

УДК 621.891

М. Н. Сафонова, канд. техн. наук¹; **А. С. Сыромятникова**, д-р. техн. наук²;
П. П. Тарасов, канд. техн. наук¹; **А. А. Федотов**¹

¹Северо-Восточный федеральный университет им. М.К. Аммосова, г. Якутск, Россия

²Институт физико-технических проблем севера им. В.П. Ларионова, г. Якутск, Россия

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА, УПРОЧНЕННОГО ПОРОШКАМИ ПРИРОДНЫХ АЛМАЗОВ

Приведены результаты исследования влияния ультрадисперсных порошков природного алмаза на физико-механические свойства матрицы алмазного инструмента.

Ключевые слова: ультрадисперсный природный алмаз, композиционный алмазосодержащий материал, композит, физико-механические свойства, границы зерен, зернограничное упрочнение.

С введением небольшого количества ультрадисперсных добавок в материал матрицы улучшаются механические и эксплуатационные свойства материалов. В течение двух последних десятилетий получение нанокристаллических (нанофазных) микроструктур рассматривают как важный этап в создании нового поколения материалов с уникальными свойствами. От таких материалов на основе металлов, тугоплавких соединений и оксидов ожидают нового технологического прорыва.

Известно, что высокий уровень физико-механических свойств алмазных порошков определяется большей удельной площадью поверхности и дисперсностью зерен, что, в частности, непосредственно вытекает из уравнения Холла–Петча, которое выполняется в широком (вплоть до 1 мкм) диапазоне размера зерен. Определяющим для функциональных свойств этих материалов является масштабный структурный фактор, поскольку он влияет на формирование структурно-чувствительных механических свойств – пределов прочности и текучести. Учитывая качественную корреляцию предела текучести и твердости, можно прогнозировать повышение твердости, в том числе высокотвердых материалов; чем мельче наполнитель, тем меньше в нем дефектов и выше прочность.

Согласно механизму Орована распределенные в объеме связки ультрадисперсные частицы алмаза влияют на деформационное упрочнение композиционного материала. Введенные в матрицу частицы дисперсного наполнителя тормозят движение дислокаций, повышая ее прочность при нормальной и повышенной температуре, а также представляют собой механическое препятствие для распространения трещин, которые могут появиться в матрице, тем самым повысив сопротивление разрушению композиционного материала.

Высокая адсорбционная способность алмаза может положительно влиять на композиционный материал, получаемый методами порошковой металлургии совместным спеканием с металлом путем поглощения образующихся в процессе присутствующих в порошке металла газов. Кроме того, частицы ультрадисперсного и нанодиапазона характеризуются высокой поверхностной активностью, позволяющей осуществлять прочное сцепление с матрицей.

Цель настоящей работы – разработать и исследовать свойства композиционного алмазосодержащего материала с улучшенными физико-механическими свойствами на основе металлической связки М2-01 с использованием природных порошков алмаза двух уровней дисперсности.

Для достижения поставленной цели сформулировали следующие основные задачи:

- выбор дисперсного упрочнителя в металлической матричной композиции и исследование его гранулометрического состава;
- исследование влияния алмазных частиц низкой дисперсности на структурообразование алмазного композиционного материала, получаемого методом порошковой металлургии;
- определение оптимального состава и параметров получения композиционного алмазосодержащего материала (КАМ) абразивного назначения на основе разработанной связки, исследование его физико-механических и эксплуатационных свойств.

В работе использовали стандартную связку оловянистой бронзы М2-01 (20% олова, 80% меди) с добавлением 6 мас.% природных порошков алмаза (ППА) зернистости 315/250 мкм и 0,5-3 мас.% ультрадисперсного природного алмаза (УДПА).

Смеси из порошков готовили с помощью смесителя типа "пьяная бочка", смешивая в течение 2 ч. с добавлением стальных шариков 1/3 от объема порошка.

Компактировали порошковые смеси в стальных жёстких пресс-формах с помощью прессы ИП-500 при усилии 0,5 МН.



