

Встановлено, що при однаковому значенні температури зі збільшенням об'ємного вмісту титану в розплаві до 50% з коефіцієнт просочення збільшується.

В работе приведены результаты исследования миграции расплава медь-титан в среде, образованной в результате действия давления 8 ГПа на нанопорошок ультрадисперсного алмаза (УДА).

Ключевые слова: алмазный нанопорошок, спекание, высокое давление, коэффициент пропитки.

In this work, we present investigation results of melt copper-titanium migration in a medium formed by pressure of 8 GPa on ultradisperse diamond (UDD) nanopowder.

Key words: diamond nanopowder, sintering, high pressure, impregnating coefficient.

Література

1. Луцак Э. Н., Бочечка А. А., Романко Л. А. Пропитка алмазного нанопорошка расплавом Со–WC при высоком давлении // Матер. междунар. конф. «Материаловедение тугоплавких соединений: достижения и проблемы», Киев, 27–29 мая 2008 г. – К.: Изд-во ИПМ им. И. Н. Францевича НАН Украины. – С. 83.
2. Шейдеггер А. Э. Физика течения жидкостей через пористые среды. – М.: Гостоптехиздат, 1960. – 252 с.
3. Лисовский А. Ф. Миграция расплавов металлов в спеченных композиционных телах. – К.: Наук. думка, 1984. – 256 с.

Надійшла 26.07.13

УДК 621.921.34-492.2:536.421.5:539.89

О. І. Чернієнко; О. О. Бочечка, д-р.техн. наук; **Ю. В. Сирота**, канд. техн. наук

Институт надтвердых материалов им. В. М. Бакуля НАН Украины, м. Київ

СТАТИСТИЧНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ СТАТИЧНОЇ МІЦНОСТІ АЛМАЗНИХ ПОРОШКІВ

Проведено статистичні дослідження статичної міцності алмазних порошків різних марок, синтезованих в системах Ni–Mn–C і Mg–Zn–B–C. Показано, що розподіл міцності зерен за навантаженням руйнування є неоднорідним і асиметричним для досліджених порошків.

Ключові слова: алмазні порошки, показник міцності, розподіл Вейбулла.

Вступ

Область застосування алмазного порошку визначається його маркою. Класифікація за марками синтезованих алмазних порошків проводиться на основі його властивостей, однією з яких є показник міцності.

Оцінка міцності алмазних порошків визначається міцністю окремих алмазних зерен. Міцність алмазних зерен на стиснення (статична міцність) оцінюють за навантаженням, при якому руйнується окреме алмазне зерно. Воно залежить від різних факторів – розміру, форми, габітусу зерна, наявності дефектів, тріщин, температури випробування та ін. Тому для алмазних зерен різної форми та дефектності з неправильною огранкою при вимірюванні статичної міцності будуть спостерігатись значення руйнівного навантаження, які значно

відрізняються. Оцінкою міцності алмазних порошків є показник міцності P_m . Показник міцності – це статистична величина, і являє собою усереднене значення навантаження руйнування частини зерен алмазного порошку. При дослідженні величин статистичними методами, важливими є однорідність розподілу та довірчий інтервал, що характеризують статистичну величину. Для визначення довірчих інтервалів показника міцності алмазного порошку необхідно встановити закон, який описує розподіл алмазних зерен за міцністю руйнування. В роботі [1] показано, що залежність межі міцності кристалів алмазу від їхнього об'єму описується на основі статистичної теорії крихкості Вейбулла, проте для визначення довірчих інтервалів механічних характеристик алмазних кристалів здебільшого застосовується традиційна статистика Гауса [2]. Розподіл Вейбулла – це неперервний, асиметричний розподіл, обмежений знизу. Цей розподіл Вейбулл розробив для опису розсіювання параметрів втомної міцності сталі і межі пружності, а надалі застосував для вирішення інших завдань. Розподіл Вейбулла застосовується при побудові імовірнісних моделей ситуацій, в яких поведінка об'єкта визначається «найбільш слабкою ланкою».

