

УДК 621.921.343

Н. В. Новиков, акад. НАН Украины, **Г. П. Богатырева**, д-р техн. наук, **Г. Д. Ильницкая**,
А. М. Исонкин, кандидаты технических наук, **В. Н. Ткач**, д-р физ.-мат. наук,
И. Н. Зайцева, **Е. А. Барановская**

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

ИССЛЕДОВАНИЕ ГАЗОФАЗНОГО ОКИСЛЕНИЯ ШЛИФПОРОШКОВ АЛМАЗА, ВЫРАЩЕННЫХ В РАЗЛИЧНЫХ РОСТОВЫХ СИСТЕМАХ

Приведены результаты исследования влияния газофазного окисления шлифпорошков алмаза, синтезированных в системах Ni–Mn–C и Fe–Co–C. Показано, что скорость окисления зерен алмазов на воздухе зависит от дефектности их поверхности природы и количества включений. Установлено, что для алмазов, синтезированных в обеих ростовых системах, с повышением концентрации металлических включений в них скорость окисления повышается.

Ключевые слова: алмаз, газофазное окисление, скорость окисления, дефектность поверхности, металлические включения.

На современном этапе развития прогрессивных технологий с использованием алмазного инструмента требуется применение в нем алмазных порошков высокого качества с контролируемой прочностью и термостойкостью [1; 2].

Как правило, термостойкость порошков сверхтвердых материалов, в том числе синтетического алмаза, определяется способностью зерен этих порошков сохранять прочностные характеристики в результате термической обработки при определенной температуре.

При нагревании синтетических алмазов до температуры 900 оС и выше большое количество их зерен разрушается. Разрушение алмазов на стадии изготовления инструмента существенно снижает технико-экономическую эффективность его использования. Для повышения эффективности использования алмазного инструмента необходимо использовать термически прочные зерна алмазных шлифпорошков. Термическая прочность зерен алмазов, которую не следует отождествлять с понятием «термостойкость» (теплостойкость), тесно связана с графитизацией и окислением, т. е. процессами, протекающими на поверхности зерен алмазных шлифпорошков при нагревании [3–5].

Цель настоящей работы – исследовать кинетику процесса окисления алмазов зернистостью 400/315, синтезированных в разных ростовых системах, в воздушной среде и среде аргона при температурных режимах изготовления алмазного инструмента и оценить их термостойкость.

Для исследования выбрали алмазные шлифпорошки зернистостью 400/315, синтезированные в двух ростовых системах: Ni–Mn–C и Fe–Co–C.

Перед процессом окисления шлифпорошки алмаза разделили в магнитном поле на группы порошков, различающиеся удельной магнитной восприимчивостью (χ , м³/кг) и соответственно содержанием в них внутрикристаллических металлических включений [6].

Окисляли алмазные порошки кислородом воздуха и в атмосфере аргона при температуре 850 °С в течение 10 мин, потери массы определяли гравиметрическим методом. Для оценивания механизма окисления проводили дериватографические исследование окисления алмазов. Скорость окисления алмаза оценивали по уменьшению массы в единицу времени.

Общее содержание примесей и включений и их элементный состав в порошках алмаза измеряли рентгенофлуоресцентным интегральным анализом с помощью растрового электронного микроскопа «BS-340» и энергодисперсного анализатора рентгеновских

спектров «Link-860». Для определения элементного состава примесей и включений применяли переработанную программу количественного анализа ZAF-4FLS, разработанную фирмой «Link» (Англия).

Прочностные характеристики алмазных шлифпорошков определяли по изменению статической нагрузки при сжатии (P , Н) [7], дефектность поверхности зерен алмазных шлифпорошков – по коэффициенту поверхностной активности (K_a , %) [8; 9]. Эксплуатационные характеристики бурового инструмента в лабораторных испытаниях определяли по разработанным критериям оценки при бурении горных пород [10].

После разделения в магнитном поле разной напряженности получили алмазные шлифпорошки зернистости 400/315, различающиеся удельной магнитной восприимчивостью. Из этих порошков изготовили образцы (1–3) для каждой ростовой системы определили прочность полученных образцов в виде статической нагрузки при сжатии (P , Н) и оценили коэффициент поверхностной активности K_a . Затем образцы алмазных шлифпорошков обеих ростовых систем (Ni–Mn–C и Fe–Co–C) подвергали термоокислению при температуре 850 °С в воздушной среде и инертной среде аргона. Скорость окисления определили по уменьшению массы образцов в единицу времени (V , г/с). Результаты исследований приведены в табл. 1.

