

Изучена смачиваемость алмазного композита расплавом Co–W и алмазного поликристалла расплавом Cu–Ti. Углы смачивания составляют соответственно 65 и 58°.

Литература

1. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза. – К.: Наук. думка, 1989. – 192 с.
2. Луцак Э. Н., Бочечка А. А., Романко Л. А. Пропитка алмазного нанопорошка расплавом Co–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.
3. Найдич Ю. В., Шульженко А. А., Андреев А. В. и др. Смачиваемость металлическими расплавами алмаза в области его термодинамической стабильности // Докл. АН УССР. Сер. А. – 1984. – № 6. – С. 77–79.
4. Лисовский А. Ф. Миграция расплавов металлов в спеченных композиционных телах. – К.: Наук. думка, 1984. – 256 с.
5. Бочечка А. А. Миграция жидкой фазы при спекании алмазных порошков методом пропитки в условиях высоких давлений и температур // Сверхтвердые матер. – 1999. – № 2. – С. 17–23.
6. Шейдеггер А. Э. Физика течения жидкостей через пористые среды. – М.: Гостоптехиздат, 1960. – 252 с.

Поступила 07.07.10

УДК 621.926.538.1

Г. П. Богатырева¹, д-р техн. наук; А. Л. Майстренко¹, член-кор. НАН Украины;
О. Н. Сизоненко², д-р техн. наук; Н. А. Олейник¹, Г. Д. Ильницкая¹,
Г. А. Петасюк¹, кандидаты техн. наук; В. С. Шамраева¹, Ю. В. Нестеренко³,
Э. И. Тафтай², А. С. Торпаков², Е. В. Липян², А. Д. Зайченко²

¹Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев

²Институт импульсных процессов и технологий НАН Украины, г. Николаев

³Национальный технический университет Украины «КПИ», г. Киев

ВЫСОКОВОЛЬТНЫЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ РАЗРЯД В ЖИДКОСТИ КАК МЕТОД ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МИКРОПОРОШКОВ СИНТЕТИЧЕСКОГО АЛМАЗА

The research results of destruction of particles of synthetic diamond powders as well as hydrodynamic waves generated by electric pulse of high power, technical properties and quality characteristics are presented.

Введение

Микропорошки синтетического алмаза широко используют при изготовлении абразивного инструмента для обработки инструментальных материалов высокой твердости.

Эксплуатационные характеристики абразивного инструмента зависят от многих факторов, в том числе от формы и шероховатости зерен алмаза.

Направленно формировать морфологию поверхности синтезируемых частиц алмаза возможно, изменяя ростовую систему и параметры синтеза [1]. Форму и морфологию поверхности алмаза можно изменять путем применения различных способов переработки продуктов синтеза [2] или изготовления порошков.

Широко известный, способ изготовления микропорошков синтетического алмаза включает корректировку формы алмазных зерен при механическом измельчении, химическую очистку и классификацию на классы по размерам зерен в центрифугах [3]. Однако корректировка формы зерен порошка при механическом дроблении длится десятки часов, но не приводит к полному разрушению пластинчатых и игольчатых зерен.

Изменить морфологию поверхности зерен микропорошков синтетического алмаза можно посредством химической или электрохимической обработки в растворе гидроксида щелочного металла с добавлением пероксида водорода. Дополнительно после химической обработки осуществляют ультразвуковую обработку [4]. Такой способ корректировки формы зерен связан со значительным расходом химических реактивов, загрязнением окружающего среды и не всегда приводит к разрушению зерен.

Специфика изготовления порошков синтетического алмаза требует четкой управляемости применяемыми процессами, что не всегда достижимо в измельчающих аппаратах и при химической обработке.

