую, що у цій дипломній роботі
немає запозичень з праць інших авторів
без відповідних посилань.
Студент Лебедчук А.М.

Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»
Навчально-науковий інститут
матеріалознавства та зварювання імені Є. О. Патона
Кафедра високотемпературних матеріалів та
порошкової металургії

Рівень вищої освіти – перший (бакалаврський)

Спеціальність –132 «Матеріалознавство»

Освітньо-професійна програма «Нанотехнології та комп'ютерний дизайн матеріалів»

ЗАТВЕРДЖУЮ

Завідувач кафедри

_____Юрій БОГОМОЛ

«___»_____2024 р.

ЗАВДАННЯ
на дипломну роботу студенту
Лебедчуку Артему Миколайовичу

Тема роботи «Вплив тиску, температури і тривалості спікання на твердість і густину композитів системи cBN-AL інструментально-різального призначення, одержаних в умовах високих тисків і температур», керівник роботи Туркевич В.З., Академік НАН України, професор, доктор хімічних наук, затверджені наказом по університету від «30» травня 2024р. №2210-с.

1. Термін подання студентом роботи 19.06.2024р.
2. Вихідні дані до роботи: аналіз літературних джерел, результати досліджень.
- 4.Зміст роботи: літературний огляд, визначення густини та твердості композита cBN при різних умовах отримання, результати дослідження та їх обговорення, організаційно-економічний розділ, охорона праці.

5.Перелік ілюстративного матеріалу (із зазначенням плакатів, презентацій тощо): тема, мета та основні завдання роботи, методи дослідження.

6.Консультанти розділів роботи

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв
Організаційно-економічний	Доцент,к.е.н., Нараєвський С.В.	15.04.24	
Охорона праці	Професор, д.т.н., Левченко О. Г.	15.04.24	

7.Дата видачі завдання:15.04.24

Календарний план

№ з/п	Назва етапів виконання дипломної роботи	Термін виконання етапів роботи	Примітка
	Отримання завдання	15.04.24	
	Пошук та аналіз літератури згідно теми	15.04.24	
	Вивчення структури композита сBN	20.04.24	
	Вивчення вплив тиску, температури та тривалості спікання на густину і твердість полікристалів КНБ.	25.04.24	
	Вивчення впливу тиску на густину і твердість зразків, одержаних реакційним спіканням композитів КНБ з алюмінієм	28.04.24	
	Написання розділів «Охорона праці» та «Організаційно-економічний розділ»	18.05.24	
	Обговорення отриманих результатів, підбиття підсумків	25.05.24	
	Оформлення пояснювальної записки	05.06.24	

Студент

Артем ЛЕБЕДЧУК

Керівник

Володимир ТУРКЕВИЧ

РЕФЕРАТ

Дипломна робота: 68 сторінок, 17 рисунка, 15 таблиць, 51 джерел інформації.

КУБІЧНИЙ НІТРИД БОРУ, ПОЛІКРИСТАЛИ, СПІКАННЯ, ВИСОКИЙ
ТИСК, ТЕМПЕРАТУРА, ГУСТИНА, ТВЕРДІСТЬ

Об'єкт дослідження: вплив умов спікання на густину та твердість полікристалів кубічного нітриду бору (КНБ).

Мета роботи: дослідження впливу параметрів спікання (тиску, температури та тривалості) для отримання полікристалів з високою густиною та твердістю.

Методи дослідження: спікання порошків КНБ в апаратах високого тиску. Вимірювання густини. Визначення твердості методом індентування за Кнупом та Вікерсом.

В результаті роботи досліджено вплив тиску, температури та тривалості спікання на густину і твердість полікристалів КНБ. Встановлено, що максимальні значення густини (96,8%) і твердості (42,0 ГПа) одержано при температурі спікання 2500 К, 2300 К при тиску 7,7 ГПа. Показано, що при температурі спікання більше 2500 К. відбувається фазовий перехід кубічного BN в гексагональний графітоподібний (BN_Г), що призводить до зниження густини і твердості полікристалів. Оптимальні властивості досягнуті при тривалості спікання в 90 секунд (1750 К, 7,7 ГПа).

Досліджено вплив тиску на густину і твердість зразків, одержаних реакційним спіканням композитів КНБ з алюмінієм. Визначено, що зі збільшенням тиску спікання густина і твердість композитів зростає, а якщо збільшувати вміст алюмінію в шихті густина і твердість зменшуються.

ABSTRACT

Thesis: 68 pages, 17 figures, 15 tables, 51 references.

CUBIC BORON NITRIDE, POLYCRYSTALS, SINTERING, HIGH PRESSURE, TEMPERATURE, DENSITY, HARDNESS

Object of study: the effect of sintering conditions on the density and hardness of polycrystals of cubic boron nitride (cBN).

Purpose: to study the influence of sintering parameters (pressure, temperature, and duration) to obtain polycrystals with high density and hardness.

Methods: sintering of cBN powders in high-pressure apparatus. Density measurement. Determination of hardness by the Knoop and Vickers indentation method.

As a result of the work, the influence of pressure, temperature, and sintering time on the density and hardness of cBN polycrystals was investigated. It was found that the maximum values of density (96.8%) and hardness (42.0 GPa) were obtained at a sintering temperature of 2500 K, 2300 K and a pressure of 7.7 GPa. It is shown that at sintering temperatures above 2500 K, a phase transition of cubic BN to hexagonal graphite-like (BN_g) occurs, which leads to a decrease in the density and hardness of polycrystals. Optimal properties were achieved at a sintering time of 90 seconds (1750K, 7.7 GPa).

The effect of pressure on the density and hardness of samples obtained by reaction sintering of cBN composites with aluminum was investigated. It was determined that with an increase in sintering pressure, the density and hardness of the composites increase, and if the aluminum content in the charge is increased, the density and hardness decrease.

ЗМІСТ

ВСТУП	8
1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД	9
1.1 Загальні відомості про кубічний нітрид бору	9
1.2 Механізми спікання порошків КНБ і формування дислокаційної структури полікристалів	11
1.3 Реологічний аспект одержання полікристалічного кубічного нітриду бору	13
1.4 Висновки і постановка задач досліджень	15
2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ	17
2.1 Техніка високих тисків і температур	18
2.2 Визначення густини полікристалів кубічного нітриду бору	22
2.3 Вимірювання твердості методом індентування	25
3 РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ	27
3.1 Обговорення результатів	36
4 ОХОРОНА ПРАЦІ	43
4.1 Аналіз умов праці, небезпечних та шкідливих факторів	43
4.2 Характеристика місця виконання дипломної роботи та умови експлуатації	44
4.3 Аналіз шкідливих і небезпечних виробничих факторів	45
4.3.1 Аналіз освітленості приміщення	45
4.3.2 Аналіз рівня шуму та вібрації	46
4.3.3 Аналіз запиленості повітря	46
4.3.4 Вентиляція приміщення лабораторії	47
4.3.5 Електробезпека	48
4.3.6 Пожежна безпека	49
4.3.7 Аналіз пожежної безпеки	49
5 ОРГАНІЗАЦІЙНО-ЕКОНОМІЧНИЙ РОЗДІЛ	51
5.1 Науково-технічна актуальність НДР	51
5.2 Розрахунок планових витрат	52

5.2.1 Витрати на оплату праці науково-дослідницького персоналу	52
5.2.2 Єдиний соціальний внесок	53
5.2.3 Матеріали, необхідні для проведення досліджень	53
5.2.4 Енергоносії для проведення досліджень.....	54
5.2.5 Витрати на спеціальне обладнання	54
5.2.6 Витрати на службові відрядження.....	55
5.2.7 Вартість послуг сторонніх організацій	55
5.2.8 Інші прямі невраховані витрати.....	55
5.2.9 Накладні витрати	55
5.3 Розроблення планової калькуляції кошторисної вартості теми	56
5.4 Науково-технічна ефективність НДР	56
5.5 Висновки до розділу.....	60
ВИСНОВКИ	61
CONCLUSIONS.....	62
ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАНЬ.....	63

ВСТУП

Можливості сучасного матеріалознавства створюють нові умови для розробки нових надтвердих матеріалів інструментального призначення з унікальними властивостями. Від їх властивостей залежить якість обробки поверхні, надійність інструментів при роботі з високими навантаженнями, температурою та швидкістю.

Надтверді полікристалічні і композиційні матеріали на основі кубічного нітриду бору (КНБ) широко застосовуються при лезовій обробці загартованих і легованих сталей, чавунів, деяких важкооброблюваних сплавів, неметалевих матеріалів. У світі розроблено і випускається біля 20 марок таких матеріалів.

Основним напрямком досліджень в області створення полікристалічних надтвердих матеріалів на основі КНБ, що виконувались в Інституті надтвердих матеріалів НАН України за останні 20 років, було визначення впливу умов спікання на структуру, а через структуру на фізико-механічні і функціональні властивості полікристалічних і композиційних матеріалів КНБ.

Найважливіші результати, що були отримані за цей період, дозволили розробити ряд нових матеріалів (киборит-1, киборит-2, киборит-3, теплоніт, гетероніт), які за фізико-механічними і функціональними властивостями є конкурентоспроможним на світовому ринку.

Умови формування полікристалів на всіх етапах спікання впливають на їх структуру і відповідно на механічні та експлуатаційні властивості. Тому задача дослідження впливу умов спікання порошків КНБ на структуру і властивості одержаних полікристалів є актуальною і важливою як з наукової, так і з практичної точки зору.

Метою і основною задачею даної роботи було одержання полікристалів кубічного нітриду бору шляхом спікання порошків в умовах надвисоких тисків і температур, дослідження впливу тиску, температури та тривалості процесу спікання на властивості (твердість і густину) одержаних полікристалів КНБ.

1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД

1.1 Загальні відомості про кубічний нітрид бору

Нітрид бора (BN) – це хімічна сполука класу $A^{III}B^V$, яка має поліморфні модифікації. В природних умовах не зустрічається. Модифікація з кристалічною ґраткою графіту (BN_r) була синтезована в 1842 р. Кубічна модифікація нітриду бора з кристалічною ґраткою сфалерита (BN_{cf}) вперше була отримана в 1957 році синтезом при високих тисках і температурах.

Полікристалічні матеріали з кубічного нітриду бору, відомі як PCNB (ПКНБ), належать до широкого класу надтвердих матеріалів, що згадуються у літературі та присутні на світовому ринку. Такі матеріали отримують спіканням в умовах високих тисків і температур, переважно з добавками металів, тугоплавких сполук.

В Інституті надтвердих матеріалів НАН України широкі дослідження і розробки в області створення нових надтвердих полікристалічних матеріалів на основі КНБ починалися наприкінці 70-х років. Їх наслідком було створення в 1984 р. нового ПКНБ інструментального призначення, в якому оптимальне співвідношення фаз (близько 96% КНБ і зв'язка на основі нітриду алюмінію) та сформована структура забезпечували високі фізико-механічні і експлуатаційні властивості [1]. Такий матеріал (торгова марка – киборит) поклав початок подальшим розробкам, вдосконаленням технологій і розширенню номенклатури полікристалічних матеріалів КНБ. Перший матеріал КИБОРИТ-1 випускали в формі круглих пластин діаметром 7 мм. За період 1991-1998 рр. було розроблено новий матеріал – КИБОРИТ-2 і широку номенклатуру виробів з нього (пластини круглі діаметром 32 мм, трикутної, квадратної, ромбічної форм). Киборит-2 відрізняється від кибориту-1 фазовим складом, структурою, фізико-механічними властивостями, деякими особливостями технології [2].

Основним напрямком досліджень в області створення полікристалічних матеріалів на основі КНБ, що виконувались в ІНМ НАН України, було визначення впливу умов спікання на структуру, а через структуру на фізико-механічні і

функціональні властивості полікристалів КНБ. Одержані результати дозволили визначити новий підхід для одержання матеріалів на основі КНБ з високими фізико-механічними властивостями. Це – можливість отримання деформаційно зміцненого ПКНБ. Такий підхід базується на тому, що дислокаційні перетворення субструктури сфалеритного нітриду бору під впливом високого тиску та температури схожі з широко відомими дислокаційними перетвореннями субструктури металів з кристалічними ґратками ГЦК, ГЦУ і ОЦК, які приводять до деформаційного зміцнення, що виражається в зростанні міцності і твердості полікристалічних матеріалів. Розвиток досліджень в напрямку створення деформаційно зміцнених полікристалічних матеріалів базується на концепції використання генетичних і реконструктивних методів. Активовані температурою і тиском дислокаційні механізми при спіканні КНБ являють собою один з варіантів реконструктивних методів деформаційного зміцнення. До генетичних відноситься характер дислокаційної структури початкових порошків кубічного нітриду бору.

Як показано в [3], [4] в залежності в яких умовах відбувається синтез і зернистості порошку ряд дефектів під час спікання у структурі кристалів успадковується. До таких дефектів належать точкові дефекти – структурні дефекти в підґратці бору, присутність яких пов'язана з утворенням твердого розчину кисню та вуглецю в кристалічних ґратках BN_{sf} . А це збільшує можливість закріплення дислокацій на атомах домішок. До таких дефектів, що успадковуються, належать ростові дефекти упаковки, які разом з деформаційними дефектами упаковки можуть утворювати стійкі дислокаційні форми, так звані бар'єри Ломера-Котрела, що сприяє деформаційному зміцненню.

При холодному пресуванні порошків КНБ в апараті високого тиску (АВТ) в поверхневому шарі зерен КНБ глибиною 0,2 мкм створюється деформаційно зміцнена структура [5], [6]. Тому при використанні вихідних порошків з субмікронним і близьким до такого розміром зерен (зернистістю менше 3 мкм) роль генетичного фактору в деформаційному зміцненні може зростати.

Використання порошків субмікронних і близьких до них зернистостей пов'язані з особливостями їх поведінки як реологічних систем, а саме, з особливостями

холодного пресування і ущільнення при спіканні. Тому для одержання деформаційно зміцненого ПКНБ проблему формування дислокаційної структури деформаційного зміцнення треба вирішувати поряд з проблемою одержання щільних полікристалів, з проблемами макрореології.

1.2 Механізми спікання порошків КНБ і формування дислокаційної структури полікристалів

У роботах, що стосуються загальної специфіки спікання ковалентних кристалів під тиском і конкретних експериментальних даних про консолідацію порошків КНБ в умовах високих термобаричних параметрів дано в [1]. Розглянуто роль пластичного деформування, як основного механізму спікання. Наведено експериментальні дані про взаємозв'язок між процесами руйнування і пластичної деформації на стадії холодного пресування в апараті високого тиску, а також дані про температурної залежності спікання твердості полікристалів і уширення рентгенівських дифракційних ліній. Розрахунками по уширенню дифракційних ліній визначили розміри блоків, мікродеформацій кристалічної решітки BN_{cf} і щільність дислокацій. Це значення було середнім для досить великого об'єму полікристалу, який складався з окремих зерен, їхніх контактів та меж між зернами. зроблено висновок, що максимальні значення по твердості полікристали досягають при такій температурі спікання, коли щільність дислокацій зменшується, але процеси збираючої рекристалізації ще не йдуть. Також зроблено висновок про стабілізацію максимальних значень твердості за підвищених температур спікання у випадку, коли полікристал містив по границях зерен інші тугоплавкі сполуки, які гальмують процеси рекристалізації в кубічному нітриді бору так само, як в металічних матеріалах. Такі дані не відповідали на питання: зростання твердості – це тільки наслідок росту і зміцнення контактів між зернами, чи існує вплив на твердість дислокаційної структури в зернах полікристалу.

Дослідження кінетики ущільнення при консолідації порошків КНБ в діапазоні температур 1000–2800 К і тиску 2,5–7,7 ГПа показало, що вона описується

закономірностями бінгамівської (пластичної) течії [7]. Визначення енергії активації процесу показало, що вона значно зростає після 1723 К (60–70 кДж/моль проти 20–40 кДж/моль), що свідчить про зміну конкретних ваканційних механізмів спікання, і як наслідок – зміну дислокаційної структури. Показано також, що застосування тиску від 2,5 ГПа до 7,7 ГПа енергія активації відповідно зменшується від 31 кДж/моль до 18 кДж/моль. Це свідчить, що зростання тиску включає менш енергоємкі механізми пластичної деформації $BN_{\text{сф}}$.

Наступним кроком вивчення еволюції дислокаційної структури кубічного нітриду бору при консолідації порошків було комплексне дослідження методом рентгеноструктурного аналізу характеристик тонкої кристалічної структури $BN_{\text{сф}}$ в композитах КНБ-тугоплавка сполука з використанням апаратно-програмного комплексу [8]–[11]. Поруч з такими характеристиками, як розмір блоків і мікрореформації кристалічної решітки, які давали загальне уявлення про щільність дислокацій в полікристалі, розраховували концентрацію дефектів упаковки [11].

Дефект упаковки – дефект кристалічної ґратки, він являє собою один або декілька атомних шарів з порушенням для даної ґратки їх чергуванням. Дефект упаковки в найпростішому випадку є двомірним. Якщо ці дефекти накопичуються в пакеті паралельних сусідніх площин, то він виявляється в структурі як мікродвійник [5]. У дослідженнях рентгенодифрактометричним методом дефекти упаковки ідентифікуються ефектом – зміщення рентгенодифракційних ліній. Дефект упаковки утворюється при рості кристалу із середовища кристалізації, а в умовах пластичної деформації він утворюється внаслідок розщеплення при ковзанні повних дислокацій на часткові за схемою [12]:

$$1/2 [101] \rightarrow 1/6 [112] + 1/6 [211], \quad (1.1)$$

де $1/2 [101]$ – вектор Бюргерса повної дислокації в системі ковзання $\{111\}[110]$;

$1/6 [112]$ і $1/6[211]$ – вектори Бюргерса часткових дислокацій Шоклі в тій же системі.

