

УДК 620.186:620.22-419

С. В. Ткач, инж.

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

ОПТИМІЗАЦІЯ ОДНОРІДНОСТІ СТРУКТУРИ КОМПОЗИТА НА ОСНОВІ cBN

The influence of mixing methods onto the homogeneity of composite materials with cBN grains have been considered. A method of the homogeneity determination for composites has been developed, which uses the data of X-ray microanalysis. It has been established that in dry mixing of powders a conglomeration of the initial components of the same type materials is possible, while the wet mixing of powders with the use of an ultrasonic disperser makes it possible to crush the conglomerates, to improve the homogeneity of the initial mixture and the composite structure.

Зменшення розміру зерен cBN вихідної шихти, покращання гомогенності структура композита впливає на фізико-механічні властивості інструменту виготовленого на його основі, сприяє отриманню більш гострої ріжучої кромки; наявність електропровідної фази на границях надтвердої фази дозволяє використовувати електроіскрову обробку матеріалу під час виготовлення профільного інструменту малих розмірів.

Проблема однорідності шихти розглядалася авторами [1–3]. Як критерій однорідності обирається відношення концентрації окремого компонента суміші до його концентрації у пробі; коефіцієнт однорідності (K) визначається за формулою

$$K = C/C_{\text{пр}}, \quad (1)$$

де C – теоретична концентрація компоненту у суміші (розрахунковий метод);

$C_{\text{пр}}$ – експериментальна концентрація компоненту у пробі (визначається за даними експерименту).

Потрібно, щоб дані по визначенню C та $C_{\text{пр}}$ були приведені до навіски 100 г суміші. В процесі вимірювання береться до п'яти вибірок.

Використати результати вказаних робіт при визначенні гомогенності структури композита неможливо. Нами запропоновано методику [4], яка встановлює порядок визначення однорідності композита (однорідності розподілу надтвердих фаз у композиті) спираючись на експериментальні дані рентгеноспектрального електроннозондового аналізу шляхом послідовного кількісного визначення вмісту елементів для ділянок поверхні різної площі (змінюється збільшення растрового електронного мікроскопа, що аналогічно зміні досліджуваного об'єму), побудови залежності зміни концентрації елементів при зменшенні об'єму аналізу. Як критерій однорідності проби використовується середня дисперсія елементного складу при зміні площі аналізу.

Теоретичне обґрунтування методу

Елементний склад гомогенної проби не залежить від розміру поверхні, на якій проводиться аналіз. Із зменшенням площі аналізу компактованої проби, елементний склад зразка залишатиметься сталим доти, поки розміри неоднорідностей проби за своїми розмірами не наблизяться до площі аналізу. Виконуючи послідовний аналіз вмісту елементів за різних збільшень мікроскопа і порівнюючи отримані дані можна говорити про однорідність проби.

Масова доля елемента C_n у пробі визначається із співвідношення

$$C_{\text{пр}} = m_n/M, \quad (2)$$

де m_n та M – відповідно маса n -го елемента та загальна маса аналізованої ділянки, яку визначають

$$M = \rho_{\text{сер}} \cdot S \cdot h, \quad (3)$$

де $\rho_{\text{сер}}$ – середнє значення густини зразка;

S – площа аналізу;

h – зона генерації рентгенівського випромінювання (товщина аналізованого шару проби).

На рис. 1–3 представлено характерний вигляд вихідних зерен алюмінію, карбиду та нітриду титану, які використовувалися під час спікання двошарових ріжучих пластин на підкладці із ВК-сплаву та відповідні гістограми розподілу частинок за розмірами.