Рис. 1. Общий вид алмазосодержащих композитов на основе металлической матрицы М2-01

Спекали образцы в вакууме $0,1 \cdot 10^{-3}$ Па в печи СНВЭ. Совместное спекание обеспечивало постоянство условий процесса для исследуемой партии образцов. Температура спекания составляла 700 °С. Продолжительность спекания – 60 мин. Полученные компакты показаны на рис. 1.

Физико-механические свойства спрессованных и спечённых образцов определяли, руководствуясь соответствующими нормативными документами. Так, плотность ρ определяли обмером образцов микрометром МК 0-25 мм по ГОСТ 6507-78. Взвешивали образцы на лабораторных электронных весах четвертого класса ВЛТЭ-500. Остаточную пористость определяли через фактическую и теоретическую плотность по формуле

$$P = (1 - \rho / \rho_T) \cdot 100\%, \quad (1)$$

где ρ_T – теоретическая (расчётная) плотность беспористого материала; ρ – фактическая плотность исследуемого образца.

Рассчитывали пористость по той же формуле, что для сырых образцов. В случае искажения правильной геометрической формы образцов применяли гидростатическое взвешивание.

Твердость материалов измеряли прибором FR-3e фирмы "Лесо" по стандартной методике. Индентором служил шарик диаметром 3,174 мм. Нагрузка составляла 588,4 Н (60 кг) по шкале НВ (взяли твердость по НВ).

Осуществляли также испытания на сжатие на испытательной машине ИП-1250М с автоматизированным управлением.

Для определения модуля упругости при сжатии использовали зависимость деформаций от нагрузки. Согласно методу, описанному в ГОСТ 25.503-97, модуль упругости при сжатии определяли по формуле

$$E^c = \frac{\Delta F h_0}{\Delta h_{cp} A_{cp}}, \quad (2)$$

где ΔF – измерение нагрузки, Н; h_0 – первоначальная высота, мм; Δh_{cp} – средняя абсолютная деформация образца при нагрузке ΔF , мм; A_0 – начальная площадь поперечного сечения цилиндрического образца.

Дискретность изменения нагрузки рассчитывали по формуле

$$\Delta F = 0,1 F_{пц}^{ож}, \quad (3)$$

где $F_{пц}^{ож}$ – нагрузка при ожидаемом пределе пропорциональности.

Микроструктуру материала определяли с помощью оптического микроскопа при увеличении в 1000 раз. Образцы предварительно отшлифовали, полировали и протравили в 3%-ном растворе хлористого железа. Снимки, полученные с помощью микроскопа, обрабатывали с помощью программы Image Pro Plus 5.1.

Рассчитанные значения пористости образцов в зависимости от содержания и зернистости добавок показаны в табл. 1.

Таблица 1. Зависимость остаточной пористости материала от зернистости и концентрации алмазных порошков

Зернистость порошков алмаза, мкм	Остаточная пористость, %, при содержании, %								
	0	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0
3/2	41,0	35,5	29,0	30,5	27,0	25,5	25,0	26,0	28,0
7/5	41,0	35,9	30,0	31,8	28,0	27,7	28,0	26,0	28,0
-40	41,0	35,9	30,0	31,5	28,0	27,1	27,0	27,0	27,0
УДПА	41,0	35,0	28,0	30,3	26,0	25,6	26,0	26,0	27,0

Как видно из табл. 1 с увеличением содержания алмазного порошка уменьшается остаточная пористость спеченных образцов (с 41 до 30%).

Результаты измерения твердости приведены в табл. 2. Максимальная твердость достигается при введении в состав сплава микропорошка с размером зерен меньше 40 мкм.

Таблица 2. Зависимость твердости от зернистости и концентрации алмазных порошков

Зернистость порошков алмаза, мкм	Твердость, НВ, при содержании, %								
	0	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0
3/2	41	42	43	44	43	45	47	47	46
7/5	41	43	47	44	43	44	43	42	42
-40	41	44	48	48	51	51	51	50	50
УДПА	41	45	48	49	53	53	53	52	52

Графики зависимости деформаций от нагрузок, полученные при испытании образцов на сжатие для исходного образца и образца с добавлением 3%-тов порошков природного алмаза показаны на рис. 2.

