УДК 621.926.538.1

О. Н. Сизоненко, Г. П. Богатырева, А. Л. Майстренко, Э. И. Тафтай, Г. А. Петасюк, Н. А. Олейник, А. С. Торпаков, Е. В. Липян, А. Д. Зайченко

ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОВОЛЬТНЫХ ИМПУЛЬСНЫХ РАЗРЯДОВ НА МОР-ФОМЕТРИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ АЛМАЗНЫХ МИКРОПОРШКОВ

Представлено результати досліджень впливу високовольтних імпульсних розрядів в водних суспензіях алмазних мікропорошків ACM 20/14 на зміну їх морфометричних характеристик. Встановлено зв'язок параметрів розрядного контуру, характеристик розрядів та параметрів обробки з морфометричними характеристиками цих мікропорошків.

Ключові слова: сверхтвердий матеріал, морфометричні характеристики, високовольтний електричний розряд, диспергування, канал розряду, ударна хвиля

Введение

Создание новых композиционных материалов на основе дисперсных сверхтвердых материалов невозможно без применения порошков с заданным диапазоном размеров и морфологией поверхности. Эти характеристики порошков влияют на структуру материала, его физико-механические, теплофизические и эксплуатационные характеристики.

Одним из путей создания материалов с высокими физико-механическими и эксплуатационными характеристиками является подход, который принято называть "сверху — вниз" (top – down), который предусматривает уменьшение размеров элементов структуры, то есть миниатюризацию размеров частиц порошков, что позволяет получать материалы высокой плотности с однородной гетерофазной структурой.

Известно, что наиболее эффективными и экологически безопасными методами воздействия на различные дисперсные системы являются физические методы, которые способствуют изменению их свойств. Одним из таких методов является высоковольтный электрический разряд (ЭР), который характеризуется высокой скоростью ввода энергии в канал разряда. Это приводит к возникновению электромагнитных и термических полей, волн давления в жидкости, близких к ударным, которые трансформируются в акустические волны с широким спектром частот, а также мощные гидропотоки и кавитацию.

Это способствует применению ЭР технологий во многих отраслях промышленности, поскольку позволяют влиять как на изменение геометрических размеров объекта, так и на структуру материалов с целью придания им определенных механических и физических свойств [1–3].

[©] Сизоненко Ольга Миколаївна, провідний науковий співробітник Інституту імпульсних процесів і технологій НАН України, доктор технічниї наук; Тафтай Едуард Іванович, Торпаков Андрій Сергійович, Липян Євгеній Васильович, Зайченко Андрій Дмитрович – співробітники того ж інституту.

Богатирьова Галина Павлівна, завідуюча лабораторією Інституту надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, доктор технічних наук; *Майстренко Анатолій Львович*, членкореспондент НАН України, завідуючий відділом цього ж інституту, *Петасюк Григорій Андрійович, Олейник Нонна Олександрівна*, кандидати технічних наук –співробітники того ж інституту.

В работах [3–5] авторы изучали особенности диспергирования материалов при воздействии энергии электрического разряда в жидкости. В частности, допускалось, что при электрогидравлическом разрушении частиц материала основным фактором воздействия являются ударные волны, генерируемые каналом разряда при скорости его расширения большей скорости звука в среде (больше 1500 м/с). В работах, связанных с исследованием электроразрядного диспергирования различных материалов, в том числе и синтетических алмазов [4–9], не определён физический механизм этого процесса из-за его многофакторности.

Цель работы — исследовать влияние основных факторов высоковольтных импульсных разрядов на морфометрические характеристики алмазных микропорошков.

Методика исследований

Исследования выполнялись на экспериментальном стенде, структурная схема которого представлена на рис. 1.

Стенд состоит из энергетической части, обеспечивающей заряд накопительной емкости C до рабочего напряжения 50 кВ от промышленной сети переменного тока и разрядного контура, обеспечивающего разряд емкости C через межэлектродный промежуток электродной системы разрядной камеры К (элементы разрядной цепи изображены линиями большей толщины). К днищу камеры подведен отрицательный потенциал обкладки накопителя C, а через воздушный разрядник F к электроду-острию — положительный. Острие электрода выполнено в виде сменной вставки, перемещение которой позволяет регулировать величину межэлектродного промежутка.



