

**Г. А. Петасюк**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля  
НАН України, м. Київ, Україна  
petasyuk@ukr.net

**Методичні та прикладні особливості  
опосередковано-аналітичного визначення  
товщини покритву зерен металізованих  
порошків надтвердих матеріалів**

*Виконано огляд публікацій з визначення товщини покритву зерен металізованих шліфпорошків надтвердих матеріалів. Проаналізовано підходи до постановки даної задачі, вивчено методичні особливості її рішення. Проведені дослідження показали, що у випадку, коли фактична 3D-форма зерна апріорі невідома, найбільш досконалим є підхід, заснований на застосуванні зовнішньої питомої поверхні у розрахунку товщини покритву. Уперше запропоновано використовувати в цій розрахунковій схемі екстраполяційно-афінну 3D-модель зерна. На прикладі шліфпорошка AC125 400/315 доведено перевагу такої 3D-моделі у порівнянні з 3D-моделлю у формі кулі або куба. Використання екстраполяційно-афінної 3D-моделі зерна дозволяє знаходити товщину покритву зерен металізованих алмазних порошків з меншою похибкою. Запропонований на основі такої методичної новачії метод може бути використаний і для порошків інших абразивних матеріалів.*

**Ключові слова:** металізація, товщина покритву, опосередковано-аналітичні методи, 3D-модель зерна, зовнішня питома поверхня, пікнометричне співвідношення, адитивність об'єму.

**ВСТУП**

Металізація є одним із дієвих способів модифікації поверхні зерен порошків синтетичного алмазу (СА), кубічного нітриду бору (КНБ) і порошків інших надтвердих абразивних матеріалів [1]. Головна мета такої технологічної операції спрямована на підвищення ефективності застосування абразивного інструменту (АІ), виготовленого з використанням металізованих порошків. Як зазначається в [1], застосування інструменту, в різальному шарі якого використано абразивовмісний електрохімічний покритв, збільшує продуктивність обробки щонайменше в 1,5–2 рази (а частіше – в 5–10 разів), покращує якість обробки виробів і забезпечує поліпшення культури виробництва. У вітчизняній науково-технічній літературі за цією тематикою відомо чимало публікацій, в яких на експериментальному рівні конкретизується зазначений позитивний ефект стосовно металізованих шліфпорошків СА та КНБ. Найбільш повний та інформативний огляд теоретичних і прикладних результатів, досягнутих на сьогодні при дослідженні абразивних порошків з цим напрямком, узагальнено в монографії [2].

Зауважимо також, що задача визначення товщини покритву зерен металізованих порошків надтвердих матеріалів (НТМ), яку тут розглядали, є методологічною складовою більш загальних технологічних операцій плакування,

гранулювання виробів фармакології, харчової промисловості, хімічних технологій та інших виробництв. Але цей ширший аспект автор лишає поза увагою, оскільки об'єкт дослідження – саме металізовані порошки НТМ. Вкажемо лише, що технологічним питанням нанесення покритву в зазначеному вище більш широкому його сенсі приділяється досить велика увага і це знайшло відображення як у вітчизняних [3, 4], так і особливо в зарубіжних публікаціях [5–7]. Серед останніх особливої уваги заслуговує оглядова робота [5], в якій подається розгорнутий аналіз отриманих за цим напрямком досліджень результатів і стану проблем у цій сфері.

Важливим показником якості металізованих шліфпорошків НТМ є товщина покритву зерен. Одночасно зі структурною однорідністю покритву вона є визначальним фактором впливу на мікротвердість і тріщиностійкість порошків НТМ, на міцність утримання зерен шліфпорошку в різальному шарі АІ, а відтак і на питому витрату абразивного порошку. Саме ця характеристика процесу обробки, як відомо, і слугує основним критерієм ефективності абразивного інструменту [8]. При цьому важливо зазначити, що такий позитивний ефект досягається лише при виборі оптимальної товщини покритву, тобто для конкретної пари зв'язка–покрив існує оптимальна товщина металевого покритву [9]. Наприклад, випробування металізованих алмазних порошків АСВ (сучасна марка АС32) зернистістю 125/100 показало, що збільшення товщини нікелевого покритву понад оптимальну не супроводжувалося підвищенням стійкості інструменту [10]. Оптимальна товщина покритву зерен, зокрема карбідного прошарку на межі поділу алмаз–матриця, має велике значення і для ефективного використання бурового інструменту, оснащеного високоміцними шліфпорошками СА [11, 12]. Як показали дослідження [13–15], зменшення товщини такого прошарку від мікро- до нанометрового діапазону сприяє підвищенню в 2–5 рази зносостійкості композиційних алмазовмісних матеріалів (як твердосплавних, так і металевих). Узагальнюючи наведені приклади, зауважимо, що в обох випадках важливим методичним елементом досягнення оптимальної товщини є наявність зручних у застосуванні та надійних (в сенсі точності) методів визначення цієї характеристики металізованих порошків. Тому розробка таких методів вбачається актуальною науково-прикладною задачею.

