

УДК 621.891

М. Н. Сафонова¹, канд. техн. наук; **А. С. Сыромятникова²**, канд. физ.-мат. наук;
Л. М. Варламова¹

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

²Институт физико-технических проблем Севера СО РАН, г. Якутск, Россия

ДИАГНОСТИКА ШЛИФПОРОШКОВ ИЗ СИНТЕТИЧЕСКИХ И ПРИРОДНЫХ АЛМАЗОВ

This work is devoted to a problem of working out and exploitation of abrasive tools-researches granularity of an abrasive material which is defined depending on the process able material, carried out operation, method of grinding, features of manufacturing techniques, form and the size of a working layer of the diamond tool.

Для производства абразивного инструмента для резания, шлифования, полирования и точной обработки изделий из металлов, сплавов и минералов используют порошки природных и чаще синтетических алмазов. Эффективности и высокого качества чистовой обработки можно достичь только при использовании классифицированных алмазных порошков, при максимальном содержании основной фракции [1].

В целях сравнения производительности инструментов из натуральных и искусственных алмазов был проведен цикл лабораторных и промышленных испытаний. Сравнивали расход энергии, чистоту поверхности и износ кругов из натуральных и синтетических алмазов. При сравнении искусственных алмазов с природными можно отметить как их высокое сходство, так и существенное различие: искусственные алмазы имеют правильную кристаллическую форму, а среди природных алмазов правильные кристаллы с совершенно четко очерченными гранями встречаются редко; чаще всего форма природных кристаллов неправильная. Это обусловлено тем, что в природных условиях алмазы растут при ограничении окружающими породами и приобретают форму, соответствующую контурам окружающих их пород. Высокие абразивные свойства искусственных алмазов очевидны: качество алмазов стабильно, что обуславливается выбранным и установленным оптимальным технологическим режимом синтеза, изометричностью зерен, а самое главное вследствие большей хрупкости синтетических алмазов в процессе обработки они раскалываются, что приводит к созданию новых режущих кромок.

В настоящее время ведутся исследования по улучшению свойств синтетических алмазов: снижению хрупкости, увеличению размеров кристаллов, получению монокристаллов, что позволит внедрить искусственные алмазы во все новые отрасли промышленности. Однако во многих областях натуральные алмазы невозможно заменить на синтетические. Например, в процессах с большой скоростью подачи и высоким удельным давлением – при бурении, волочении, резании и других операциях, где применяются алмазы только высокого качества, без трещин, дефектов и посторонних включений, малый размер искусственных алмазов также остается их недостатком.

Шлифовальные материалы из природных и синтетических алмазов, которые получают в процессе дробления, измельчения, обогащения и классификации абразивных материалов, представляют собой совокупность частиц (зерна) определенных размеров и формы в виде монокристаллов, поликристаллов и их осколков.

Ситовой анализ является одной из основных диагностических процедур при идентификации зернистости и оценке качества порошков из синтетических и природных алмазов. Теоретически возможно разделение материала по крупности в определенном интервале размера частиц. Однако практически осуществить это невозможно, что обусловлено формой зерен шлифматериала, формой ячеек сит (сетки) и допусками на точность при их изготовле-

нии. При квадратной форме ячеек сит зерна, линейные размеры которых превышают номинальный размер ячеек сит в 1,4 раза, могут при расसेве проходить через сетку. Аналогично форма зерна влияет на разделение частиц при гидроклассификации. Одним из существенных недостатков действующих методов производства и контроля приводит к несоответствию методов производства и контроля, поскольку при принятой ситовой классификации размеры (зернистость) шлифпорошка отождествляются с размерами ячейки сита. В этой ситуации обозначенная зернистость порошка по размеру сита не может непосредственно использоваться для теоретических исследований и практических расчетов.

В Институте сверхтвердых материалов им В. Н. Бакуля НАН Украины разработаны методология и алгоритмические основы косвенной диагностики шлифпорошков из синтетических алмазов в целях определения показателей зернового состава и установления зернистости без проведения стандартной процедуры контрольного ситового анализа, названной компьютерным диагностическим ситом (КДС) [2]. Основу КДС составляет математическая модель ситового размерного разделения, которая представляет собой зависимость между параметрами аналога ячейки сита и размерными характеристиками зерна, полученную из условия предельного прохождения модели зерна через принятый аналог ячейки сита. В настоящей работе этот метод применили для определения характеристик качества микроскопических проб порошков из синтетических и природных алмазов различной зернистости, установления их зернистости по стандарту и определения показателей зернового состава на основании измерений, выполненных на РЭМ-изображениях зерен шлифпорошков.