Известно, что для тонкого измельчения и корректировки формы зерен алмаза перспективно применение импульсной обработки высоковольтным электрическим разрядом (ВЭР) в жидкости. Такой способ воздействия на зерна алмаза характеризуется высокой скоростью введения энергии в канал разряда, что приводит к возникновению близких к ударным волн давления в жидкости, которые трансформируются в акустические волны с широким спектром частот, мощные гидротоки и кавитацию [5]. Обработка алмазных микропорошков класса крупности $-28+7$ мкм в установке ЭПИ-3М при емкости накопителя $-0,6$ мкФ, напряжении -44 кВ и количестве импульсов 5000 позволяет получить продукты крупностью -7 мкм в количестве 11 % [6]. Измельчение порошков крупностью -5 мкм, при количестве импульсов 6000 увеличивает выход микропорошков класса крупности -2 мкм на 9 %. Измельчение микропорошков пластинчатой и игольчатой форм приводит к корректировке формы зерен.

Цель настоящей работы исследовать влияние ВЭР в водной суспензии микропорошков алмаза на распределение по размерам зерен, морфологию поверхности зерен, абразивную способность порошков и содержание в них примесей.

Исследования микропорошок марки АСМ 20/14, изготовленный по традиционной технологии с применением механического измельчения. Обработку ВЭР в жидкости (воде, воде с добавками ПАВ при соотношении твердой (Т) и жидкой (Ж) фаз 1:3 – 1:100) проводили в Институте импульсных процессов и технологий НАН Украины на специально разработанном стенде, варьируя параметры разрядного контура и количество импульсов при суммарной энергии обработки 425 – 1560 кДж. Объем суспензии в рабочей камере составлял $0,75$ дм³.

Распределение частиц порошка по размерам до и после обработки ВЭР определяли путем математической обработки данных измерений при исследовании морфометрических характеристик на приборе «DiaInspect.OSM» по методикам, приведенным в [7–9], а также исследовании на электронном микроскопе РЭМ 106И, проведенном в Национальном техническом университете Украины «КПИ». Содержание растворимых примесей в порошке определяли по удельной магнитной восприимчивости [10], нерастворимых примесей (несгораемого остатка) и абразивную способность порошка – по методике ДСТУ 3292-95 [12].

Результаты исследования и их обсуждение

Результаты исследований распределения частиц алмаза по крупности исходного микропорошка марки АСМ 20/14 и порошка после импульсной обработки ВЭР в воде представлены суммарными характеристиками крупности зерен (рис. 1).

Как следует из рис. 1, импульсная обработка ВЭР микропорошков в воде приводит к изменению распределения по крупности частиц исходного порошка (кривая 1). С увеличением выделенной в процессе воздействия энергии распределение смещается в область более мелких размеров, интервал распределения частиц по крупности возрастает от 6–24 мкм для исходного порошка до 1–20 мкм после обработки – порошок становится полидисперсным.

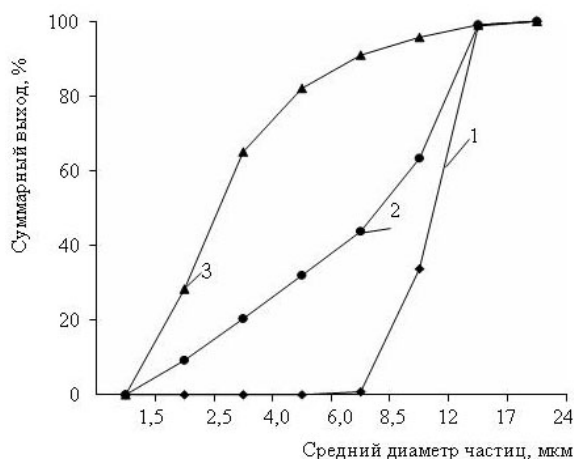


Рис. 1. Распределение по крупности частиц алмаза исходного порошка марки АСМ 20/14 (1) и после импульсной обработки ВЭР при 425 кДж (2) и 1560 кДж (3)

В результате обработки при выделенной энергии, равной 1560 кДж, в класс крупности –6 мкм переходит до 80 % частиц алмаза. Замена рабочей среды на 1–10 % водный раствор ПАВ, например Катапина, приводит к еще большему возрастанию доли мелкодисперсных частиц.