Прямими методами дослідження мікродвійники спостерігали в структурах сфалеритного нітриду бору, наприклад [5].

Кількісні оцінки концентрації дефектів упаковки в кристалічній ґратці $\text{BN}_{\text{сф}}$ вперше показано в [11], але об'єктами дослідження там були двофазні полікристали (композити КНБ - тугоплавкі сполуки). В монокристалах КНБ дислокаційну структуру з дефектами упаковки спостерігали прямими методами дослідження [13], [14]. При цьому в [14] було показано, що дислокаційна структура не впливала на твердість монокристалів ($\text{HV} \approx 60-80$ ГПа) і впливала на їх тріщиностійкість. Якщо на рентгенівських топограмах спостерігали смугастий контраст (вздовж напрямку [112]), то в'язкість руйнування була вище ($K_{1c} \approx 3,5 - 5$ МПа $\cdot\text{м}^{1/2}$), якщо хаотичне розподілення дислокацій, то вона була нижче ($K_{1c} \approx 2 - 3$ МПа $\cdot\text{м}^{1/2}$). Смугастий контраст – двійники, а в напрямку [112] розташований вектор Бюргерса часткової дислокації. В [14] зроблено висновок, що в дислокаційній структурі монокристалів є так звані "стопори", що гальмують поширення тріщин. Слід відзначити, що порошки, які так відрізнялися структурою і в'язкістю руйнування, були синтезовані за різними режимами.

Невідомо, чи можуть такі властивості разом з дислокаційною структурою монокристалів успадковуватись в полікристалах при спіканні порошків.

1.3. Реологічний аспект одержання полікристалічного кубічного нітриду бору

З реологічної позиції - полікристал, і дисперсне середовище – розглядають як континуум. Деформація пластична та пружна в неперервному середовищі характеризується макроскопічними параметрами.

Досить відомим є реологічний підхід аналізу процесу консолідації порошкових систем без впливу зовнішнього тиску, був запропонований В.В. Скороходом [15]. В роботах М.С. Ковальченко запропоноване уявлення про гаряче пресування як об'ємну в'язку течію в загальному випадку по нелінійному закону, і з таких позицій проаналізовані експериментальні результати ущільнення широкого кола матеріалів, що включає тугоплавкі метали і їх сполуки (карбіди, бориди,

нітриди і т.д.) [16].

Класичні уявлення Маккензі і Шаттлворса про спікання як пластичну течію бінгамівського середовища, були розвинуті Я.Ю. Гегузіним. В [17] було показано, що при зростанні ефективного тиску спікання степенева залежність між швидкістю деформації і напругою, що є характерною для квазів'язкої течії, замінюється лінійною, а область пластичної деформації в дисперсному бінгамівському середовищі розширюється. Запропонована Гегузіним математична модель розглядає ущільнення при спіканні як пороговий механізм, характерний для бінгамівської пластичної течії. Основними реологічними параметрами бінгамівського середовища є коефіцієнт зсувної в'язкості (η) і порогова напруга зсуву (σ).

В роботах [7], [18] було досліджено ущільнення порошків КНБ зернистістю КМ 5/3 і КМ 60/40 в широкому інтервалі температур (1000-2800 К) при тисках 2,5, 4,2 і 7,7 ГПа. В [7] експериментальні дані було проаналізовано за математичною моделлю [15] і показано, що ущільнення порошків КНБ в умовах високих тисків і температур, як реологічний процес, відповідає бінгамівській пластичній течії по лінійному закону. В [18] з використанням моделі [17] було визначено реологічні параметри дисперсної системи "КНБ-пори" в умовах ізотермічного спікання при температурі 1750 К і тиску 7,7 ГПа. Коефіцієнт зсувної в'язкості ($\eta=9 \cdot 10^{11}$ пз) і порогова напруга ($\sigma=1,9$ ГПа) не залежали від зернистості. Ефективна енергія активації процесу ущільнення реологічного середовища "КНБ - пори" з закритою пористістю при спіканні під тиском 7,7 ГПа (в інтервалі температур спікання 1750-2800 К) складала 63-67 кДж/моль і значимо не залежала від зернистості вихідних порошків. В інтервалі температур 1000-1750 К, де зберігалася відкрита пористість, при такому ж тиску, енергія активації складала від 18 до 42 кДж/моль відповідно для порошків КМ 60/40 і КМ 5/3. Зростання тиску від 2,5 до 7,7 ГПа майже в 2 рази знижувало енергію активації процесу ущільнення системи з відкритою пористістю. Умови, що обмежують p, T -параметри спікання областю термодинамічної стабільності сфалеритного нітриду бору, не дозволили визначити вплив тиску на енергію активації процесу в системі з закритою пористістю.

При спіканні порошків КНБ бінгамівське середовище являє собою

гетерофазну систему. В найбільш простому випадку вона двохфазна (тверда фаза і газ в порах), якщо спікають порошок $\text{BN}_{\text{сф}}$ без добавок в шихті. У випадку спікання порошків $\text{BN}_{\text{сф}}$ з добавками Al в шихті, на деякому етапі гетерофазне середовище містить тверду, рідку і газову фази, а тверда фаза може бути гетерогенна за складом. У всіх випадках в експериментах ми отримаємо характеристики середовища, як континуума. Реологічні характеристики двохфазної системи ($\text{BN}_{\text{сф}}$ – газова фаза в порах) будуть змінюватися у всякому разі при зміні термобаричних параметрів та тривалості консолідації, можливо і зернистості вихідного порошку, яка впливає на структуру пор.

На реологічні характеристики системи, де більше двох фаз, будуть додатково впливати інші фактори. В випадку спікання порошків $\text{BN}_{\text{сф}}$ з добавками Al, таким фактором буде вміст Al в шихті. У всіх випадках вихідним параметром, за яким розраховують реологічні характеристики, є деформація гетерофазного середовища, як континуума, а саме його ущільнення.

1.4 Висновки і постановка задач досліджень

Метою цього дослідження було отримання полікристалів кубічного нітриду бору шляхом спікання в умовах надвисоких тисків і температур. Дослідження впливу термобаричних параметрів та тривалості процесу спікання на властивості твердості і густини одержаних полікристалів. Цільові результати – визначення оптимальних тиску, температури та тривалості спікання для отримання полікристалів з високими густиною та твердістю, близькою до теоретичної (рентгенівської густини $\text{BN}_{\text{сф}}$).

Аналіз проблеми показав, що отримання полікристалів з високими параметрами густини (близькою до теоретичної) можливо тільки при надвисоких тиску (4-8 ГПа) та температурі (1500-3000 К). При цьому необхідним є створення термодинамічної стабільності фази $\text{BN}_{\text{сф}}$. Твердість полікристалу кубічного нітриду бору на пряму залежить від його структури та фазового складу. Наявність графітоподібного НБ та пор веде до зниження твердості. Підвищення твердості полікристалу можливе завдяки формуванню зміцненої структури, це і деформаційне

зміцнення, і дисперсійне, і завдяки утворенню твердих розчинів на основі кристалічної ґратки КНБ, і зміцнення частинами інших твердих фаз, тобто всі можливі механізми, які заважають руху дислокацій.

Основними задачами досліджень були визначення твердості і густини полікристалів КНБ, одержаних в широкому інтервалі тисків спікання (1 – 7,7 ГПа), температур спікання (600 – 3000 К), тривалості процесу спікання (0,1 – 30 хв.), обробка одержаних результатів з застосуванням методів математичної статистики, пояснення одержаних експериментальних результатів з використанням літературних даних.

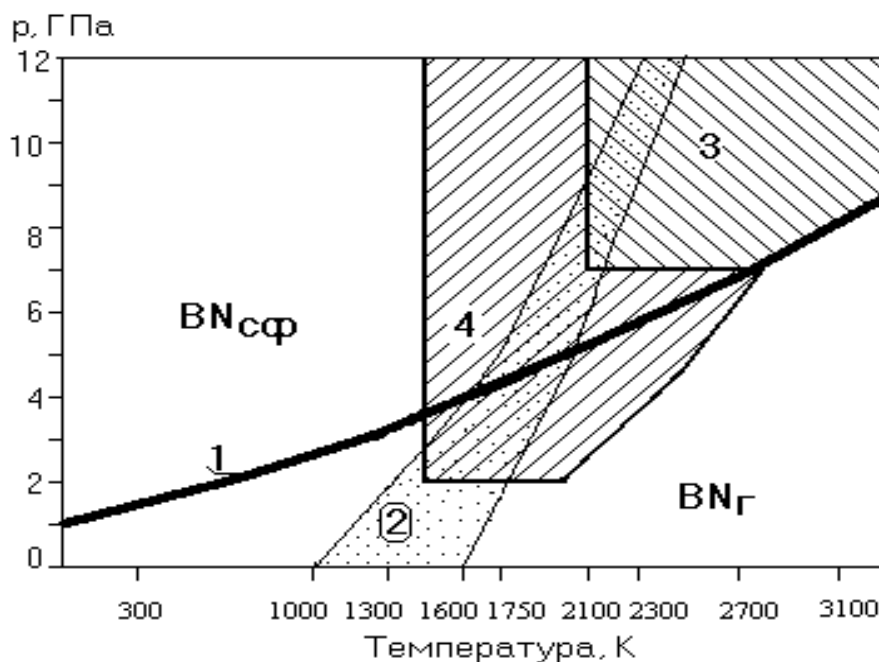
2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ

Відповідно до фазової діаграми нітриду бора (рис.2.1), сфалеритний BN характеризується як фаза високого тиску [3]. На рисунку 2.1 показано лінію рівноваги кубічної та графітоподібної фаз [20], границі термічної активації фазових переходів $BN_{\text{г}} \Leftrightarrow BN_{\text{сф}}$ [1], [20], а також області спікання порошків КНБ без добавок і реакційного активованого спікання [21], [22]. З рисунку ми бачимо що високий тиск це необхідна умова спікання.

Можна обрати умови спікання порошків КНБ виходячи з класичних уявлень: температура спікання, а саме (0,6 – 0,7) температури плавлення. Температура плавлення BN згідно з діаграмою стану складає 3300 К (10 ГПа, потрібна точка на діаграмі). Отож , температура спікання порошку КНБ повинна складати 2000-2300К. КНБ – фаза високого тиску, щоб забезпечити її стабільність за температур спікання потрібно, відповідно діаграмі стану, тиск був не нижчий за 7 ГПа. Ці умови можна досягти тільки за участі твердосплавних АВТ, які досягають тиск 8-10 ГПа. Можливо знизити температуру і тиск при активації процесів ущільнення і структуроутворення полікристалів це досягається завдяки введенню активуючих добавок в шихту для спікання, застосування реакційного спікання, спікання за участю рідкої фази.

Забезпечити високі властивості полікристалів (густину, твердість) одержаних при спіканні порошків КНБ з активуючими добавками можна шляхом створення структур з неперервним каркасом надтвердої фази [1], [22], [23].

Етапи формування структури цих композитів схожі до процесів структуроутворення полікристалів із чистих порошків надтвердих матеріалів [6] - [9]. Найбільш точну і однозначну інформацію про процеси, що відбуваються під час структуроутворення полікристалів КНБ можна дізнатися при дослідженні спікання чистих порошків $BN_{\text{сф}}$. Тому перед вивченням особливостей формування структури та властивостей багатокомпонентних систем на основі КНБ проводився етап досліджень структуроутворення полікристалів при спіканні порошків КНБ без добавок.



1 – лінія фазової рівноваги BN_γ - $\text{BN}_{\text{сф}}$; 2 – границі термічної активації переходів $\text{BN}_\gamma \rightarrow \text{BN}_{\text{сф}}$, $\text{BN}_{\text{сф}} \rightarrow \text{BN}_\gamma$; 3 – область спікання порошків $\text{BN}_{\text{сф}}$ без добавок; 4 – область реакційного, активованого спікання порошків $\text{BN}_{\text{сф}}$

Рисунок 2.1 – p , T –діаграма спікання карігана банді $\text{BN}_{\text{сф}}$ [3]

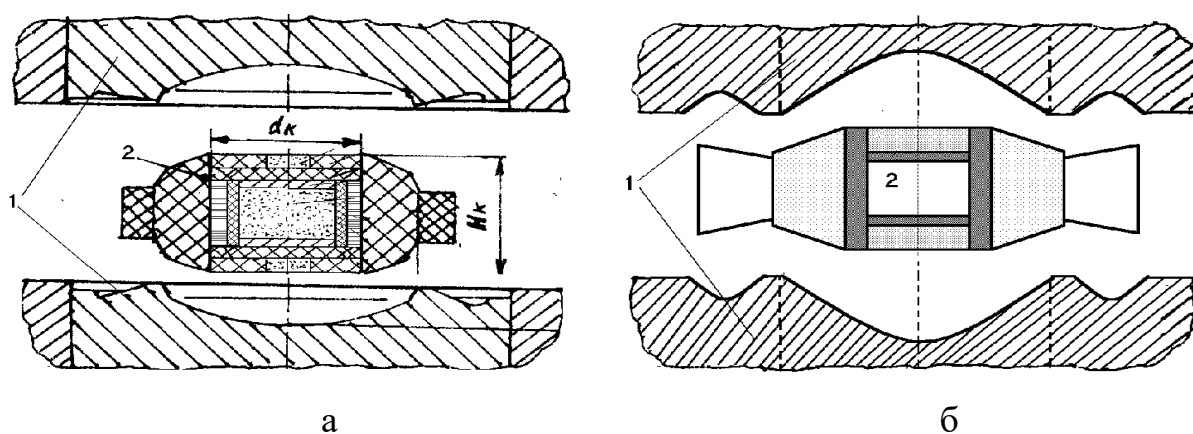
Методична послідовність виконання роботи полягала в наступному:

- а) освоєння апаратів високих тисків, використання техніки високих тисків та температур для одержання полікристалів основою КБН;
- б) використання методів визначення густини полікристалів для вивчення закономірностей ущільнення порошків кубічного нітриду бору;
- в) використання методів вимірювання фізико-механічних властивостей для визначення основних характеристик матеріалів на основі кубічного нітриду бору.

2.1 Техніка високих тисків і температур

Щоб досягти необхідні тиски використовували АВТ з твёрдосплавною матрицею. Існує три різних конструкції апаратів високого тиску які мають принципові відмінності між собою: белт; багатопуансонний апарат (куб, тетраедр); ковадло з заглибленням [1]. у цьому дослідженні були використані апарати високого

тиску типу ковадло з заглибленням. Існує багато варіацій апаратів високого тиску даного типу, що відрізняються формою та кількістю допоміжних заглиблень поміж центрального тощо. Ми використовували з одним заглибленням по центрі (рис. 2.2а) з периферійним заглибленням у тороїдній формі, звідси і назва – тороїдний (рис. 2.2б).



а – конус, спряжений зі сферою; б – тороїд

1 – вставка блок-матриці АВТ (а – інструментальна сталь, б – сталь ВК6);

2 – ячейка високого тиску

Рисунок 2.2 – АВТ типу ковадло з заглибленням [1]

Твердосплавні тороїдні апарати високого тиску які експлуатуються в ІНМ, можуть досягати тиску 8-10 ГПа . На сьогодні використовують АВТ тороїдного типу з діаметрами лунок 13,5; 17; 20; 23; 30 і 40 мм, з робочим об'ємом відповідно 0,1; 0,4; 0,75; 1,0; 3,0; 6,3 см³. В цих апаратах високого тиску, за близьких до ідеальних умовах стиснення в робочому об'ємі при консолідації, надійно одержують зразки циліндричної форми діаметром 4,5; 7,0; 9,0; 10,0; 14,5 і 18,5 мм.

Найбільший розмір діаметру полікристалічних зразків 18,5 мм отримують в апаратах високих тисків тороїдного типу, а саме в АВТ тороїд-30 та 40. Щоб досягти необхідні тиски в апаратах високих тисків тороїд-30 та 40, це тиск 7,7 ГПа необхідно прикладати силу 20 МН та 40 МН відповідно.

Для отримання зразків діаметром більше 16 міліметрів використовують АВТ типу ковадло, які застосовуються при синтезі алмазу і здатні створювати тиск до 4,5 ГПа. Однак спікання при такому тиску порошку кубічного нітриду бору за

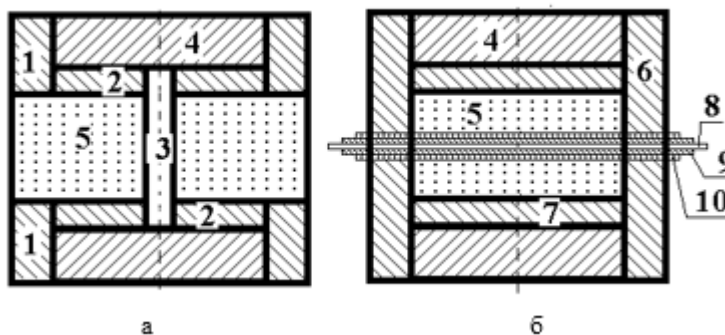
температур 2100-2400 К призводить до фазового переходу $\text{BN}_{\text{сф.}} \rightarrow \text{BN}_{\text{г.}}$, тому що спікання проходить нижче кривої рівноваги сфалеритної і графітоподібної фаз BN, та даний тип апаратів високих тисків не призначений для роботи при таких високих температурах, його робочі характеристики – тиск до 4,5 ГПа та температура до 1750 К.