Таблица 1. Результаты исследований шлифпорошков алмаза, синтезированных в системах Ni–Mn–C и Fe–Co–C

Номер образца	χ , 10^{-8} м ³ /кг	K_a , %	P , Н	V , г/с	
				на воздухе	в аргоне
Система Ni–Mn–C					
1	0,8	0,13	218,5	15,0	2,8
2	8,0	0,64	130,0	22,3	3,3
3	24,2	1,04	33,8	28,1	3,9
Система Fe–Co–C					
1	39,5	0,05	230,0	4,4	1,8
2	61,2	0,10	179,0	8,0	2,3
3	89,6	0,15	140,0	10,0	2,7

Из данных табл. 1 следует, что скорость окисления алмазных шлифпорошков, синтезированных в системе Ni–Mn–C значительно превышает скорость окисления алмазных шлифпорошков, синтезированных в системе Fe–Co–C для всех трех образцов, различающихся удельной магнитной восприимчивостью, прочностью и степенью дефектности поверхности зерен. При этом скорость окисления образцов в каждой системе значительно выше при окислении на воздухе, чем в инертной среде.

Зависимости скорости окисления алмазных шлифпорошков образцов 1, синтезированных в системах Ni–Mn–C (а) и Fe–Co–C (б) от газовой среды окисления (1 – воздушная среда, 2 – инертная (аргон)) показаны на рис. 1. Из рис. 1 следует, что скорость окисления зерен алмазов, синтезированных в системе Ni–Mn–C в 3 раза превышает скорость окисления алмазов, синтезированных на основе системы Fe–Co–C. Масса алмазов в образцах, обработанных в аргоне, уменьшалась незначительно.

Результаты анализа данных табл. 1 свидетельствуют о том, что скорость окисления зерен алмазов как на воздухе, так и в инертной среде аргона зависит от прочности – основного показателя качества алмазных шлифпорошков. Зависимости прочности при статической разрушающей нагрузке алмазных шлифпорошков, синтезированных в системах Ni–Mn–C (кривая 1) и Fe–Co–C (кривая 2), от скорости окисления алмазов в воздушной среде показаны на рис. 2.

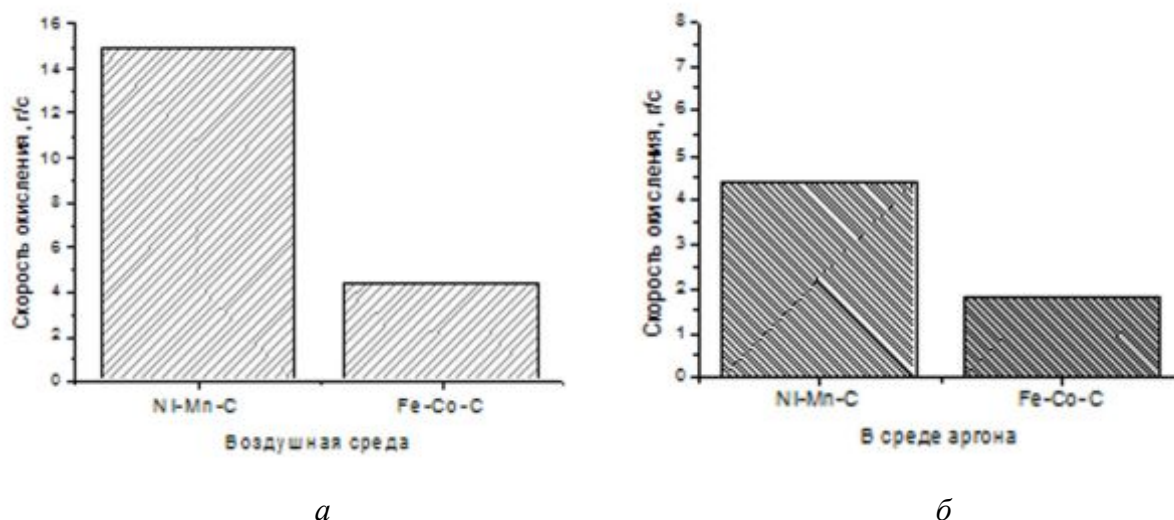


Рис.1. Скорость окисления алмазных шлифпорошков, синтезированных в системе Ni-Mn-C (а) и Fe-Co-C (б) в зависимости от газовой среды окисления