Безпосереднє вимірювання товщини покритву металізованих зерен теоретично можливе, але вкрай складне щодо практичного здійснення. Тому всі відомі на сьогодні методи визначення цієї характеристики за своєю суттю є опосередкованими, оскільки не дають безпосередньої відповіді щодо товщини покритву. Натомість вони передбачають використання результатів мікроскопіювання початкового порошку, ініціювання певних фізичних процесів (головним чином тих, що можна дослідити рентгенографічним і мікротомаграфічними методами) та наступну фіксацію окремих характеристик цих процесів в поєднанні із застосуванням процедур зважування і вимірювання. На підставі таких методичних підходів в [16] подається класифікація наявних на той час методів визначення товщини покритву зерен абразивних порошків на вагові [17] та рентгенографічні [9, 16]. Із відомих подальших публікацій цієї тематичної спрямованості до методів першої групи можна додати також роботи [18–20], а до другої групи – [5, 21, 22].

Слід зауважити, що запропонована в [16] і наведена вище класифікація не відзначається логічною довершеністю, оскільки рентгенографічні (за цією класифікацією) методи також передбачають процедуру зважування. Тому для більш досконалої класифікації слід виходити зі значно глибшого аналізу всіх методичних складових процедури визначення товщини покритву металізованих зерен. Саме проведення такого аналізу з наступним поверненням на ос-

нові цього до питання класифікації методів визначення товщини покритву металізованих порошоків і є одним із завдань цієї роботи.

### МЕТОДИЧНІ ОСНОВИ ОПОСЕРЕДКОВАНО-АНАЛІТИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ТОВЩИНИ ПОКРИВУ ЗЕРЕН

Проведений аналіз відомих на сьогодні методів визначення товщини покритву зерен металізованих порошоків НТМ показав, що сукупність методичних складових, на яких вони базуються, можна розділити на три групи, а саме: початкові дані, допущення і розрахунково-аналітичні залежності. Останні включають в себе аналітичні вирази для об'єму, зовнішньої питомої поверхні як одного зерна, так і порошку в цілому, розмірних параметрів зерен та власне формул для визначення товщини покритву. Як початкові дані приймаються маса порошку, що підлягає металізації, маса металу, який має бути нанесений на зерна, густина абразиву і металу покритву. До них можна ще долучити показники зернового складу абразивного порошку, які необхідні при визначенні середньозваженого розміру узагальненого зерна порошку, та кількість зерен в одиниці маси порошку (зазвичай, в одному караті). Щодо допущень, то найбільш повно і чітко сформульованими в [5] і екстрапольованими до сфери абразивних порошоків є наступні: покритв поверхні зерен є структурно однорідним, всі зерна порошку мають однаковий розмір, втрат покритву в процесі металізації не відбувається, а просторово-геометрична форма зерна з покритвом може бути апроксимована двома концентричними кулями – одна зверху іншої. Останнє допущення еквівалентно тому, що приймається 3D-модель зерна у формі кулі як для початкового, так і для металізованого зерна абразиву. Такий вибір 3D-моделі зерна характерний як для більшості вітчизняних, так і для зарубіжних публікацій.