При отриманні композитів на основі КНБ шляхом активованого реакційного спікання порошків КНБ з добавками тиск і температура консолідації в свою чергу значно нижчі, ніж при спіканні без добавок (див. рис. 2.1), для отримання композитів використовувались АВТ типу ковадло з заглибленням який має діаметр лунки 40, 55 і 60 мм.

В апаратах високого тиску типу белт робочий тиск може досягати 6 ГПа, а температура в реакційному об'ємі – до 2100 К. Максимальні розміри композитів, отриманих тороїд-20, становлять: діаметр 8,5 мм, висота 4,5 мм, А в сталевому АВТ ковадло з заглибленням діаметр сягає 32 мм та висота до 25 мм.

Термобаричні параметри – критичні фактори, які суттєво впливають на формування структури та властивостей полікристалу [1], [22]. Забезпечення їх точного відтворення є важливим методологічним завданням. Щоб цього досягти необхідно: 1) стабільний за властивостями АВТ; б) конструкція ЯВТ, яка забезпечувала би якнайбільш точне відтворення термобаричних параметрів у дослідах і задовільні значення перепадів термобаричних параметрів в робочому об'ємі.

На рисунку 2.3 – загальний вид калібровочних ячеек високого тиску, а на рисунку 2.4 калібровочні графіки для ЯВТ тороїд-20. Точність фіксування термобаричних параметрів в окремому експерименті складала $\pm 0,1$ ГПа і $\pm(10-50$ К).



а– по тиску і температурі; б– для АВТ тороїд-20

1, 2 – секції графітові для підведення струму; 3 – метал реперний; 4 – диск теплоізолюючий; 5 – зразок; 6 – нагрівник графітовий ; 7- диск ізоляційний; 8 – термопара; 9 – чохол танталовий; 10 – трубка з оксиду алюмінію.

Рисунок 2.3 – Схема спорядження ячеек високого тиску для калібровки АВТ

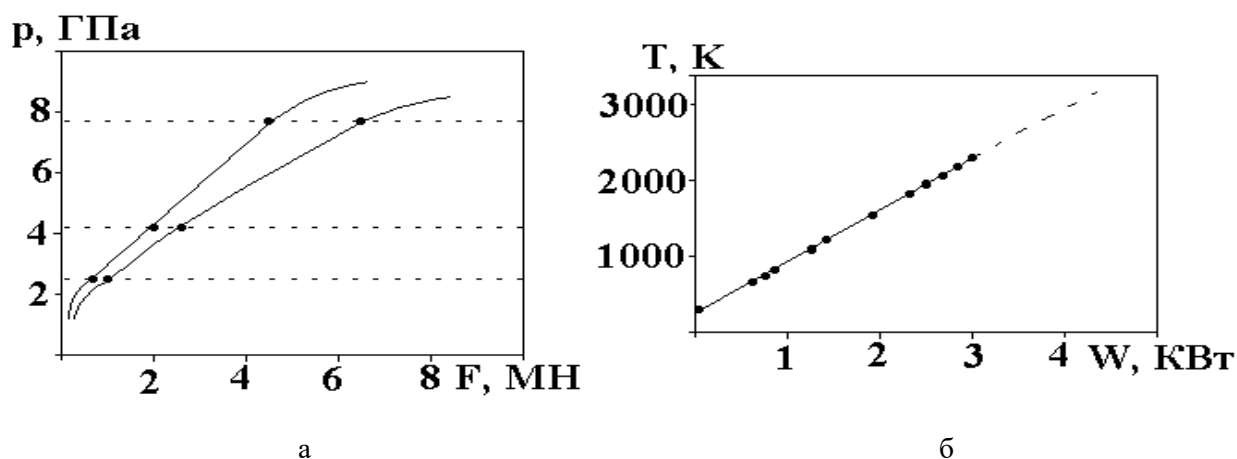


Рисунок 2.4 – Калібровочні графіки тиску від зусилля пресу (а) та температури від потужності струму нагріву (б) для АВТ тороїд-20

Визначення тиску і температури в комірці високого тиску здійснювалися в спеціальних калібрувальних комірках, максимально наближених до робочих умов ЯВТ, за допомогою традиційних методик: тиску вимірювався за допомогою датчиків : вісмут, селенід свинцю; температура вимірювалась – хромель-алюмелієвою, вольфрам-ренієвою, платино-родієвою термопарами.

2.2 Визначення густини полікристалів кубічного нітриду бору

Спінання – це нагрівання сумішей порошків або порошку при температурі 0.7-0.8 від температури плавлення основної складової шихти, метою спінання є досягнення спеціальних чи заданих властивостей. Під час спінання заготовка стає відносно компактним тілом завдяки дифузії і зменшує свої розміри. Існують різні методи дослідження об’ємної усадки пористого тіла під час спінання, а саме - метод електропровідності, високотемпературна дилатометрія та інші [27]. Дослідження усадки пористої заготовки при спіканні в апаратах високих тисків неможливе цими методами тому що робоча зона, в якій відбувається спінання недоступна. Тому залишається єдиний прийнятий метод – це зупинення конкретного етапі спінання, після чого вилучають зразок з апарат високого тиску та досліджують його (зміну розмірів, щільності густини тощо).

Ступінь ущільнення частинок порошку в компактне тіло можна виміряти за допомогою густини. Зв'язок між щільністю зразка і технологічними параметрами спінання надає цінну наукову інформацію, дозволяючи оцінити енергію і кінетику, що беруть участь в процесах консолідації.

Найточніший, але досить трудомісткий метод вимірювання густини-пикнометричний. Пікнометр це зазвичай скляна посудина з точно відомим об’ємом, з якому знаходиться рідина відомої густини куди потім занурюють зразок зважуючи пікнометр з рідиною та загальну вагу (з рідиною та зразком) та дивляться який об’єм рідини витіснив зразок. Форма пікнометра вибирається так, щоб можна було максимально точно зафіксувати об’єм, рідини та її ж з поміщенням у неї зразком.

Щоб визначити густину зразку цим методом виконується три зважування. Зважують зразок, який випробовується на повітрі, зважують пікнометр наповнений рідиною, та занурюють у пікнометр випробуваний зразок і також зважують. Густина визначають за формулою [28]: (2.1)

$$\rho = \frac{m_r \cdot \rho_{ж} - (m_{гг} - m_{гж}) \cdot D}{m_r - (m_{гг} - m_{гж})} \quad (2.1)$$

де $m_{\text{г}}$, $m_{\text{ж}}$, $m_{\text{ст}}$ це маса гир, що врівноважують відповідно тіло в повітрі, пікнометр з рідиною, пікнометр з рідиною і зануреним у неї зразком;

$\rho_{\text{ж}}$ - густина рідини;

D - густина повітря при температурі експериментів.

Похибка вимірів при використанні цього методу є мізерною і досягає 0,0001%. Через трудомісткість даного методу яка заключається в тому що перед кожним вимірюванням пікнометр потрібно промивати, просушувати та встановлювати заданий об'єм.

Є менш трудомісткий метод гідростатичного зважування заснований на використанні закону Архімеда. Його суть полягає у тому, що тіло послідовно зважують перш у повітрі потім у рідині густина якої відома. Густина розраховують за формулою (2.2)

$$\rho = \frac{m_{\text{г}} \cdot \rho_{\text{ж}} - m_{\text{ст}} \cdot D}{m_{\text{г}} - m_{\text{ст}}}, \quad (2.2)$$

де $m_{\text{г}}$, $m_{\text{ж}}$ це маса гир, що врівноважують тіло в повітрі густиною ρ і в рідині густиною $\rho_{\text{ж}}$ відповідно.

В [28] приведена формула дає точні розрахунки при сухому повітрі, тиску 700 мм рт. ст. Густина якого складає 1,2930 кг/м³.

Для того, щоб зважити випробуване тіло в рідині, його прикріплюють на тонкому дроті до гачка терез. Дріт повинен бути досить тонким та прямим для того, щоб поверхневий натяг рідини не впливав на розрахунки. Як робочі рідини використовують такі рідини які не розчиняють та ніяким чином не реагують з досліджуванним зразком, є малолетучими, малов'язкими, мають малий поверхневий натяг та постійну відому густина яка має бути меншою за густина досліджуваного зразка. Наприклад, дистильована вода, бензин, бензол, чотирихлористий вуглець та інші. Гідростатичне зважування при вимірюванні густини при ідеальних умовах дає похибку до 0,001% [28].

Але, на практиці при вимірюванні густини як правило, ігнорують поправки на густину повітря чи зміну густини рідини при зміні температури, в наслідок чого точність знижується до 0,3% [29], [30]. Ще до похибок даного методу можна віднести відкриту пористість. Наприклад, при спіканні порошків КНБ і алмазу, зразки на початкових стадіях спікання мають відкриту пористість 6-8%, після збільшення часу спікання відкрита пористість становить біля 2%, подальше збільшення часу при спіканні в АВТ традиційним способом не приводить до її зниження [18], [29]. Відкрита пористість призводить до того, що при зануренні зразка в рідину вона заповнює відкриті пори, вносячи цим досить істотні похибки в розрахунки густини. Через це судити по цим даним про кінетику усадки некоректно. Для того щоб виключити проникнення рідини в пори зразка його просочують розплавленим парафіном [29] або покривають вазеліном [31], що при просоченні парафіном збільшує час для підготовки зразків, а при покритті вазеліном додає похибки в визначення ваги тому що він прилипає до поверхонь пінцета, чашок терезів....

Доволі з високою точністю можна знаходити густину зразків геометричним методом. Для знаходження густини цим методом дослуджувані зразки повинні мати правильні форми, а саме куб,циліндр та призма. Для зразків полікристалічного нітриду бору циліндричної форми радіусом 3,5-15 мм і висотою 3-6 мм похибка при вимірюванні густини цим методом становить від 0,3% до 0,03% .

Рентгенівська густина КНБ становить 3,49 г/см³ [32]. Густина полікристалічного кубічного нітриду бору, отриманого при спіканні порошку BN, досить суттєво залежить від структури та фазового складу полікристалу, які в свою чергу визначаються умовами його отримання.

До технологічних чинників, які мають ключовий вплив на густину полікристалів кубічного нітриду бору відносяться: тривалість спікання, тиск, температура та зернистість.

У промислових умовах порошки КНБ зазвичай спікають з різними добавками, які дозволяють виробляти композити із задовільними властивостями за нижчих параметрів спікання.

2.3 Вимірювання твердості методом індентування

Твердість полікристалів вимірювалася на зразках з попередньо підготовленою поверхнею методом шліфування та подальшого полірування до стану дзеркально гладкої поверхні (10-14 клас шорсткості ГОСТ 2789-73 [31]) алмазними кругами різної зернистості.

Твердість визначалася за Кнупом. Обумовлений вибір цього методу тим, що при індентуванні крихких матеріалів пірамідою Кнупа відбитки виходять з мінімальними руйнуваннями при прикладанні великого навантаження. Велике навантаження необхідне для того щоб зменшити вплив пружної деформації на значення твердості при зміні умов досліджень. Під час великих навантажень, більших 5 Н, цей вплив для крихких матеріалів зокрема алмазу незначний.

Твердість вимірювали за допомогою мікротвердоміру ПМТ-3. Навантаження прикладене на індентор було 10Н та тривало 8-10 секунд. Розрахунок виконувався по формулі (2.3) [1]

$$H = h \frac{P}{d^2} \quad (2.3)$$

де P – навантаження на індентор;

d – довжина відбитка;

h — константа, що залежить від методу випробування (для вікерса 0,1891; для кнупа 1,451)

Кількість вимірів на конкретному зразку обирали так, щоб відносна похибка середнього значення величини твердості не перевищувала 10% при надійності 95%. Обсяг вибірки при цьому коливався в межах 4 – 8 вимірів, у залежності від варіації значень твердості, одержуваних в одиничних вимірах.

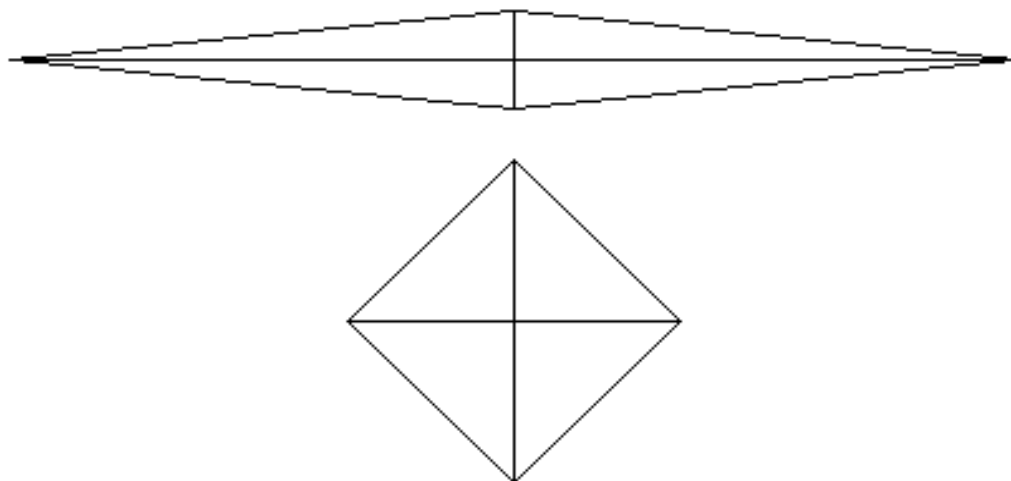


Рисунок 2.5 – Форма відбитка пірамід Кнупа і Вікерса для однакової твердості

Для індентування використовувались піраміди Вікерса і Кнупа. Пірамідою Вікерса називається алмазна піраміда з квадратною основою і кутом при вершині між протилежними гранями $\alpha = 136^\circ$. У піраміді Кнупа кути θ_1 і θ_2 між довгими і короткими ребрами рівні відповідно $172,5^\circ$ і 130° . Відбиток, зроблений цією пірамідою, є ромбічним, та його довга діагональ в сім разів більша короткої. При цій формі індентора в твердих матеріалах формуються відбитки з мінімальним розтріскуванням. Для виміру твердості служить довга діагональ відбитка.

2 РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

В даній роботі досліджувались вплив технологічних факторів, таких як тиск, температура і тривалість спікання, на твердість і густину полікристалів КНБ. Спікання порошків КНБ проводилось в АД тороїд-20 (об'єм ячейки високого тиску $1,7 \text{ см}^3$), вихідний порошок КНБ – КМ 7/5 (мікропорошок кубоніту з розміром зерен в інтервалі 5 – 7 мкм).

В таблиці 3.1 приведені дані залежності густини полікристалів КНБ від температури спікання. Зразки одержані при тиску 7,7 ГПа, тривалість спікання 90 с (для 2300 К і 2500 К – 60 с, для 2800 К і 3000 К – 45 с), розміри циліндричних зразків $8 \pm 0,5$ мм по діаметру і $4 \pm 0,5$ мм по висоті. Було одержано по три зразки при кожній з температур спікання. Вимірювання густини проводилось в дистильованій воді при температурі 293 К.

Таблиця 3.1 Залежність густини полікристалів КНБ від температури спікання

№	1-1	1-2	1-3	2-1	2-2	2-3	3-1	3-2	3-3	4-1	4-2	4-3
$T, \text{ К}$	300			700			1000			1200		
$\rho, \text{ г/см}^3$	2,53	2,52	2,48	2,70	2,73	2,68	2,81	2,77	2,84	2,88	2,87	2,91
$\rho_{\text{ср}}, \text{ г/см}^3$	$2,51 \pm 0,02$			$2,70 \pm 0,02$			$2,81 \pm 0,03$			$2,89 \pm 0,02$		

Продовження таблиці 3.1

№	5-1	5-2	5-3	6-1	6-2	6-3	7-1	7-2	7-3	8-1	8-2	8-3
$T, \text{ К}$	1450			1750			2100			2300		
$\rho, \text{ г/см}^3$	2,99	3,01	2,96	3,23	3,20	3,18	3,32	3,29	3,30	3,39	3,34	3,38
$\rho_{\text{ср}}, \text{ г/см}^3$	$2,99 \pm 0,02$			$3,20 \pm 0,02$			$3,30 \pm 0,03$			$3,37 \pm 0,02$		

Закінчення таблиці 3.1

№	9-1	9-2	9-3	10-1	10-2	10-3	11-1	11-2	11-3
$T, \text{ К}$	2500			2800			3000		
$\rho, \text{ г/см}^3$	3,41	3,36	3,38	3,42	3,30	3,36	3,23	3,19	3,26
$\rho_{\text{ср}}, \text{ г/см}^3$	$3,38 \pm 0,02$			$3,36 \pm 0,02$			$3,23 \pm 0,03$		

Розглянемо похибки, які можливі при вимірюванні густини. Виміри проводили в такій послідовності: зважували зразок на повітрі, зважували зразок,

прикріплений на мідному гачку, в дистильованій воді і окремо зважували гачок в дистильованій воді. При цьому густину визначали за формулою:

$$\rho = \frac{m_n \cdot \rho_g}{m_n - (m_g - m_z)}, \quad (3.1)$$

де m_n , m_g , m_z і ρ_g – це вага зразка на повітрі, вага зразка з гачком в воді, вага гачка в воді і густина води відповідно. Зважування проводилось на аналітичних терезах з точністю $\pm 0,0001$ г.

Похибка вимірювання густини (інструментальна похибка)

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = \frac{\Delta\rho_g}{\rho_g} + \frac{\Delta m_n}{m_n} + \frac{\Delta m_n + \Delta m_g + \Delta m_z}{m_n - m_g + m_z}. \quad (3.2)$$

В таблиці 3.2 приведена залежність густини дистильованої води від температури.

