

2. Влияние модифицирования поверхности нанодисперсных алмазов на их термостойкость / Г. П. Богатырева, М. А. Маринич, В. Я. Забуга и др. // Сверхтвёрдые материалы. – 2008. – № 5. – С. 26–32.
3. Долматов В. Ю., Юрьев Г. С., Мюллюмаки В., Королев К. М. Почему детонационные наноалмазы маленькие // Сверхтвёрдые материалы. – 2013. – № . – С. 21–28.
4. Алексенский А. Е., Байдакова М. В., Вуль А. Я., Сиклицкий В. И. Структура алмазного нанокластера // Физика твердого тела. – 1999. – 41. – № 4. – С. 740–743.
5. Пат. 2109683 РФ МПК C01B 31/06. Способ выделения синтетических ультрадисперсных алмазов / В. Ю. Долматов, В. Г. Сущев, В. А. Марчуков. – Опубл. 27.04.98, Бюл. № 12.

Поступила 03.07.14

УДК 621.921.34 : 666.232

Н. А. Олейник, Г. Д. Ильницкая, кандидаты технических наук¹; **О. Н. Сизоненко**, д-р техн. наук²; **Г. А. Петасюк**, канд. техн. наук, **М. А. Маринич**, канд. хим. наук; **Г.А. Базалий, В.С. Шамраева¹, Н.С. Присташ²**

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

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

ПОЛУЧЕНИЕ МИКРОПОРОШКОВ АЛМАЗА ПОВЫШЕННОЙ АБРАЗИВНОЙ СПОСОБНОСТИ

Приведены результаты исследования влияния различных видов обработки микропорошка синтетического алмаза на его адсорбционно-структурные и морфометрические характеристики, содержание включений и примесей, магнитные, электрофизические свойства, абразивную способность, стойкость к окислению кислородом воздуха. Показано, что способы обработки, направленные на формирование характеристик порошка, в большей мере оказывают влияние на повышение абразивной способности и однородности по размерам, чем способы сортировки.

Ключевые слова: микропорошки синтетического алмаза, импульсная обработка высоковольтными электрическими разрядами, адсорбционно-структурные и морфометрические характеристики, магнитные, электрофизические свойства, абразивная способность, стойкость к окислению.

Введение

Микропорошки синтетических алмазов применяют для изготовления паст и суспензий, инструмента на металлических и органических связках. Качество микропорошков характеризуется абразивной способностью, содержанием основной фракции, массовой долей примесей. Применение методов сортировки и выделение фракций с более высоким содержанием основной фракции и абразивной способностью способствует повышению качества микропорошков [1; 2].

Известно, что способы, формирующие физико-химические и физико-механические характеристики порошка, могут влиять на однородность и абразивную способность порошка [3–5]. Однако в литературных источниках не приводится обобщенный анализ результатов

исследования влияния различных видов обработки на абразивную способность и однородность микропорошков.

В ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины и ИИПТ НАН Украины накоплен экспериментальный материал по применению различных способов обработки для придания микропорошкам заданных характеристик: минимального количества примесей, формы, приближающейся к сферической, однородности по размерам – высокого содержания основной фракции каждой зернистости, высокой абразивной способности и стойкости к окислению кислородом воздуха.

Цель настоящей работы – сопоставительный анализ характеристик алмазных микропорошков, полученных в результате обработок, повышающих однородность по размерам и абразивную способность порошка.

Методика исследования

Исследовали образцы микропорошков марки АСМ зернистостью 14/10, 20/14, 40/28, подготовленные по схеме, приведенной на рис. 1.