Методика дослідження

Для визначення показника міцності використовували алмазні порошки зернистістю 125/100, синтезовані в традиційній системі синтезу Ni-Mn-C різної міцності та алмазні порошки, синтезовані в системі Mg-Zn-B-C при різних концентраціях бору в шихті.

Показник статичної міцності порошків при стиску визначали за допомогою приладу ДДА-33А. Окремі кристали розміщували між лейкосапфіровими опорами діаметром 5 мм та висотою 1,5 мм і піддавали руйнуванню. Кількість зерен алмазного порошку, синтезованого в системі Mg-Zn-B-C, для випробувань становила 50 шт., а синтезованого в системі Ni-Mn-C – 27 шт. Навантаження на опори в приладі подається в автоматичному режимі із записом руйнівного зусилля в інтервалі 0,05–180 Н. Згідно з [3] за руйнівне навантаження приймається досягнуте максимальне зусилля стиску безпосередньо в момент руйнування одиничного кристалу, показник міцності алмазного шліфпорошку (P_m) вираховується за формулою

$$P_m = \frac{\sum_{i=1}^N P_i}{N}, \quad (1)$$

де P_i — значення навантаження руйнування окремого зерна, Н; N — кількість всіх зруйнованих зерен.

Для визначення «нормальності» розподілу міцності зерен алмазних порошків використали критерій асиметрії та ексцесу [4]. Асиметрія A та ексцес E знаходяться за формулами

$$A = \frac{\sum (P_i - P)^3}{Ns^2}; E = \frac{\sum (P_i - P)^4}{Ns^4};$$

де

$$s = \sqrt{D}; D = \frac{\sum (P_i - P)^2}{N}; N = 50; 27$$

s – середнє квадратичне відхилення, D – дисперсія, N – кількість значень вибірки.

Квадратичні похибки асиметрії та ексцесу обчислюються за формулами

$$S_E = \sqrt{\frac{6 \cdot (N - 1)}{(N + 1) \cdot (N + 3)}}$$

$$S_E = \sqrt{\frac{24 \cdot N \cdot (N - 2) \cdot (N - 3)}{(N - 1)^2 \cdot (N + 3) \cdot (N + 5)}}$$

Для опису розподілу міцності алмазних зерен використали функцію розподілу Вейбулла.

Інтегральна функція розподілу Вейбулла має вигляд [4]

$$F(p) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{p + \Theta}{\lambda}\right)^k\right], \quad (2)$$

де k – коефіцієнт форми, λ – коефіцієнт масштабу, Θ – коефіцієнт зміщення.

Густина (частотою попадання) значень в інтервал $(p, p + dp)$

$$f(p) = \frac{dF(p)}{dp} = \begin{cases} \left(\frac{k}{\lambda}\right)\left(\frac{p + \Theta}{\lambda}\right)^{k-1} \exp\left[-\left(\frac{p + \Theta}{\lambda}\right)^k\right], & p \geq 0 \\ 0, & p < 0 \end{cases} \quad (3)$$

Параметри функції розподілу $F(p)$ кожного алмазного порошку шукаємо методом найменших квадратів на основі значень емпіричної функції, які визначаємо за формулою:

$$F_n(p_i) = \frac{i}{N}, \quad (4)$$

де i – порядковий номер значень навантаження руйнування p при їхньому розміщенні в порядку зростання.

Для знаходження довірчого інтервалу ΔP_M показника міцності P_M алмазного порошку необхідно знати параметри функції розподілу. Функція розподілу показника міцності алмазного порошку є та ж сама, що функція розподілу зерен по міцності, тобто функція розподілу Вейбулла.