Таблиця 3.2. Густина дистильованої води в залежності від температури

$t, ^\circ\text{C}$	15	16	17	18	19
$\rho, \text{г/см}^3$	0,9991	0,99894	0,99877	0,99859	0,99840
$t, ^\circ\text{C}$	20	21	22	23	24
$\rho, \text{г/см}^3$	0,99820	0,99799	0,99777	0,99753	0,99729

Підставляючи в (3.2) значення $\Delta m_n = \Delta m_g = \Delta m_z = 0,0001$ г і $\Delta\rho_g = 0,0005$ г/см³ (табл. 3.2, під час вимірювання температура в кімнаті була в межах 17 – 20 °С) знаходимо відносну і абсолютну інструментальну похибку вимірювань: $\Delta\rho/\rho = 0,0024$, $\Delta\rho \approx 0,0024 \cdot 3,3 \text{ г/см}^3 = 0,008 \text{ г/см}^3$.

В таблиці 3.1 нижній рядок – середнє значення густини полікристалів, одержаних при відповідній температурі спікання, визначене за результатами трьох вимірювань і довірчий інтервал значення густини при довірчій ймовірності 68%. В даному випадку випадкова похибка становить 0,02 – 0,03 г/см³ і більша за інструментальну. Можливі також систематичні похибки при вимірюванні густини компактних зразків в дистильованій воді по приведеній вище методиці. Їх причини: а) нехтувана виштовхувальною силою повітря, зважування проводиться на повітрі, а не в вакуумі; б) ниточка, на якій кріпиться зразок, не достатньо тонка і на виміри впливає поверхневий натяг рідини; в) в воді розчиняється повітря, густина води при цьому змінюється.

В таблиці 3.3 приведені значення твердості полікристалів КНБ в залежності від температури спікання. Для визначення твердості використовувались ті ж зразки, що і для визначення густини (див. вище). Поверхня для вимірювання спеціально готувалась шляхом шліфування і полірування зв'язаним абразивом (алмазними кругами). Стан поверхні, на якій проводились вимірювання, відповідав 11 – 14 класові шорсткості.

Твердість визначали методом індентування за Кнупом, навантаження на індентор складало 10 Н. Інструментальна похибка вимірювань залежала від точності визначення довжини діагоналі відбитка. Для окуляра зі шкалою, який використовувався в приладі ПМТ-3, ціна поділки складала 0,3 мкм, відповідно $\Delta d = 0,6$ мкм. Для значень середніх значень твердості (30-40 Гпа) відносна похибка вимірювань складала $\Delta H/H \approx 2\Delta d/d \approx 0,02$, відповідно абсолютне значення $\Delta H \approx 0,8$ Гпа. Як видно з табл. 3.3, випадкова похибка вища за інструментальну і для випадку довірчої ймовірності 95% довірчий інтервал дорівнює 1 – 2 Гпа. Причина такого співвідношення між випадковою і експериментальною похибками – неоднорідність зразків по об'єму, розмір діагоналі складав 50 – 100 мкм, при цьому розмір зерен КНБ в структурі полікристала не перевищував 7 мкм, в зону деформації попадало більше 10 зерен, границі зерен, пори і т.д., тобто твердість, яка вимірювалась – це характеристика полікристалу, а не окремого зерна.

Таблиця 3.3 Залежність твердості полікристалів КНБ від температури спікання

№	T, K	D , поділок	H , Гпа	$H_{\text{сер}}$ (0,68)	$H_{\text{сер}}$ (0,95)
2-1	700	780, 700, 800, 820, 850	2,6; 3,2; 2,5; 2,4; 2,2	$2,6 \pm 0,2$	$4,0 \pm 0,8$
2-2		621, 700, 720, 600, 510	4,1; 3,2; 3,0; 4,4; 6,1	$4,2 \pm 0,5$	
2-3		551, 600, 620, 520, 490	5,2; 4,4; 4,1; 5,8; 6,6	$5,2 \pm 0,5$	
3-1	1000	456, 480, 400, 430, 500	7,6; 6,9; 9,9; 8,6; 6,3	$7,9 \pm 0,7$	$10,1 \pm 1,3$
3-2		406, 420, 455, 350, 370	9,6; 9,0; 7,6; 12,9; 11,5	$10,1 \pm 1,0$	
3-3		368, 400, 355, 320, 360	11,7; 9,9; 12,5; 15,4; 12,2	$12,3 \pm 1,0$	
4-1	1200	412, 400, 355, 449, 430	9,3, 9,9, 12,5, 7,8 8,6	$9,6 \pm 0,9$	$12,6 \pm 1,8$
4-2		360, 320, 380, 400, 325	12,2, 15,4, 10,9, 9,9, 15,0	$12,7 \pm 1,2$	
4-3		320, 335, 370, 300, 290	15,4, 14,1, 11,5, 17,6, 18,8	$15,5 \pm 1,4$	

Закінчення таблиці 3.3

5-1	1450	394, 370, 355, 400, 420	10,2, 11,5, 12,5, 9,9, 9,0	10,6±0,7	15,7
5-2		320, 300, 345, 360, 280	15,4, 17,6, 13,3, 12,2, 20,2	15,7±1,6	±2,9
5-3		278, 300, 320, 250, 248	20,4, 17,6, 15,4, 25,3, 25,7	20,9±2,3	
6-1	1750	228, 220, 215, 230, 238	30,4, 32,7, 34,2, 29,9, 27,9	31,-±1,2	34,3
6-2		214, 220, 210, 204, 219	34,6, 32,7, 35,9, 38,0, 33,0	34,8±1,1	±1,9
6-3		202, 215, 211, 200, 204	38,7, 34,2, 35,5, 39,5, 38,0	37,2±1,1	
7-1	2100	206, 199, 220, 211, 203	36,6, 39,9, 32,7, 35,5, 38,4	36,6±1,4	38,3
7-2		202, 198, 208, 213, 201	38,7, 40,3, 36,5, 34,9, 39,1	37,9±1,1	±1,6
7-3		198, 207, 190, 194, 203	40,2, 36,9, 43,8, 42,0, 38,4	40,3±1,4	
8-1	2300	197, 190, 211, 202, 194	40,7, 43,8, 35,5, 38,7, 42,0	40,1±1,6	42,0
8-2		193, 189, 199, 204, 192	42,4, 44,3, 39,9, 38,0, 42,9	41,5±1,2	±1,9
8-3		188, 198, 180, 184, 194	44,6, 40,3, 48,8, 46,7, 42,0	44,5±1,7	
9-1	2500	201, 205, 194, 190, 210	39,5, 37,6, 42,0, 43,8, 35,9	39,8±1,6	41,4
9-2		192, 201, 194, 185, 190	42,7, 39,1, 42,0, 46,2, 43,8	42,8±1,3	±1,5
9-3		185, 196, 196, 190, 199	42,4, 41,2, 41,2, 43,8, 39,9	41,7±0,7	
10-1	2800	220, 234, 210, 211, 225	32,8, 28,9, 35,9, 35,5, 31,2	32,9±1,4	36,7
10-2		209, 214, 225, 200, 198	36,3, 34,5, 31,2, 39,5, 40,3	36,4±1,9	±2,5
10-3		196, 199, 211, 191, 190	41,3, 39,9, 35,5, 43,3, 43,8	40,8±1,7	
11-1	3000	345, 380, 294, 340, 364	13,3, 10,9, 18,3, 13,7, 11,9	13,6±1,4	18,9
11-2		291, 320, 284, 258, 302	18,7, 15,4, 19,6, 23,8, 17,3	19,0±1,6	±3,1
11-3		259, 280, 287, 230, 239	23,5, 20,2, 19,2, 29,9, 27,7	24,1±2,4	

В таблиці 3.4 приведені значення густини полікристалів КНБ в залежності від тривалості спікання, тиск спікання складав 7,7 ГПа, температура 1750 К, розмір зерен вихідних порошків КНБ в інтервалі від 5 до 7 мкм, розміри циліндричних зразків $8\pm0,5$ мм по діаметру і $4\pm0,5$ мм по висоті.

Таблиця 3.4. Густина полікристалів, спечених з порошків КНБ в залежності від тривалості спікання

№	1-1	1-2	1-3	2-1	2-2	2-3	3-1	3-2	3-3	4-1	4-2	4-3
τ , с	0			5			10			30		
ρ , г/см ³	2,53	2,52	2,48	2,98	3,03	3,00	3,10	3,05	3,04	3,12	3,14	3,11
$\rho_{\text{ср}}$, г/см ³	2,51±0,02			3,00±0,02			3,06±0,02			3,12±0,01		

Продовження таблиці 3.4

№	5-1	5-2	5-3	6-1	6-2	6-3	7-1	7-2	7-3	8-1	8-2	8-3
τ , с	60			90			120			180		
ρ , г/см ³	3,17	3,14	3,18	3,23	3,20	3,18	3,22	3,26	3,21	3,24	3,22	3,26
$\rho_{\text{ср}}$, г/см ³	3,16±0,02			3,20±0,02			3,23±0,02			3,24±0,02		

Закінчення таблиці 3.4

№	9-1	9-2	9-3	10-1	10-2	10-3
τ , с	300			600		
ρ , г/см ³	3,24	3,19	3,26	3,20	3,22	3,25
$\rho_{\text{ср}}$, г/см ³	3,23 $\pm$ 0,03			3,22 $\pm$ 0,02		

Залежність твердості полікристалів КНБ від тривалості спікання представлено в табл. 3.5. Температура спікання досліджуваних полікристалів складала 2300 К, тиск 7,7 ГПа, вихідна шихта для спікання порошки КНБ КМ7/5 без добавок.

Таблиця 3.5 Твердість полікристалів КНБ в залежності від тривалості спікання

№	Час, с	d , поділок	H , ГПа	$H_{\text{ср}}$, ГПа
2-1	5	392, 403, 381, 400, 384	10,3; 9,7; 10,6; 9,9; 10,7;	10,0 $\pm$ 1,0
2-2		434, 452, 400, 444, 438	8,4; 7,7; 9,9; 8,0; 8,2;	
2-3		374, 401, 425, 350, 338	11,3; 9,8; 8,8; 12,9; 13,8	
3-1	10	331, 350, 311, 324, 339	14,4; 12,9; 16,3; 15,1; 13,8	14,1 $\pm$ 0,9
3-2		323, 336, 312, 309, 347	15,2; 14,0; 16,2; 16,6; 13,1;	
3-3		357, 370, 334, 340, 364	12,4; 11,5; 14,2; 13,7; 11,9	
4-1	30	234, 240, 255, 228, 213	28,9; 27,4; 24,3; 30,4; 34,9;	28,6 $\pm$ 2,6
4-2		246, 250, 288, 222, 224	26,1; 25,3; 19,1; 32,1; 31,5;	
4-3		233, 240, 267, 210, 215	29,1; 27,4; 22,2; 35,9; 34,2	
5-1	60	203, 205, 224, 193, 191	38,4; 37,6; 31,5; 42,4; 43,3;	38,4 $\pm$ 2,4
5-2		208, 217, 229, 195, 191	36,5; 33,6; 30,2; 41,6; 43,3;	
5-3		200, 212, 202, 194, 192	39,5; 35,2; 38,7; 42,0; 42,9	
6-1	90	194, 190, 188, 205, 193	42,0; 43,8; 44,7; 37,6; 42,4	42,0 $\pm$ 1,6
6-2		191, 194, 197, 187, 186	43,3; 42,0; 40,7; 45,2; 45,7;	
6-3		198, 205, 190, 188, 209	40,3; 37,6; 43,8; 44,7; 36,2	
7-1	120	196, 204, 203, 190, 187	41,2; 38,0; 38,4; 43,8; 45,2;	41,3 $\pm$ 1,6
7-2		199, 209, 203, 193, 191	39,9; 36,2; 38,4; 42,4; 43,3;	
7-3		193, 198, 190, 184, 200	42,4; 40,3; 43,8; 46,7; 39,5	
8-1	180	201, 198, 224, 190, 192	39,1; 40,3; 31,5; 43,8; 42,9;	39,1 $\pm$ 2,1
8-2		206, 219, 200, 194, 211	37,3; 33,0; 39,5; 42,0; 35,5;	
8-3		198, 203, 209, 188, 193	40,3; 38,4; 36,2; 44,7; 42,4;	
9-1	300	204, 217, 193, 208, 198	38,0; 33,6; 42,4; 36,5; 40,3;	37,3 $\pm$ 2,2
9-2		213, 224, 198, 201, 229	34,9; 31,5; 40,3; 39,1; 30,2;	
9-3		203, 223, 201, 193, 195	38,4; 31,8; 39,1; 42,4; 41,6	
10-1	600	226, 240, 244, 206, 214	31,0; 27,4; 26,6; 37,3; 34,5;	29,7 $\pm$ 3,0
10-2		240, 254, 280, 210, 216	27,4; 24,5; 20,2; 35,9; 33,9;	
10-3		235, 255, 260, 210, 215	28,6; 24,3; 23,4; 35,9; 34,2;	
11-1	1800	361, 380, 400, 321, 343	12,1; 10,9; 9,9; 15,3; 13,4;	12,3 $\pm$ 1,5
11-2		390, 423, 430, 333, 374	10,4; 8,8; 8,6; 14,3; 11,3;	
11-3		342, 370, 384, 321, 293	13,5; 11,5; 10,7; 15,3; 18,4	

Для дослідження впливу тиску спікання на густину і твердість полікристалів КНБ використовували не чисті порошки КНБ, а гомогенну суміш порошків КНБ і алюмінію (склад шихти для спікання - 90 мас.% КМ 7/5 і 10 мас.% Al-40, тобто порошку алюмінію з розміром зерен менше 40 мкм). Температура спікання була 1750 К, тривалість спікання 120 с, в результаті одержані циліндричні зразки з діаметром $8\pm0,5$ мм і висотою $4\pm0,5$ мм. В процесі спікання відбувалася хімічна взаємодія між кубічним нітридом бору і алюмінієм за реакцією



В результаті реакційного спікання отримували композит з керамічною матрицею на основі КНБ (84 мас.%), інші фази в складі композиту – AlN (10 мас%) і AlB₂ (6 мас.%). Теоретична густина безпористого композиту такого складу – 3,40 г/см³. В останньому рядку табл. 3.6 приведена відносна густина композиту в %.

Твердість композитів, одержаних при різних тисках спікання, приведена в табл. 3.7 і 3.8. Шихти для спікання – гомогенна суміш порошків 90% КМ 7/5 та 10% Al-40, температура спікання 2100 К, тривалість спікання 90 с В таблиці 3.7 – твердість, визначена за методикою індентування по Кнупу, а в таблиці 3.8 – за методикою індентування по Вікерсу. Довжина діагоналі відбитка, одержаного при використанні індентора Вікерса, менша в порівнянні з великою діагоналлю відбитка від індентора Кнупа приблизно в 3 рази і відповідно точність визначення твердості (інструментальна похибка) при вимірюванні твердості по Вікерсу в 3 рази вища і складає близько 2,4 ГПа. Статистична (випадкова) похибка при вимірюванні твердості за Кнупом згідно з даними табл. 3.7 складає 1 – 2 ГПа, а за Вікерсом (див. табл. 3.8) – 2 – 4 ГПа.