Цель настоящей работы заключается в сравнительном анализе зернистости, показателей зернового состава и формы порошков из синтетических и природных алмазов, используемых для изготовления композиционных алмазосодержащих материалов и абразивных инструментов.

РЭМ-фотографии зерен исследованных алмазных шлифпорошков показаны на рис. 1. Алмазные зерна являются совокупностью осколочных частиц неправильной формы, большинство произвольных сечений которых имеют вид четырех- или пятиугольников, как и в других несферических порошках [3].

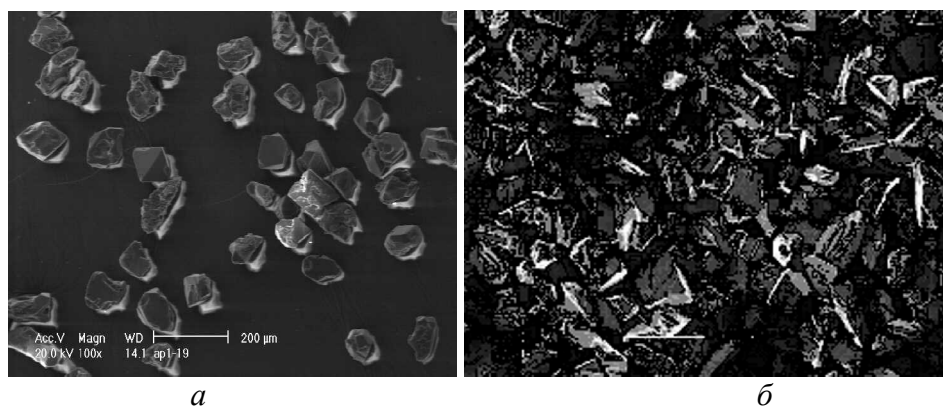


Рис. 1. Внешний вид зерен шлифпорошков из синтетических (а) и природных алмазов (б) зернистости 80/63

При визуальном рассмотрении зерен шлифпорошков алмаза установлено, что зерна шлифпорошка из синтетических алмазов имеют округлую форму, а большинство зерен из природных алмазов – пластинчатую и игольчатую, встречаются кристаллы с четкой огранкой и острыми ребрами.

Объекты исследования

В качестве абразивного материала использовали порошки из технических синтетических и природных алмазов (по пять разновидностей) различной зернистости. Шлифпорошки изначально считали «безымянными» (марка, зернистость, стандарт, по которому они классифицировались, считали неизвестными) и присваивали буквенно-цифровое обозначение: бук-

вы С или П (шлифпорошки из синтетических/природных алмазов) и цифры I, II, III, IV, V (номера в порядке возрастания зернистости).

Разработка и реализация метода

Идентификацию зернистости и показателей зерновых составов исследуемых шлифпорошков проводили с применением метода компьютерного диагностического ситования (КДС), разработанного в Институте сверхтвёрдых материалов НАН Украины им. В. Н. Бакуля и основанного на данных микроскопического анализа [2].

Гранулометрический состав алмазных порошков исследование путем определения зернового состава порошков подсчетом количества зерен крупной, основной и мелкой фракций, изучения морфологии алмазных зерен по электронным фотографиям, полученным с использованием РЭМ XL-20 в режиме вторичных электронов.

Долю зерен каждой фракции порошка в процентах определяют по формулам [1]:

$$П = \frac{q_p}{Q} \cdot 100; K = \frac{q_k}{Q} \cdot 100; O = \frac{q_o}{Q} \cdot 100; M = \frac{q_m}{Q} \cdot 100,$$

где П, К, О, М – доли зерен крупной, основной и мелкой фракций, %; Q – число зерен, измеренных под микроскопом, шт; q_p, q_k, q_o, q_m – число зерен крупной, основной и мелкой фракций, шт.

Значение доли каждой фракции округляется до одной или двух значащих цифр.

Результаты идентификации зернистостей и зерновых составов шлифпорошков, исследованных методом КДС, приведены в табл. 1.

