

УДК 621.921.34-492.2:620.22-419

PACS number(s): 81.07.Wx, 81.20.Ev, 81.65.Cf, 81.15.Rs

ХАРАКТЕР УЩІЛЬНЕННЯ АЛМАЗНИХ ПОРОШКІВ РІЗНОЇ ДИСПЕРСНОСТІ ТА ГЕНЕЗИСУ ПІД ЧАС КОМПАКТУВАННЯ В СТАЛЕВИХ ПРЕС-ФОРМАХ

С. Назарчук, В. Гаврилова

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України
бул. Автозаводська, 2, 04074 Київ,
e-mail: nazarchuk_s@ukr.net*

Наведено залежності густини компактів, сформованих за кімнатної температури у сталевій прес-формі з алмазних порошків різного генезису і дисперсності та їхніх сумішей, від тиску та маси компакта. Відносна похибка визначення густини становить близько 4%. Залежність густини компактів від тиску описують за допомогою сигмоїдальної функції, від маси компакта – експоненціальної функції. Збільшення розміру частинок вихідного порошку від 20 нм до 160 мкм спричинює збільшення граничної густини компактів від 1,55 до 3,15 г/см³. Проведення термічної обробки порошків з подальшим хімічним очищенням від домішок збільшує максимальну густину компактів на 10–15%, а нанесення покриття – на 13–17%.

Ключові слова: алмазний порошок, ущільнення, хімічне очищення, покриття, прес-форма.

Початкове компактування алмазних порошків за кімнатної температури у сталевих прес-формах є важливим етапом процесу спікання в апаратах високого тиску полікристалічних матеріалів на основі алмазу. Попереднє ущільнення алмазного порошку перед спіканням впливає на густину та фізико-механічні властивості спечених полікристалів, за якими, передусім, судять про якість полікристалічних алмазних матеріалів. Незважаючи на велику кількість публікацій з проблеми створення алмазних полікристалів та композитів, це питання розглянуто лише у деяких працях [1, 2]. Тому актуальними є подальші дослідження, систематизація нових отриманих експериментальних результатів.

У статті вивчено залежності ущільнення в сталевій прес-формі за кімнатної температури алмазних порошків різного генезису і дисперсності та їхніх сумішей від тиску, а також від маси компакту.

Досліджено нанопорошки детонаційного синтезу, одержані з графіту, сажі та вибухових речовин (ВР), останні ще називають ультрадисперсним алмазом – УДА. Також досліджено мікропорошки статичного синтезу АСМ 40/28, АСМ 20/14, шліфпорошки АС80 160/125, АС6 160/125 у стані постачання, після термічної обробки у середовищі аргону та хімічного очищення від домішок, а також після нанесення покриття хімічним способом.

Для зменшення домішок в алмазних нанопорошках детонаційного синтезу проведено хімічне модифікування їхньої поверхні, яке полягало у комплексній рідкофазній і газофазній обробці вихідних нанопорошків алмазу [3].

Компактування проводили в сталевій прес-формі діаметром 9 мм, тиск в гідросистемі преса розвивали до 6 МПа.

Густина алмазних компактів ρ визначили на основі вимірювання маси порошку m_a перед ущільненням у сталевій прес-формі і висоти h отриманих компактів за формулою:

$$\rho = \frac{m_a}{S_0 h}, \quad (1)$$

де S_0 – коефіцієнт калібрування прес-форми. Для прес-форми, яку використовували у роботі, він становить $0,615 \pm 0,004 \text{ см}^2$. Вимірювали масу на аналітичних терезах, точність яких становить 0,005 мг, вимірювання висоти – безпосередньо у прес-формі за допомогою нуль-індикатора з точністю 0,01 мм. Під час попереднього калібрування прес-форми відносна похибка визначення густини становить близько 4%.

Залежність густини сформованих у прес-формі компактів від тиску показано на рис. 1. Одержані залежності описуються сигмоїдальною функцією:

$$\rho = \frac{A_1}{1 + e^{-\frac{p-p_0}{d}}} + \frac{A_2}{1 + e^{-\frac{p-p_0}{d}}} \quad (2)$$

де A_1, A_2, p_0, d – константи, значення яких показано у табл. 1.