Наличие двух зон упругой деформации можно объяснить влиянием остаточной пористости. В первой зоне упругой работы материала деформируются участки вокруг присутствующих в объеме пор, т.е. изменяются формы пор вплоть до их исчезновения под действием нагрузки.

Для образцов с добавлением порошков природного алмаза наблюдается незначительное увеличение модуля упругости во второй зоне упругой деформации.

Для определения зависимости структуры сплавов от содержания добавок осуществляли металлографическое исследование спеченных образцов.

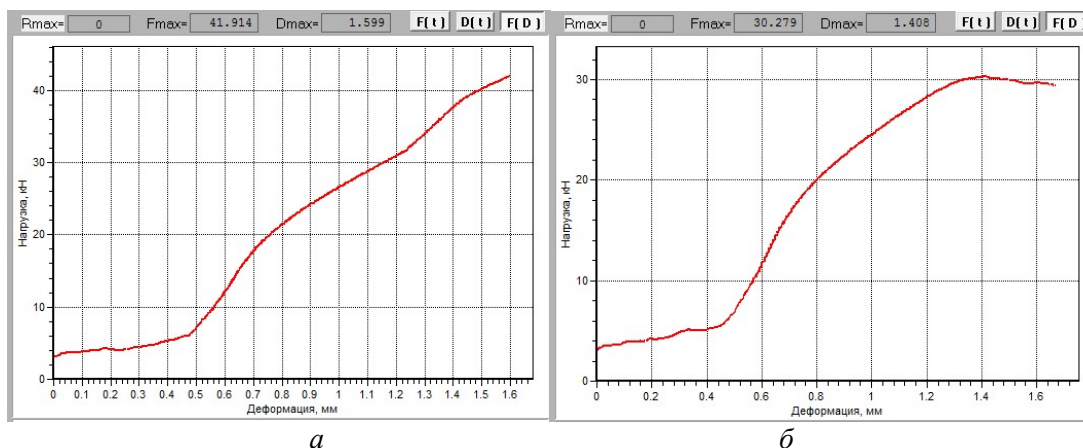


Рис. 2. График зависимости деформаций от нагрузки для исходного образца (а) и образца с добавлением 3%-ов УДПА (б).

Снимки микроструктуры бронзовой матрицы без алмазного наполнителя и с различной концентрацией алмазных порошков показаны на рис. 3. Матрица имеет типичное строение оловянистой бронзы, состоящей из двух фаз ($\alpha + \delta$). α -фаза представляет собой твердый раствор олова в меди, δ -фаза – электронное соединение $Cu_{21}Sn_8$.

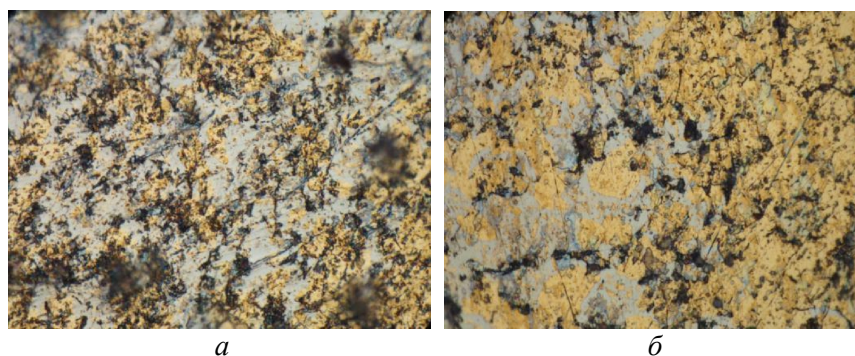


Рис. 3. Снимки шлифованной поверхности исходного образца (а) и образца с добавлением 2%-ов частиц алмазных порошков (б), $\times 1000$