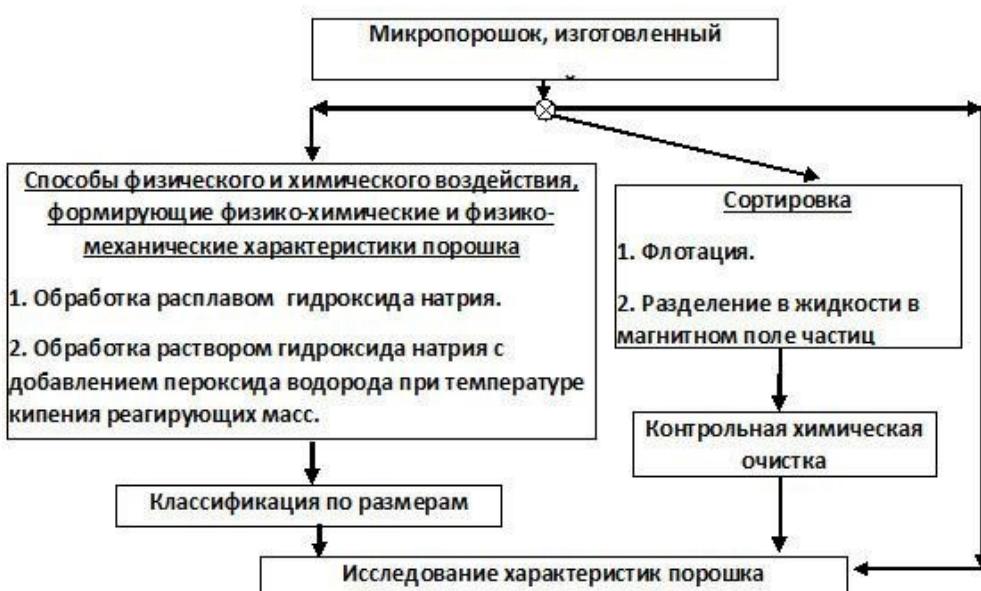


Рис. 1. Схема подготовки образцов и проведения исследований

Изготавливали исследуемые образцы алмазных микропорошков следующими способами:

1 – химической обработкой (овализацией, выполняемой обработкой в расплаве гидроксида натрия в течение 7 ч. или раствором гидроксида натрия с добавлением пероксида водорода при температуре кипения реагирующих масс);

2 – электрохимической обработкой;

3 – обработкой высоковольтными электрическими разрядами (ВЭР) в жидкости, химической очисткой;

4 – флотационным разделением (в гравитационном поле);

5 – разделением зерен порошка с катионами железа на поверхности в магнитном поле (АМ разделением).

Характеристики микропорошков после различных видов обработки сравнивали с характеристиками, полученными в результате изучения порошков, изготовленных по традиционной технологии, включающей механическое измельчение, химическую очистку,

классификацию по размерам [1]. Исследовали образцы, полученные из различных партий микропорошков. Обязательное условие состояло в параллельном исследовании исходных образцов и образцов после обработки или сортировки.

Образцы микропорошков исследовали комплексом известных экспериментальных методов. Топографию поверхности – методами сканирующей микроскопии. Морфометрические характеристики порошка определяли с помощью прибора DiaInspect.OSM фирмы Vollstaedt Diamant GmbH по методикам, приведенным в [6]. Абразивную способность порошка (A), содержание основной фракции ($\alpha, \%$), массовую долю примесей (н.о., %), удельную магнитную восприимчивость ($\chi \cdot 10^{-8}, \text{м}^3/\text{кг}$), удельное электросопротивление ($\rho, \text{Ом}\cdot\text{м}$), удельную площадь поверхности ($S_{\text{БЭТ}}, \text{м}^2/\text{г}$), энергию адсорбции ($A_n, \text{Дж}/\text{м}^2$) и удельный объем пор ($V \cdot 10^{-3}, \text{см}^3/\text{г}$) – по методикам, приведенным в [3; 7; 8]. Адсорбционно-структурные характеристики – путем анализа изотерм низкотемпературной адсорбции азота с использованием газоадсорбционного анализатора NOVA 2200 «Quantachrome» (США).

Стойкость порошков к окислению кислородом воздуха определяли в неизотермических условиях методом ДТА с использованием дериватографа Q-1500 в воздушной среде в температурном интервале 20–1000 °C; скорость нагревания составляла 10 °C/мин.

Результаты исследования и их обсуждение

Результаты исследования топографии поверхности показаны на рис. 2 на примере порошков ACM зернистостью 20/14.