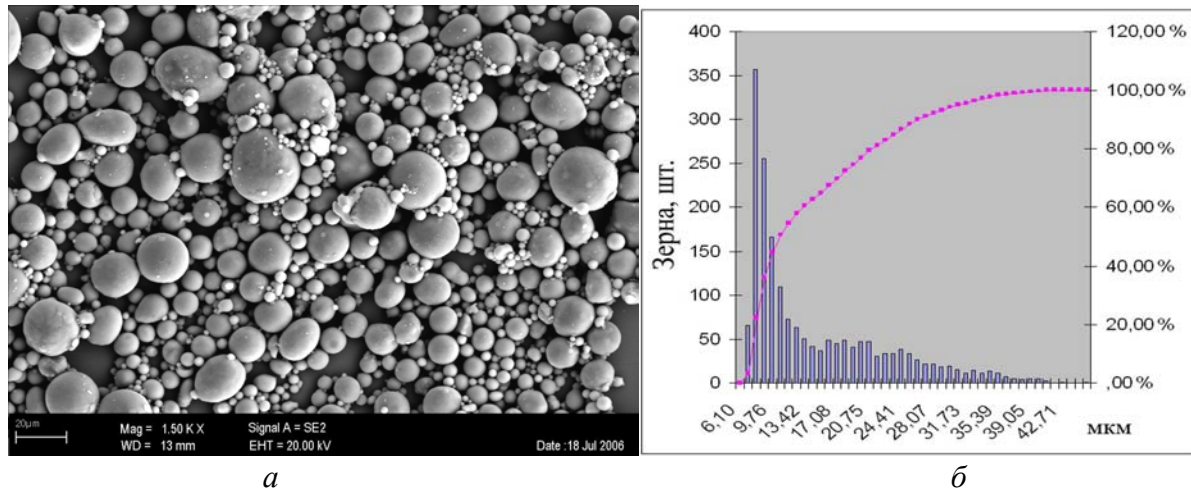


Рис. 1. Растровімікроскопічне зображення (а) та гістограма розподілу частинок вихідного порошку алюмінію за розмірами (б).

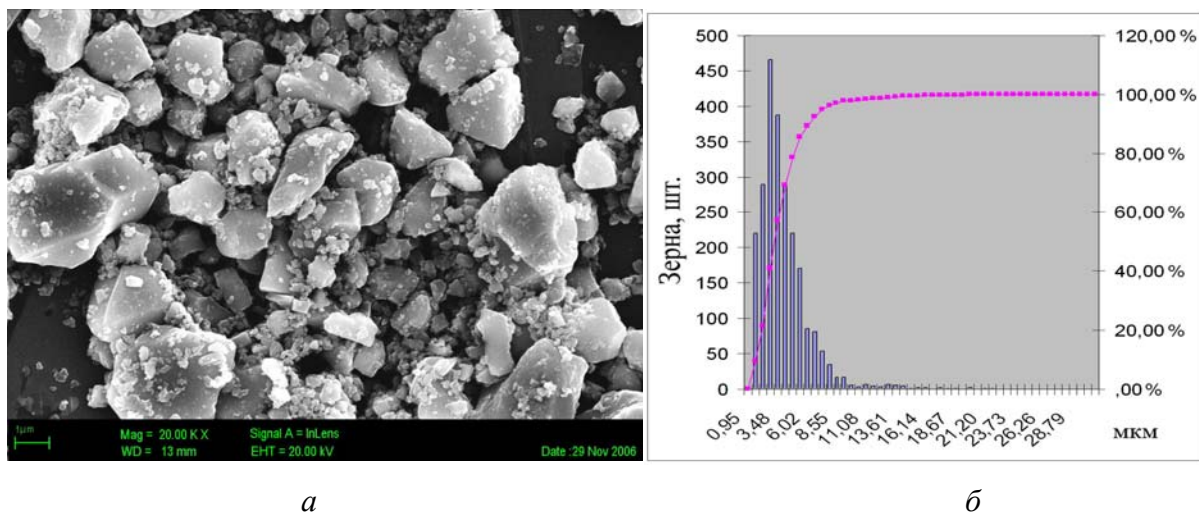


Рис. 2. Растровімікроскопічне зображення (а) та гістограма розподілу частинок вихідного порошку TiC за розмірами (б).