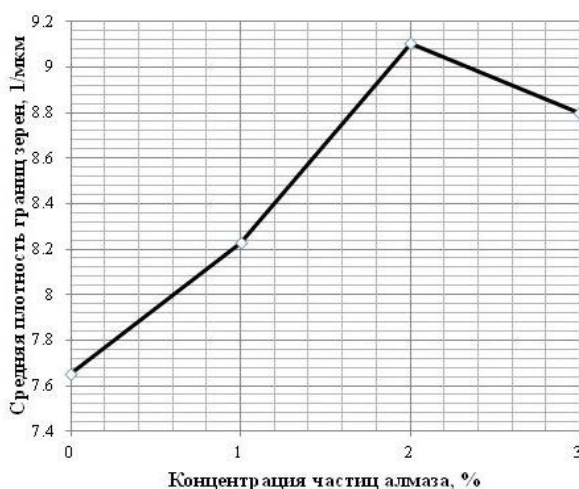


Рис. 4. Зависимость средней плотности границ зерен от концентрации частиц алмаза, $\times 1000$

На микроструктурах бронзовой матрицы, в состав которых были введены алмазные порошки, на границах зерен и раздела фаз видны колонии точечных микрообъектов, образующие дисперсную систему агрегатного типа.

Точечные микрообъекты наблюдаются также внутри зерен, образуя дисперсную субструктуру. Оптическая металлография не позволяет идентифицировать их морфологию (являются ли они мелкими алмазными частицами или нерастворенными микропорами). Плотность этих микрообъектов значительно меньше по сравнению с граничным распределением точечных объектов, но существенно больше, чем у исходной матрицы (без

алмазных наполнителей).

Наличие на границах раздела микрочастиц алмаза повышает их развитость, увеличивая длину периметра микроструктурных объектов. Количественно степень развитости границ можно оценить по средней плотности границ, вычисляемой по формуле

$$q_{\text{cp}} = \frac{P_{\text{cp}}}{F_{\text{cp}}} = \frac{\sum P_i}{\sum F_i}, \quad (4)$$

где P_{cp} – средний периметр зерен; F_{cp} – средняя площадь зерен.

По результатам расчетов построили график зависимости средней плотности границ зерен от концентрации частиц алмаза (рис. 4). Определили, что упрочнение поликристаллического материала связано с торможением дислокаций. При этом активным барьером для скольжения дислокаций являются дисперсные микрочастицы и границы раздела зерен и фаз. С увеличением общей протяженности границ раздела повышается потенциальная способность блокировки дислокаций. Следовательно, с повышением степени развитости границ прочность материала должна возрастать

Упрочнение, зависящее от изменения геометрии зерна и границ раздела, можно рассчитать с помощью соотношения Холла–Петча:

$$\sigma_{\text{T}} = \sigma_0 + kd^{-1/2}, \quad (5)$$

где σ_0 – некоторое напряжение течения, которое необходимо для скольжения дислокаций в монокристалле; k – коэффициент Холла–Петча; d – размер зерна.

Коэффициент Холла–Петча, который взяли применительно к меди, согласно [2, с. 85] является величиной переменной и зависит от такого параметра, как средний размер зерна и составляет 0,01–0,24 МПа·м^{1/2}.

Результаты расчетов показали, что средний размер зерен образцов с добавлением порошков природных алмазов меньше по сравнению с размером зерен исходных образцов.

Расчеты по соотношению Холла–Петча (табл. 3) свидетельствуют о повышении предела текучести материала при добавлении частиц порошков природного алмаза. Максимального расчетного значения предел текучести достигает при содержании наполнителей 1%

Таблица 3. Результаты расчетов по определению повышения прочности согласно соотношению Холла-Петча в зависимости от концентрации ультрадисперсных порошков природного алмаза (УДПА)

Содержание УДПА, %	σ_0 , МПа	σ_{T} , МПа
0	200	200
1	200	213,82
2	200	212,49
3	200	212,66

Минимальная остаточная пористость наблюдается у образцов с добавлением УДПА. Это обусловлено высокими сорбционными характеристиками алмазного микропорошка. Более высокое значение конечной пористости при размерности добавки микропорошка 7/5 по сравнению с порошком размерности –40 можно объяснить наличием в последнем более мелких частиц алмаза.

