

2. Григорьев О. Н. Высокотемпературная конструкционная керамика // Актуальные проблемы современного материаловедения: в 2 т. – Т. 1. – К.: Академперіодика, 2008. – С. 569–596.
3. Costes J. P., Guillet Y., Poulachon G., Dessoly M. Tool-life and wear mechanisms of CBN tools in machining of Inconel 718 // Int. J. Mach. Tools & Manufacture. – 2007. – V. 47. – P. 1081–1087.
4. Chou Y. K. Hard turning of M50 steel with different microstructures in continuous and intermittent cutting // Wear. – 2003. – V. 255. – P. 1388–1394.
5. Chou Y. K., Evans C. J. Cubic boron nitride tool wear in interrupted hard cutting // Wear. – 1999. – V. 225. – P. 234–245.
6. Diniz A. E., Gomes D. M., Braghini A. Jr. Turning of hardened steel with interrupted and semi-interrupted cutting // Mater. Proc. Techn. – 2004. – V. 129, N2. – P. 240–248.
7. Halpin T., Byrne G., Barry J., Ahearne E. The performance of polycrystalline cubic boron nitride tools in continuous, semi-interrupted, and interrupted hard machining // Proc. IMechE. – 2009. – V. 223. – Part B: J. Eng. Manufacture. – P. 947–953.
8. Petruska I.A., Osipov A.S., Smirnova T. I., Barsukova T. P., Nikishina M. V., Tkach V. N. High-E / Low-E CBN/Si₃N₄ Composite for Heavy Interrupted Cutting // Proc. of the 4th Intern. Swedish Product. Sympos. “SPS11”, 3–5th of May 2011, Lund, Sweden. – Swedish Production Academy, 2011. – P. 161–168.
9. Петруша И. А., Никишина М. В., Олейник Г. С., Осипов А. С., Смирнова Т. И., Сороченко Т. А. Инфильтрационное разрыхление структуры при спекании кубического нитрида бора в условиях высоких давлений и температур // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины, 2012. – 630 с. – Вып. 15 – С. 300–308.
10. Хвостанцев Л. Г., Слесарев В. Н. Аппараты высокого давления большого объема для физических исследований // Успехи физ. наук. – 2008. – 178, № 10. – С. 1099–1104.
11. Петруша И. А., Осипов А. С., Никишина М. В., Смирнова Т. И., Мельничук Ю. А., Климчик П. Превентивное действие нитрида кремния при высокотемпературном спекании кубического нитрида бора в условиях высоких давлений // Сверхтв. матер. 2015. – № 4. – (в печати).

Надійшла 24.06.15

УДК 621.922.079

А. С. Бслясь, В. С. Чернобай; Я. О. Подоба, Ю. В. Сирота, кандидати технічних наук

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

ВПЛИВ ЗЕРНИСТОСТІ АЛМАЗНОГО ПОРОШКУ НА ТЕПЛОПРОВІДНІСТЬ АЛМАЗОВІСНИХ КОМПЗИТІВ

Досліджено вплив контактної теплопровідності та зернистості алмазного порошку на ефективну теплопровідність алмазовісних композитів з двокомпонентною металевою зв'язкою на основі нікелю. Отримані дослідні дані задовільно узгоджуються з даними літературних джерел та теоретичним оцінюванням Хассельмана – Джонсона для ефективної теплопровідності композиту з недосконалим контактом фаз. Результати дослідження свідчать про значний вплив розміру кристалів алмазу на ефективну теплопровідність алмазовісних композитів у діапазоні 1 – 400 мкм і їх можливо використовувати при прогнозуванні теплопровідності цих композитів.

Ключові слова: алмаз, металева зв'язка, зернистість, композит, міжфазна межа, контактна теплопровідність, ефективна теплопровідність, модель.