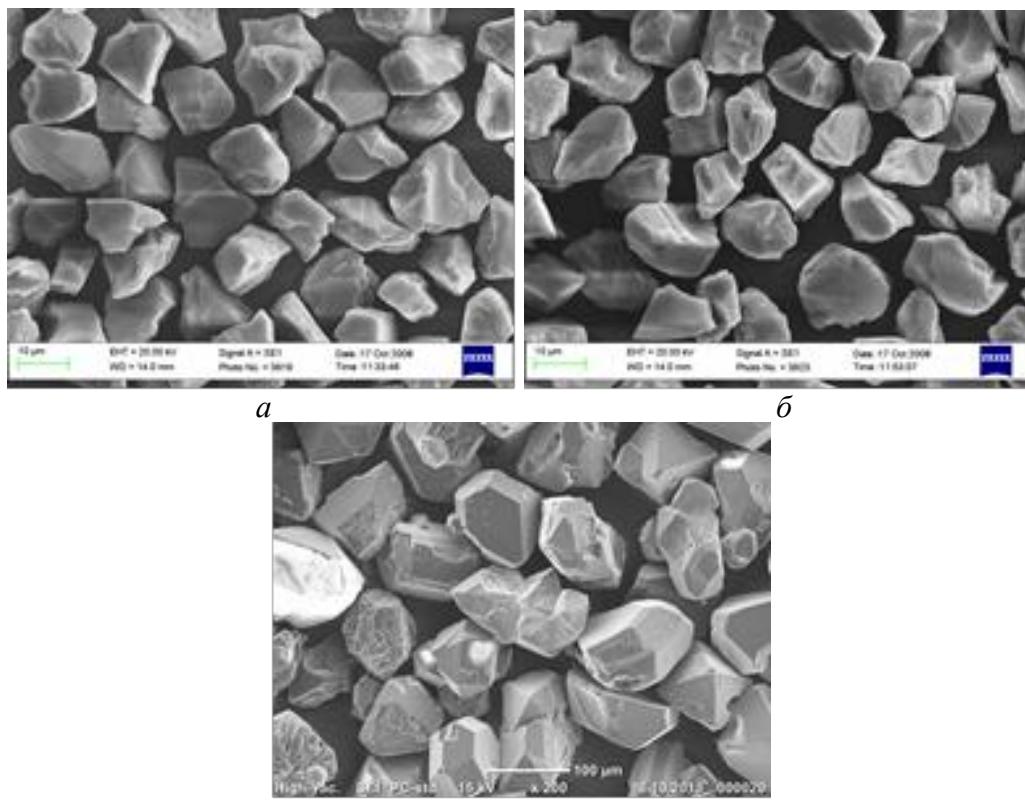


Рис. 2. Поверхности зерен порошка ACM 20/14, изготовленного по традиционной технологии (а), после обработки расплавом (б), после ВЭР обработки (в)

Порошок, изготовленный по традиционной технологии, содержит друзы. Поверхность кристаллов гладкая с содержанием лишь аксессорий роста. Вершины ребер кристаллов порошка, изготовленного с применением сплавления, немного овализированы. На

поверхности кристаллов, изготовленных с применением ВЭР обработки, видны результаты разрушения зерен, новые кромки, шероховатости. Результаты исследования порошков, полученных с применением обработки расплавом и термохимической обработки гидроксидом натрия с добавлением пероксида водорода, полностью совпадали. В связи с этим далее приведем результаты, исследования порошков, обработанных расплавом.

Результаты определения характеристик алмазных микропорошков, приобретенных в результате обработок, формирующих физико-механические, адсорбционно-структурные и морфометрические характеристики всей массы порошка, приведены в табл. 1.

Таблица 1. Характеристики микропорошков ACM 20/14 и ACM 14/10, полученных различными способами