Таблиця 3.6. Густина композитів КНБ в залежності від тиску спікання

№	1-1	1-2	1-3	2-1	2-2	2-3	3-1	3-2	3-3	4-1	4-2	4-3
p , ГПа	1,0			2,0			2,5			3,0		
ρ , г/см ³	3,32	3,28	3,27	3,31	3,29	3,34	3,30	3,35	3,29	3,32	3,34	3,37
$\rho_{\text{ср}}$, г/см ³	$3,26\pm0,02$			$3,31\pm0,02$			$3,31\pm0,02$			$3,34\pm0,02$		
$\rho/\rho_{\text{т}}$, %	95,3			97,4			97,4			98,2		

Закінчення таблиці 3.6

№	5-1	5-2	5-3	6-1	6-2	6-3	7-1	7-2	7-3	8-1	8-2	8-3
p , К	3,7			4,2			4,5			7,7		
ρ , г/см ³	3,35	3,34	3,38	3,36	3,35	3,38	3,37	3,36	3,39	3,37	3,38	3,39
$\rho_{\text{ср}}$, г/см ³	3,36±0,02			3,36±0,01			3,37±0,01			3,38±0,01		
ρ/ρ_T , %	98,8			98,8			99,1			99,4		

Таблиця 3.7. Твердість за Кнупом композитів КНБ в залежності від тиску спікання

№	Тиск, ГПа	d , поділок	H , ГПа	$H_{\text{ср}}$ ГПа
1-1 1-2 1-3	1,0	360, 400, 420, 308, 312 338, 362, 351, 310, 329 379, 404, 414, 328, 370	12,2; 9,9; 9,0; 16,7; 16,2 13,8; 12,1; 12,8; 16,5; 14,6 11,0; 9,7; 9,2; 14,7; 11,5	12,7 ± 1,5
2-1 2-2 2-3	2,0	329, 353, 340, 309, 314 350, 378, 366, 320, 338 317, 330, 336, 299, 303	14,6; 12,7; 13,7; 16,6; 16,0 12,9; 11,1; 11,8; 15,4; 13,8; 15,7; 14,5; 14,0; 17,7; 17,2	14,5 ± 1,1
3-1 3-2 3-3	2,5	320, 318, 300, 345, 317 305, 317, 322, 285, 296 323, 442, 328, 303, 319	15,4; 15,6; 17,6; 13,3; 15,7; 17,0; 15,7; 15,2; 19,5; 18,0; 15,2; 8,1; 14,7; 17,2; 15,5	15,6 ± 1,4
4-1 4-2 4-3	3,0	279, 300, 248, 273, 295 258, 260, 273, 248, 251 271, 293, 285, 249, 257	20,3; 17,6; 25,7; 21,2; 18,2; 23,8; 23,4; 21,2; 25,7; 25,1; 21,5; 18,4; 19,5; 25,5; 23,9	22,1 ± 1,6
5-1 5-2 5-3	3,7	239, 252, 260, 215, 229 247, 264, 256, 226, 242 241, 260, 254, 221, 229	27,7; 24,9; 23,4; 34,2; 30,2; 25,9; 22,7; 24,1; 31,0; 27,0; 27,2; 23,4; 24,5; 32,4; 30,2	27,3 ± 2,0
6-1 6-2 6-3	4,2	232, 245, 238, 217, 228 227, 230, 244, 212, 222 236, 250, 254, 214, 226	29,4; 26,3; 27,9; 33,6; 30,4; 30,7; 29,9; 26,6; 35,2; 32,1; 28,4; 25,3; 24,5; 34,5; 31,0	29,1 ± 1,7
7-1 7-2 7-3	4,5	228, 240, 234, 214, 220 230, 244, 240, 220, 216 224, 238, 234, 210, 214	30,4; 27,4; 28,9; 34,5; 32,7; 29,9; 26,6; 27,4; 32,7; 33,9; 31,5; 27,9; 28,9; 35,9; 34,5	30,7 ± 1,7
8-1 8-2 8-3	7,7	205, 217, 211, 194, 198 212, 222, 214, 201, 211 204, 211, 208, 196, 201	37,6; 33,6; 35,5; 42,0; 40,3; 35,2; 32,1; 34,5; 39,1; 35,5; 38,0; 35,5; 36,5; 41,2; 39,1	37,0 ± 1,6

Таблиця 3.8. Твердість за Вікерсом композитів КНБ в залежності від тиску спікання

№	Тиск, ГПа	d , поділок	H , ГПа	$H_{\text{сер}}$, ГПа
1-1 1-2 1-3	1,0	112, 108, 102, 119, 117 102, 104, 105, 101, 98 110, 114, 117, 102, 107	16,4; 17,7; 19,8; 14,5; 15,0 19,8; 19,0; 18,7; 20,2; 21,4 17,0; 15,9; 15,0; 19,8; 18,0	$17,9 \pm 1,2$
2-1 2-2 2-3	2,0	101, 98, 95, 109, 102 105, 104, 99, 107, 110 93, 94, 99, 88, 91	20,2; 21,4; 22,8; 17,3; 19,8 18,7; 19,0; 21,0; 18,0; 17,0 23,8; 23,3; 21,0; 26,6; 24,9	$21,0 \pm 1,6$
3-1 3-2 3-3	2,5	96, 98, 102, 91, 93 92, 96, 96, 86, 90 97, 99, 104, 90, 95	22,4; 21,4; 19,8; 24,9; 23,8 24,3; 22,4; 22,4; 27,9; 25,4 21,9; 21,0; 19,0; 25,4; 22,8	$23,0 \pm 1,3$
4-1 4-2 4-3	3,0	85, 87, 91, 80, 82 77, 74, 75, 74, 84 80, 77, 79, 75, 89	28,5; 27,2; 24,9; 32,2; 30,6 34,7; 37,6; 36,6; 37,6; 29,2 32,2; 34,7; 33,0; 36,6; 26,0	$32,1 \pm 2,3$
5-1 5-2 5-3	3,7	73, 70, 71, 71, 81 74, 70, 71, 76, 79 71, 69, 68, 75, 72	38,7; 42,0; 40,9; 40,9; 31,4 37,6; 42,0; 40,9; 35,7; 33,0 40,9; 43,3; 44,6; 36,6; 39,7	$39,2 \pm 2,0$
6-1 6-2 6-3	4,2	69, 66, 64, 75, 71 68, 64, 65, 73, 71 72, 77, 74, 71, 66	43,3; 47,3; 50,3; 36,6; 40,9 44,6; 50,3; 48,8; 38,7; 40,9 39,7; 34,7; 37,6; 40,9; 47,3	$42,8 \pm 2,8$
7-1 7-2 7-3	4,5	68, 64, 63, 71, 74 70, 74, 75, 63, 68 67, 64, 63, 68, 73	44,6; 50,3; 51,9; 40,9; 37,6; 42,0; 37,6; 36,6; 51,9; 44,6; 45,9; 50,3; 51,9; 44,6; 38,7	$44,6 \pm 3,1$
8-1 8-2 8-3	7,7	61, 59, 58, 60, 67 64, 60, 59, 67, 70 62, 58, 60, 61, 69	55,4; 59,2; 61,2; 57,2; 45,9; 50,3; 57,2; 59,2; 45,9; 42,0; 53,6; 61,2; 57,2; 55,4; 43,3	$53,6 \pm 3,6$

На густину і твердість полікристалів і композитів КНБ впливає також спосіб спікання, фазовий склад одержаних полікристалів. В табл. 3.9 приведені дані залежності густини композитів, одержаних при реакційному спіканні КНБ з алюмінієм, в залежності від вмісту алюмінію в шихті для спікання. Шихта для спікання – гомогенна суміш порошків КМ 7/5 та Al-40, температура, тиск і тривалість спікання були відповідно 1750 К, 4,2 ГПа і 120 с. Твердість за Кнупом композитів в залежності від вмісту алюмінію в шихті для спікання приведена в табл. 3.10. Шихта для спікання – гомогенна суміш порошків КМ 7/5 та Al-40, температура, тиск і тривалість спікання відповідно 7,7 ГПа, 2300 К і 90 с.

Таблиця 3.9. Густина композитів КНБ в залежності від вмісту алюмінію в шихті для спікання.

№	% алюмінію в шихті	ρ , г/см ³	Середнє значення ρ , г/см ³	$\rho_{\text{теор}}$ (для випадку реакц. 1)	$\rho_{\text{відн}}$, %
1-1 1-2 1-3	0	3,23 3,20 3,18	$3,20 \pm 0,06(0,95)$ $3,20 \pm 0,02(0,68)$	3,49	91,69
2-1 2-2 2-3	2	3,22 3,24 3,26	$3,24 \pm 0,05(0,95)$ $3,24 \pm 0,02(0,68)$	3,47	93,37
3-1 3-2 3-3	5	3,29 3,32 3,30	$3,30 \pm 0,03(0,95)$ $3,30 \pm 0,01(0,68)$	3,45	95,75
4-1 4-2 4-3	7	3,33 3,30, 3,35	$3,33 \pm 0,06(0,95)$ $3,33 \pm 0,02(0,68)$	3,43	97,08
5-1 5-2 5-3	10	3,37 3,36 3,39	$3,37 \pm 0,04(0,95)$ $3,37 \pm 0,01(0,68)$	3,40	99,12
6-1 6-2 6-3	15	3,32 3,34 3,31	$3,32 \pm 0,04(0,95)$ $3,32 \pm 0,01(0,68)$	3,36	98,81
7-1 7-2 7-3	20	3,27 3,30 3,28	$3,28 \pm 0,06(0,95)$ $3,28 \pm 0,02(0,68)$	3,32	98,80
8-1 8-2 8-3	25	3,23 3,25 3,22	$3,23 \pm 0,04(0,95)$ $3,23 \pm 0,01(0,68)$	3,28	98,48
9-1 9-2 9-3	30	3,16 3,20 3,19	$3,18 \pm 0,05(0,95)$ $3,18 \pm 0,02(0,68)$	3,24	98,15

Таблиця 3.10. Твердість композитів КНБ в залежності від вмісту алюмінію в шихті для спікання.

№	% КНБ	d , поділок	H , ГПа	$H_{\text{сер}}$, ГПа
1	100-100	197, 190, 211, 202, 194 193, 189, 199, 204, 192 188, 198, 180, 184, 194	40,7; 43,8; 35,5; 38,7; 42,0 42,4; 44,3; 39,9; 38,0; 42,9 44,7; 40,3; 48,8; 46,7; 42,0	$42,0 \pm 1,9$
2	98-96,8	192, 188, 186, 200, 194 198, 190, 188, 204, 210 199, 193, 188, 206, 209	42,9; 44,7; 45,7; 39,5; 42,0 40,3; 43,8; 44,7; 38,0; 35,9 39,9; 42,4; 44,7; 37,3; 36,2	$41,2 \pm 1,8$
3	95-92,0	197, 208, 204, 185, 191 203, 211, 209, 193, 199 204, 200, 213, 196, 207	40,7; 36,5; 38,0; 46,2; 43,3 38,4; 35,5; 36,2; 42,4; 39,9 38,0; 39,5; 34,9; 41,2; 36,9	$38,5 \pm 1,4$
4	93-88,8	205, 200, 197, 207, 216 200, 208, 203, 196, 193 207, 215, 214, 204, 195	37,6; 39,5; 40,7; 36,9; 33,9 39,5; 36,5; 38,4; 41,2; 42,4 36,9; 34,2; 34,5; 38,0; 41,6	$38,1 \pm 1,4$
5	90-84,0	205, 214, 209, 200, 197 212, 214, 224, 201, 209 204, 211, 209, 194, 202	37,6; 34,5; 36,2; 39,5; 40,7 35,2; 34,5; 31,5; 39,1; 36,2 38,0; 35,5; 36,2; 42,0; 38,7	$37,0 \pm 1,4$
6	85-76,0	211, 204, 203, 214, 223 218, 228, 220, 208, 216 209, 221, 212, 200, 203	35,5; 38,0; 38,4; 34,5; 31,8 33,3; 30,4; 32,7; 36,5; 33,9 36,2; 32,4; 35,2; 39,5; 38,4	$35,1 \pm 1,4$
7	80-68,0	227, 240, 244, 210, 214 230, 241, 240, 211, 228 221, 230, 234, 208, 212	30,7; 27,4; 26,6; 35,9; 34,5 29,9; 27,2; 27,4; 35,5; 30,4 32,4; 29,9; 28,9; 36,5; 35,2	$31,2 \pm 1,8$
8	75-60,0	269, 280, 300, 237, 260 278, 300, 312, 228, 262 258, 284, 290, 228, 230	21,9; 20,2; 17,6; 28,1; 23,4 20,5; 17,6; 16,2; 30,4; 23,0 23,8; 19,6; 18,8; 30,4; 29,9	$22,8 \pm 2,7$

3.1 Обговорення результатів

Залежність густини полікристалів від температури спікання порошків КНБ – це крива з максимумом (рис. 4.1). При тиску спікання 7,7 ГПа максимальні значення густини одержано при температурі спікання 2500 К, вона складає $3,38 \pm 0,02$ г/см³ для серії дослідів, в окремому досліді максимального одержане значення – 3,41 г/см³ (див. табл. 3.1). Подальше підвищення температури спікання призводить до зниження густини одержаних полікристалів. Теоретична (рентгенівська) густина $BN_{\text{сф}}$ – 3,49 г/см³. Тобто максимальне ущільнення нами досягнуто при температурі спікання 2500 К і складає воно 96,8 %.

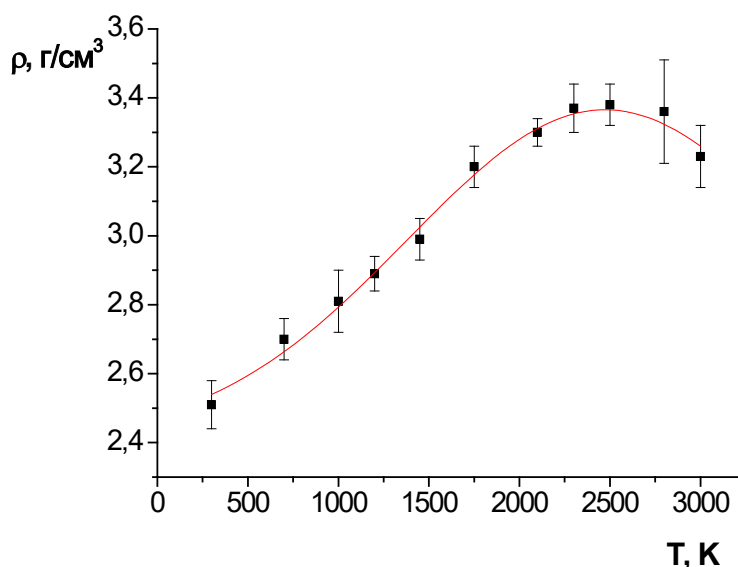


Рисунок 4.1 – Залежність густини полікристалів КНБ від температури спікання
($p=7,7$ ГПа, $\tau=90$ с.)

Основною причиною зниження густини полікристалів КНБ, одержаних при температурах спікання більше 2500 К, є фазовий перехід кубічного BN в гексагональний графітоподібний (BN_r) [1,18]. Густина BN_r – 2,26 г/см³, для випадку спікання порошку КМ 5/3 при температурі 3000 К кількість BN_r складала 12 мас.% [18]. Причина появи BN_r в складі полікристалу – частина, або весь робочий об'єм потрапляє в область стабільності графітоподібного BN (див. рис. 2.1, [20]), крім того в процесі витримки під високою температурою в робочому об'ємі апарату високого тиску відбувається дрейф температури в сторону підвищення, а тиску в сторону зниження, що пов'язано зі

змінюю умов теплообміну і деградацією матеріалів – складових ячейки високого тиску в процесі спікання [1]. Причинами великої різниці між теоретичною густиною і максимальною, одержаною в даних експериментах (3,2%) можуть бути гази, які в процесі ущільнення залишаються в замкнених порах [34], їх протитиск перешкоджає подальшому ущільненню. Крім того, пікнометрична густина порошків алмазу і кубічного нітриду бору може відрізнятися від рентгенівської і як правило в сторону менших значень. Так, для синтетичних алмазів з розміром зерен від 40 до 100 мкм пікнометрична густина була на 2 – 3% нижча, ніж рентгенівська [35], причина – наявність мікропор в самих порошках.

Залежність твердості полікристалів КНБ від температури спікання – тяж крива з максимумом (рис. 4.2). Максимальне значення твердості 42,0 ГПа відповідає температурі спікання 2300 К. Подальше збільшення температури спікання приводить до зниження твердості, причому для полікристалів, одержаних при температурі 3000 К таке зниження катастрофічне, їх твердість менша 20 ГПа (див. рис. 4.2 і табл. 3.3).

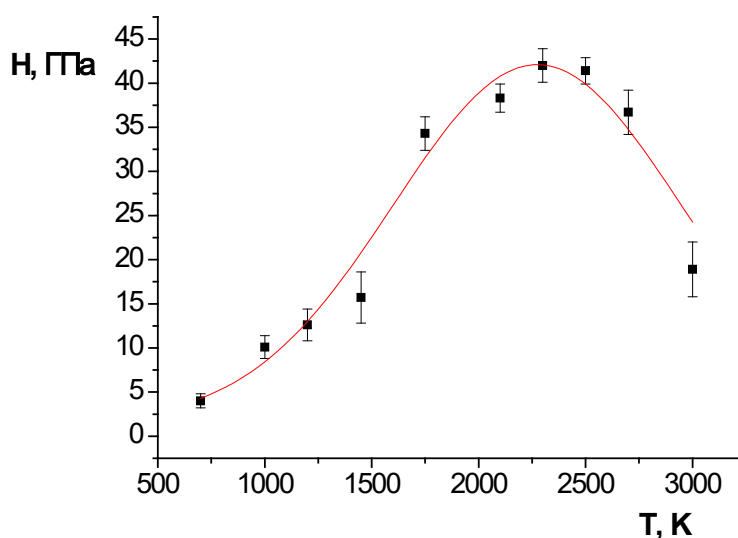


Рисунок 4.2 – Залежність твердості полікристалів КНБ від температури спікання ($p=7,7$ ГПа, $\tau=90$ с.)

Залежності твердості і густини полікристалів КНБ від температури спікання подібні, але максимальне значення для твердості одержане при температурі 2300 К, тоді як для густини – при 2500 К. Це свідчить, що крім впливу на твердість наявності графітоподібного BN в складі полікристалу, є і інші причини, наприклад, деформаційне зміцнення структури. В [1, 4] показано, що максимальні значення щільності дислокацій

досягаються в структурі полікристалів КНБ, одержаних при температурах спікання 1600 – 1900 К. Подальше збільшення температури спікання веде до відпаду дефектів, зменшення можливостей деформаційного зміцнення. При температурах спікання 1300 – 2100 К крім того проходять процеси фазових перетворень $\text{BN}_{\text{сф}} \leftrightarrow \text{BN}_{\text{г}}$, причому спочатку в порах, де тиск низький, на поверхні порошків утворюється $\text{BN}_{\text{г}}$, по мірі ущільнення розмір пор зменшується, пори заповнюються графітоподібним BN , тиск в порах зростає, виникають p, T умови, при яких стабільна вже сфалеритна фаза BN і процес фазового перетворення йде в напрямку $\text{BN}_{\text{г}} \rightarrow \text{BN}_{\text{сф}}$. Якщо при температурі спікання 1900 К кількість $\text{BN}_{\text{г}}$ в складі полікристалу 5 – 10 мас.% [1] в залежності від умов одержання і зернистості порошків КНБ, то в полікристалах, одержаних при температурі 2300 К $\text{BN}_{\text{г}}$ не більше 0,5 %. Тому максимальну твердість мають полікристали КНБ, одержані при температурі спікання 2300 К, причина - висока густина полікристалів, відсутність фаз з низькою твердістю ($\text{BN}_{\text{г}}$) [1], високий рівень деформаційного зміцнення [4].