Вступ

Композитні алмазовмісні матеріали (КАМ), які використовуються для виготовлення бурового та каменеобробного інструменту, складаються з металевої матриці та включень синтетичних алмазів. Оскільки такий інструмент працює за екстремальних термосилових навантажень, до його важливих фізико-механічних характеристик належить теплопровідність. Відомо, що теплопровідність алмазу найбільша порівняно з теплопровідністю відомих матеріалів і може становити 2000 Вт/(м·К). Для композитів інструментального та конструкційного призначення важливо забезпечити високу потенційну теплопровідність складових фаз [1]. За належного теплового контакту з матеріалом зв'язки теплопровідність композиту кратно більша від такої матеріалу матриці [2-5]. На теплопровідність міжфазного контакту істотно впливає також термічний опір контакту алмазу з металевою зв'язкою, який визначають за формулою:

$$R = \frac{1}{h_c} = \frac{\Delta T}{q_n}; q_n = h_c \cdot \Delta T, \quad (1)$$

де h_c – провідність міжфазного контакту; ΔT - перепад температури в контакті, q_n – нормальна до поверхні розділу фаз складова теплового потоку.

Відомо, що тепловий опір міжфазної межі скінченний. Міжфазна провідність h_c [Вт/(м²·К)] мінімальна за суто механічного контакту і найбільша за паяння або напилювання одного матеріалу на інший. Огляд основних теоретичних та експериментальних досліджень, з теплообміну між різнорідними матеріалами наведено в [7]. Теплопровідність міжфазного контакту h_c залежить також від інших чинників, у тому числі матеріалу, з яким взаємодіє алмаз, типу взаємозв'язку алмазу і матриці та технології виготовлення композиту [2;6].

Адгезійно-активні та карбідоутворювальні добавки до матеріалу зв'язки полегшують утворення хімічного зв'язку між алмазом та матрицею КАМ. У такому разі теплопровідність міжфазної межі h_c висока – $5 \cdot 10^6 - 2 \cdot 10^8$ Вт/(м²·К) [2;8;9]. За суто механічного контакту провідність h_c значно нижча – $10^4 - 10^5$ Вт/(м²·К) [7]. Наявність контактного опору алмаз-матриця породжує

розмірний ефект теплопровідності КАМ, який і досліджено. Визначені залежності забезпечують використання теплопровідності як критерію якості КАМ у методиці неруйнівної експрес-діагностики спечених зразків КАМ [11,12].

Методика вимірювання теплопровідності

Коефіцієнт теплопровідності зразків КАМ вимірюють за допомогою комп'ютеризованої установки [10], загальний вигляд якої та схему вимірювання з використанням холодного та гарячого еталонів, а також чотирьох термодатчиків зображено відповідно на рис. 1. Як матеріал

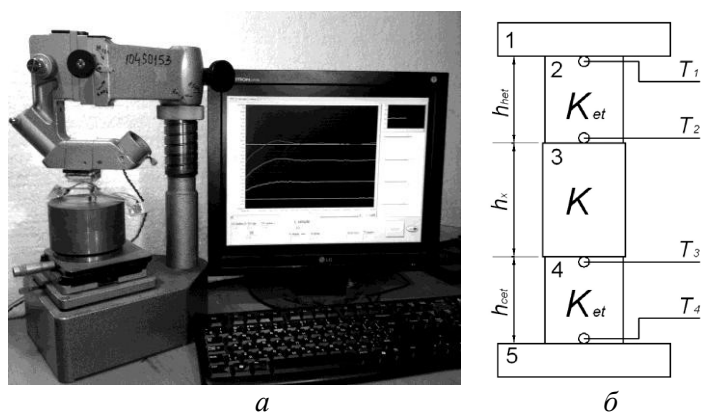


Рис. 1. Загальний вигляд установки для вимірювання теплопровідності (а) і схему вимірювання (б): 1 – нагрівач; 2 – гарячий еталон; 3 – зразок; 4 – холодний еталон; 5 – холодильник

еталонів використано армо залізо з коефіцієнтом теплопровідності 60 Вт/(м·К). Гарячий еталон контактує з джерелом теплоти, потужністю 30 Вт, холодний – з охолоджувачем, яким є масивний мідний циліндр. На всі поверхні еталонів та зразка з метою мінімізації контактного опору нанесено

спеціальний рідкий термоінтерфейс (металевий сплав), що змочує контактні поверхні. Коефіцієнт теплопровідності термоінтерфейсу—80 Вт/(м·К). Дослідна температура нагрівача не перевищувала 30 °С, а різниця середніх температур на еталонах та зразку становила приблизно 6 °С.