Таблица 1. Зернистость и зерновой состав шлифпорошков из природных и синтетических алмазов, исследованных методом КДС

Шлиф-порошок	Зернистость, мкм		Зерновой состав, %			
	по ситовой классификации	определенная методом КДС	П (<0,01%)	К (<15%)	О (>75%)	М (<2%)
С I	40/28	40/28	0	0	90,58	9,41
		40/28	0	0	90,58	9,41
П I	40/28	40/28	3,86	16,3	72,53	7,29
		40/28	3,86	16,3	72,53	7,29
С II	50/40	50/40	0	82,36	17,64	0
		63/50	0	37,8	62,18	0
П II	50/40	50/40	2,8	80	16,87	0
		80/63	0	14	69,1	16,8
С III	80/63	80/63	0,74	66,7	25,9	6,66
		100/80	0,74	17,86	60,7	20,7
П III	80/63	80/63	0	58,2	41,8	0
		100/80	0	13,5	68,8	17,7
С IV	125/100	125/100	0	0,45	92,6	6,95
		125/100	0	0,45	92,6	6,95
П IV	125/100	125/100	0	54,77	39,2	6,03
		160/100	0	0	93,97	6,03
С V	315/250	315/250	0	9,7	87,3	3
		315/250	0	9,7	87,3	3
П V	315/250	315/250	0	13,34	82,05	4,61
		315/250	0	13,34	82,05	4,61

Примечание. П, К, О, М – массовая доля фракций соответственно предельной, крупной, основной и мелкой. Выделены показатели, соответствующие требованиям ГОСТ 9206-80, предъявляемым к зерновому составу шлифпорошка определенной зернистости).

В настоящей работе установлены такие линейные размеры зерен алмазных порошков как длина, ширина и высота. Размеры зерен определялись по двум проекциям с помощью

растрового электронного микроскопа РЭМ XL-20 (Philips) в режиме вторичных электронов. Линейные размеры оценивали по трем взаимно перпендикулярным направлениям. За длину зерна принимали его наибольший размер, видимый на одном из двух проекций (рис. 2).

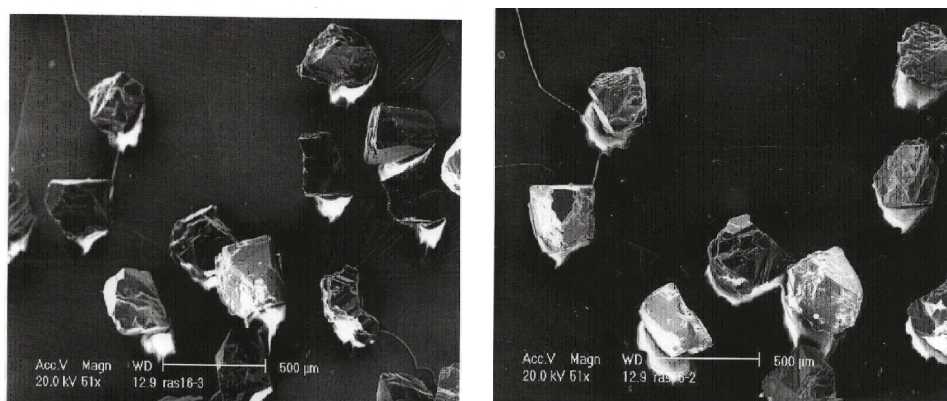


Рис. 2. РЭМ-фотографии шлифзерен зернистостью 315/250 природных алмазов в двух проекциях

Как известно, коэффициент формы зерна K_f зависит от трех линейных параметров зерна: видимых на одной проекции зерна длины a и ширины b , а также высоты h , определяемой на основании фактических размеров зерна и видимой на одной из двух проекций (рис. 2). Диапазон изменения K_f приведен в табл. 2.

Таблица 2. Зернистость стандартная и по КДС, границы изменения коэффициента формы зерна, изотермичность и наиболее близкая форма зерен шлифпорошков

Шлиф-порошок	Зернистость по ГОСТ	Зернистость по КДС	Границы изменения K_f	Изотермичность, %	Наиболее близкая форма зерен
С I	40/28	40/28	1,03-1,43	93,12	Изометричная: кубооктаэдр, сфероид, эллипсоид
П I	40/28	40/28	1,08-1,91	43	Изометричная: кубооктаэдр, куб, сфероид, эллипсоид; блочная
С II	50/40	63/50	1-1,67	57,62	Изометричная: эллипсоид, сфероид, кубооктаэдр
П II	50/40	80/63	1,23-2,45	26,3	Пластинчатая, игольчатая, изометричная: кубооктаэдр, куб
С III	80/63	100/80	1,1-2	52,14	Изометричная: эллипсоид, кубооктаэдр, сфероид; блочная
П III	80/63	100/80	1-2,1	41,81	Игольчатая, пластинчатая, изометричная: кубооктаэдр, эллипсоид
С IV	125/100	125/100	1,2-1,57	75,6	Изометричная: эллипсоид, сфероид, кубооктаэдр
П IV	125/100	160/100	1,1-2	49,3	Блочная, пластинчатая, изометричная: куб, кубооктаэдр
С V	315/250	315/250	1-1,47	74	Изометричная: эллипсоид, кубооктаэдр, октаэдр, сфероид
П V	315/250	315/250	1-2,35	39,5	Блочная, игольчатая, остроугольная, изометричная: кубооктаэдр

Примеры диаграмм размерного распределения алмазных зерен по размерам показаны на рис. 3.