Параметри функції Вейбулла для розподілу показника міцності P алмазних порошоків знаходимо методом моментів. Числові характеристики для цієї функції:

$$M(P_M) = M(P_i) = P_{\text{сеп}} = \Gamma\left(1 + \frac{1}{k}\right),$$

де $M(P_M)$ – математичне сподівання показника міцності, $M(P_i)$ – математичне сподівання показника міцності

$$D(P_M) = \frac{1}{n} D(P_i) = \lambda^2 \Gamma\left(1 + \frac{2}{k}\right) - M(P)^2$$

$D(P_i)$ – дисперсія середнього значення, $D(P_M)$ – дисперсія показника міцності.

Складемо систему рівнянь для знаходження параметрів k та λ для P_M .

$$\begin{cases} M(P_M) = \lambda \Gamma\left(1 + \frac{1}{k}\right) \\ D(P_M) = \lambda^2 \Gamma\left(1 + \frac{2}{k}\right) - M(P_M)^2 \end{cases}.$$

Із першого рівняння

$$\lambda = \frac{M(P_M)}{\Gamma\left(1 + \frac{1}{k}\right)}$$

Підставляємо λ в друге рівняння

$$D(P_m) = \left(\frac{M(P_m)}{\Gamma\left(1 + \frac{1}{k}\right)} \right)^2 \Gamma\left(1 + \frac{2}{k}\right) - M(P_m)^2$$

Розв'язуючи дане рівняння чисельними методами, знаходимо k та відповідно λ .

Знаходження довірчого інтервалу, P з 95% імовірністю потрапляння до нього. Нижню границю довірчого інтервалу \underline{P} знаходимо із умови, згідно з якою імовірність потрапляння в інтервал $(0, \underline{P})$ становить $(1 - 0,95) / 2 = 0,025$. Тобто

$$\int_0^{\underline{P}} f(P_m) dP = 0,025$$

Для верхньої границі \bar{P} імовірність потрапляння в інтервал (\bar{P}, ∞) становить $(1 - 0,95)/2 = 0,025$. Тобто

$$\int_{\bar{P}}^{\infty} f(P_m) dP = 0,025$$

Результати

Для дослідження статичної міцності використали алмазні порошки зернистості 125/100, синтезовані в системах Ni–Mn–C та Mg–Zn–B–C. Результати випробування міцності зерен алмазного порошку №1 наведено в табл. 1.

Таблиця 1. Результати випробування міцності зерен алмазного порошку №1

i	P_i	i	P_i	i	P_i	i	P_i
1	0,7	8	3,12	15	5,16	22	11,9
2	1,06	9	3,31	16	5,21	23	12,8
3	1,51	10	3,5	17	5,57	24	13,9
4	1,78	11	4,66	18	7,85	25	15,3
5	1,87	12	5,02	19	8,18	26	19,5
6	1,99	13	5,04	20	9,19	27	54,6
7	2,5	14	5,14	21	11,2		

Зі значень приведених в табл. 1, видно, що інтервал значень руйнівного навантаження широкий. В порошок присутні зерна, які руйнуються як при низьких (починаючи від нуля), так і при великих (по відношенню до середнього значення) значеннях навантаження (табл. 2.). Частина зерен порошку має міцність, яка перевищує середнє значення в декілька разів. Для характеристики однорідності даних використовують коефіцієнт варіації V . Вибірка вважається однорідною, якщо коефіцієнт варіації не перевищує 33%. Як ми бачимо (табл. 2.), коефіцієнт варіації для всіх досліджуваних порошоків більший 33%, і не спостерігається зв'язку V з показником міцності. Тобто різні порошки мають різну ступінь неоднорідності незалежно від показника міцності чи ростової системи. Таким чином, важливим завданням є коректний опис такого розподілу даних.

Значення показника міцності алмазних порошків, отримані на основі результатів випробувань алмазних зерен на міцність, наведено в табл. 2. Класифікація за міцністю алмазних порошків проведена відповідно до Держстандарту України [3].