Прилад фіксує температурні дані з чотирьох термопар у реальному часі: середнє арифметичне між T_1 та T_2 визначає температуру гарячого еталону, між T_3 та T_4 – холодного; показів T_2 і T_3 – температуру зразка. Коефіцієнт теплопровідності K_x визначали за даними отриманими з показів термопар, та лінійними розмірами зразка за формулою :

$$K_x = \frac{K_{et} S_{et} h_x}{2S_x (T_2 - T_3)} \left(\frac{T_1 - T_2}{h_{het}} - \frac{T_3 - T_4}{h_{cet}} \right), \quad (2)$$

де K_{et} - коефіцієнт теплопровідності матеріалу еталона; S_{et} - площа поперечного перерізу еталона; h_x - висота зразка; S_x - площа поперечного перерізу (враховує наявність обох еталонів і покази термопар T_i ; h_{het} , h_{cet} - висота еталона відповідно гарячого і холодного.

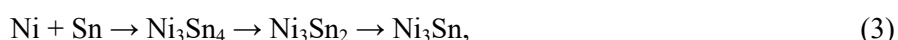
Отримані значення коефіцієнта теплопровідності зразків усереднили за чотирма дослідями. Відносна похибка вимірювань не перевищувала 5%.

Дослідні дані про теплопровідність металевих зв'язок і КАМ на їх основі

Досліджували серію зразків КАМ з двокомпонентною зв'язкою на основі нікелю з об'ємним вмістом олова 6%. Виготовляли зразки з порошків нікелю ПНЕ-1 та олова ПО-1, а також синтетичних алмазів марки АС зернистістю 50/40, 125/100 та 400/315 мікрон. Зразки КАМ – мали циліндричну форму (діаметр 10,2-10,4 мм і висота 11,1–12 мм).

Зразки виготовлялися методом інтенсивного електроспікання [13;14]. Цей метод найефективніший щодо збереження вихідної якості алмазів у складі КАМ, оскільки передбачає нетривале спікання (у середньому близько 14 с) за температури 800 – 900 °С, коли алмаз не графітується. Вихідні металеві порошки змішували в барабанному млині разом з кулями з твердого сплаву ВК6 у режимі сухого розмелювання протягом 8 год. Отримані брикети суміші масою 4 г формували двобічним холодним пресуванням у закритій сталевий прес-формі за тиску 300 МПа. Пористість брикетів становила 35%. Інтенсивне електроспікання зразків здійснювали шляхом прямого пропускання струму промислової частоти щільністю до 25 А/мм² через зразок за одночасного додавання тиску 150 МПа.

Топографію поверхні та фазову структуру зразків, аналізували в центрі колективного користування НАН України за допомогою растрової електронної мікроскопії та рентгеноспектрального мікроаналізу. Поверхня зразків виявилась однорідною непористою. Згідно з літературними джерелами [15], система Ni–Sn внаслідок високої температури може послідовно утворювати такі інтерметаліди:



У результаті аналізу елементного складу виявили, що армуюча фаза повністю складається з інтерметаліду Ni_3Sn . Це свідчить про завершеність хімічної реакції (3) попри нетривалість електроспікання.

Дослідні значення теплопровідності двокомпонентних зв'язок, що складаються з Ni та інтерметаліду Ni_3Sn , наведено в табл. 1. Об'ємний вміст Ni_3Sn в матеріалі зв'язки перевищує масовий вміст олова у вихідній суміші приблизно у 2,5 раза: так, 40% олова відповідає чистому інтерметаліду. Зауважимо, що теплопровідність інтерметаліду Ni_3Sn невідома.