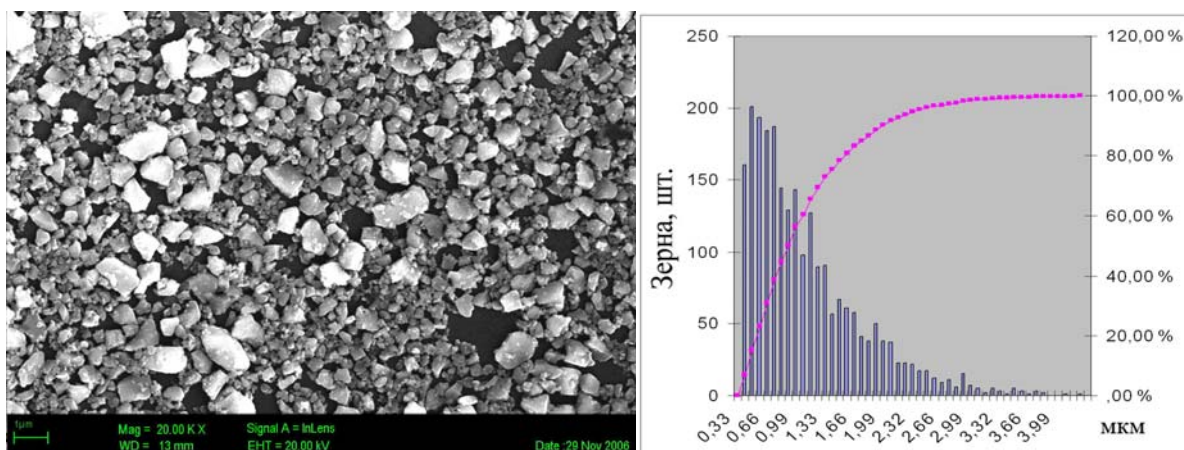


Рис. 3. Растровомікроскопічне зображення (а) та гістограма розподілу частинок вихідного порошку TiN за розмірами (б).

При $h = \text{const}$ та $C_n = \text{const}$ проба є гомогенною. Відхилення від середнього значення (дисперсія аналізу) характеризує аналогічно формулі (1) однорідність дослідженого зразка.

Підготовка компонентів суміші до спікання та визначення однорідності композитів на основі cBN

Компоненти вихідної суміші порошків (Al – 8 %, TiN(TiC) – 27 %, cBN – 65 %) змішувалися згідно з методикою [5]: суспензія порошку cBN у спирті диспергувалася протягом 10 хв за допомогою УЗДН-А (середня потужність пристрою). Диспергування порошку TiN(TiC) у спирті проводилося впродовж 15 хв, отриману суспензію змішували з суспензією cBN та диспергували впродовж 10 хв, що сприяло покращанню гомогенності бінарної суміші. Суспензію порошку алюмінію диспергували впродовж 10 хв і змішували з бінарною сумішшю cBN–TiN(TiC). Після 10 хв змішування суміш виливали у кварцову чашку Петрі; за температури ~ 100 °C проводилася її сушка та спорядження комірки високого тиску і спікання двошарової ріжучої пластини за високих тиску та температури.

З кожної суспензії після диспергування відбиралися проби для проведення гранулометричного аналізу (рис. 1–3). З гістограми розподілу частинок алюмінію (рис. 1, б) можна зробити висновок, що його морфологічний склад утворюється двома фракціями: перша з максимумом близько 20 мкм, друга – менше 10 мкм. Растровомікроскопічне зображення препарату алюмінію (рис. 1, а) однозначно підтверджує зроблений висновок.

Як свідчать дані експериментальних досліджень (рис. 2, а), розміри частинок TiC, використаних під час спікання ріжучих пластин, менші ніж 4 мкм, що підтверджується даними гістограми (рис 2, б). Максимальний розмір зерен TiN (гістограма розподілу частинок за розміром рис. 3, б з максимумом близько 0,5 мкм) менший від 4 мкм.