Следует отметить, что во всех проведенных экспериментах независимо от способа варьирования параметров обработки распределение частиц алмаза по крупности находилось в области между кривыми 2 и 3 (рис. 1), что соответствует распределению частиц, полученному в результате обработки при суммарной выделенной энергии 425 кДж (кривая 2) и 1560 кДж (кривая 3).

Результаты анализа содержания примесей в порошках после импульсной обработки ВЭР и последующей химической очистки показали, что в порошке сожержится меньшее количество как растворимых включений, так и нерастворимых примесей (табл. 1).

Таблица 1. Удельная магнитная восприимчивость, несгораемый остаток и абразивная способность исходного микропорошка АСМ 20/14 и порошка после импульсной обработки ВЭР

Образец	Удельная магнитная восприимчивость, $\chi \cdot 10^{-8}$, м ³ /кг	Несгораемый остаток, Н.О., %	Абразивная способность, у. е.
Исходный микропорошок АСМ 20/14	9,3	0,57	4,84
Порошок АСМ 20/14 после импульсной обработки ВЭР в воде при суммарной энергии 1560 кДж	5,7	0,40	5,54

Из данных таблицы 1 следует, что абразивная способность порошка после обработки ВЭР повысилась на 14,5 %. Известно, что абразивная способность микропорошков более низких зернистостей при этом снижается. Например, абразивная способность порошка марки АСМ 7/3 составляет 1,6 у. е., а марки АСМ 5/2 – 1,0 у. е. Таким образом, полученные результаты подтверждают, что в процессе обработки разрушаются слабые зерна.

Исследования морфологии поверхности частиц порошка до и после воздействия ВЭР выполняли с помощью специализированной программы компьютерного анализа изображений электронной микроскопии (рис. 2 а, б).

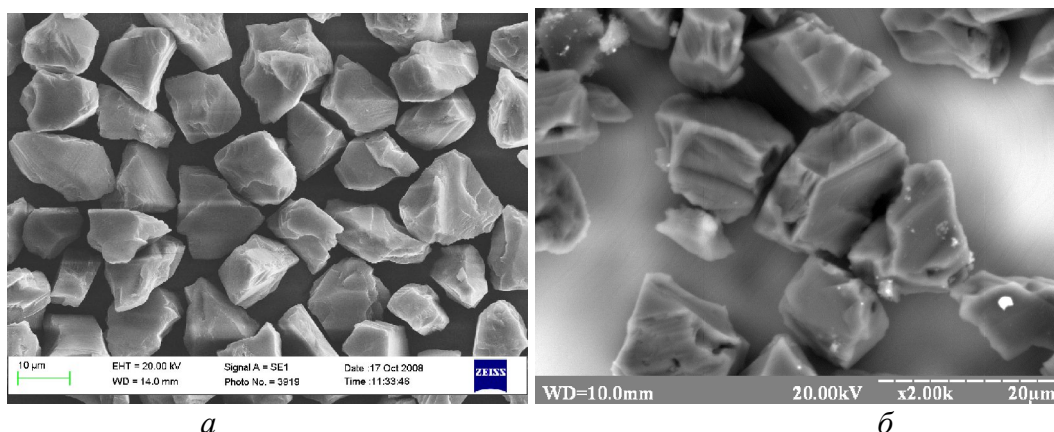


Рис. 2. Общий вид микропорошка марки АСМ 20/14 до импульсной обработки ВЭР (а) и после при суммарной энергии обработки 1560 кДж (б)

Результаты исследований, приведенные в табл. 2, показали, что порошок после обработки представлен частицами с повышенной шероховатостью и развитой поверхностью.

Механизм процессов измельчения дисперсных материалов при использовании ВЭР в жидкости до настоящего времени изучен недостаточно. Однако полученные результаты – значительное уменьшение размеров частиц, снижение содержания включений, повышение шероховатости – обусловлены тем, что при возникновении высоковольтного разряда между погруженными в жидкость электродами вокруг канала разряда возникает волна сжатия.