У зразках КАМ, щодо яких досліджували вплив зернистості на теплопровідність, об'ємний вміст Sn становив 6%. Отже, теплопровідність зазначених зразків становить близько 50 Вт/м·К. Результати вимірювання теплопровідності зразків КАМ різної зернистості за викладеною, методикою наведено в табл. 2.

Таблиця 1. Теплопровідність двокомпонентної зв'язки Ni–Sn залежно від масового вмісту олова

Масовий вміст Sn у матриці, (%)	0	2	4	6	8	10	10	12	14
Теплопровідність K_m , Вт/(м·К)	60,2	55,0	51,4	49,9	43,1	45,8	44,1	41,1	34,8

Таблиця 2. Теплопровідність КАМ на зв'язці Ni–Sn за алмазного зерна різного розміру

Номер зразка	Розмір алмазного зерна, мкм	Висота зразка, см	Діаметр зразка, см	Теплопровідність КАМ, Вт/(м·К)
1	50/40	11,3	10,2	50,49
2	125/100	11,8	10,3	66,15
3	400/315	12	10,4	76,23

Результати дослідження та їх обговорення

Для теоретичного оцінювання ефективної теплопровідності K_{eff} композиту з недосконалим тепловим контактом фаз широко використовують формулу Хассельмана – Джонсона [16]

$$K_{eff} = K_m \frac{2c(K_r - K_b - 1) + K_r + 2K_b + 2}{c(1 - K_r + K_b) + K_r + 2K_b + 2}, \quad (4)$$

де $K_r = K_d / K_m$, $K_b = K_d / (h_c R)$, K_m – теплопровідність зв'язки; K_d теплопровідність сферичних включень радіуса R . За формулою (4) оцінюють теплопровідність алмазовмісних композитів залежно від розміру часток дискретної фази [2-6]. Розмірний ефект теплопровідності композиту спричиняється тим, що зі зменшенням розміру включень збільшується питома площа міжфазної поверхні, а отже, її вплив на сумарний опір тепловому потоку крізь композит.

Типові залежності теплопровідності K_{eff} / K_m від зернистості алмазного порошку за різних значень провідності міжфазного контакту h_c зображено на рис. 2.

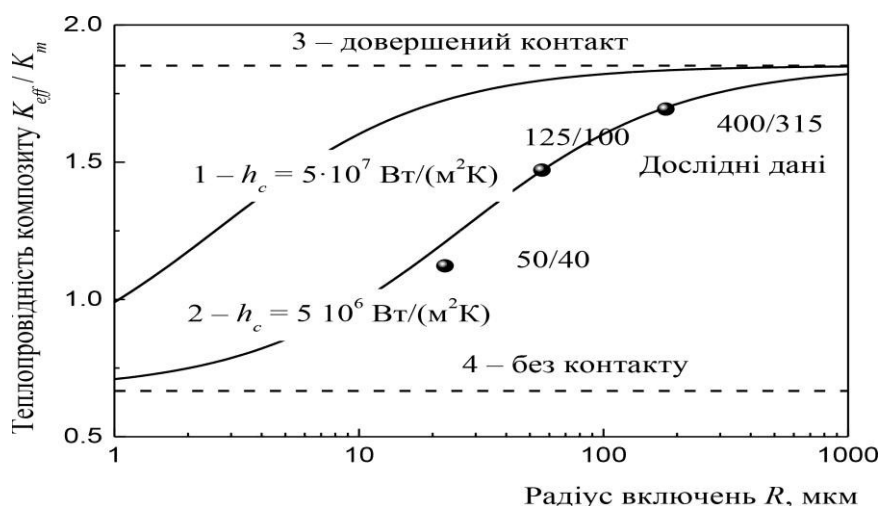


Рис. 2. Залежності ефективної теплопровідності КАМ від розміру включень. Для суцільної кривої 1 $h_c = 5 \cdot 10^7$ Вт/(м²·К), 2 $h_c = 5 \cdot 10^6$ Вт/(м²·К), верхньої пунктирної прямої 3 $h_c = \infty$ (довершений контакт), нижньої 4 $h_c = 0$ (без контакту)