Чи не найголовнішою методичною складовою майже всіх відомих підходів до опосередкованого визначення товщини покритву металізованих зерен є аналітичне визначення об'єму або зовнішньої питомої поверхні узагальненого зерна порошку до металізації та після неї. Здійснення зазначених процедур передбачає вибір певної 3D-моделі зерна. За таку модель найчастіше приймають кулю діаметром  $d$  або куб з такою ж довжиною ребра разом з відповідними відомими аналітичними залежностями для визначення їх об'єму і зовнішньої питомої поверхні. Такий вибір 3D-моделі повністю узгоджується із зазначеними вище допущеннями щодо структурної однорідності покритву та ідентичності форми початкового і металізованого зерна. Об'єм  $V_m$  металу покритву, нанесеного на одне зерно, знаходять із врахуванням густини  $\rho_m$  і маси  $m_m$  металу, витраченого на покритв шліфпорошку певної маси  $M_a$  і кількості  $N$  зерен абразивного порошку в одному його караті. Далі, виходячи із аналітичних виразів для об'єму металу покритву, об'ємів початкового ( $V_a$ ) і металізованого ( $V_n$ ) зерен порошку та використовуючи властивість адитивності об'єму, складають співвідношення цих об'ємів у вигляді  $V_n = V_m + V_a$ . Із врахуванням того, що лінійні параметри куба і кулі після покритву товщиною  $h$  збільшуються на  $2h$ , після нескладних перетворень за цим співвідношенням отримують кубічне рівняння відносно  $[1 + (2h/d)]$  для визначення товщини  $h$  покритву металізованих зерен порошку у вигляді

$$\left(1 + 2\frac{h}{d}\right)^3 = \mu \frac{\rho_a}{\rho_m} + 1, \quad (1)$$

де  $\rho_a$  – густина матеріалу абразиву;  $\mu = m_m/m_a$  – ступінь металізації;  $m_a = M_a/N$  – маса одного зерна абразивного порошку. При цьому за діаметр кулі чи дов-

жину ребра куба приймають середній розмір зерна абразиву до металізації. Розв'язуючи рівняння (1) відносно  $h$ , отримуємо

$$h = \frac{d}{2} \left( \sqrt[3]{1 + \mu \frac{\rho_a}{\rho_m}} - 1 \right). \quad (2)$$

Такий підхід в поєднанні з 3D-моделлю зерна у формі кулі використовували, наприклад, в [6, 20]. Для порошоків, 3D-форма зерен яких є куля або куб, формула (2) дає абсолютно точне значення товщини покриву.

Застосовується й інший підхід до розв'язання рівняння (1). Він полягає в тому, що вираз у лівій його частині розкладають як куб суми двох величин і отримують повне кубічне рівняння відносно  $h/d$ . В подальшому, нехтуючи членами, які містять другу та третю степінь  $h/d$ , зводять це повне кубічне рівняння до лінійного. З отриманого таким чином лінійного рівняння і визначають  $h$ . Такий підхід в поєднанні з 3D-моделлю зерна у формі куба використовували, зокрема, в [17, 18]. За такого підходу втрачається точність визначення  $h$ , яка особливо буде відчутною у випадку не тонкошарових покривів.

### НОВА КЛАСИФІКАЦІЯ МЕТОДІВ ВИЗНАЧЕННЯ ТОВЩИНИ ПОКРИВУ

В [21] для методів, запропонованих в [17, 18], вживається термін пікнометричні. Очевидно це пов'язано з тим, що в цитованих роботах при отриманні розрахункових залежностей для визначення товщини покриву використовуються фундаментальне пікнометричного співвідношення між об'ємом, масою і густиною твердих тіл. В нашому випадку це співвідношення стосується металу покриву і є таким:  $V_m = m_m/\rho_m$ . Проте не менш суттєвою ідеєю, на якій базується рівняння (1), є адитивна властивість величин, зокрема об'єму металізованого порошку, який згідно цій властивості може бути поданий як сума  $V_{\Pi} = V_m + V_a$ . Тому у загальній новій схемі класифікації методів визначення товщини покриву зерен при металізації, яка тут пропонується, більш адекватною для методів цієї групи буде назва – пікнометрично-адитивні. Методи цієї групи є найбільш точними. Проте висока точність досягається лише у випадках, коли зерна абразивних порошоків мають форму кулі чи куба. І це є суттєвим обмеженням щодо практичного їх застосування, оскільки фактична просторова форма зерна порошоків НТМ зазвичай відрізняється від кулі чи куба. Окрім того, як зазначено в [21], ці методи не придатні у випадку багатшарових покривів.

Більш універсальними стосовно багатшарових покривів є методи, засновані на рентгенографічному і томографічному дослідженнях. Їх доцільно і логічно виділити в окрему (другу) групу. Визначення товщини покриву металізованих зерен цими методами передбачає вимірювання ступеню послаблення рентгенівського випромінювання при проходженні крізь кювети з початковим та металізованим абразивними порошками [9, 16, 21, 22]. Методи цієї групи в новій класифікації пропонується називати фізичними. Як недолік фізичних методів відзначають низьку відтворюваність результатів [21]. Щодо томографії, то загальна схема її використання для визначення товщини покриву дисперсних матеріалів не абразивного призначення, на якій автор тут не зупиняється, представлена в [5].