Таблица 2. Средние значения морфометрических характеристик формы, шероховатости и площади поверхности частиц исходного порошка АСМ 20/14 и порошка после импульсной обработки ВЭР при 1560 кДж

Характеристика	Исходный порошок	Порошок после импульсной обработки ВЭР при суммарной энергии обработки	
		425 кДж	1560 кДж
Компактность (форм-фактор)	1,3067	1,3470	1,362
Эллиптичность	1,3743	1,3325	1,3750
Шероховатость	1,0522	1,0650	1,0730
Площадь внешней удельной поверхности, м ² /г	385,38	765,10	2670,23

В результате взаимодействия поверхности частицы материала и фронта волны в объеме частицы формируется напряженное состояние. Растягивающие напряжения вызывают развитие микро трещин, на поверхности, которых адсорбируются молекулы жидкости, не позволяющие смыкаться краям микротрещин (выполняют расклинивающее действие), что способствует диспергированию и механохимической активации поверхности частиц. Если формируемые напряжения не превышают прочность материала, происходит накопление усталостных напряжений, что приводит к разрушению частицы.

Из-за различия сжимаемости материала частицы и жидкости возникают кавитационные полости. При кавитационных микровзрывах (захлопывании полостей) в малых объемах возникают большие градиенты напряжений, что повышает вероятность разрушения частиц.

При импульсном воздействии (импульсном введении энергии в рабочую камеру) происходит цикл расширение – сжатие, возникают мощные гидротоки. Гидротоки жидкости перемешивают суспензию, в результате чего частицы истираются.

При высоковольтном разряде в жидкости под действием энергии, которая выделилась в канале разряда, происходит локальное разложение воды с образованием атомарных, возбужденных и ионизированных атомов водорода и кислорода, при диспергировании порошков возможна инициация окислительно-восстановительных реакций активированными в разряде атомами кислорода. Ионы кислорода взаимодействуют с поверхностью частиц, прежде всего на активированных центрах, которые располагаются в местах дефектов поверхности, где скапливается максимальное количество дислокаций. Поверхность частиц активируется как за счет очищения поверхности от примесей, так и вследствие нарушения структуры поверхностного слоя, что способствует повышению шероховатости поверхности частиц.

Полученные результаты тонкого измельчения порошков обработкой высоковольтными импульсными разрядами при предлагаемых параметрах подтверждают возможность разрушения слабых дефектных зерен, устранения острых углов и кромки на поверхности зерен микропорошков СТМ, повышения шероховатости материала, благодаря чему увеличивается абразивная способность порошка, и расширяются технологические возможности процесса абразивной обработки в целом.

Выводы

Установлено, что применение импульсной обработки ВЭР в жидкости является перспективным методом для изготовления высококачественных порошков алмаза. Обработка микропорошков марки АСМ20/14 при суммарной выделенной энергии 425–1560 кДж обеспечивает интенсивное измельчение зерен алмаза. В процессе обработки можно легко управлять результатами измельчения, получать порошки полидисперсного состава с повышенным (до 80 %) содержанием фракций размером менее 6 мкм. Содержание растворимых включений и нерастворимых примесей в таких порошках снижено, а шероховатость, площадь внешней удельной поверхности и абразивная способность существенно выше, чем у исходного порошка.