Для розрахунку взяли теплопровідність алмазу $K_d = 1200$ Вт/(м·К) (що типово для синтетичних алмазів типу Ib [17]), теплопровідність зв'язки Ni + 6%Sn $K_m = 50$ Вт/(м·К). Об'ємний вміст алмазів у зв'язці $c = 0,25$. Вочевидь, для двох крайніх випадків – $h_c = \infty$ (довершений контакт, лінія 3) і $h_c = 0$ (без контакту, лінія 4) – провідність композиту не залежить від розміру включення. Водночас для типових у КАМ значень $h_c = 5 \cdot 10^6$ Вт/(м²·К) (крива 2) і $h_c = 5 \cdot 10^7$ Вт/(м²·К) (крива 1) розмірний ефект суттєвий, причому саме ці зернистості алмазного порошку найчастіше використовують в алмазному інструменті.

На рис. 2 темними кружками позначено нормалізовану ефективну теплопровідність K_{eff}/K_m , одержану дослідно (див. табл. 2). Як бачимо, найближча до цих даних теоретична крива 2, тому значення $h_c = 5 \cdot 10^6$ Вт/(м²·К) можна вважати реалістичною оцінкою контактної провідності алмаз – матриця електроспечених зразків КАМ. З даних рис. 2 також випливає, що для композиту, армованого алмазними кристалами розміром понад 400 мкм, вплив опору міжфазного контакту незначний. Навпаки, за розміру включень алмазу 1 мкм і менше композит меншою мірою провідний, ніж зв'язка. Найзначніший вплив розмірного ефекту в діапазоні $1 < R < 400$ мкм, і це слід враховувати при прогнозуванні ефективної теплопровідності КАМ.

Залежності ефективної теплопровідності КАМ від об'ємного вмісту алмазів c при $h_c = 5 \cdot 10^6$ Вт/(м²·К) показано на рис. 3. Суцільні криві 1–3 розраховували за формулою (4) для композиту, армованого алмазним порошком зернистістю 400/315, 125/100 і 50/40, темні кружки – дослідні дані.

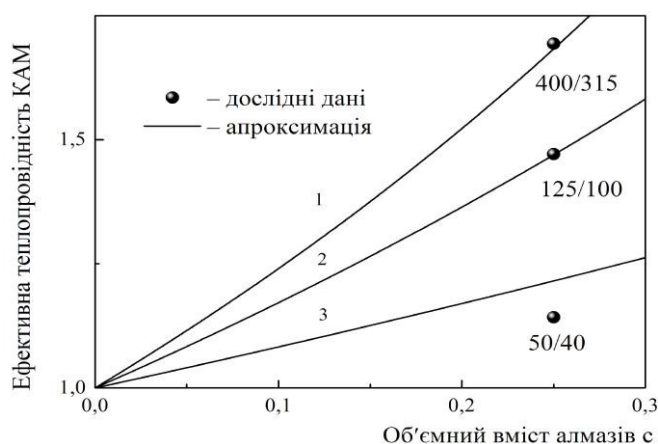


Рис. 3. Залежності ефективної теплопровідності КАМ від об'ємного вмісту алмазів

Наведені дані демонструють значну розмірну залежність теплопровідності КАМ та задовільне узгодження дослідних даних щодо теплопровідності КАМ з її теоретичною оцінкою за формулою Хассельмана –Джонсона.

Висновки

За результатами дослідження впливу розміру алмазного зерна на теплопровідність КАМ зі зв'язкою Ni–Sn, доходимо таких висновків:

1. Установка та методика вимірювання теплопровідності забезпечують потрібну точність вимірювання коефіцієнта теплопровідності металевих зв'язок та КАМ на їх основі.
2. Алмазні включення розміром 1–400 мкм істотно впливають на теплопровідність КАМ. За розміру включень менше 1 мкм теплопровідність композиту нижча від теплопровідності матеріалу зв'язки.
3. Отримана шляхом аналізу дослідних даних з використанням моделі Хассельмана–Джонсона контактна теплопровідність $h_c = 5 \cdot 10^6$ Вт/(м²·К) задовільно узгоджується з наявними літературними даними.