Характеристика	Значение для микропорошков				
	ACM 20/14		ACM 14/10		
	Традиционная технология	Обработка расплавом	ВЭР обработка	Традиционная технология	Электрохимическая обработка
Физико-механические характеристики					
Массовая доля примесей (нестгораемый остаток), %	0,57	0,035	0,20	0,43	0,06
Удельная магнитная восприимчивость $\chi \cdot 10^{-8}$, м ³ /кг	5,7	0,24	2,0	4,5	1,3
Удельное электросопротивление, Ом·м	$8,0 \cdot 10^{10}$	$6,0 \cdot 10^{12}$	$2,5 \cdot 10^{11}$	$2,8 \cdot 10^{10}$	$7,5 \cdot 10^{11}$
Абрзивная способность, у.е.	4,2	5,5	5,5	3,8	5,0
Содержание основной фракции, %	68,5	80,1	80,1	67,0	78,4
Адсорбционно-структурные характеристики					
Удельная площадь поверхности $S_{БЭТ}$, м ² /г	1,74	1,215	1,83	1,86	1,265
Энергия адсорбции, кДж/моль	3,7	7,7	3,8	5,0	7,6
Удельный объем пор $V \cdot 10^{-3}$, см ³ /г	2,3	1,9	5,75	2,4	2,0
Средний радиус пор, нм	4,67	5,48	11,45	4,3	5,2
Морфометрические характеристики					
Компактность C_r	Среднее	1,3067	1,2819	1,3560	1,4475
	Стабильность	0,38992	0,64509	0,25698	0,34167
	Однородность	0,5642	0,6508	0,4651	0,3057
Шероховатость R_g	Среднее	1,0522	1,0541	1,0653	1,0500
	Стабильность	0,75760	0,91112	0,75234	0,84425
	Однородность	0,7296	0,7589	0,6786	0,8067
Количество режущих кромок n	9	10	10	9	10
Угол заострения φ	104,25	108,10	102,53	103,46	106,07

Форма зерен, описываемая компактностью после всех видов обработки, не различалась. Наиболее округлой формы достигали после обработки расплавом. Шероховатость поверхности была максимальной после ВЭР обработки.

Рассмотренные в настоящем исследовании виды обработки способствуют повышению абразивной способности и однородности порошка.

После обработки в расплаве гидроксида натрия порош очистился максимально: уменьшилось содержание примесей, что подтвердили снижение удельной магнитной восприимчивости и содержание несгораемого остатка, а также повышение удельного электросопротивления.

Условия получения порошка влияют на состояние поверхности, что приводит к изменению изотерм низкотемпературной адсорбции азота и адсорбционно-структурных характеристик порошка. Полученные изотермы относятся к IV типу классификации изотерм и промежуточному между типом H3 и H4 классификации петель гистерезиса, что характеризует порошки как мезопористые тела. Все виды обработки способствуют развитию пористой структуры, увеличению среднего радиуса пор. После обработки расплавом уменьшилась удельная площадь поверхности порошка. В результате ВЭР обработки увеличилась удельная площадь поверхности и активировалась поверхность, что повлияло на стойкость микропорошков к окислению. Стойкость к окислению кислородом воздуха (температура начала окисления и его скорость) обработанного расплавом порошка близка к стойкости исходного порошка. Стойкость к окислению микропорошка после ВЭР обработки выше. Температура начала окисления на 80 °C превышала температуру начала окисления исходного порошка.

Результаты исследования влияния способов сортировки, выполняемых в различных силовых полях, на характеристики микропорошков приведены в табл. 2, 3.

Таблица 2. Характеристики микропорошков ACM 40/28, исходного и изготовленных с применением флотации

Характеристика	Значение для микропорошка ACM 40/28		
	Исходный порошок	Пенный продукт	Камерный продукт
Физико-механические характеристики			
Массовая доля примесей (несгораемый остаток), %	0,60	0,45	0,55
Удельная магнитная восприимчивость $\chi \cdot 10^{-8}$, м ³ /кг	2,1	1,0	1,1
Удельное электросопротивление, Ом·м	$5,3 \cdot 10^{11}$	$3,9 \cdot 10^{12}$	$6,4 \cdot 10^9$
Содержание зерен в основной фракции, %	68,5	75,35	70
Абразивная способность, у.е.	5,15	5,98	5,49
Адсорбционно-структурные характеристики			
Удельная площадь поверхности, $S_{БЭТ.}$, м ² /г	0,196	0,170	0,265
Адсорбционный потенциал, Дж/г	37,3	27,5	48,5
Удельный объем пор, $V \cdot 10^{-3}$, см ³ /г	0,50	0,41	0,73
Средний радиус пор, нм	4,0	3,9	4,2
Морфометрические характеристики			
Компактность C_r ,	Среднее	1,3329	1,3339
	Стабильность	0,4281	0,5620
	Однородность	0,6497	0,5875
Шероховатость R_g	Среднее	1,0604	1,0574
	Стабильность	0,8520	0,8420
	Однородность	0,7130	0,7610