Рис. 1. Структурная схема стенда:

Э — энергетическая часть; *PV* — киловольтметр; *C* — накопительная емкость; Ш — шунт; *F* — воздушный разрядник; К — разрядная камера; *R*₁, *R*₂, *R*₃, *C*₁, *C*₂ — элементы делителя напряжений ДН; О — запоминающий осциллограф В процессе исследований регистрировали осциллограммы разрядного тока и напряжения на двухканальном запоминающем осциллографе Tektronix. Характеристики разряда записывали на USB Flash-накопитель и переносили на компьютер для первичной обработки и фильтрации сигналов в программном обеспечении "National Instruments Signal Express: Tektronix edition". При этом в первом приближении определяли индуктивность разрядного контура, а затем, по известным параметрам шунта Ш и делителя напряжения ДН с использованием программного обеспечения "MathCAD" рассчитывали характеристики разряда (максимум тока; длительность первого полупериода; доля энергии, выделившейся в первом полупериоде; скорость ввода энергии). Данные использовали для оценки максимального давления в канале разряда.

Оценку влияния воздействия высоковольтных импульсных разрядов на микропорошки алмаза марки ACM 20/14проводили, сравнивая распределения частиц по размерам и морфометрические характеристики порошка до и после воздействия [10–16]. Диагностику морфометрических характеристик осуществляли на приборе "DiaInspect.OSM" [10]. Сравнительный анализ проводили по следующим характеристикам: максимальный (F_{max}) и минимальный (F_{min}) диаметры Фере, Фере-удлинение (F_e), средний (d_m), и эквивалентный (d_e) диаметры, периметры фактической (p) и выпуклой (p_c) проекций, площадь фактической проекции (A), шероховатость (Rg), внешняя удельная поверхность (F_{ya} .), форм-фактор выпуклого изображения (C_r), эллиптичность (El) и удельный периметр (p_{ya}). Описание геометрического смысла и методики определения характеристик, кроме периметра и площади поверхности зерен, являются общепринятыми в цифровой обработке изображений и применительно к прибору "DiaInspect.OSM" имеется, например, в [10, 12].

С учетом опыта предыдущих исследований [5, 6, 8], параметры воздействия были выбраны так, чтобы обеспечивать давление в канале разряда от ~260 до 800 МПа. С этой целью изменяли следующие параметры: напряжение заряда накопителя от 40 до 50 кВ; индуктивность разрядного контура — от 0,6 до 3 мкГн. При этом суммарная энергия обработки составляла от 425 до 1600 кДж. Высоковольтные электрические разряды реализовывали в суспензии 1,7% микропорошков алмаза АСМ 20/14 в дистиллированной воде.

Результаты исследований

Результаты диагностики микропорошков алмаза ACM 20/14 до и после ЭР обработки на исследуемых режимах представлены в табл. 1.

Из результатов, представленных в табл. 1, все проведенные опыты приводят к уменьшению средних значений диаметров F_{max} , F_{min} , d_c , d_3 , характеризующих величину зерна. При этом существенно (опыты № 4–6 и № 8, 9) возрастает внешняя удельная поверхность ($F_{y\partial}$, m^2/c) от 2,8 до 7 раз, изменяются характеристики формы зерна (C_r , F_e , El) и топография поверхности ($P_{y\partial}$, Rg) наблюдается значительный рост удельного периметра частиц, особенно при обработке (опыт № 4, с 0,3382 до 1,3151 1/м).

Наибольшее воздействие на морфометрические характеристики микропорошков и уменьшение количества частиц исходного размера получено в опыте № 4. На рис. 2 показано распределение по размерам частиц микропорошка ACM 20/14, полученных в результате обработки в опытах № 3 и № 4 (d — размер частицы, мкм; F(d) — доля частиц размером d от общего количества частиц, %).