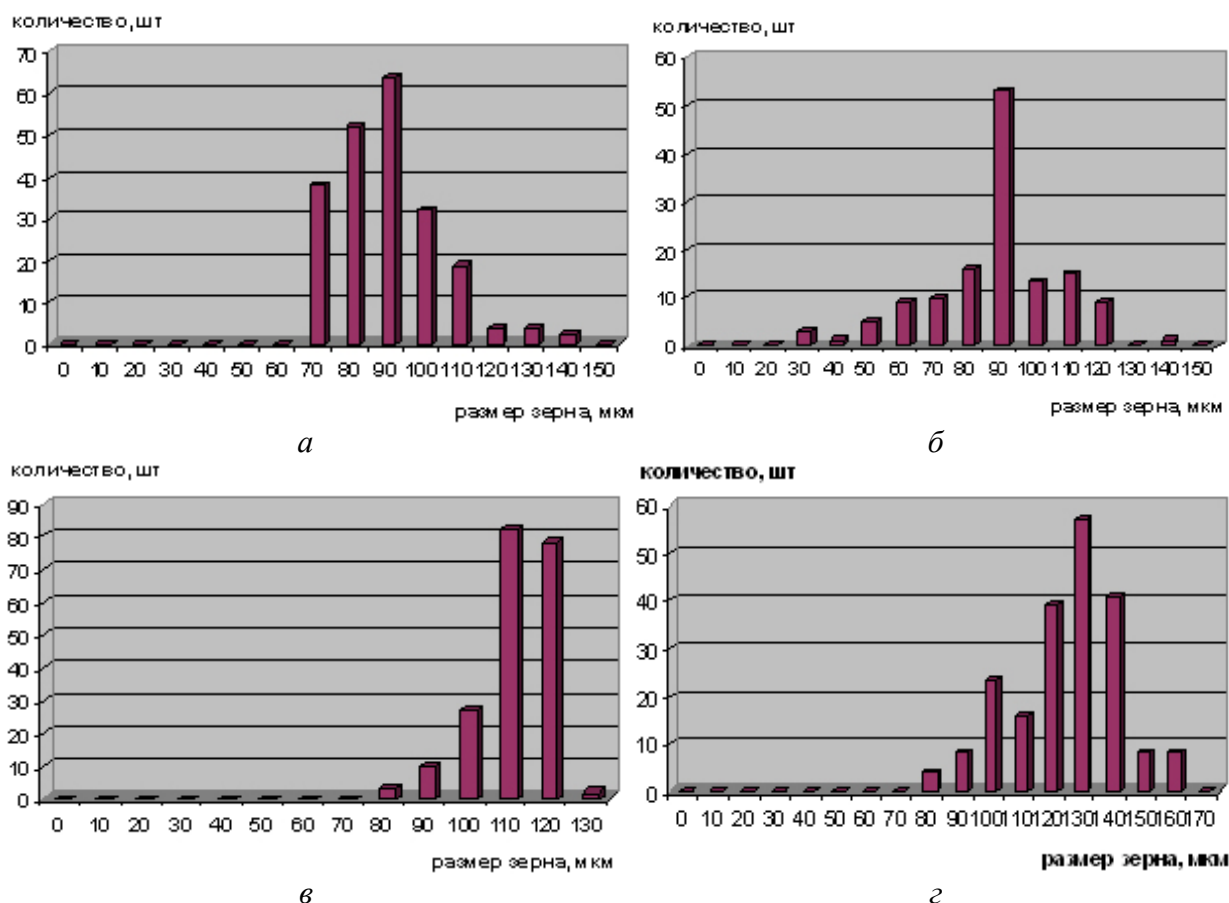


Рис. 3. Диаграммы распределения зерен шлифпорошков по размерам: а, в – из природных алмазов зернистостью 80/63 и 125/100; б, г – соответственно из синтетических алмазов зернистости 125/100

Выводы

Результаты исследований показали, что по зерновому составу из исследованных шлифпорошков требованиям ГОСТ 9206-80, предъявляемым к зерновому составу шлифпорошков в узком диапазоне зернистостей, удовлетворяют шлифпорошки из синтетических алмазов (С I, С IV, С V) и шлифпорошок из природных алмазов крупной зернистости (П V). Остальные относятся к шлифпорошкам, удовлетворяющим стандартным требованиям для широкого диапазона, что обусловлено неизометричностью их зерен и требует классификации с применением данных микроскопического анализа, особенно это касается шлифпорошков из природных алмазов.