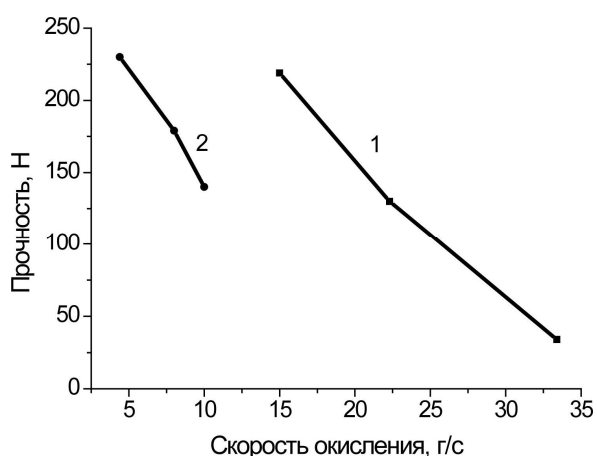


Рис.2. Зависимость прочности алмазных шлифпорошков, синтезированных в системе Ni-Mn-C (1) и Fe-Co-C (2) от скорости окисления в воздушной среде

Как видно из рис. 2, прочность шлифпорошков, синтезированных в системах Ni-Mn-C (кривая 1) и Fe-Co-C (кривая 2), снижается с повышением скорости окисления. При этом скорость окисления алмазных шлифпорошков, полученных в системе Ni-Mn-C, выше, что способствует большему снижению прочности.

Зависимости степени дефектности поверхности алмазных шлифпорошков, синтезированных в системах Ni-Mn-C (кривая 1) и Fe-Co-C (кривая 2), от их скорости окисления в воздушной среде, показаны на рис. 3. С повышением степени дефектности поверхности алмазных шлифпорошков, синтезированных в системах Ni-Mn-C (кривая 1) и Fe-Co-C (кривая 2), скорость их

окисления в воздушной среде повышается.

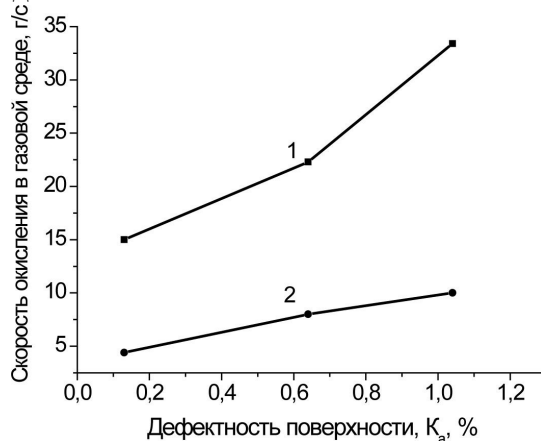


Рис.3. Зависимость скорости окисления в воздушной среде алмазных шлифпорошков синтезированных в системе Ni-Mn-C (1) и Fe-Co-C (2) от степени дефектности поверхности зерен

Зависимости скорости окисления алмазных шлифпорошков, синтезированных в ростовых системах Ni–Mn–C (а) и Fe–Co–C (б), от содержания в них металлических примесей и включений, показаны на рис. 4.

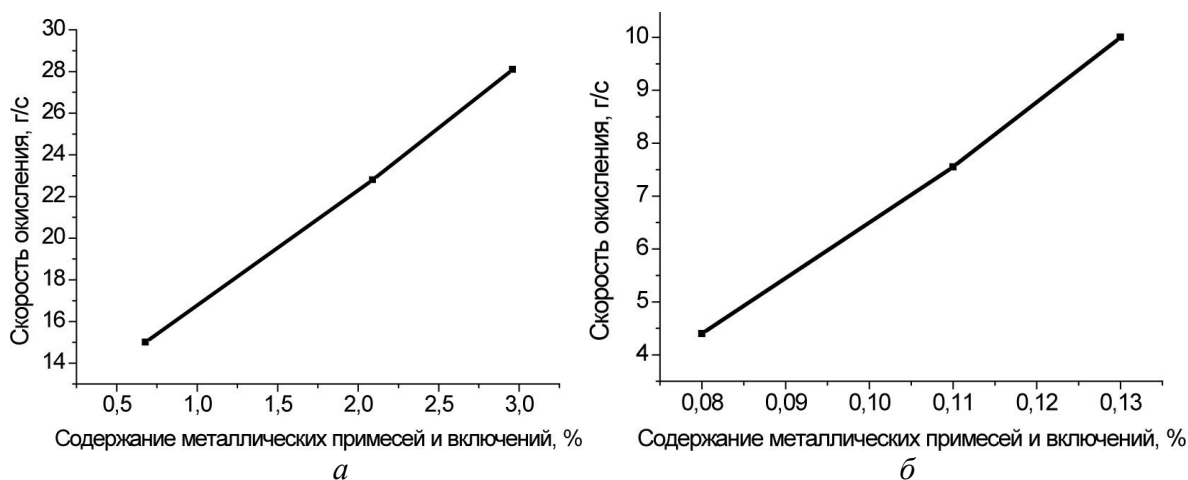


Рис.4. Зависимость скорости окисления алмазных шлифпорошков от содержания в них металлических примесей и включений: синтезированных в системе Ni–Mn–C (а); синтезированных в системе Fe–Co–C (б)