Таблица I Средние значения характеристик микропорошков алмаза ACM 20/14 исходного и после ЭР обработки при различных параметрах обработки

Мс	NOLHEIK					Ne ombira		1		
		1	5	3	at .	9	9	7	8	6
,	1	960,0000	576,0000	1000,0000	1000,0000	900,000	437,5000	425,0000	1560,0000	1000,0000
1	1	263,0000	296,0000	717,0000	790,0000	729,0000	786,0000	796,0000	705,0000	571,0000
6	9894	17,5800	17,1200	9,5713	8,9316	10,1645	13,4510	14,4000	5,6083	7,8804
a	2603	12,2600	11,5800	6,6277	5,9975	6,8923	9,5563	9,9858	3,8225	5,4629
-	3067	1,3700	1,3900	1,3419	1,3646	1,3794	1,3094	1,3470	1,3334	1,3226
and a	3743	1,4400	1,5100	1,3560	1,3732	1,4035	1,3654	1,3325	1,3435	1,3358
-	2781	1,2900	1,3100	1,2333	1,2354	1,2487	1,2574	1,2371	1,2208	1,2369
400	t002	1,4400	1,4900	1,4524	1,4699	1,4825	1,4252	1,4567	1,4649	1,4421
	0522	1,0600	1,0600	1,0653	1,0696	1,0703	1,0580	1,0650	1,0663	1,0623
्य	5248	14,9200	14,3500	8,0995	7,4646	8,5284	11,5037	12,1929	4,7154	6,6717
m	085	13,8000	13,2300	7,6025	6,9552	7,9155	10,8278	11,5135	4,4977	6,2831
0	4449	161,2800	147,8100	75,8854	72,9226	76,0130	118,1918	136,5050	22,0050	47,2496
and .	8798	130,2400	82,8800	52,4023	47,6148	57,1263	82,7865	94,0809	10,4052	33,8173
õ	0518	0,2200	0,4900	0,5446	0,5977	0,4933	0,3783	0,4539	0,7310	0,4221
0	1940	51,0900	49,4100	28,0876	26,2866	29,9018	39,0457	42,4338	16,4710	23,0040
6	7423	47,8600	46,1900	26,2300	24,2985	27,6201	36,9144	39,5792	15,4424	21,6050
0	3382	0,3800	0,3900	1,1529	1,315,1	0,9064	0,6552	0,6454	1,2129	1,0088
10	3800	439,9800	461,6300	1455,9670	2670,2330	1098,6000	773,6000	765,1000	1314,4000	1085,7000

Характерно, что после ЭР обработки форма кривой распределения по размерам частиц микропорошка отличается от нормального распределения Гаусса. Как видно из кривых 2 и 3 на рис. 2, после ЭР обработки в этих опытах в микропорошке остается от 10 до 20% частиц исходного размера, но появляется также значительное количество мелкодисперсных частиц. После обработки № 4 в микропорошке остается наименьшее количество частиц исходного размера среди опытов от № 1 до № 7. Появление некоторого количества частиц размером крупнее исходных может быть объяснено слипанием мелкодисперсных частиц в конгломераты в процессе сушки суспензии.



Рис. 2. Распределение частиц микропорошка АСМ 20/14 по размерам: *1* — исходный, *2* — после ЭР обработки в опыте № 3, *3* — после ЭР обработки в опыте № 4

Сравнивая данные по экспериментам № 1, № 3, № 4 и № 5, для которых суммарная энергия обработки примерно одинакова ($W_{\Sigma} \sim 1000$ кДж), следует отметить, что в эксперименте № 4 сочетание параметров разрядного контура и характеристик разряда определило высшее расчетное давление в канале разряда ($P_k \sim 800$ МПа), что, по всей вероятности, и обеспечило лучший результат воздействия.

Сравнивая результаты экспериментов № 5 и № 8, для которых идентична запасаемая энергия единичного разряда, но которые отличаются суммарной энергией обработки (в опыте №8 она больше), следует отметить следующее.

Увеличение суммарной энергии обработки при сохранении параметров разрядного контура, приводит к существенному увеличению доли получаемых после обработки мелкодисперсных частиц и снижению доли частиц исходных размеров (см. рис. 3, кривые 2 и 3).