Необходимо строго соблюдать технологию при изготовлении и классификации природных алмазных порошков, сертификации проб каждой партии порошков всех зернистостей и оценке качества порошков, применяемых для производства. Чем точнее произведена классификация алмазных порошков, следовательно, больше содержание одной основной фракции, тем активность порошков повышается, увеличивается производительность инструментов, изготовляемых из этих порошков, значительно уменьшается расход алмазного инструмента и увеличивается срок его службы.

Литература

1. Основы проектирования и технология изготовления абразивного и алмазного инструмента / Ю. М. Ковальчук, В. А. Букин, Б. А. Глаговский и др. – М.: Машиностроение, 1984. – 288 с.

- Новиков Н. В., Никитин Ю. И., Петасюк Г. А. Компьютерное диагностическое сито для идентификации зернистости и зернового состава микроскопических проб алмазных шлифпорошков // Сверхтвердые матер. – 2003. – № 3. – С. 71–83.
- Лавриненко В. И., Шепелев А. А., Петасюк Г. А. Модели формы зерен СТМ // Сверхтвердые материалы. – 1994. – № 5 – 6. – С. 18–21.

Поступила 31.05.10

УДК 621.921.34-492.2:536.421.5:539.89

К. А. Свирид¹; І. Б. Янчук², канд. фіз.-мат. наук; **Л. О. Романко¹**, канд. техн. наук;
В. С. Гаврилова¹; О. О. Бочечка¹, д-р техн. наук; **А. А. Кончіц²**, д-р фіз.-мат. наук;
А. В. Єфанов²

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

²Інститут фізики напівпровідників ім. В. Є. Лашкарьова НАН України, м. Київ

ЗМІНА НАПРУЖЕНОГО СТАНУ ЛЕГОВАНИХ БОРОМ АЛМАЗНИХ КРИСТАЛІВ ПРИ СПІКАННІ В АПАРАТІ ВИСОКОГО ТИСКУ

Microcrystalline structure and stress state of boron doped diamond micro crystals and pressure sintered polycrystalline compacts using Raman scattering spectroscopy were studied.

Вступ

Використання нетрадиційних розчинників вуглецю сприяє підвищенню ефективності синтезу та поліпшенню властивостей алмазу. У 1975 р. в Інституті надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України був розроблений спосіб синтезу алмазу з використанням сплаву MgZn як розчинника. За допомогою цього способу отримали кристали з напівпровідниковими властивостями. Таких властивостей монокристал алмазу набирає за рахунок бору, що міститься у графіті як неконтрольована домішка і при входженні в ґратку алмазу як домішка заміщення утворює електропровідні акцепторні центри в разі, якщо кількість атомів бору перевищує кількість атомів азоту у вузлах алмазної ґратки. За використання зазначеного способу синтезу це досягається за рахунок того, що Mg в умовах синтезу зв'язує азот (утворює нітрид магнію). Мета цієї роботи – встановити вплив бору при введенні його в ростову систему на мікроструктуру та рівень внутрішніх напружень алмазних кристалів і спечених з них полікристалів.

Методика дослідження

Синтез алмазів здійснювали в системі Mg–Zn–B–C за тиску близько 8 ГПа і температури близько 1700 °С в апараті високого тиску (АВТ) типу "тороїд" [1]. Шихта складалася з однорідної суміші порошку сплаву Mg–Zn–B і спектрально чистого графіту. Концентрація бору в шихті становила 0,33 ат.%. Термодинамічні параметри синтезу добирали так, щоб забезпечувалась максимальна швидкість утворення алмазу.

Продукт синтезу піддавали термохімічному обробленню з метою видалення металів та неалмазного вуглецю. Розмір частинок синтезованих алмазних порошоків становив 12–390 мкм.

Спінання алмазного мікропорошку здійснювали в тому самому АВТ за тиску 7,7 ГПа та температури 1300–1900 °С упродовж 20 с. Параметри спінання відповідають термодинамічній області стабільності алмазу. Спечені полікристали мали форму дисків діаметром 8 мм та товщиною 2 мм. Густина спечених полікристалів визначали гідростатичним зважуванням у дистильованій воді.

Поверхня полікристалів утворена з алмазних зерен, розміри яких приблизно збігаються з розмірами вихідних монокристалів алмазу.