Ця залежність характерна для всіх досліджених порошків, тобто на початковому етапі відбувається суттєве ущільнення, далі досягається максимальне значення густини компакту, яке майже не змінюється зі збільшенням тиску. Густина компактів, сформованих із суміші порошків, описують за допомогою адитивної залежності від густини та вмісту (за об'ємом) складових.

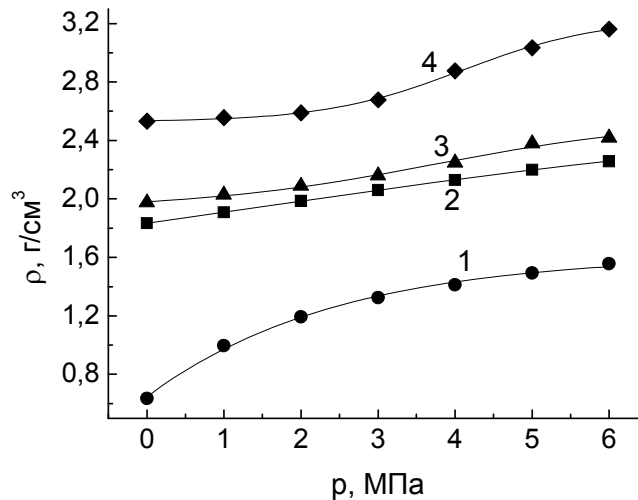


Рис. 1. Залежність густини компактів, сформованих у сталевій прес-формі з вихідних порошків алмазу, від тиску в гідросистемі преса: 1 – УДА; 2 – АС 20/14; 3 – АС 40/28; 4 – АС80 160/125

Таблиця 1

Рисунок	Крива	$A_1, \text{г/см}^3$	$A_2, \text{г/см}^3$	$\rho_0, \text{МПа}$	$d, \text{МПа}$
1	1	-26,676	1,617	-7,923	2,374
	2	1,312	2,567	1,400	4,111
	3	1,933	2,541	3,735	1,535
	4	2,528	3,233	4,092	0,893
2	1	1,933	2,541	3,735	1,535
	2	1,890	2,753	4,300	2,573
3	1	-40,218	2,553	-6,217	1,663
	2	1,312	2,567	1,400	4,111
4	1	1,046	2,791	0,423	1,470
	2	0,867	2,667	0,329	1,333
5	1	-40,259	1,808	-6,385	1,772
	2	-42,742	1,657	-6,218	1,695
	3	-9,885	1,610	-5,428	2,269
	4	-50,162	2,744	-7,227	2,055
6	1	-19,89	2,084	-6,758	2,029
	2	-31,338	1,672	-13,335	3,463
	3	-0,305	1,576	-0,423	2,068

Залежність густини компактів, від маси порошку m при постійному зусиллі пресування описують експоненціальною функцією:

$$\rho = \rho_0 + A_1 e^{-\frac{m}{t_1}}, \quad (3)$$

де ρ_0, A_1, t_1 – константи, значення яких показані в табл. 2.

Таблиця 2

Рисунок	Крива	$\rho_0, \text{г/см}^3$	$A_1, \text{г/см}^3$	$t_1, \text{г}$
7	1	1,79463	15,91329	0,02148
	2	1,63358	9,76367	0,02159
	3	1,51299	15,32165	0,02058

Із збільшенням розміру частинок вихідного порошку від 20 нм до 160 мкм максимальна густина компактів зростає від 1,55 до 3,15 г/см³ (див. рис. 1).

Проведення термічної обробки порошків з подальшим хімічним очищенням від домішок збільшує граничну густину компактів на 10–15% (рис. 2), а нанесення покриття хімічним способом солі вольфрамової кислоти на порошки АСМ 20/14 – на 13–17% (рис. 3), АС6 160/125 – на 3–5% (рис. 4).