Как следует из рис. 4, с повышением содержания металлических примесей в алмазных порошках скорость их окисления повышается.

Значения температур начала появления эндо- и экзоэффектов окисления алмазов, синтезированных в системах Ni–Mn–C и Fe–Co–C, приведены в табл. 2.

Таблица 2. Результаты дериватографических исследований для алмазных шлифпорошков, синтезированных в системах Ni–Mn–C и Fe–Co–C

Система	Номер образца	Температура, °С		
		начала окисления	появления эндоэффектов	появления экзоэффектов
Ni–Mn–C	1	650	650	1070
	2	650	650	1060
	3	650	650	1050
Fe–Co–C	1	878	878	1000
	2	924	924	1057
	3	874	894	994

Из данных табл. 2 следует, что значения температуры начала окисления и появления эндоэффекта совпадают. Это свидетельствует о том, что эндоэффект связан с затратой энергии на сложный процесс начала окисления, включающий адсорбцию кислорода, графитизацию, образование монооксида углерода и его десорбцию с поверхности. Экзоэффекты, по-видимому, связаны с образованием двуоксида углерода.

Как следует из приведенных данных, термостойкость к окислению на воздухе и прочность алмазных порошков зависят от концентрации в них металлических примесей. Чем больше металлических примесей содержится в алмазных порошках, тем ниже их термостойкость к окислению и прочность. В этой связи разработали специальную термохимическую обработку алмазных порошков, позволяющую существенно снизить

концентрацию металлических примесей. Это позволило значительно повысить их стойкость к окислению в газовой среде и улучшить эксплуатационные характеристики инструмента.

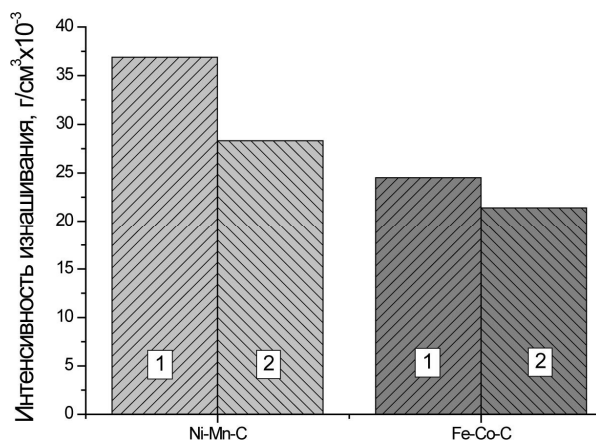


Рис. 5. Износостойкость образцов, оснащенных алмазами, синтезированными в разных ростовых системах, изготовленных: 1 – в воздушной среде; 2 – в среде аргона

Для предварительной оценки влияния термоокисления алмазов на работоспособность бурового инструмента исследовали интенсивность изнашивания изготовленных образцов матричных композиций на основе шихты ВК6, пропитанной медью марки М1, оснащенных шлифпорошками алмазов и синтезированных в ростовых системах Ni-Mn-C и Fe-Co-C.

Исследовали износостойкость на стенде ШПС-350 в процессе разрушения исследуемых образцов торезского песчаника при частоте вращения 300 мин-1 и удельной нагрузке 1 МПа. В качестве промывочной жидкости для удаления шлама разрушенной породы использовали техническую воду. Интенсивность изнашивания образцов оценивали как отношение массы износа

образцов к объему разрушенной горной породы. Результаты испытаний показаны на рис. 5.

Как следует из рис. 5, интенсивность изнашивания образцов матричной композиции с применением алмазов, синтезированных в системе Ni-Mn-C, в 1,46 раза превышает интенсивность изнашивания образцов, изготовленных с использованием алмазов, синтезированных в системе Fe-Co-C. При этом интенсивность изнашивания образцов обеих систем с более низкой скоростью окисления в инертной среде ниже.