Таблиця 2. Характеристики розподілу алмазних зерен за міцністю

	№	Показник міцності P_m	Марка	Коеф. варіації (V), %	Асиметрія (A)	S_A	Ексцес (E)	S_E
Алмазні порошки синтезовані в системі Ni-Mn-C	1	8	AC6	128	3,6	0,4	18,4	0,8
	2	12	AC15	83	1,6		5,8	
	3	19	AC20	71	1,3		4	
	4	21		56	1,1		4,3	
	5	23		84	1,8		6,2	
	6	26	AC32	59	0,9		2,9	
	7	28		71	0,6		2	
	8	33		48	0,5		2,5	
	9	36	AC50	85	1,5		5,3	
	10	37		56	0,8		3,5	
	11	38		51	-0,1		1,9	
	12	43		67	1,3		4,8	
	13	48	AC65	59	0,7		2,7	
	14	60	AC80	52	0,6		3,1	
	15	61		60	0,7		2,2	
	16	76	AC100	93	3,1		14,8	
	17	78		34	-0,3		1,9	
Алмазні порошки синтезовані в системі Mg-Zn-B-C	18	6	AC6	82	1	0,3	3,1	0,6
	19	9		68	0,9		3,4	
	20	11		137	3,4		15	
	21	13	AC15	76	1,8		6,2	
	22	14		102	2,9		14	

Для з'ясування можливості використання функції Ст'юдента для знаходження довірчих інтервалів показника міцності алмазного порошку треба визначити «нормальність» розподілу алмазних зерен за міцністю, для чого скористаємось критерієм асиметрії та ексцесу. Критерієм нормальності розподілу є рівність нулю асиметрії A та рівність трьом ексцесу E . Як видно з табл. 2, коефіцієнти A та E порошків, синтезованих в різних системах, відрізняються від 0 та 3, відповідно, більш ніж на їхні середньоквадратичні похибки, що не відповідає нормальному розподілу. Це свідчить, що функція розподілу для коректного опису вказаних даних не належить до сімейства нормальних функцій, тому для їх опису необхідно використовувати іншу функцію. Ми використали функцію розподілу Вейбулла (1). Розраховані параметри k , λ та Θ для відповідних порошків представлені в табл. 3.

Таблиця 3. Параметри функції Вейбулла для опису розподілу алмазних порошків за міцністю, мода та довірчі інтервали показника міцності алмазних порошків.

Марка	Показник міцн (P_M), Н	Коефіцієнт форми (k)	Коефіцієнт масштабу (λ)	Коефіцієнт зміщення (Θ)	Мода (M)	ΔP_M^+	ΔP_M^-
АС6	8	1,0	6,4	0,5	0,7	2	2
АС15	12	1,2	11,7	0,5	2,7	2	3
АС20	19	2,2	18,0	0	13,7	2	3
	21	2,4	21,7	0	17,5	3	3
	23	1,3	22,4	0	6,6	4	5
АС32	26	0,9	30,2	4,8	–	4	6
	28	1,0	23,9	4,0	–	6	7
	33	1,8	30,2	4,8	23,9	5	7
АС50	36	1,2	34,8	0,9	8,3	11	13
	37	1,8	37,1	2,6	26,7	5	8
	38	1,9	44,0	0	29,4	6	9
	43	1,8	43,4	0	27,8	10	13
АС65	48	1,4	46,7	4,3	24,6	8	11
АС80	60	2,0	65,9	0	46,9	10	14
	61	1,0	44,8	16,8	–	15	10
АС100	76	1,7	72,6	0	43,3	10	15
	78	2,9	79,0	0	76,7	8	13
АС6	6	1,27	4,8	20	3,1	1	1
	9	1,6	8,8	10	4,7	1	2
	14	1,4	11,6	1	11,2	2	3
	11	1,5	11,8	40	5	2	2
АС15	13	1,6	10,9	5	–	3	4

На основі отриманих параметрів визначили значення моди M (найбільш імовірного руйнівного навантаження) кожного алмазного порошку. Як видно (табл. 3), значення показника міцності алмазного порошку P_M не співпадає зі значенням найбільш імовірного руйнівного навантаження M , тобто не є найбільш імовірним. Крім того для всіх порошків показник міцності P_M у порівнянні з модою M має більше значення. Тобто імовірність руйнування зерна при навантаженні, меншому показника міцності, більша.