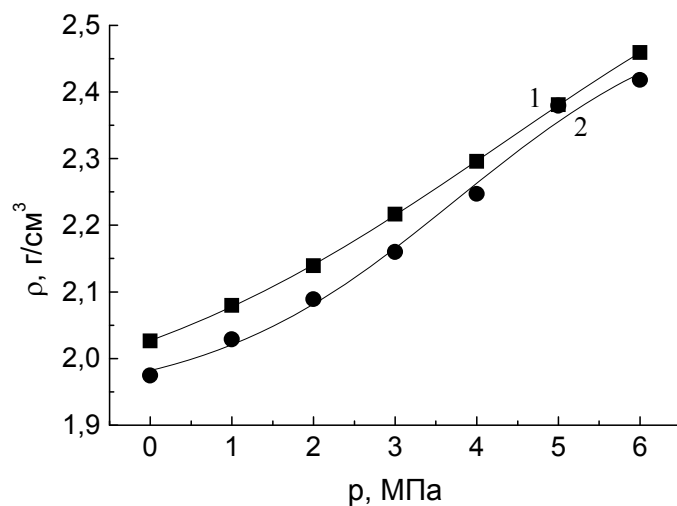


Рис. 2. Залежність густини компактів, сформованих у сталевій прес-формі з порошку алмазу АСМ 40/28, від тиску в гідросистемі преса: 1 – хімічно очищений; 2 – вихідний

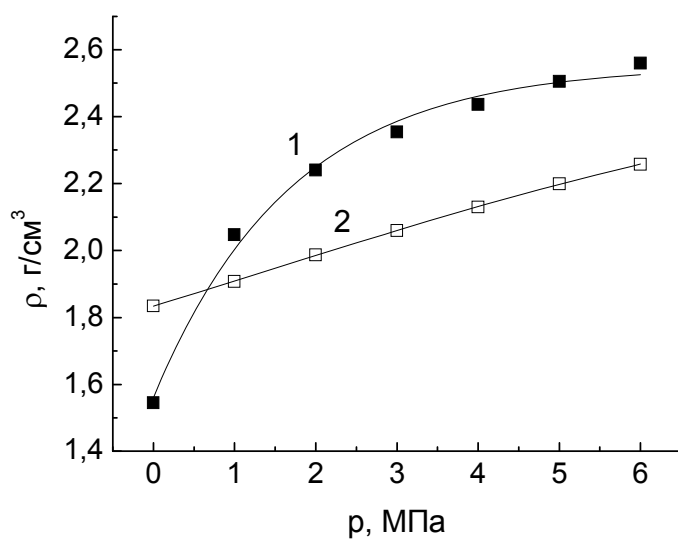


Рис. 3. Залежність густини компактів, сформованих у сталевій прес-формі з порошоків алмазу АС 20/14, від тиску в гідросистемі преса: 1 – хімічно покритий; 2 – вихідний

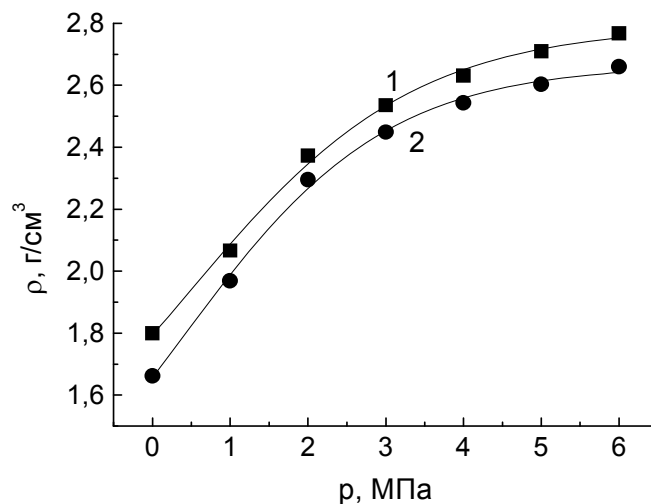


Рис. 4. Залежність густини компактів, сформованих у сталевій прес-формі з порошків алмазу АС6 160/125, від тиску в гідросистемі преса: 1 – хімічно покритий; 2 – вихідний

Попередня обробка в спиртовому розчині борної кислоти порошку УДА, відпаленого в середовищі NH_3 за температури 1200°C упродовж 3 год, збільшує рівень його ущільнення. Також домішок карбиду вольфраму в УДА не змінює тип залежності ущільнення компакту від тиску в гідросистемі преса, порівняно з вихідним УДА (рис. 5).