Після спікання надтвердих матеріалів з використанням зерен cBN, надтвердих фаз TiC(TiN) та порошку алюмінію при сухому змішуванні, як свідчать дані (рис. 4, а), в отриманому композиті має місце конгломерування споріднених фаз. У разі мокрого змішування компонентів суміші конгломерування значно менше (рис. 4, б).

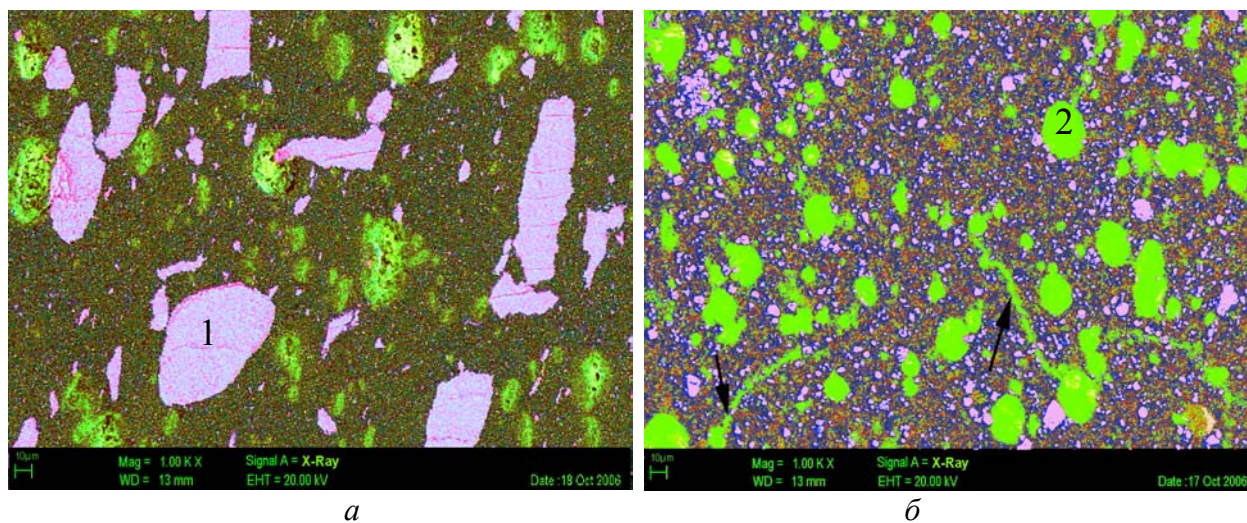


Рис. 4. Зображення композита у характерному випромінюванні елементів при сухому (а) та мокрому (б) змішуванні вихідних компонентів суміші. 1(ліловий) – титан, 2(зелений) – алюміній.