Вибираючи температуру спікання порошків КНБ для вивчення впливу тривалості спікання на густину полікристалів, враховували інтенсивність фазових перетворень в нітриді бору при різних температурах. При 1750 К, згідно з [1, 18], фазовий перехід $\text{BN}_{\text{сф}} \rightarrow \text{BN}_{\text{г}}$ тільки починається і то при значній (більше 90 с) тривалості термобаричної обробки. Тому для дослідження кінетики ущільнення була вибрана саме така температура – 1750 К, при цьому тиск спікання складав 7,7 ГПа (рис.4.3). Результат – збільшення тривалості спікання призводить до росту густини полікристалів, при тривалості більше 180 с стабілізація густини і навіть невеличке зменшення, що можливо пов'язане з початком утворення $\text{BN}_{\text{г}}$, а також з дрейфом температури (в сторону зростання) і тиску (в сторону зменшення).

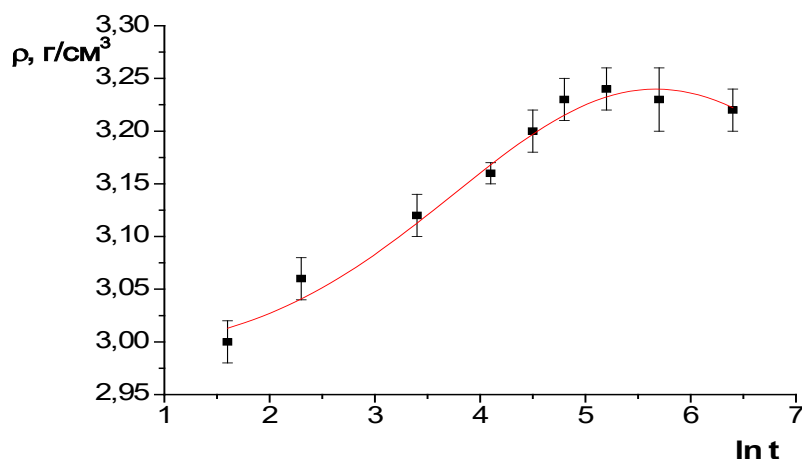


Рисунок 4.3 – Залежність густини полікристалів КНБ від тривалості спікання
($p=7,7$ ГПа, $T=1750$ К)

Залежність твердості полікристалів КНБ від тривалості спікання (температура спікання 2300 К, тиск - 7,7 ГПа) представлена на рис. 4.4. Максимум твердості 42,0 ГПа одержано на зразках, час спікання яких складав 90 с. Твердість полікристалів, час спікання яких був більше 90 с нижча, це пов'язано з відпалом дефектів структури [4, 18]. Катастрофічне зниження твердості при тривалості спікання 1800 с – результат утворення графітоподібного гексагонального нітриду бору в складі полікристалу [18].

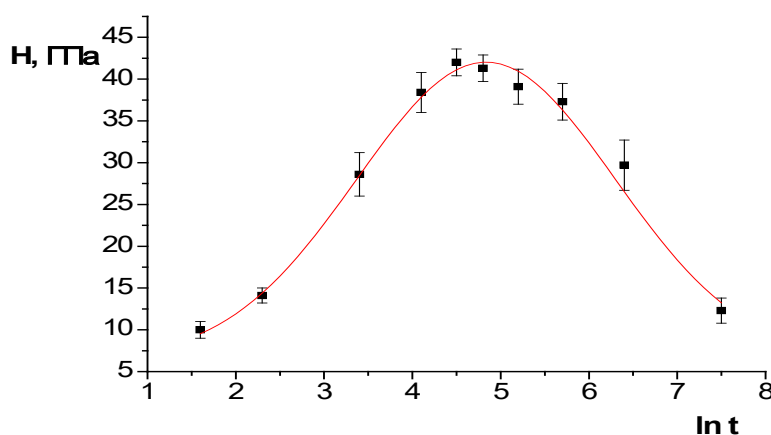


Рисунок 4.4 – Залежність твердості полікристалів КНБ від тривалості спікання
($p=7,7$ ГПа, $T=2300$ К)

Вплив тиску на густину і твердість полікристалів КНБ досліджували для випадку реакційного спікання КНБ з алюмінієм. Наявність рідкої фази на початкових стадіях спікання, виділення тепла при взаємодії BN з Al, зв'язування газів в порах і на поверхні порошків КНБ – все це сприяло ущільненню, одержанню композитів з густиною, близькою до теоретичної (рис. 4.5, див. також табл. 3.6). Навіть при тиску 1 ГПа і температурі спікання 1750 К густина композиту складала 95,3 % від розрахованої по фазовому складу. Тиск активує, прискорює процеси ущільнення, крім того, сприяє утворенню фаз з більшою густиною, тому якщо при низьких тисках спікання можлива поява в складі композиту боридів AlB_{12} , AlB_{10} , то зі збільшенням тиску утворюється в результаті взаємодії BN з Al борид AlB_2 [36]-[38] (рентгенівська густина боридів βAlB_{12} , AlB_{10} і AlB_2 відповідно становить 2,60, 2,54 і 3,18 г/см³ [39]). При тиску спікання 7,7 ГПа відносна густина композиту складала 99,4 %. Твердість композитів КНБ теж збільшується зі збільшенням тиску спікання (рис. 4.6). Слід відмітити різні значення твердості для одних і тих же зразків, визначених різними методами (з використанням в якості індентора алмазних піра-мід Кнупа і Вікерса). Твердість визначена по методу Вікерса в усіх випадках вища за твердість за Кнупом, хоча навантаження на індентор було однаковим і становило 9,8 Н. Можлива причина – різний вклад неврахованої роботи пружної деформації для цих двох методів [40], [41]. Більші значення твердості за Вікерсом в порівнянні з твердістю за Кнупом спостерігається також при випробуванні алмазних матеріалів [42].

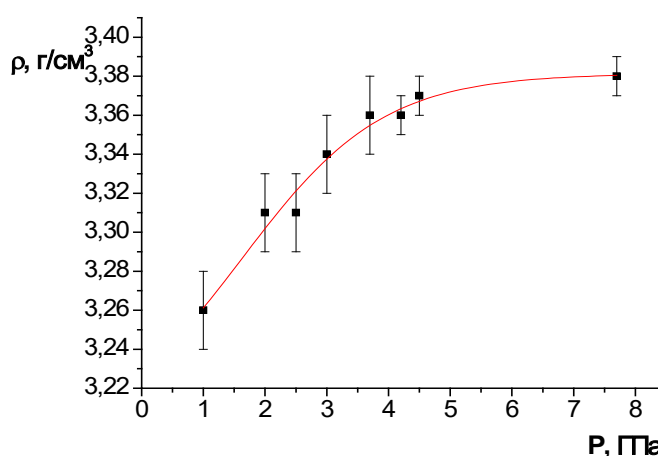


Рисунок 4.5 – Залежність густини композитів КНБ від тиску спікання ($T=1750\text{K}$, $\tau=120\text{ с.}$, 10% Al)

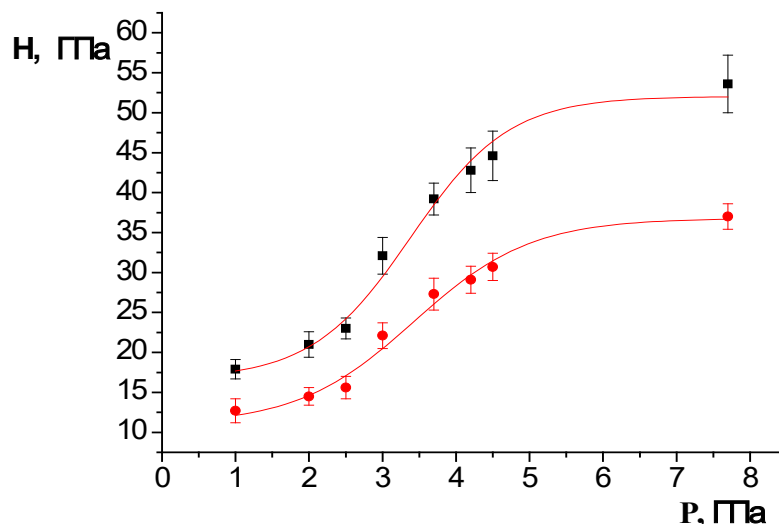


Рисунок 4.6 – Залежність твердості композитів КНБ від тиску спікання ($T=2100$ К, $\tau=90$ с, 10%Al). 1 – HV; 2 – Hk.

При реакційному спіканні кубічного нітриду бору з алюмінієм зі збільшенням вмісту алюмінію в шихті для спікання відповідно зменшується доля надтвердої фази (КНБ) в композиті. Густина $BN_{сф}$ вища, ніж інших фаз, які утворюються в результаті взаємодії по реакції (3.3). Тому зі збільшенням кількості Al в шихті густина повинна зменшуватись. Так воно і відбувається при вмісті Al в шихті більше 7 % (рис. 4.7), при менших кількостях алюмінію рідкої фази недостатньо для просочення порошкової пресовки на початкових етапах спікання і тому можлива пористість і фазові перетворення $BN_{сф} \rightarrow BN_r$ в композиті. Відносна густина композиту практично не змінюється при вмісті Al в шихті більше 7% і трохи зменшується при значних кількостях алюмінію в шихті (див. табл. 3.9), що можна пояснити наявністю залишкового алюмінію (не весь Al вступив в хімічну реакцію з $BN_{сф}$), реакція (3.3) проходить зі зменшенням об'єму [36], тому у випадку не проходження взаємодії по реакції (3.3) до кінця густина композиту буде нижча.

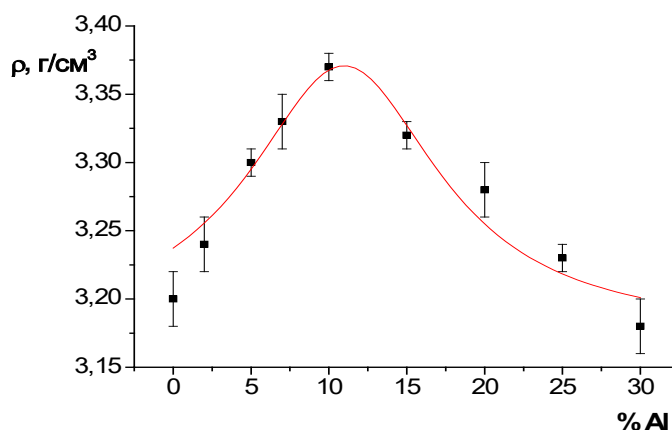


Рисунок 4.7 – Залежність густини композитів КНБ від вмісту алюмінію в шихті для спікання ($p=4,2$ ГПа $T=1750$ К, $\tau=120$ с)

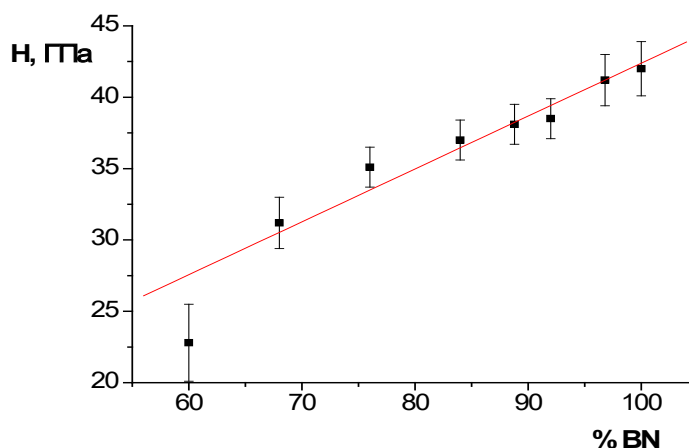


Рисунок 4.8 – Залежність твердості від вмісту КНБ в композиті. ($p=7,7$ ГПа, $T=2300$ К, $\tau=90$ с)

Залежність твердості від вмісту КНБ в композиті (рис. 4.8) – пряма лінія, найімовірніше це пов'язано з тим, що твердість композиту – це твердість кожної з фаз з врахуванням їх долі в композиті, зменшення долі найтвердішої фази КНБ веде до зменшення твердості по адитивному закону. Значне зменшення твердості при вмісті в композиті 60 % КНБ пов'язано, напевно, з залишковим алюмінієм в складі композиту, твердість якого значно нижча твердості AlN і AlB_2 .

4 ОХОРОНА ПРАЦІ

4.1 Аналіз умов праці, небезпечних та шкідливих факторів

Охорона праці – важлива сфера, спрямована на збереження життя, здоров'я та працездатності людини під час трудової діяльності. Дотримання її норм дозволяє забезпечити безпеку на робочому місці, запобігти нещасним випадкам та уникнути професійних захворювань. Під час проведення експериментальних процедур необхідне суворе дотримання вимог охорони праці, оскільки виробництво надтвердих матеріалів пов'язане зі значними ризиками на кожному етапі. Ці ризики включають сильне подразнення слизових оболонок носа і горла, захворювання легенів, ураження електричним струмом та інші небезпеки.

Використання виробничого обладнання (під яким розуміють будь-яку машину, апарат, інструмент, пристрій або установку) створює небезпечну зону, в якій працює оператор. У цій зоні працівник наражається на ризики, які можуть загрожувати його життю та здоров'ю. Крім того, виробниче обладнання має певний термін експлуатації, який визначається календарним періодом використання. Після закінчення цього терміну, особливо для обладнання підвищеної небезпеки, воно має бути виведене з експлуатації для проведення технічного огляду з метою прийняття рішення про подальше використання, модернізацію або виведення з експлуатації.

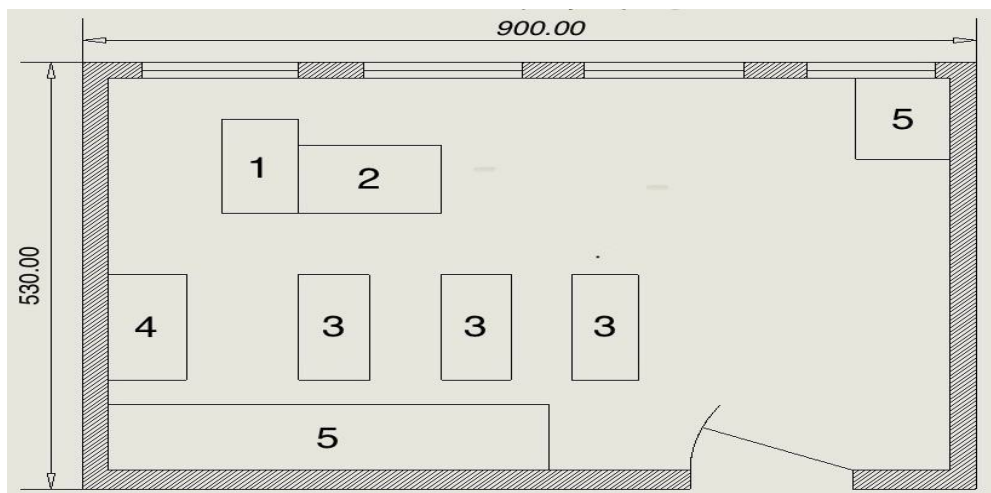
Охорона праці відіграє невід'ємну роль не лише у захисті працівників, але й у підвищенні загальної продуктивності та ефективності на робочому місці шляхом створення безпечного та здорового робочого середовища.

У цьому розділі ми розглянемо теоретичні аспекти охорони праці, які мають важливе значення для забезпечення безпеки працівників під час виробничого процесу, щоб забезпечити комплексне розуміння необхідних запобіжних заходів.

Мета розділу є створення безпечних та здорових умов на робочих місцях та виробничих приміщеннях, виключення виробничих захворювань, травматизму, пожеж та вибухів.

4.2 Характеристика місця виконання дипломної роботи та умови експлуатації

Експерименти з отриманими зразками були проведені в лабораторії досліджень Інституту надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля, як показано на рисунку 4.1.



1 – робоче місце з ПК; 2 – робоче місце зі сканувальним електронним мікроскопом;
3 – робочий стіл; 4 – сушильна шафа; 5 – робоче місце з ПК

Рисунок 4.1 – Графічне відображення дослідницької лабораторії в інституті надтвердих матеріалів

Дослідницька лабораторія займає площу 48 квадратних метрів, на якій працюють два працівники, тобто на одну особу припадає 24 квадратних метри. Роботи, що проводяться в майстернях, відносяться до категорії Ib [43]- легкі роботи, оскільки вони виконуються сидячи і не вимагають фізичного напруження відповідно до [44].

Параметри мікроклімату в лабораторіях і майстернях підтримуються на наступних рівнях: Температура: в холодну пору року (10 - 20) градусів Цельсія, в теплу пору року (19 - 25) градусів Цельсія, вологість: (40 - 60) відсотків, швидкість повітряного потоку: не більше 0,2 метра в секунду[43].

Хоча температура, відносна вологість і швидкість руху повітря в лабораторіях і майстернях для робіт легкої категорії Ib не відповідають оптимальним вимогам, вони знаходяться в допустимих межах для тимчасових робочих місць як в холодну, так і в теплу пору року. Тим не менш, нижчі значення температури в холодну пору року є

надмірно низькими. Тому рекомендується використовувати індивідуальні обігрівачі повітря, розташовані поблизу робочих місць, щоб досягти прийнятних температурних рівнів [44].