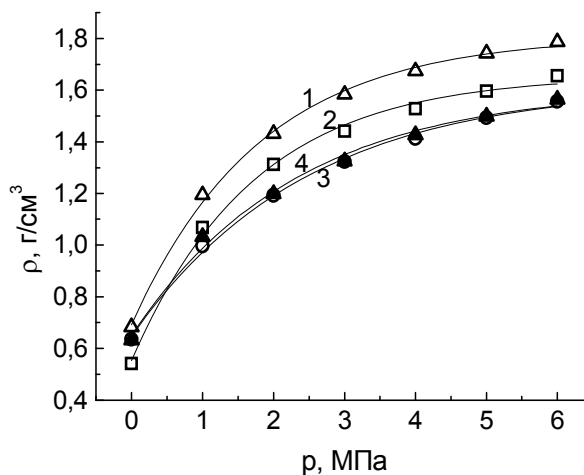


Рис. 5. Вплив обробки та добавки на ущільнення алмазного нанопорошку УДА в сталевій прес-формі: p – тиск в гідросистемі преса; 1 – обробка у спиртовому розчині борної кислоти, відпал при $T=1200^\circ\text{C}$ упродовж 3 год в середовищі NH_3 ; 2 – відпал при $T=850^\circ\text{C}$ упродовж 3 год в NH_3 ; 3 – УДА вихідний; 4 – густина алмазної складової компакту на основі УДА та WC ($C_m = 50\%$)

Для нанопорошків детонаційного синтезу, одержаних із графіту, гранична густина компактів значно більша, ніж для нанопорошків, одержаних із сажі та з УДА (рис.6).

Визначено залежність густини компактів, сформованих у сталевій прес-формі з алмазних порошоків з домішкою карбіду вольфраму, від маси порошоків. Визначено, що при одному і тому самому зусиллі пресування зі збільшенням маси порошоків від 80 до 600 мг густина компактів зменшується на 7–15% за рахунок збільшення сили тертя порошоків об бокову поверхню прес-форми (рис. 7).

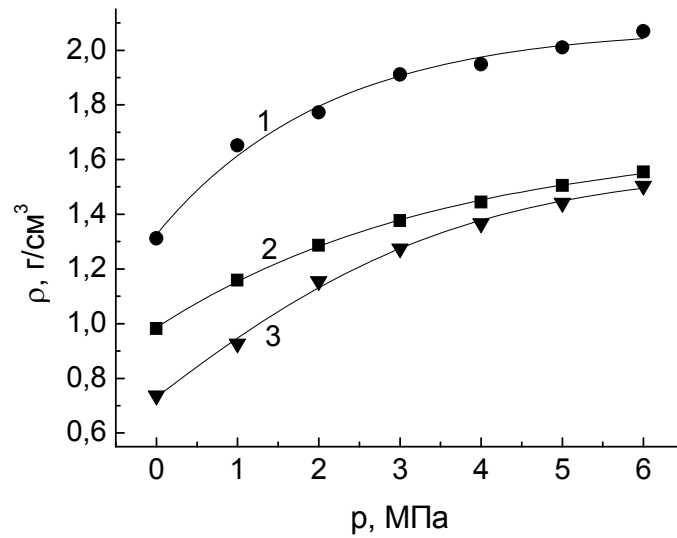


Рис. 6. Залежність густини компактів, сформованих у сталевій прес-формі з алмазних порошоків, від тиску в гідросистемі преса: 1 – алмаз, синтезований із графіту; 2 – алмаз, синтезований із сажі; 3 – УДА вихідний