Исследовано влияние контактной теплопроводности и зернистости алмазного порошка на эффективную теплопроводность алмазосодержащих композитов с двухкомпонентной металлической связкой на основе никеля. Полученные опытные данные удовлетворительно согласуются с данными литературных источников и теоретической оценкой Хассельмана – Джонсона для эффективной теплопроводности композита с несовершенным контактом фаз. Результаты исследования свидетельствуют о существенном влиянии размера кристаллов алмаза на эффективную теплопроводность алмазосодержащих композитов в диапазоне 1 – 400 мкм и их можно использовать при прогнозировании теплопроводности этих композитов.

Ключевые слова: алмаз, металлическая связка, зернистость, композит, межфазная граница, контактная теплопроводность, эффективная теплопроводность, модель.

An effect of the contact thermal conductivity and diamond powder size on the effective thermal conductivity of diamond composite with two-component, nickel-based binder. The obtained experimental data agree satisfactory with the literature data and Hasselman-Johnson theoretical assessment for the effective thermal conductivity of composite with imperfect interface. The results indicate a significant size effect of diamond crystals on the effective thermal conductivity of diamond composite in the range from 1 to 400 microns and can be used in predicting the thermal conductivity of diamond composite.

Key words: diamond, metallic bond, grain size, composite, interface, contact conductivity, effective thermal conductivity, model.

Література

1. Особенности структуры и влияние ее на теплопроводность композиционных материалов на основе алмаза, cBN, WC, MgB₂, B₄C, AlN / Н. В. Новиков, И. П. Фесенко, А. С. Осипов, и др. // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов. Сборник научных трудов./ Отв. Ред. Н. В. Новиков, А. А. Шульженко; НАН Украины. Ин-т сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля. – Киев, 2011. – С. 151.
2. Selective interfacial bonding in Al(Si)-diamond composites and its effect on thermal conductivity/ P.W. Ruch, O. Beffort, S. Kleiner et al.// Composites Sci. and Technology. – 2006. – **66**. – P. 2677–2685.
3. Effect of diamond shapes and associated thermal boundary resistance on thermal conductivity of diamond-based composites/J. Flaquer, A. Rios, A. Martin-Meizoso et al. // Computational Mater. Sci. – 2007. – **41**. – P. 156–163.
4. Interfacial characterization of Cu-diamond composites prepared by powder metallurgy for heat sink applications /T. Schubert, Ł. Ciupiński, W. Zieliński et al.// Sci. Mater. – 2008. – **58**. – P. 263–266.
5. Effect of carbide formers on microstructure and thermal conductivity of diamond-Cu composites for heat sink materials trans /Y. Xia, Y. Song, C. Lin et al.// Nonferrous Met. Soc., China. – 2009. – **19**. – P. 1161–1166.
6. Thermal Conductivity of Diamond Composites /S.V. Kidalov, F.M Shakhov // Mater. – 2009. – **2**. – P. 2467–2495.
7. Современный взгляд на проблемы теплового контактирования твердых тел/ С. Ю. Меснянкин, А. Г. Викулов, Д. Г. Викулов// Успехи физических наук. – 2009. – **179**.–№9.– С. 945–970.
8. Effect of Cr addition and processing conditions on interface microstructure and thermal conductivity of diamond-Cu composite/ H.Chen, C.C. Jia, S.J. Li// The 18 th Intern. Conf. on Composite Mater. (ICCM18), August 21–26. ICC Jeju, Korea, –2011.
9. On the influence of active element content on the thermal conductivity and thermal expansion of Cu–X (X=Cr, B) diamond composites/ L. Weber, R. Tavangar// Scripta Mater. – 2007. – **57**. – P. 988–991.
10. Вплив контактної провідності міжфазної границі "алмаз-металева зв'язка" на теплопровідність алмазовмісних композитів/ Р. С. Шмегера, Я. О. Подоба, В. І. Куш, А. С. Беляев // Сверхтвердые матер. – 2015, – № 4. – прийнято до друку.
11. Оцінка якості композиційних алмазовмісних матеріалів за електро- і теплопровідністю/ Н. В. Новіков, А. Л. Майстренко, В. І. Куш, С. А. Іванов// Фізико-хімічна механіка матер. – 2006. – № 1. – С. 105–112.
12. Оценка качества металлоалмазных композитов по их теплопроводности и электросопротивлению/ Н.В. Новиков, А.Л. Майстренко, В.И. Куш, С.А. Иванов// Механика композитных матер. – 2006. – Т. 42. – № 3. – С. 361 – 374.