4.3 Аналіз шкідливих і небезпечних виробничих факторів

Метою аналізу шкідливих та небезпечних факторів праці є визначення рівня ризику, пов'язані з деякими факторами, які можуть негативно вплинути на безпеку та здоров'я працівників [45]. Тут ми розглянемо фактори, що виникали під час виконання НДР, а саме: освітлення на робочому місці, рівень шуму та вібрації, запиленість повітря, системи вентиляції, електробезпека та пожежна безпека.

4.3.1 Аналіз освітленості приміщення

Існує три види освітлення: природне, штучне та суміщене [46]. Природне освітлення надходить через вікна та має найкращий спектральний склад. Воно буває також трьох видів а саме верхнім, бічним та комбінованим. Штучне освітлення в свою чергу ділиться на загальне, суміщене та комбіноване:

- Загальне освітлення базується на рівномірності розміщення світильників на стелі чи над обладнанням.
- Комбіноване освітлення поєднує загальне освітлення з місцевим, коли світловий потік від світильників направляють прямо на робоче місце;
- Суміщене освітлення це освітлення яке доповнює природне освітлення штучним [46].

Освітлення на робочому місці є досить серйозним аспектом оскільки від нього залежить продуктивність праці, якщо освітлення не достатнє чи навпаки досить сильне то воно спричиняє ряд проблем для працівників, а саме напруженість очей, погіршує швидкість та якість виконання роботи та впливає на загальний стан працівника.

Щоб забезпечити комфортні умови праці, рівень освітленості має відповідати гігієнічним нормам для потрібного виду роботи [47]. Тобто освітлення повинно рівномірно розподілятися на робочих поверхнях та навколишньому просторі.

Освітлення повинно забезпечувати потрібний спектральний склад для правильної кольоропередачі.

Освітленість забезпечується на нормативному рівні. Тому що в лабораторії, виконуються зорові роботи помірної точності (розряд IV, підрозряд "в"), використовується суміщене освітлення. У лабораторії розміщено 8 світильників по 2 лампи в кожному та два вікна площею по 6 м².

4.3.2 Аналіз рівня шуму та вібрації

Відповідно до норм, рівень шуму в лабораторіях не повинен бути більшим як 75 дБА [48]. В лабораторії основним джерелом шуму є сушильна шафа рівень шуму якої становить 30 дБА. Так як шум не перевищує нормативні вимоги, то він не впливає на загальний стан працівників та не несе шкоди для їхнього здоров'я.

4.3.3 Аналіз запиленості повітря

У залежності від виду пилу та часу його впливання на організм людини він може викликати досить багато проблем від алергії до порушення функцій легень та розвитку раку, також пил викликає професійні захворювання наприклад дерматит чи пневмокніоз.

У лабораторії часто виконується контролювання вмісту пилу та шкідливих речовин в повітрі. Щоб зменшити кількість пилу та шкідливих речовин в лабораторії встановлена витяжна вентиляція марки С4.70 – 3.2 (рисунок 4.2). Щоб захистити органи дихання від пилу рекомендують користуватися респіраторами [48].

У складі фільтрувальних елементів протипилових респіраторів застосовують поліпропілен з тонкими волокнами, які забезпечують ефективне утримання пилу та інших шкідливих частинок за рахунок його електростатичних та фільтрувальних

властивостей в різних волокнистих станах за рахунок осідання частинок на волокні чи між волокнами [49].



Рисунок 4.2 – Фото протипилового респіратора 3М 6200

4.3.4 Вентиляція приміщення лабораторії

Вентиляція – це організований і регульований повітрообмін, що забезпечує видалення з приміщення забрудненого повітря і подавання на його місце свіжого. Задачею вентиляції є забезпечення чистоти повітря та заданих метеорологічних умов у виробничих приміщеннях [49].

У лабораторії встановлено вентиляцію витяжну марки (С 4.70-3.2) з продуктивністю $700 - 1790 \text{ м}^3$ в годину (рисунок 4.3). Вона складається з равлика в якому знаходиться відцентровий ротор який обертається двигуном 800 Вт, видаляючи через витяжний отвір повітря з приміщення.



Рисунок 4.3 – Витяжна вентиляція марки С 4.70-3.2

Приплив повітря в приміщення регулюється герметичністю самого приміщення, що є досить великим недоліком. Це може викликати протяги, які можуть викликати простудні захворювання в робочого персоналу. Та збільшує витрати

на опалення в холодну пору року.

Розрахунок кратності повітрообміну: Для лабораторій кратність повітрообміну становить 8-12 разів на годину в залежності від специфіки роботи, яку виконує лабораторія. Для розрахунку обсягу повітря, потрібного для лабораторії, потрібно знайти об'єм приміщення:

Розміри лабораторії – ширина (5.3 м), довжина (9 м), висота (3,2 м)

Об'єм лабораторії складає: $V = a \cdot b \cdot c = 5,3 \cdot 9 \cdot 3,2 = 153,6 \text{ м}^3$.

Далі за допомогою формули 4.1 розрахуємо обсяг повітря який повинен подаватися до лабораторії кратність візьмемо 8 .

$$Q = V \cdot n, \quad 4.1$$

де Q – обсяг повітря, який необхідно подати/видалити за годину, $\text{м}^3/\text{год}$;

V – об'єм приміщення, м^3 ;

n – кратність обміну повітря (разів на годину).

$$Q = 154 \text{ м}^3 \times 8 = 1232 \text{ м}^3 / \text{год}.$$

Об'єм повітря, який потрібно видалити за годину, складає 1232 м^3 . Встановлена вентиляція марки С 4.70-3.2, з її продуктивністю 700 – 1790 $\text{м}^3/\text{год}$, повністю відповідає цим вимогам.

4.3.5 Електробезпека

На клас небезпеки ураження електричним струмом впливає величина струму, який протікає через тіло. Струм всього в 25 мА вже є небезпечним, тому що він спричиняє скорочення м'язів та це ускладнює, а в деяких випадках унеможливорює шанс відірватись від провідника, якщо ж струм має величину 100 мА та більше то він призводить до летальних наслідків [49].

У лабораторії вжиті такі міри забезпечення безпеки, як заземлення корпусів, електрообладнання також є система зрівнювання потенціалів, УЗО та інші запобіжні заходи, які дають додатковий захист від ураження електричним струмом.

Але завжди є небезпека ураження електричним струмом – це може бути пошкодження заземлення чи ізоляції провідників, несправність електричного обладнання чи розетки. Однак вживані заходи електробезпеки майже унеможливають ці ризики.

4.3.6 Пожежна безпека

Є п'ять категорій приміщень за рівнем пожежної безпеки (А, Б, В, Г, Д) в залежності від категорії приміщень. Так як в нашому випадку лабораторія займається приготуванням сумішей негорючих порошків таких cBN , то вона відноситься до категорії Д. Також в лабораторіях є АВТ, вакуумні печі та дробарки, де є розпечені матеріали, які в свою чергу в цьому стані можуть виділяти вибухонебезпечні гази такі як водень та інші, ці лабораторії відносяться до категорії В [45].

4.3.7 Аналіз пожежної безпеки

Усі лабораторії повинні мати план евакуації, щоб забезпечити безпеку та швидку евакуацію в разі пожежі для робочого персоналу. Приклад плану евакуації зображено на рисунку 4.4.

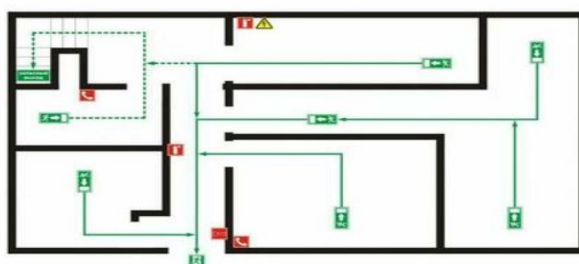


Рисунок 4.4 – План евакуації

В ІМН ім. В.М. Бакуля НАНУ України майже усе обладнання працює від електричної мережі, тому основним вогнегасником використовують вогнегасник типу ОУ-2. Для виявлення пожеж в лабораторії використовується автоматична пожежна сигналізація ИП-105 в якій знаходяться плавкі елементи, які плавляться при температурі $72\text{ }^{\circ}\text{C}$, після чого спрацьовують сповіщальні системи та система пожежогасіння.

5 ОРГАНІЗАЦІЙНО-ЕКОНОМІЧНИЙ РОЗДІЛ

5.1 Науково-технічна актуальність НДР

Сьогодні важливим фактором є створення нових надтвердих інструментальних матеріалів ріжучих абразивних та інших.

Використання надтвердих матеріалів на основі кубічного нітриду бору (PCBN), через його властивості вони сприяють якості, точності та швидкості обробки металів. Інструмент на основі PCBN визначається надійністю та економічністю при умовах високих температур та навантажень. Через зростаючі вимоги машинобудівної промисловості, ми повинні досліджувати та розробляти нові матеріали на основі PCBN, через ці проблеми є актуальними в матеріалознавчій галузі.

В цій роботі ми розглядаємо кубічний нітрид бору (CBN). Він має досить багато переваг над іншими матеріалами, але й як і будь який матеріал він має недоліки зумовлені природою цього матеріалу.

До переваг CBN відносять такі параметри як висока твердість, термічна стабільність, діелектричні властивості та хороша теплопровідність. Ці параметри характеризують КБН як матеріал який застосовується в багатьох напрямках від абразива та різців до теплопровідних пластин та ізоляції.

До недоліків КБН відносять його крихкість та порівняно високу вартість.

Зважаючи на переваги та недоліки, цього матеріалу робимо висновок що КНБ застосовують в багатьох галузях машинобудівної та інших промисловостей.

5.2 Розрахунок планових витрат

5.2.1 Витрати на оплату праці науково-дослідницького персоналу

У цій статті розраховується заробітна плата персоналу який залучений до виконання даної дослідницької роботи, яка включається у кошторисну вартість. Для тем, які мають фінансування з держ-бюджету, прибуток не передбачений тому врахована лише основна заробітна плата (без премій та інших виплат, які здійснюються з прибутку) [50].

Для розрахунку оплати праці персоналу включно з студентом (інженер дослідник) використовуємо дані про трудомісткість окремих робіт. Данні про трудомісткість та оклади виконавців зазначені у таблицях 5.1 та 5.2 відповідно.

Таблиця 5.1 – Трудомісткість етапів

Найменування робіт по темі дослідження	Трудомісткість за виконавцями, людино-днів		
	Провідний науковий співробітник	Інженер-дослідник	Аспірант
Підготовчий етап	1	3	—
Аналіз науково технічних публікацій з теми	—	15	—
Виконання дослідницької роботи	7	52	70
Разом за виконавцями теми	8	70	70

Щоб розрахувати заробітну плату для виконавців потрібно їх місячний оклад розділити на усереднене число робочих днів у місяць а саме на 21,2.

Таблиця 5.2 витрати на посадові оклади виконавців.

Посада	Планова трудомісткість, люд.-днів	Заробітна плата, грн		
		Місячний оклад	Середньоденна зарплата	Усього за виконавцями
1	2	3	4	5
1.Провідний науковий співробітник	8	20739,30	978,26	7826,08
2. Інженер- дослідник	70	9840	464,15	32490,5
3. Аспірант	70	8023	378,44	26490,8
Разом оплата праці з теми				66807,38

5.2.2 Єдиний соціальний внесок

(ЄСВ) Єдиний соціальний внесок – це обов'язковий платіж, який сплачують роботодавці та інші категорії платників до Пенсійного фонду України. Основними цілями ЄСВ є фінансування пенсій, соціальне страхування на випадок безробіття, тимчасової втрати працездатності, а також страхування від нещасних випадків на виробництві та професійних захворювань. Ставка внеску ЄСВ складає 22 %. Для розрахунку ЄСВ беремо загальні витрати на заробітну працю які знаходяться в підсумку у таблиці 5.2. Та розраховуємо за формулою 5.1:

$$\text{ЄСВ} = \text{ЗП} \cdot 0.22 \quad (5.1)$$

ЗП – загальні витрати на оплату праці по темі.

$$\text{ЄСВ} = 66807,38 \cdot 0.22 = 14697,62 \text{ грн.}$$

5.2.3 Матеріали, необхідні для проведення досліджень

Розрахунок та планування витрат на матеріали допомагає забезпечити належний рівень підготовки і проведення досліджень що в свою чергу допомагає уникнути перебоїв у роботі та досягти максимальної ефективності у дослідницькій

роботі. Для даної роботи витрати можна розрахувати шляхом множення ціни одиниці матеріалу на кількість використаного матеріалу. Результати розрахунків наведені в таблиці 5.3.

Таблиця 5.3 результати розрахунків

Найменування матеріалу	Одиниця виміру	Кількість	Ціна за одиницю, грн.	Сума, грн.
1. Порошок cBN 7/5	кг	0,1	30000	3000
2. Порошок AL 40	кг	0,1	998.5	99.85
Загальні витрати на матеріали				3099.85

Транспортно-заготівельні витрати приймаємо на рівні 10 % від планової вартості загальних витрат на матеріали:

$$T_v = 3099.85 \cdot 0,1 = 309,99 \text{ грн.}$$

У такому разі загальна сума витрат на закупівлю матеріалів та їх транспортування буде становити:

$$V_m = 3099.85 + 309,99 = 3409,84 \text{ грн.}$$

5.2.4 Енергоносії для проведення досліджень

Ми не враховуємо витрату на електроенергію тому що усі роботи ми виконували в Інституті надтвердих матеріалів імені В.М. Бакуля НАН України.

5.2.5 Витрати на спеціальне обладнання

У даній роботі використовувалося таке обладнання, як апарат високого тиску типу "тороїд" , Мікротвердомір ПМТ-3 та інші. Додаткове спеціальне обладнання придбано не було. Так як все обладнання яке використовувалося у НДР належить ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, витрати на оренду обладнання не враховуємо.

5.2.6 Витрати на службові відрядження

Так як всі дослідження проводились в лабораторіях ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, тому витрати на відрядження не передбачені.

5.2.7 Вартість послуг сторонніх організацій

Так як всі дослідницькі установки які були нам потрібні для виконання НДР є наявні у ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, то не було потреби залучати сторонні організації.

5.2.8 Інші прямі невраховані витрати

Врахування непередбачуваних витрат є дуже важливим аспектом, адже для успішного планування та реалізації науково-дослідної роботи, потрібно забезпечити фінансову гнучкість та готовність до вирішення непередбачених ситуацій, що можуть виникнути під час проведення дослідження. Що в свою чергу забезпечить стабільність виконання проєкту.

При розрахунках непередбачуваних витрат приймаємо їх на рівні 10 % від суми врахованих витрати на виконання НДР. Розраховуємо за формулою 5.2.

$$I_v = (ЗП + ЄСВ + В_m) \cdot 0,1. \quad (5.2)$$

Сума непередбачуваних витрат становить:

$$I_v = (66807,38 + 14697,62 + 3409,84) \cdot 0,1 = 8491,48 \text{ грн.}$$

5.2.9 Накладні витрати

Накладні витрати є досить важливою частиною бюджету НДР, тому що вони включають в себе витрати на оренду приміщень, оплату адміністративного персоналу, утримання обладнання, канцелярські витрати, навчання персоналу та інші обов'язкові платежі і витрати.

Для розрахунку накладних витрат візьмемо 20 % від прямих витрат, розрахуємо за формулою 5.3

$$H_{\text{в}} = (ЗП + \text{ЄСВ} + B_{\text{м}} + I_{\text{в}}) \cdot 0,2. \quad (5.3)$$

Наразі $H_{\text{в}}$ буде становити:

$$H_{\text{в}} = (66807,38 + 14697,62 + 3409,84 + 8491,48) \cdot 0,2 = 18681,26 \text{ грн.}$$

5.3 Розроблення планової калькуляції кошторисної вартості теми

Калькуляція кошторису по НДР відповідно дорозрахунків та нормативних даних (таблиця 5.4).

Таблиця 5.4 – Планова калькуляція кошторисної вартості НДР

Найменування статей витрат	Сума, грн	Обґрунтування
1	2	3
1.Витрати на оплату праці	66 807,38	За розрахунками
2.Єдиний соціальний внесок	14 697,62	22,0 % від ЗП
3.Матеріали для проведення Досліджень	3 409,84	За розрахунками
4.Інші невраховані прямі витрати по темі	8 491,48	10 % від суми прямих розрахованих витрат по темі
5.Накладні витрати	18 681,26	Відповідно до нормативів організації-виконавця теми (у нашому випадку 20 % від суми прямих витрат)
6.Усього витрат	112 087,58	Сума попередніх статей

5.4 Науково-технічна ефективність НДР

Ця науково дослідницька робота спрямована на внесок у науково технічний прогрес так як це дослідження може допомогти підібрати необхідні умови для створення

композиту з КБН з потрібною чи достатньою для нас твердістю та густиною. Щоб оцінити доцільність проведення даної роботи потрібно визначити очікуваний економічний ефект. Він може бути розрахований лише для досліджень, які спрямовані на створення нових матеріалів чи конструкцій та покращення параметрів якості продукції [51].

Щоб визначити економічний ефект потрібно скористатися бальною системою за наступними показниками, а саме це важливість розробки, можливість використання результатів, теоретичне значення та рівень новизни, складність дослідження К1; К2; К3; К4 відповідно .

Коефіцієнт К1 може приймати наступні значення [51] :

- а) ініціативна робота, яка не входить до складу комплексної програми та не є завданням директивних органів – 1 бал;
- б) робота виконується за угодою про науково-технічне співробітництво – 3 бали;
- в) робота являє собою частину відомчої програми – 5 балів;
- г) робота являє собою частину комплексної міжвідомчої програми з елементами впровадження результатів – 7 балів;
- д) робота є частиною міжнародної комплексної програми – 8 балів.