Максимальная твердость достигается при введении в состав матрицы микропорошка размерностью –40 мкм. Это можно объяснить упрочнением структуры за счет наличия крупных (около 40 мкм) частиц алмаза и уплотняющим действием более мелких частиц путем поглощения выделяющихся при спекании газов.

Повышение значения модуля упругости у образца с добавлением 1–3% УДПА по сравнению с простой связкой можно объяснить влиянием упрочняющего наполнителя. Возникающие в материале связи между двумя фазами при большой удельной площади поверхности наполнителя способствуют повышению физико-механических свойств материала. Кроме того, частицы УДПА имеют достаточно

высокое значение модуля упругости и модуля сдвига, что способствует повышению прочности материала. Как было показано, добавление частиц УДПА влияет также на количество и объем пор, содержащихся в объеме материала, и повышает плотность.

Частицы алмаза, оседая на границах зерен материала, вызывают уменьшение среднего размера зерен, тем самым способствуя развитию геометрии границ между ними и повышая потенциальную способность материала сопротивлению пластической деформации за счет образования барьеров для торможения дислокаций. Предел текучести увеличивается примерно на 12–13 МПа. Частицы алмаза при добавлении в объем матрицы изменяют геометрию зерна, уменьшая их среднюю площадь и размер, тем самым увеличивая предел текучести.

Выводы

Установлена взаимосвязь физико-механических свойств спеченного композиционного материала на основе оловянистой бронзы М2-01 с содержанием и зернистостью наполнителя в виде ультрадисперсного порошка природного алмаза.

Выявлено, что при добавлении 1–3% мелкодисперсных алмазных частиц в металлическую матрицу повышается качество получаемых композиционных материалов. Упрочнение поликристаллического материала связано с торможением дислокаций. При этом активным барьером для скольжения дислокаций являются дисперсные микрочастицы и границы раздела зерен и фаз. С увеличением общей протяженности границ раздела повышается потенциальная способность блокировки дислокаций.

Наведено результати дослідження впливу ультрадисперсних порошоків природного алмазу на фізико-механічні властивості матриці алмазного інструменту.

Ключові слова: ультрадисперсний природний алмаз, композиційний алмазовміщуючий матеріал, композит, фізико-механічні властивості, границі зерен, зернограничне зміцнення.

The results of research of the effect of natural ultradispersed diamond powders on the physical and mechanical properties of the matrix for diamond tools are presented.

Key words: ultradispersed diamond, composite material with diamonds, composite material, physical and mechanical properties, grain boundary, grain boundary strengthening

Литература

1. ГОСТ 25.503-97. Расчеты и испытание на прочность. Методы механических испытаний на сжатие.– ГОСТ 25.503-97. «Расчеты и испытание на прочность. Методы механических испытаний на сжатие».–Минск, 1997.
2. Козлов Э.В. Барьерное торможение дислокаций. Проблема Холла–Петча / Э.В. Козлов, А. Н. Жданов, Н.А. Конева // Физ. мезомеханика. – 2006. – С. 81–92.

Поступила 19.06.15

УДК 661.657.5;621.762.5

М. П. Беженар, д-р техн. наук; **С. М. Коновал**, канд. техн. наук; **Я. М. Романенко**;
В. М. Ткач, д-р фіз.-мат. наук¹; **Н. М. Білявина**, канд. фіз.-мат. наук²

¹*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ*

²*Київський національний університет імені Тараса Шевченка, Україна*

ОСОБЛИВОСТІ ФОРМУВАННЯ ФАЗОВОГО СКЛАДУ ПРИ ОДЕРЖАННІ НАДТВЕРДИХ КОМПОЗИТИВ У СИСТЕМІ cVN-Al

Досліджено фазовий і елементний склад надтвердих композитів системи cVN-Al, одержаних реакційним спіканням при високому тиску, виявлено незбіжність даних рентгеноструктурного та мікрорентгеноспектрального аналізу, а саме за даними рентгеноструктурного аналізу в композиті