13. Интенсивное электроспекание алмазосодержащих композиционных материалов / А. Л. Майстренко, С. А. Иванов, В. П. Переяслов, М. Н. Волошин // Сверхтвердые матер. – 2000. – № 5. – С. 39–45.
14. Интенсивное электроспекание металлических матриц алмазосодержащих композитов в присутствии жидкой фазы / Р. С. Шмегера// Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К. : ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, ИПЦ АЛКОН НАН України, 2012. – № 15. – С. 507–510.
15. A new investigation of the system Ni–Sn/ Schmetterer et al.// Intermetallics. – 2007. – **15**. – P. 869–884.
16. Effective thermal conductivity of composites with interfacial thermal barrier resistance/ D. P. H. Hasselman, L. F. Johnson // J. Comput. Mater. – 1987. – **21**. – P. 508–515.
17. The measurement of thermal properties of diamond/ Y. Yamamoto, T. Imai, K. Tanabe et al. // Diamond and Related Mater. – 1997. – **6**. – P. 1057–1061.

Надійшла 28.05.15

УДК 621.921.34-492.2:536.421.5:539.89

Е. М. Луцак; О. О. Бочечка, д-р техн. наук

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

ЗАКОНОМІРНОСТІ ПРОСОЧЕННЯ РОЗПЛАВАМИ МЕТАЛІВ ПОРИСТОЇ СИСТЕМИ, УТВОРЕНОЇ АЛМАЗНИМ НАНОПОРОШКОМ ПРИ ВИСОКИХ ТИСКУ І ТЕМПЕРАТУРІ

В роботі розглядаються особливості просочення алмазного нанопорошку рідким кобальтом і розплавом мідь-титан під дією високого тиску

Ключові слова: просочення, алмазний нанопорошок, капілярний тиск, карбідоутворення

Вступ

Для металізації нанокомпозиту «алмаз–WC» при його одержанні в умовах високого тиску важливе значення має дослідження взаємодії між рідкою металевою фазою і пористим середовищем, утвореним під дією високих тиску і температури на алмазний нанопорошок. В роботі розглянуті особливості просочення за вказаних умов алмазного нанопорошку детонаційного синтезу УДА розплавом кобальту із твердого сплаву ВК-15 та розплавом мідь-титан.

Методика роботи

Міграцію рідкого кобальту з твердого сплаву ВК-15 і розплавом мідь-титан здійснювали при тиску 8 ГПа в діапазоні температур 1500-1900 °С в робочій комірці апарату високого тиску (АВТ) типу «тороїд» шляхом просочення рідкої фази через середовище, утворене за таких умов алмазним нанопорошком. Перед завантаженням зразків в АВТ здійснювали десорбцію газів з поверхні алмазного нанопорошку. Час міграції рідкої фази τ на задану глибину l визначався безпосередньо в навантаженому апараті високого тиску [1]. Згідно закону Дарсі [2]:

$$l^2 = 2 \frac{K_p}{\eta} \Delta p \tau,$$

де K_p – коефіцієнт проникності, Δp – різниця тисків на вході і виході капілярів, η – в'язкість рідини.

Величину $k = 2 \frac{K_p}{\eta} \Delta p$ називають також коефіцієнтом просочення [3].