Следует отметить, что увеличение суммарной энергии обработки в опыте $\mathbb{N} \otimes 8$ (рис. 3, кривая 3) приводит почти к полному разрушению частиц исходного порошка, остается крайне малая (~2%) доля частиц исходного размера, и практически основная масса полученных частиц являются более мелкодис-персной. Кроме того, на кривой распределения частиц по размерам после ЭР обработки не образуется характерного для других опытов пика в диапазоне исходных размеров порошков, что может свидетельствовать о том, что оставшиеся в микропорошке после ЭР обработки частицы исходного размера являются в действительности конгломератами слипшихся мелкодисперсных частиц.



Рис. 3. Распределение частиц микропорошка АСМ 20/14 по размерам: 1 — исходный; 2 — после ЭР обработки в опыте № 5; 3 — после ЭР обработки в опыте № 8

Увеличение суммарной энергии обработки в опыте № 8 также способствует существенным изменениям морфометрических характеристик частиц микропорошка, в частности внешняя удельная поверхность F_{yd} увеличивается с 385,38 до 1314,4 м²/г, что в ~3 раза больше исходной, а средний диаметр частиц D_m уменьшается в ~3 раза (с 14,6248 до 4,7154 мкм). При этом шероховатость Rg увеличивается, а эллиптичность El и коэффициент формы K_{ϕ} уменьшаются.

В результате сравнительного анализа результатов обработки алмазных микропорошков ACM 20/14 было выдвинуто предположение, что ключевыми факторами, влияющими на результат ЭР обработки, являются давление в канале разряда и суммарная энергия обработки. Для проверки по результатам опытов №№ 1–9 была исследована зависимость основных характеристик микропорошков от максимума давления в канале разряда и суммарной энергии обработки.

Как видно из рис. 4, при увеличении максимального давления в канале разряда происходит снижение среднего диаметра частиц достигая минимума ($D_m = 7,5$ мкм) при $P_{\rm k} = 790$ МПа, что коррелирует с результатами, полученными при анализе распределения частиц по размерам после ЭР обработки. Таким образом, для этой серии опытов и возможностей данного технологического оборудования, с точки зрения снижения среднего диаметра частиц микропорошка максимум давления в канале разряда должен быть не менее 800 МПа.

Результаты ЭР воздействия на микропорошки алмаза, представленные в табл. 1, свидетельствуют о существенном изменении внешней удельной поверхности частиц микропорошка в опытах №№ 3; 4; 5; 8; 9. Графическая зависимость внешней удельной поверхности частиц от максимума давления в канале разряда, представленная на рис. 5, свидетельствует, что по мере роста максимума давления в канале разряда к значению ~700 МПа наблюдается монотонное увеличение внешней удельной поверхности частиц. А затем, при увеличении давления более 700 МПа, наблюдается резкий рост внешней удельной поверхности частиц и при давлении ~800 МПа внешняя удельная поверхность частиц достигает максимума, составляющего $F_{ya} = 2670 \text{ м}^2/\text{г}.$



Рис. 4. Зависимость среднего диаметра (D_m) частиц микропорошка ACM 20/14 от максимума давления в канале разряда (P_k) при $W_{\Sigma} \sim 1000$ кДж



Рис. 5. Зависимость внешней удельной поверхности (F_{yx}) частиц микропорошка ACM 20/14 от максимума давления в канале разряда (P_k) при $W_{\Sigma} \sim 1000$ кДж

Важным фактором, влияющим на результат ЭР обработки микропорошков, является также суммарная энергия обработки (табл. 1). Очевидно, что имеется практически прямо пропорциональная зависимость суммарной энергии обработки и уменьшение среднего диаметра частиц микропорошка (рис. 6). При увеличении суммарной энергии обработки средний диаметр частиц микропорошка уменьшается пропорционально энергии, достигая минимума ($D_m = 4,72$ мкм) при $W_{\Sigma} = 1560$ кДж. Это коррелирует с результатами анализа распределения частиц микропорошка по размерам после ЭР обработки в разных опытах и свидетельствуют, что суммарная энергия обработки является существенным фактором при ЭР обработке микропорошков. Задачей становится необходимость установления диапазона значений суммарной энергии обработки, в котором зависимость изменения среднего диаметра частиц явля-



ется линейной, а также уровень значений суммарной энергии обработки, при которой средний диаметр частиц уменьшается до 1 мкм и менее.