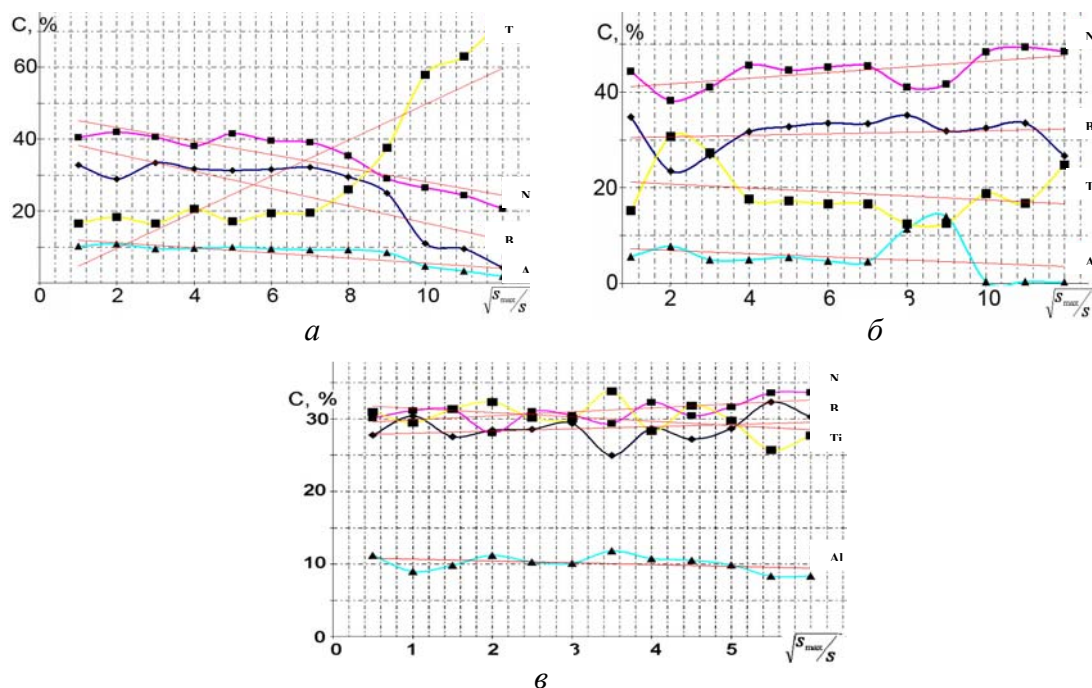


Рис. 5. Залежність вмісту елементів у композиті за різних збільшень для зразків, отриманих різним методом: (а) – сухе змішування, (б) – мокре змішування, (в) – мокре змішування з просоченням алюмінію, розміщеного у вигляді пластини на границі підкладка – композит.

Дійсно, за однакового збільшення мікроскопа (2000^x) (рис. 5) фаза до якої входить титан (TiC, ліловий колір) у разі сухого змішування (рис. 4,а) на порядок більша від максимального розміру зерен TiC (рис. 2). Розмір фаз, які утримують алюміній (рис. 4,б) близькі до максимального розміру зерен алюмінію (рис. 1). Методика визначення однорідності композита [4] дозволяє встановити кількісні порівняльні характеристики використання різних методів змі-

шування порошків. Середня дисперсія елементного складу композита, отриманого з використанням суміші у разі сухого змішування (табл. 1) сягає 158, у той час, як після мокрого змішування вона становить 20. Для експерименту 3 зазначена величина не перевершує 2.

Таблиця 1. Дисперсія елементного складу та показник однорідності композита (середня дисперсія) для зразків, отриманих різним методом.

Елемент	Дисперсія концентрації		
	сухе змішування	мокре змішування	мокре змішування з просоченням алюмінію з пластини
<i>B</i>	115,292	13,639	2,346
<i>N</i>	59,365	13,019	1,596
<i>Al</i>	9,220	19,276	0,692
<i>Ti</i>	446,752	34,186	2,876
Середня дисперсія	157,657	20,030	1,877

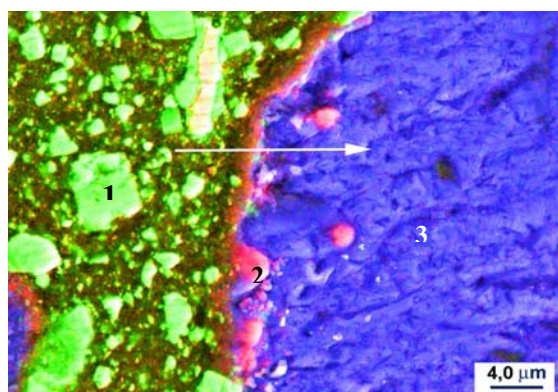


Рис. 6. Зображення фрагменту робочого шару композита (мокре змішування компонентів суміші) у характерному випромінюванні: 1(зелений) – титан, 2(червоний) – кисень, 3(синій) – алюміній. Стрілкою вказано напрямок сканування електронного зонда мікроскопа під час визначення елементного складу оболонки зерна алюмінію.