Литература

1. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: Моногр.: в 6 т. /Под общ. ред. Н. В. Новикова. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН», 2003. – Т 1. Синтез алмаза и подобных материалов / Отв. ред. А. А. Шульженко. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН», 2003. – 320 с.
2. 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 металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. 12. – С. 191–198.
3. Никитин Ю.И. Технология изготовления и контроль качества алмазных порошков. – К.: Наук.думка, 1984. – 264 с.
4. Пат. на корисну модель № 42050 Україна, МПК В24D 3/06, С01В 31/06. Спосіб виготовлення мікропорошків синтетичного алмазу /Г.П. Богатирьова, Г.Д. Ільницька, М.А. Марініч та ін. – Опубл. 25.06.09, Бюл. № 12.
5. Сизоненко О. Н., Малюшевский П. П., Горовенко Г. Г. Разрядноимпульсная технология дробления и измельчения абразивных материалов // Основные проблемы разрядноимпульсной технологии. – К.: Наук. Думка, 1980. – С. 12–20.
6. Способ дробления сверхтвердых материалов / В. Н. Бакуль, Ю. И. Никитин, С. М. Уман и др. // Электронная обработка материалов. – 1976. – вып. 2. – С. 18–22.
7. Г. П. Богатырева, Г. А. Петасюк, Г. А. Базалий, В. С. Шамраева К вопросу однородности алмазных микропорошков по морфометрическим характеристикам // Сверхтвердые матер. – 2009. – № 2. – С. 71–81.
8. Петасюк Г.А. Обобщенная математическая модель процедуры ситовой классификации порошков сверхтвердых материалов // Породоразрушающий и металлообрабатываю-

- щий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2007. – Вып. 10. – С. 212–216.
9. Петасюк Г.А., Богатырева Г.П. Экстраполяционно-аналитический метод определения удельной поверхности порошков сверхтвердых материалов // Сверхтвердые матер. – 2007. – № 6. – С. 65–76.
 10. О связи между содержанием включений в синтетических алмазах и их магнитными свойствами / Г. П. Богатырева, В. Б. Крук, Г. Ф. Невструев и др. // Синтетические алмазы. – 1977. – Вып. 6. – С.14–19.
 11. М88 Украины 90.256–2004. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков сверхтвердых материалов (СТМ). – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – 10 с.
 12. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. Введ. 01.01.96. – К.: Госстандарт Украины, 1995. – 72 с.

Поступила 03.06.10

УДК 539.89:66.083

С. Н. Шевчук, А. Н. Гаран, кандидаты технических наук;
С. А. Ивахненко, д-р техн. наук; **О. А. Заневский**, канд. хим. наук

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

ОПТИМИЗАЦИЯ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ В РОСТОВОМ ОБЪЕМЕ АППАРАТА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ ТИПА «ТОРОИД»

Settlement methods define increase possibility growth volume of cells for single diamond crystals growing in toroid type high pressure equipment. It is shown that at volume increase of the growth cell on 25 % limiting values of temperature in characteristic points do not exceed the maximum values for this type equipment. It is shown that at growing of the big size samples the temperature distribution in growth volume corresponds to requirements for growing of structurally perfect single diamond crystals.

Разработка ячеек для выращивания монокристаллов алмаза методом температурного градиента ограничена возможностями проведения экспериментальных исследований с использованием термодатчиков и малыми размерами деталей, применяемых для сборки ростовых ячеек заданной конфигурации. В последнее время широко используют различные методы расчетов с применением методов конечных элементов для решения задач, связанных с электро- и теплопроводностью. Эти методы позволяют путем варьирования свойств материалов, предназначенных для изготовления составляющих элементов ростового объема и контейнера аппарата высокого давления (АВД), оптимизировать характеристики массопереноса углерода в растворителе путем задания необходимых резистивных составляющих системы электрического нагревания для задания распределения температуры с требуемым соотношением ее осевых и радиальных градиентов [1–3].

Представляло интерес изучение расчетными методами изменения температурного поля в ростовых ячейках АВД типа «тороид» при увеличении их размеров – высоты и диаметра ростового объема соответственно на 4 и 3.5 мм с сохранением основных размеров элементов резистивного нагревания и теплоизоляции, применяемых в контейнере для АВД типа «тороид» С40 с полостью диаметром 40 мм.

Для расчета использовали метод конечных разностей [4], который при неоднократном использовании [5,6] показал достаточно точное соответствие расчетных данных эксперимен-