Коефіцієнт К2 може приймати такі значення:

- а) результати розробки можна використати тільки в даному підрозділі – 1 бал;
- б) результати розробки можуть бути використані тільки однією організацією – 3 бали;
- в) результати розробки можуть бути використані декількома організаціями – 5 балів.
- г) результатами розробки можуть користуватися в масштабах однієї галузі – 8 балів;
- д) результатами розробки можуть користуватися у різних галузях – 10 балів.

Коефіцієнт К3 може приймати такі значення:

- а) робота являє собою аналіз, узагальнення або класифікацію відомої інформації, подібні результати раніше були відомі в досліджуваній галузі – 2 бали;
- б) під час виконання роботи отримана нова інформація, яка доповнює уявлення

про сутність досліджуваних процесів – 3 бали;

в) внаслідок виконання роботи отримана нова інформація, яка частково змінює уявлення про природу досліджуваних процесів – 5 балів;

г) внаслідок виконання НДР створені нові теорії, методики тощо – 6 балів;

д) отримана інформація формує принципово нові уявлення, які не були відомі раніше – 8 балів.

Коефіцієнт К4 може приймати такі значення:

а) роботу виконує один підрозділ, витрати до 10 000 гривень – 1 бал;

б) роботу виконує один підрозділ, витрати від 10 000 до 50 000 гривень – 3 бали;

в) роботу виконує один підрозділ, витрати від 50 000 до 100 000 гривень – 5 балів;

г) робота виконується декількома підрозділами, витрати від 100 000 до 200 000 гривень – 7 балів;

д) робота виконується декількома організаціями, витрати понад 200 000 гривень – 9 балів.

Таблиця 5.5 – Бальна оцінка ефективності НДР

Показник оцінки ефективності НДР	Умовне позначення показника	Характеристики даної роботи	Кількість балів
1. Важливість розробки	К1	Робота ініціативна, не є завданням будь яких директивних органів	1
2. Можливість використання Результатів розробки	К2	Результатами розробки можуть користуватися у різних галузях	10
3. Теоретична значимість та рівень новизни розробки	К3	Під час виконання роботи отримана нова інформація, яка доповнює уявлення про сутність досліджуваних процесів	5
4. Складність дослідження	К4	робота виконується декількома підрозділами, витрати від 100 000 до 200 000 гривень	7

Загальна бальна оцінка (Б) вираховується перемноженням коефіцієнтів (5.4)

$$B = K1 \cdot K2 \cdot K3 \cdot K4 \quad (5.4)$$

В нашому випадку бальна оцінка ефективності згідно табл. 5.5 становить:

$$B = 1 \cdot 10 \cdot 5 \cdot 7 = 350$$

Умовний ефект НДР розраховується за формулою 5.5 :

$$E_{\text{НДР}}^y = 500 \cdot B - E_n \cdot V_{\text{НДР}}, \quad (5.5)$$

E_n – нормативний коефіцієнт економічної ефективності (може бути в межах 0,1-0,3 для розрахунку обираємо $E_n = 0,2$);

$V_{\text{НДР}}$ – сумарні витрати на виконання НДР (підсумок таблиця 5.4);

У нашому прикладі умовний ефект виконання НДР буде становити:

$$E_{\text{НДР}} = 500 \cdot 350 - 0,2 \cdot 112\,087,58 = 152\,582,49 \text{ грн.}$$

Економічна ефективність науково-дослідної роботи є важливим показником, що визначає фінансову доцільність наукового дослідження. Він є відношенням умовного ефекту виконання НДР до сумарних витрат на виконання НДР та розраховується за формулою 5.6 :

$$E_e = \frac{E_{\text{НДР}}}{V_{\text{НДР}}}. \quad (5.6)$$

У нашому прикладі E_e буде становити:

$$E_e = \frac{152\,582,49}{112\,087,58} = 1,36$$

Коефіцієнт умовної економічної ефективності науково-дослідної роботи становить 1,36 (перевищує одиницю), що свідчить про доцільність її виконання.

5.5 Висновки до розділу

При виконанні цього розділу було розраховано сумарні витрати на виконання науководослідницької роботи, які складають 112 087,58 грн. Провели економічний аналіз, який підтвердив доцільність даної НДР з економічного аспекту.

ВИСНОВКИ

1. Встановлено екстремальний характер впливу температури спікання порошків кубічного нітриду бору на густину одержаних полікристалів. Максимальне значення густини полікристалів становило 96,8 % і досягалося при температурах спікання 2500 К.

2. Залежність твердості полікристалів КНБ від температури спікання - крива з максимумом при температурі 2300 К. Зміщення максимуму твердості в сторону низьких температур в порівнянні з максимумом густини полікристалів викликано додатковим впливом на твердість інших факторів (деформаційне зміцнення структури і утворення BN_T).

3. Вплив тривалості спікання на твердість – крива з максимумом, положення якого залежить від трьох факторів: загальної пористості, наявності графітоподібного BN в структурі полікристалу і деформаційного зміцнення КНБ.

4. При реакційному спіканні порошків кубічного нітриду бору з алюмінієм досягається густина композитів 99,7%, оптимальна кількість алюмінію в шихті для спікання – 7-10 %, при цьому густина композиту максимальна, а значення твердості достатньо високі (38 ГПа).

5. Збільшення тиску спікання в усіх випадках сприяє зростанню густини і твердості полікристалів КНБ.

CONCLUSIONS

1. The extreme nature of the influence of the sintering temperature of cubic boron nitride powders on the density of the obtained polycrystals was established. The maximum density of polycrystals was 96.8 % and was achieved at sintering temperatures of 2500 K.

2. The dependence of the hardness of CNB polycrystals on the sintering temperature is a curve with a maximum at a temperature of 2300 K. The shift of the maximum hardness towards low temperatures compared to the maximum density of polycrystals is caused by the additional effect of other factors on the hardness (strain hardening of the structure and the formation of BN_g).

3. The effect of sintering time on hardness is a curve with a maximum, the position of which depends on three factors: total porosity, the presence of graphite-like BN in the polycrystal structure, and strain hardening of the CNB.

4. Reaction sintering of cubic boron nitride powders with alumina achieves a composite density of 99.7 %, the optimal amount of aluminum in the sintering charge is 7-10 %, while the composite density is maximum and the hardness values are quite high (38 GPa).

5. An increase in sintering pressure in all cases contributes to an increase in the density and hardness of CNB polycrystals.

ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАНЬ

1. Шульженко А. А., Божко С. А., Соколов А. Н. и др. Синтез, спекание и свойства кубического нитрида бора. Киев: Наукова думка, 1993. 256 с.
2. Новиков Н. В., Шульженко А. А., Беженар Н. П. и др. Киборит: получение, структура, свойства, применение // Сверхтвердые материалы. 2001. №2. С. 40-51.
3. Петруша И. А., Шульженко А. А., Клименко С. А. и др. Деформационно-упрочненный композит на основе cBN для лезвийной обработки никелевых сплавов // Сверхтвердые материалы. 2002. №2. С. 15-25.
4. Беженар Н. П., Шульженко А. А., Божко С. А. и др. Перестройка деформационной субструктуры поликристаллов при спекании в условиях высоких давлений микронных и субмикронных порошков КНБ // Сверхтвердые материалы. 2002. №4. С. 24-34.
5. Олейник Г. С., Беженар Н. П., Даниленко Н. В. Эволюция деформационной субструктуры BNsf в процессе термобарического спекания // Сверхтвердые материалы. 1999. №6. С. 44-51.
6. Беженар М. П., Божко С. А., Білявіна Н. М., Марків В. Я. Рентгеноструктурне дослідження порошків КНБ після обробки високим тиском при кімнатній температурі // Сверхтвердые материалы. 2001. №1. С. 23-28.
7. Божко С. А., Беженар Н. П. Кинетика спекания сфалеритного нитрида бора при высоком давлении // Сверхтвердые материалы. 1994. №1. С. 22-27.
8. Марків В., Белявіна Н. Апаратно-програмний комплекс для дослідження полікристалічних речовин за їх рентгенівськими дифракційними спектрами // Конструкційні та функціональні матеріали. Львів: Видавництво НТШ, 1997. С. 260-261.

9. Беженарь Н. П., Божко С. А., Белявина Н. Н., Маркив В. Я. Влияние условий спекания на эволюцию кристаллической структуры в фазах композита BNсф-AlN // Сверхтвердые материалы. 1996. №2. С. 17-28.
10. Беженарь Н. П., Божко С. А., Белявина Н. Н., Маркив В. Я. Физико-химическое взаимодействие сфалеритного нитрида бора с карбидом титана при спекании в условиях высокого давления // Сверхтвердые материалы. 1996. №6. С. 54-61.
11. Беженарь Н. П., Божко С. А., Белявина Н. Н., Маркив В. Я. Дефекты упаковки в кристаллической решетке сфалеритного нитрида бора после спекания при высоком давлении композитов BNсф-AlN // Сверхтвердые материалы. 1998. №3. С. 23-31.
12. Миркин Л. И. Физические основы прочности и пластичности. М.: Изд. Моск. ун-та, 1968. 540 с.
13. Футергендлер С. И. Дислокации и другие дефекты в монокристаллах кубического нитрида бора // Кристаллография. 1979. Т. 24, вып. 1. С. 175-178.
14. Футергендлер С. И. Вязкость разрушения монокристаллов КНБ с разной субструктурой // Сверхтвердые материалы. 1982. №4. С. 34-36.
15. Скороход В. В. Реологические основы теории спекания. Киев: Наукова думка, 1972. 151 с.
16. Ковальченко М. С. Теоретические основы горячей обработки пористых материалов давлением. Киев: Наукова думка, 1980. 240 с.
17. Гегузин Я. Е. Физика спекания. М.: Наука, 1967. 360 с.
18. Беженарь Н. П., Андреев О. В., Товстоган В. М. Влияние условий спекания на некоторые характеристики поликристаллов КНБ // Поликристаллические материалы на основе синтетического алмаза и кубического нитрида бора. Киев: ИСМ АНУ, 1990. С. 35-47.

19. Курдюмов А. В., Малоголовец В. Г., Новиков Н. В. и др. Полиморфные модификации углерода и нитрида бора: Справочник. М.: Металлургия, 1994. 318 с.
20. Corrigan F. R., Bundy F. P. Direct transitions among the allotropic forms of boron nitride at high pressure and temperatures // J. Chem. Phys. 1975. 63, No. 9. P. 3812-3820.
21. Новиков Н. В., Кислый П. С., Шульженко А. А. Сверхтвердые поликристаллические материалы для режущего инструмента // VII Int. Pulvermetallurgische Tagung in der DDR. Band 1. Dresden, 1981. С. 49-60.
22. Синтетические сверхтвердые материалы: В 3-х т. Т. 1. Синтез сверхтвердых материалов / Редкол.: Новиков Н. В. (отв. ред.) и др. Киев: Наукова думка, 1986. 280 с.
23. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза. Киев: Наукова думка, 1989. 192 с.
24. Пилянкевич А. Н., Олейник Г. С., Бритун В. Ф. Структурообразование поликристаллических однокомпонентных алмазных материалов // Высокие давления и свойства материалов. Киев: ИПМ АН УССР, 1988. С. 10-18.
25. Влияние высоких давлений на вещество: В 2 т. / Под ред. А. Н. Пилянкевича. Киев: Наукова думка, 1987. 232 с.
26. Бочечка А. А. Формирование поликристаллов из алмазных микропорошков в условиях высоких давлений и температур // Сверхтвердые материалы. 1999. №6. С. 18-25.
27. Кислый П. С., Кузенкова М. А. Спекание тугоплавких соединений. Киев: Наукова думка, 1980. 168 с.
28. Кивилис С. С. Плотномер. М.: Энергия, 1980. 280 с.

29. Герасименко В. К., Андреев О. Н., Беспалько О. П. Изучение спеченных алмазных поликристаллов методом ртутной порометрии // Сверхтвердые материалы. 1986. №2. С. 12-14.
30. Прихна А. И., Крук В. Б., Герасименко В. К., Давыдов Н. А. Определение плотности исмита // Синтет. алмазы. 1975. Вып. 2. С. 14-16.
31. ГОСТ 2789-73. Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики. Введ. 1974-01-01. М.: Издательство стандартов, 1973. 18 с.
32. Шульженко А. А., Шишкин В. А., Андреев А. В. О механизме спекания алмазных порошков // Влияние высоких давлений на свойства материалов. Киев: ИПМ АН УССР, 1983. С. 154-159.
33. Курдюмов А. В., Зелявский В. Б., Громыко С. Н. Прецизионное определение параметров решетки в полиморфных модификациях нитрида бора // Порошковая металлургия. 1998. №5/6. С. 100-105.
34. Бочечка А. А. Влияние давления десорбированных газов на уплотнение алмазных порошков при высоких давлениях и температурах // Сверхтвердые материалы. 1998. №4. С. 10-16.
35. Черемской П. Г., Гладких Л. И., Шведова З. И. и др. Локальные неоднородности электронной плотности и субструктура синтетического алмаза // Синтет. алмазы. 1977. Вып. 5. С. 16-21.
36. Беженар М. П. Фізико-хімічна взаємодія при спіканні кубічного нітриду бору з алюмінієм в умовах високого тиску // Сверхтвердые материалы. 1999. №2. С. 4-11.
37. Беженар М. П., Божко С. А., Нагорний П. А., Білявіна Н. М., Марків В. Я. Взаємодія кубічного нітриду бору з алюмінієм в присутності вуглецю // Сверхтвердые материалы. 2000. №4. С. 36-40.

- 38.Беженар Н. П., Божко С. А., Белявина Н. Н., Маркив В. Я., Нагорный П. А. Фазовый состав поликристаллов, полученных при реакционном спекании кубического нитрида бору с алюминием // Сверхтвердые материалы. 2002. №1. С. 37-48.
- 39.Серебрякова Т. И., Неронов В. А., Пешев П. Д. Высокотемпературные бориды. М.: Металлургия, 1991. 368 с.
- 40.Мальцев В. И. Особенность испытаний алмаза и других хрупких материалов на твердость // Методы исследования свойств сверхтвердых материалов. Киев: ИСМ АН УССР, 1981. С. 3-9.
- 41.Боярская Ю. С., Грабко Д. З., Кац М. С. Физика процессов микроиндентирования. Кишинев: Штиица, 1986. 294 с.
- 42.Новиков Н. В., Кочержинский Ю. А., Шульман Л. А. и др. Физические свойства алмаза. Киев: Наукова думка, 1987. 188 с.
- 43.Методичні матеріали та завдання до практичних занять на тему «Мікроклімат робочої зони, оздоровлення повітряного середовища та нормалізація мікроклімату й теплозахисту» з дисципліни "Основи охорони праці" / Уклад.: Праховнік Н. А., Качинська Н. Ф., Арламов О. Ю., Чикунова-Васильєва Н. П.
- 44.Державні санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень [Текст]: ДСН 3.3.6.042-99. Чинний з 1999-12-01. Київ: Міністерство охорони здоров'я, 1999. 10 с.
- 45.Охорона праці та цивільний захист: Підручник / О. Г. Левченко, О. І. Полукаров, В. В. Зацарний, Ю. О. Полукаров, О. В. Землянська за ред. О. Г. Левченка. Київ: КПІ ім. Ігоря Сікорського, «Основа», 2019. 472 с.
- 46.Методичні матеріали та завдання до практичних занять на тему «Виробниче освітлення» з дисципліни "Основи охорони праці" / Уклад.: Полукаров О. І., Качинська Н. Ф., Ільчук О. С., Ковтун А. І.

47. Державні будівельні норми України. Природне і штучне освітлення [Текст]: ДБН В.2.5-28-2006. Чинний з 2006-05-15. Київ: Мінбуд України, 2006. 76 с.
48. Методичні матеріали та завдання до практичних занять на тему «Захист від шуму, ультразвуку та інфразвуку у виробничому середовищі» з дисципліни "Основи охорони праці" / Уклад.: Демчук Г. В., Качинська Н. Ф., Арламов О. Ю. Київ, 2017. 28 с.
49. Охорона праці та цивільний захист: Підручник для студ., які навчаються за спеціальностями галузей знань «Автоматизація та приладобудування» / О. Г. Левченко, О. І. Полукаров, В. В. Зацарний, Ю. О. Полукаров, О. В. Землянська за ред. О. Г. Левченка. Київ: КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2018. 417 с. – Режим доступу: <http://ela.kpi.ua/handle/123456789/26895>. Назва з екрана. Дата перегляду: 28.05.2024.
50. Матеріалознавство тугоплавких металів та сполук [Текст]: навчальний посібник / Кисла Г. П., Лобода П. І., Федорчук В. Є. та ін. Київ: Центр учбової літератури, 2017. 320 с.
51. Магістерська дисертація за освітньо-професійною програмою [Електронний документ]: рекомендації до проектування: навчальний посібник для студ. спеціальності 132 “Матеріалознавство” освітньої програми “Нанотехнології та комп’ютерний дизайн матеріалів”: 2 частини / НТУУ “КПІ ім. Ігоря Сікорського”; уклад.: А. М. Степанчук, А. В. Мініцький, С. В. Нараєвський. Частина 2. Київ: НТУУ “КПІ ім. Ігоря Сікорського”, 2021. 87 с. – Режим доступу: https://ela.kpi.ua/bitstream/123456789/45852/1/Magistr_dys_rekom.pdf. Назва з екрана. Дата перегляду: 01.06.2024.