Параметри розподілу показника міцності розраховали методом моментів. За отриманими параметрами обчислили 95% довірчі інтервали. Отримані значення довірчих інтервалів є несиметричними у відношенні до середнього і є більшими в сторону менших значень міцності. Зі зростанням показника міцності довірчий інтервал збільшується.

Висновки

Для знаходження похибок статистичних обрахунків показника міцності досліджених алмазних порошків, синтезованих в різних ростових системах, які суттєво відрізняються між собою і характеризуються різними марками, використання розподілу Вейбулла є більш коректним, ніж використання розподілу Ст'юдента.

Визначений у відповідності з ДСТУ 3292–95 показник міцності – середнє значення руйнуючого навантаження не є найбільш імовірним, Більша частина зерен руйнується при навантаженні меншому, ніж середнє значення.

Величина нижніх довірчих інтервалів (ΔP_m^-) показника міцності алмазних порошків не співпадає з величиною верхніх довірчих інтервалів (ΔP_m^+), при цьому $\Delta P_m^- > \Delta P_m^+$.

Проведены статистические исследования статической прочности алмазных порошков различных марок, синтезированных в системах Ni–Mn–C и Mg–Zn–B–C. Показано, что распределение прочности зерен по нагрузке разрушения неоднородно и асимметрично для исследованных порошков

Ключевые слова: алмазные порошки, показатель прочности, распределение Вебулла

A statistical study of the static strength of diamond powders of different brands and synthesized in Ni–Mn–C and Mg–Zn–B–C systems have been carried out. It is shown that the grain strength distribution by the fracture load is uneven and asymmetric for the investigated powders

Key words: diamond powders, strength index, Weibull distribution function

Література

1. Шульженко А. А. Синтез алмаза из графита в ростовых системах, содержащих нетрадиционные растворители углерода (Гл. 5.) // Сверхтвердые матер. Получение и применение. В 6 томах. Т. 1: Синтез алмаза и подобных материалов. – К.: ИСМ, 2003. – С. 155–178.
2. Новиков Н. В., Мальнев В. И., Воронин Г. А. О методике определения прочности алмазных шлифпорошков // Сверхтвердые материалы. – 1983. – № 3. – С. 24–27.
3. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. ДСТУ 3292–95. – К.: Держстандарт України, 1995. – 71 с.
4. Вероятностные разделы математики // Под. ред. Ю. Д. Максимова. – Сиб.: «Иван Федоров», 2001. – 592 с.

Надійшла 29.07.13

УДК 541.128.13:541.183.26

В. В. Тимошенко, И. Н. Зайцева

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев

ОЦЕНКА УСТОЙЧИВОСТИ СУСПЕНЗИЙ НАНОАЛМАЗНЫХ ПОРОШКОВ

Наноалмазные порошки применяют в виде суспензий в медицине и биологии. Устойчивость суспензий наноалмазных порошков оценивали по их оптической плотности. Оптическую плотность суспензии наноалмазных частиц и скорость ее изменения определяли фотометрически. Исследована устойчивость суспензий наноалмазных порошков во времени. Показано, что при нагревании суспензии ее оптическая плотность уменьшается и устойчивость снижается.

Ключевые слова: наноалмазные порошки, устойчивость суспензии наноалмазных порошков, оптическая плотность, скорость изменения оптической плотности.

Наноматериалы и нанотехнологии – наиболее перспективные направления науки. Особое внимание в этом направлении уделяют созданию сверхтвердых материалов и, прежде всего, нанодисперсных синтетических алмазов. Высокая дисперсность частиц таких алмазов и значительная удельная площадь их поверхности наряду с высокой химической и адсорбционной активностью привлекают внимание исследователей и технологов [1–3].