Рис. 6. Зависимость среднего диаметра (D_m) частиц микропорошка ACM 20/14 от суммарной энергии обработки (W_{Σ}) при $P_{\kappa} \sim 800$ МПа

В изменении внешней удельной поверхности частиц микропорошка ACM 20/14 от суммарной энергии обработки при давлении в канале разряда порядка ~800 МПа, по опытам № 4–7 (рис. 7), также наблюдается зависимость, близкая к пропорциональной.

Анализ зависимостей, представленных на рис. 4–7, показывает, что увеличение суммарной энергии ЭР обработки микропорошка ACM 20/14 приводит к существенному изменению всех морфометрических характеристик, и эти изменения носят характер, близкий к линейному.



Рис. 7. Зависимость внешней удельной поверхности (F_{yz}) частиц микропорошка ACM 20/14 от суммарной энергии обработки (W_{Σ}) при $P_{\kappa} \sim 800$ МПа

Наилучшие результаты измельчения и корректировки формы зерен микропорошка алмаза ACM 20/14 получены при уровнях давлений в канале разря-

да ~ 800 МПа. Такой уровень давления оказался достаточным для ЭР измельчения микропорошка алмаза ACM 20/14, который при изготовлении прошел полный цикл переработки продукта синтеза алмаза с многократным постадийным механическим дроблением, промежуточным растворением металлической составляющей и дополнительной химической очистки, в результате чего в кристаллах произошло зарождение микротрещин.

Многократные циклические динамические нагрузки при ЭР воздействии на частицы порошков способствуют развитию микротрещин. ЭР воздействие является импульсным процессом длительностью порядка ~10 мкс с фронтом ударной волны порядка ~10⁻¹⁰ м, что и определяет возможность тонкого диспергирования микропорошка алмаза и способствует повышению их физикомеханических характеристик. Так, абразивная способность микропорошков зернистостей 7/5, 5/3, 3/2 возрастает в 1,5 раза.

Основную работу при воздействии высоковольтного электрического разряда в суспензии микропорошка выполняют ударные волны, генерируемые каналом разряда при скоростях расширения его более скорости звука в среде (более 1500 м/с).

Выводы

Экспериментально установлено, что ЭР обработка приводит к измельчению микропорошка алмаза марки ACM 20/14, снижению средних значений размеров частиц, изменению распределения частиц по размерам, увеличению внешней удельной поверхности порошка, что приводит к повышению абразивной способности.

Наибольшее влияние на изменение морфометрических характеристик микропорошков ACM 20/14 под воздействием ЭР обработки оказывают максимальные давление в канале разряда и суммарная энергия обработки. Зависимость среднего диаметра частиц микропорошка и внешней удельной поверхности частиц от максимального давления в канале разряда, а также суммарной энергии обработки носит характер, близкий к линейному.

Можно рекомендовать производить ЭР обработку микропорошков ACM 20/14 при максимальных технически допустимых и экономически обоснованных значениях этих параметров для изготовления тонких полидисперсных алмазных порошков.

Представлены результаты исследований влияния высоковольтных импульсных разрядов в водных суспензиях алмазных микропорошков ACM 20/14 на изменение их морфометрических характеристик. Установлена связь параметров разрядного контура, характеристик разрядов и параметров обработки с морфометрическими характеристиками этих микропорошков.

Ключевые слова: сверхтвердый материал, морфометрические характеристики, высоковольтный электрический разряд, диспергирование, канал разряда, ударная волна

The results of studies of the influence of high-voltage pulse discharge in water suspensions of diamond micropowders ASM 20/14 on the change of their morphological characteristics are given. The connection of the discharge circuit parameters, discharge characteristics and processing parameters with the morphometric characteristics of these micropowders is found.