Выводы

1. Установлено, что скорость окисления алмазов, синтезированных в системе Fe-Co-C, существенно ниже скорости окисления алмазов, синтезированных в системе Ni-Mn-C.

2. Для зерен алмазов, синтезированных в обеих ростовых системах, с повышением концентрации металлических включений и дефектности поверхности скорость окисления также повышается.

3. Эффект термоокисления алмазов способствует повышению интенсивности изнашивания породоразрушающих элементов алмазного бурового инструмента.

Наведено результати дослідження впливу газофазного окислення шліфпорошків алмазу, синтезованих у системах Ni-Mn-C і Fe-Co-C. Показано, що швидкість окислення зерен алмазів на повітрі залежить від дефектності їх поверхні, природи та кількості включень. Встановлено, що для алмазів, синтезованих в обох ростових системах, з підвищенням концентрації металевих включень у них швидкість окислення підвищується.

Ключові слова: алмаз, газофазне окислення, швидкість окислення, дефектність поверхні, металічні включення.

Results research of influence gasphase oxidations grinding powder of the diamond, synthesized in systems Ni-Mn-C and Fe-Co-C, are given. It has been ascertained that a rate of diamond grain oxidation in the air depends on surface imperfection as well as character and quantity of impurities. It has been ascertained that oxidation rate of diamonds synthesized in both growing systems increases when concentration of metal impurities increases.

Key words: diamond, the gasphase oxidation, the rate of oxidation, surface imperfection, the metal impurities.

Литература

1. Производство сверхтвердых материалов в Украине / Н. В. Новиков, Е. М. Чистяков, Г. Н. Севастьяненко // Инструмент. світ. – 1999. – № 4–5. – С. 36–38.
2. Новиков Н.В. Применение сверхтвердых материалов – важный фактор ускорения научно-технического прогресса // Технология и организация производства. – 1981. – № 4. – С. 5–7.
3. Гатилова Е. Г., Малоголовец В. Г. Окисление высокодисперсных синтетических алмазов кислородом воздуха // Синтет. алмазы. – 1973. – № 4. – С. 11–19.
4. Полянская Н. Д. Взаимодействие алмазов с окисляющими средами // Адгезия расплавов и пайка материалов. – 1982. – № 9. – С. 55–62.
5. Федосеев Д. В., Успенская К. С. Окисление алмазов // Синтет. алмазы. – 1977. – № 4. – С. 18–24.
6. О связи между содержанием включений в синтетических алмазах и их магнитными свойствами / Г. П. Богатырева, В. Б. Крук, Г. Ф. Невструев и др. // Синтет. алмазы. – 1977. – Вып. 6. – С. 14–19.
7. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. – Взамен ГОСТ 9206-80; Введ. 01.01.97. – К.: Госстандарт Украины, 1996. – 69 с.
8. Пат. 65129 А України, МКИ G01N27/12. Спосіб оцінки дефектності зерен порошкового матеріалу / Г. Ф. Невструев, Г. Д. Ильницкая. – № 2003065196; Заявл. 05.06.2003; Опубл. 15.03.2004; Бюл. № 3.
9. Физические свойства алмаза: Справочник. – К.: Наук. думка, 1987. – 190 с.
10. Сверхтвердые материалы в геологоразведочном инструменте / Р. К. Богданов, А. П. Загора, А. М. Исонкин – Екатеринбург: УГГГА, 2003. – 138 с.

Поступила 07.06.12

УДК 678.747: 541.18

О. М. Куцай, канд. техн. наук

Институт надтвердых материалов им. В. М. Бакуля НАН Украины, м. Київ

ЛІНІЙНЕ СПЕКТРАЛЬНЕ КАРТОГРАФУВАННЯ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ АЛМАЗНИХ ПЛІВОК

Наведено результати топографування просторового розподілу інтенсивності коливальних смуг різнотипових алмазних полікристалічних плівок, отриманих методом хімічного осадження з газової фази. Розглянуто практичні питання використання такої методики для аналізу просторової структурної досконалості та домішкового складу досліджуваних алмазних матеріалів.

***Ключові слова:** алмазні полікристалічні плівки, хімічне осадження з газової фази, інфрачервона спектроскопія.*

Метод топографування просторового розподілу інтенсивності коливальних смуг, або спектральне картографування в інфрачервоній (ІЧ) мікроспектроскопії – це потужна аналітична технологія, що динамічно розвивається, зокрема, останнім часом. За рахунок вимірювання серії спектрів з низки локальних просторових поверхневих областей досліджуваних зразків у результаті її застосування стає можливим прослідкувати просторово