На рис. 6 представлено збільшений фрагмент композита, отриманого у разі мокрого змішування, у характерному зображенні елементів. Розміри фаз TiC не перевершують 4 мкм, що відповідає гістограмі розподілу рис. 2, б. Отриманий результат свідчить що використана методика мокрого змішування вихідних компонентів суміші дозволяє уникнути утворення конгломератів споріднених фаз, отримати більш гомогенний композит. Характерним є те, що навколо зерна алюмінію існує окисна плівка Al_2O_3 , яка перешкоджає плавленню алюмінію та його ефективному просоченню між зернами cBN і TiC на першому етапі спікання за температури близько 1073 K.

Як свідчать криві розподілу елементів на границі зерна алюмінію (рис. 7), товщина оксидної плівки становить близько 2 мкм. У разі збільшення температури спікання має місце утворення на її зовнішній стороні нітриду алюмінію, звільнений кисень за появи тріщини у робочому шарі композита, рухаючись разом із розплавом алюмінію, призводить до її збільшення. Таким чином, для усунення появи небажаних дефектів у робочому шарі композита на основі надтвердих фаз слід контролювати якість зерен алюмінію або ж проводити просочення на першому етапі в інший спосіб.

На другому етапі спікання температура досягає 1700 K, що нижче від температури плавлення оксиду алюмінію [6]. Внаслідок цього та високого тиску розплаву алюмінію у зерні можливе спрямоване його виверження між зернами cBN і TiC, що призводить до появи тріщин та мікротріщин у робочому шарі композита (див. рис. 4, б, вказано стрілками).

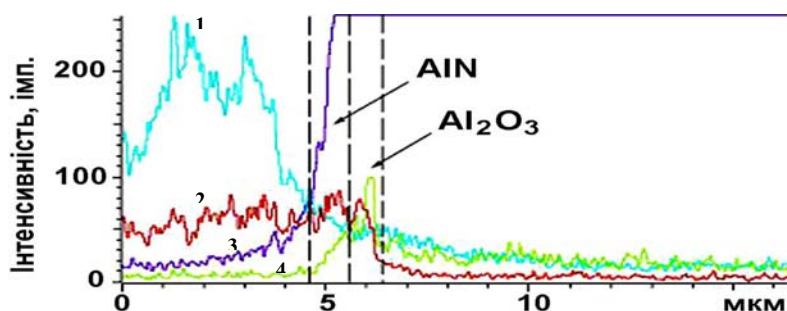


Рис. 7. Зміна вмісту елементів на границі композит – зерно алюмінію (мокре змішування компонентів суміші). 1(голубий) – титан, 2(червоний) – азот, 3(синій) – алюміній, 4(зелений) – кисень.

Висновки

Використання різних методів змішування та способів підготовки компонентів вихідної суміші порошків під час спікання двошарових ріжучих пластин на основі надтвердої фази cBN показало, що:

при сухому змішуванні вихідної суміші можливе конгломерування порошків однотипних матеріалів; мокре змішування порошків з використанням ультразвукового диспергатора практично виключає утворення конгломератів;

за наявності окисного поверхневого шару на зернах алюмінію, активуючих спікання композита, можливе уповільнене просочення ним композита на першому етапі спікання та утворення тріщин у композиті при руйнуванні поверхневого оксидного шару.

Література

1. Справочник агломератчика /А. Г. Астахов и др. – К.: Техника, 1964. – С. 141–142.
2. Коротич В. И. Движение сыпучего материала во вращающемся барабане //Сталь. – 1961. – № 8. – С. 680–686.
3. Годовская К. И., Рябинина Л. В., Новик Г. Ю. Технический анализ. – М.: Высшая школа, 1972. – С. 50–52.
4. М 28.5-269:2007. Методика визначення однорідності композита з використанням експериментальних даних рентгеноспектрального електроннозондового аналізу.
5. ДСТУ 3292–95 методика БА. Методика визначення зернистості і зернового складу алмазних мікро- та субмікропорошків за допомогою цифрового растрового електронного мікроскопа.
6. Рябинович В. А., Хавин З. Я. Краткий химический справочник – Л.: Химия, 1978. – 392 с.

Поступила 27.06.07.