Keywords: superhard material, morphometric characteristics, high voltage electric discharge, dispersion, discharge channel, shock wave

- Алимов Л. Ф. Использование энергии электрического разряда для дробления, бурения скальных пород и производства строительных материалов / Л. Ф. Алимов, Г. Н. Гаврилов, А. Г. Рябинин и др. – Л.: Изд-во Ленинградского командного училища железнодорожных войск и военных сообщений имени М. В. Фрунзе, 1975. – 248 с.
- Гаврилов Г. Н. Разрядноимпульсная технология обработки минеральных сред / Г. Н. Гаврилов, Г. Г. Горобенко, П. П. Малюшевский, А. Г. Рябинин. – К.: Наук. думка, 1979. – 163 с.
- Курец В. И. Электроимпульсная дезинтеграция материалов / В. И. Курец, А. Ф. Усов,
 В. А. Цукерман. Апатиты: Изд-во Кольского научн. центра РАН, 2002. 324 с.
- 4. *Бакуль В. Н.* Способ дробления сверхтвердых материалов / В. Н. Бакуль, Ю. И. Никитин и др. // Электронная обработка материалов. – 1976, вып. 2. – С. 18–22.
- Сизоненко О. Н. Разрядноимпульсная технология дробления и измельчения абразивных материалов / О. Н. Сизоненко, П. П. Малюшевский, Г. Г. Горовенко // В кн.: Основные проблемы разрядноимпульсной технологии – К.: Наук. думка, 1980. – С. 12–20.
- 6. Сизоненко О. Н. Модифицирование поверхности порошкових материалов высоковольтным электрическим разрядом // Межд. конф. High Mat Tech. Тезисы докладов. – К.: 2009. – С. 150.
- Малюшевский П. П., Горовенко Г. Г., Волкова Л. П., Сизоненко О. Н. Особенности измельчения твёрдых и сверхтвёрдых материалов при электровзрывном воздействии / П. П. Малюшевский, Г. Г. Горовенко, Л. П. Волкова, О. Н. Сизоненко // В кн.: Электрогидравлический эффект и его применение, 1981. – С. 134–139.
- Богатырева Г. П. Дезинтеграция продукта синтеза алмаза ударными волнами, генерируемыми в жидкости электроразрядными импульсами большой мощности / Г. П. Богатырева, А. Л. Майстренко, О. Н. Сизоненко и др. // Породоразрушающий и металлобрабатывающий инструмен — техника и технология его изготовления и применения: Сб. научн. тр. – Вып. 12 – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – С. 191–198.
- Богатирьова Г. П. Спосіб видобування синтетичних алмазів / Г. П. Богатирьова, А. Л. Майстренко, О. М. Сизоненко та інш. – Патент України на корисну модель № 47738, опубл. 25.02.2010, Бюл. № 4. – 2010.
- List E., Frenzel J., Vollstadt H. A new system for single particle strength testing of grinding powders / E. List, J. Frenzel, H. Vollstadt // Industrial diamond review. – 2006. – No. 1. – P. 42–47.
- Сопротивление материалов / Под общей редакцией Г. С. Писаренко. Киев: Вища школа. – 1979. – 696 с.
- Новиков Н. В. К вопросу повышения информативности морфологических характеристик порошков из сверхтвердых материалов, определяемых на видео-компьютерных диагностических комплексах / Н. В. Новиков, Г. П. Богатырева, Г. А. Петасюк // Сверхтвердые материалы. – 2005. – № 3. – С. 73–85.
- Новиков Н. В. Методика определения показателей однородности порошков синтетического алмаза на основе системно-критериального подхода / Н. В. Новиков, Г. П. Богатырева, Ю. И. Никитин, Г. А. Петасюк // Інструментальний світ. – 2006. – № 3 (31). – С. 4–6.
- Петасюк Г. А. Обобщенная математическая модель процедуры ситовой классификации порошков сверхтвердых материалов // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. Киев. - 2007. - Вып. 10. – С. 212–216.
- Петасюк Г. А. Экстраполяционно-аналитический метод определения удельной поверхности порошков сверхтвердых материалов / Н. В. Новиков, Г. П. Богатырева, Ю. И. Никитин, Г. А. Петасюк // Сверхтвердые материалы. 2007. № 6. С. 65–76.
- Богатырева Г. П. К вопросу однородности алмазных микропорошков по морфометрическим характеристикам / Г. П. Богатырева, Г. А. Петасюк, Г. А. Базалий и др. // Сверхтвердые материалы. 2009. № 2. С. 71–81.