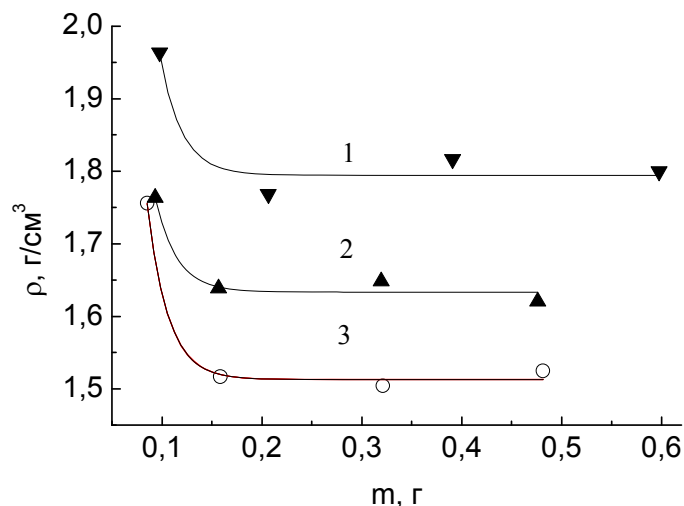


Рис. 7. Залежність густини компактів, сформованих у сталевій прес-формі з алмазних порошків з добавкою карбіду вольфраму, від маси порошку: $p = 6$ МПа; 1 – УДА з домішкою WC ($C_m = 25\%$), 2 – УДА з додаванням WC ($C_m = 10\%$), 3 – УДА вихідний

Висновки:

1. Встановлено, що залежність густини сформованих в прес-формі компактів від тиску описують сигмоїдальною функцією для всіх досліджених порошків.
2. Зі збільшенням розміру частинок вихідного порошку від 20 нм до 160 мкм гранична густина компактів зростає від 1,55 до 3,15 г/см³.
3. Проведення термічної обробки порошків з подальшим хімічним очищенням від домішок збільшує максимальну густину компактів на 10–15%, а нанесення покриття – на 13–17%.
4. Додавання карбіду вольфраму в УДА не змінює типу залежності ущільнення компакту від тиску.
5. Нанопорошки детонаційного синтезу, синтезовані з графіту, ущільнюються краще нанопорошків, синтезованих вибухом з сажі та вибухових речовин.
6. Зі збільшенням маси компактів, сформованих із суміші алмазного порошку УДА та порошку карбіду вольфраму при одному і тому самому зусиллі пресування, їхня густина зменшується на 7–15%.

-
1. Шульженко А. А., Соколов А. Н., Гаргин В. Г. Активированное спекание алмазных нанопорошков в условиях высоких давления и температуры, Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его применения, ИПЦ АЛКОН НАНУ, Киев, 2004. 101 с.
 2. Бочечка А. А., Гаврилова В. С. Уплотнение алмазных нанопорошков под действием давлений до 8 ГПа, Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения, ИПЦ АЛКОН НАНУ, Киев, 2005. 111 с.

3. Шульженко А. А., Бочечка А. А., Романко Л. А. и др. Особенности спекания нанометричных алмазных порошков, термообработанных в вакууме // Сверхтвердые материалы. 2000. № 6. С. 50–56.

COMPACTION CHARACTER OF DIAMOND POWDERS OF DIFFERENT DISPERSION AND GENESIS AT COMPACTION IN STEEL PRESS-FORMS

S. Nazarchuk, V. Gavrilova

*V. N. Bakul Institute for Superhard Materials
of the National Academy of Sciences of Ukraine
Avtozavodska Str., 2, UA-04074 Kyiv, Ukraine
e-mail: nazarchuk_s@ukr.net*

Dependences of density of compacts obtained at a room temperature in a steel press-form from diamond powders of different genesis and dispersion and their mixtures, on pressure and mass of compact are presented. A relative error of density determination is about 4%. Dependences of density of compacts on pressure are described by sigma function, dependences of density on mass of compact are described by an exponential function. The increase of particles size of initial powder from 20 nm to 160 μm results in the increase of limiting density of compacts from 1,55 to 3,15 g/sm^3 . Carrying out of heat treatment of powders with the next chemical cleaning from inclusions increases the limiting density of compacts on 10–15%, and causing of coverage of diamond particles increases the limiting density on 13–17%.

Key words: diamond powders, compaction, chemical cleaning, coating, press-form.

Стаття надійшла до редколегії 18.06.2007
Прийнята до друку 08.07.2008