Таблица 3. Характеристики исходного микропорошка АСМ 20/14 и продуктов его разделения в магнитном поле

Характеристика	Значение для микропорошка АСМ 20/14				
	Исходный порошок	AM разделение			
		Номер продукта			
		1	2	3	4
Выход, %	100,0	17,6	24,7	33,1	24,6
Удельная магнитная восприимчивость $\chi \cdot 10^{-8}$, м ³ /кг	9,3	3,7	5,7	9,5	16,7
Массовая доля примесей (несгораемый остаток), %	0,57	0,30	0,37	0,56	0,60
Коэффициент поверхностной активности	1,35	1,20	1,29	1,42	1,42
Аbrasивная способность, мг/г	4,84	5,12	5,05	4,75	4,55
Содержание основной фракции, %	68,5	70	68	65	63

Флотационное разделение происходит под действием силы гравитации. При разделении кристаллов используется различие характеристик их поверхности. Применение этого метода для алмазного порошка марки АСМ зернистостью 40/28 позволило выделить 72,5% массы в пенный продукт, 27,5% – в камерный продукт.

Как видно из данных табл. 2, в результате сортировки методом флотации, повысилась однородность порошка по размерным характеристикам и абразивная способность. Следует отметить, что наибольшую однородность и абразивную способность имел порошок, изготовленный из пенного продукта.

Разделение кристаллов в магнитном поле происходит под действием силы магнитного поля и гравитации. При АМ разделении кристаллов используется различие их магнитных характеристик и характеристик поверхности. Характеристики порошков, изготовленных из продуктов разделения, приведены в табл. 3.

Проанализировав характеристики четырех фракций микропорошка, различающихся удельной магнитной восприимчивостью, содержанием основной фракции и абразивной способностью, и сравнив их с характеристиками исходного порошка, пришли к выводу, что АМ разделение способствует существенному повышению качества отдельных фракций микропорошка (табл. 3).

Для сопоставительного анализа влияния способов воздействия на характеристики алмазных микропорошков результаты были обобщены и приведены в относительных величинах по сравнению с характеристиками исходного порошка (таблица 4).

Как следует из данных табл. 4, способы обработки микропорошков алмаза, направленные на формирование их физико-химических и физико-механических характеристик, в большей степени способствуют повышению абразивной способности (на 31–36%) и однородности по размерам зерен порошка (содержание основной фракции увеличивается на 17%), чем способы сортировки. Эти способы обеспечивают повышение абразивной способности порошка отдельных фракций на 6–16% и однородности по размерам зерен порошка на 4–10%.

Таблица 4. Обобщенные результаты исследования порошков, изготовленных с помощью различных видов обработки

Способ обработки	Абразивная способность, у.е.	Содержание зерен в основной фракции зернистости, у.е.
Традиционная технология	1,00	1,00
Обработка расплавом или обработка раствором гидроксида натрия с добавлением пероксида водорода	1,32	1,17
Электрохимическая обработка	1,31	1,17
ВЭР обработка	1,36	1,17
Флотация	1,16	1,10
Сортировка в магнитном поле частиц с закрепленными на их поверхности катионами железа	1,06	1,04

Выводы

Полученные результаты исследования убедительно демонстрируют, что для направленного формирования характеристик порошка можно использовать исследованные в настоящей работе способы обработки и методы сортировки. При этом способы обработки микропорошков алмаза, направленные на формирование их физико-химических и физико-механических характеристик, в большей мере оказывают влияние на повышение абразивной способности и однородности по размерным характеристикам, чем способы сортировки.

Таким образом, проведенный анализ может быть полезен для выбора доступного метода получения микропорошков с повышенной абразивной способностью и однородностью по размерным характеристикам для эффективного применения в различных областях.

Наведено результати дослідження впливу різних видів оброблення мікропорошику синтетичного алмазу на його адсорбційно-структурні та морфометричні характеристики, вміст включень і домішок, магнітні, електрофізичні властивості, абразивну здатність, стійкість до окислення киснем повітря. Показано, що способи оброблення, спрямовані на формування характеристик порошику, в більшій мірі сприяють підвищенню абразивної здатності та однорідності за розмірами, ніж способи сортування.

Ключові слова: мікропорошки синтетичного алмазу, імпульсна обробка високовольтними електричними розрядами, адсорбційно-структурні та морфометричні характеристики, магнітні, електрофізичні властивості, абразивна здатність, стійкість до окислення.

The results of study of the effect of different treatments to the adsorption-structural characteristics, magnetic properties, abrasive capacity, morphometric characteristics, resistance to air oxidation for micropowders of synthetic diamond are presented. The methods of treatment aiming at forming characteristics of the entire powder, to a greater extent affect the ability to increase the abrasive size and uniformity than sorting methods has been demonstrated.

Key words: micropowders of synthetic diamond, pulse treatment of high voltage electrical discharges, adsorption-structural characteristics, magnetic properties, morphometric characteristics, resistance to air oxidation, abrasive capacity.

Литература

1. Никитин Ю. И. Технология изготовления и контроль качества алмазных микропорошков. – К.: Наук. думка, 1984. – 264 с.
2. К вопросу однородности алмазных микропорошков по морфометрическим характеристикам / Г.П. Богатырева, Г.А. Петасюк, Г.А. Базалий, В.С. Шамраева // Сверхтв. матер. – 2009. – № 2. – С. 71–81.
3. Порошки и пасты из синтетических алмазов / Ю. И. Никитин, С. М. Уман, Л. В. Коберниченко, Л. М. Мартынова – К.: Наук. думка, 1992. – 284 с.
4. Овализация микропорошков синтетических алмазов химическим методом / Г. П. Богатырева, Н. А. Олейник, Г. Д. Ильницкая и др. // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: сб. науч. тр. ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины; редкол. Н.В. Новиков (глав. ред.) и др. – К.: Логос, 2010. – С. 41–47.
5. Влияние высоковольтных импульсных разрядов на морфометрические характеристики алмазных микропорошков / О. Н. Сизоненко, А. Л. Майстренко, Н. А. Олейник и др. // Вісн. укр. матеріалознавч. т-ва: наук.-техн. журн. – 2010. – Вип. 3. – С. 23–32.
6. Компьютерно-аналитические методы диагностики эксплуатационных характеристик алмазных порошков и композиционных материалов на их основе / М .Н. Сафонова, Г. А. Петасюк, А .С. Сыромятникова; отв. ред. М.П. Лебедев; Мин-во образования и науки РФ, Северо-Восточный федеральный ун-т им. М.К. Аммосова. – Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2013. – 222 с.
7. Методические рекомендации по изучению физико-химических свойств сверхтвердых материалов / под ред. Г. П. Богатырева. – К.: ИСМ АН УССР, 1992. – 40 с.
8. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. Введ. 01.01.96. – К.: Госстандарт Украины, 1995. – 72 с.

Поступила 06.06.14

УДК 621.762.922.02

**Т. М. Дуда, Г. Д. Ильницкая, Л. А. Романко, О. О. Пасечный, В. В. Смоквина,
А. А. Девицкий, кандидаты технических наук, В. Н. Ткач, д-р физ.-мат. наук,
В. И. Лавриненко, д-р техн. наук, И.Н.Зайцева, Т.А. Косенчук¹,
С.В. Гайдай, канд. хим. наук, А.Н. Шеханин²**

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

²Киевский национальный университет имени Тараса Шевченко, Украина

СВОЙСТВА АЛМАЗОВ, МЕТАЛЛИЗИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЯМИ

Приведены результаты получения композиционных покрытий на порошках алмаза марки АСб зернистостью 125/100 на базе единичных покрытий из Ni и Cu. Исследована структура поверхности металлизированных композиционных покрытий Ni-Al и Cu-Al и показано, что структура зависит от природы подслоиного покрытия и температуры спекания.

Ключевые слова: композиционные покрытия, металлизация поверхности порошков алмаза, структура, термоокисление, графитизация поверхности.

Введение

Порошки синтетического алмаза в машиностроении широко применяют для обработки поверхности твердого сплава, керамики, стекла и других труднообрабатываемых