Загальна методична схема фізичних методів полягає у наступному [9]. Інтенсивність рентгенівського випромінювання  $I$ , що пройшло крізь шар речовини, послаблюється за експоненціальним законом  $I = I_0 e^{-\alpha l}$ , де  $I_0$  – почат-

кова інтенсивність;  $l$  – товщина шару поглинаючої речовини;  $\alpha$  – коефіцієнт поглинання, що залежить від довжини хвилі і властивостей речовини. При проходженні рентгенівського випромінювання через шарувате середовище, що складається з  $n$  шарів двох компонентів із коефіцієнтами поглинання  $\alpha_1$  і  $\alpha_2$  (індекс 1 означає основу, індекс 2 – покриття),  $I = I_0 e^{-(\alpha_1 l_1 + \alpha_2 l_2)}$ , де  $l_1 = n \Delta l_1$  і  $l_2 = n \Delta l_2$  – сумарна товщина поглинання. Логарифмуючи останнє рівняння і розв'язуючи його відносно  $\Delta l_2$ , отримують

$$\Delta l_2 = \frac{1}{\alpha_2 n} \ln \frac{I_0 e^{-\alpha_1 n \Delta l_1}}{I}. \quad (3)$$

Таким чином, визначення товщини одного з шарів –  $\Delta l_2$ , зводиться до вимірювання  $I_0$ ,  $I$ ,  $n$ ,  $\Delta l_1$  при табельованих значеннях  $\alpha_1(\lambda)$  і  $\alpha_2(\lambda)$  (назва та позначення за термінологією [9]).

З метою підвищення точності визначення товщини покриття, після виміру ступеню ослаблення випромінювання, кювету з досліджуваним порошком пропонують [22] заповнювати змочувальною рідиною до початкового об'єму порошку в кюветі, визначати вагу рідини в кюветі, а товщину покриття  $h$  знаходити за залежністю

$$h_{\text{п}} = \frac{d_{\text{ср}}}{2} \left[ \frac{1}{\left( 1 - \frac{\rho_{\text{ж}} V m_{\text{к}}}{\gamma h P} \right)^{1/3}} - 1 \right], \quad (4)$$

де  $d_{\text{ср}}$  – середньозважений розмір зерен;  $\rho_{\text{ж}}$  – питома вага рідини;  $\gamma$  – щільність металу;  $V$  – об'єм кювети, зайнятий порошком;  $m_{\text{к}} = (\ln I_1 / I_2) / [I_2 (\mu_2 - \mu_1)]$  – поверхнева щільність металу в кюветі;  $I_1$ ,  $I_2$  – інтенсивність випромінювання, яке пройшло крізь кювету, в інтервалах енергій до та після стрибка поглинання відповідно;  $\mu_1$ ,  $\mu_2$  – товщина шару порошку в кюветі,  $P$  – вага рідини в кюветі (назва і позначення за термінологією [22]).

Одним із напрямків сучасного розвитку методів визначення товщини покриття металізованих зерен є використання для цієї мети зовнішньої питомої поверхні. Тому засновані на цьому методи доцільно виділити в окрему (третю) групу. Тут трактування зовнішньої питомої поверхні – згідно класифікації питомої поверхні у відомій класичній роботі [23]. Ця фізико-геометрична характеристика, як уже відзначалось, є ще одним важливим методичним атрибутом опосередкованого визначення товщини покриття металізованих зерен. Загальна методична схема цієї процедури у даному випадку наступна. Виходячи з середньої маси  $m_{\text{а}}$  та зовнішньої питомої поверхні  $F_{\text{з.п.п}}$  зерна знаходять фактичну площу  $S$  його поверхні, на яку слід нанести покриття, як добуток  $S = F_{\text{з.п.п}} m_{\text{а}}$ . Допускається, що при металізації на цю поверхню рівномірним шаром наноситься металеве покриття об'ємом  $V_{\text{м}} = m_{\text{м}} \rho_{\text{м}}$ , де  $m_{\text{м}}$  – маса металу покриття,  $\rho_{\text{м}}$  – його густина. Тоді об'єм утвореного таким чином циліндричного тіла з площею основи  $S$  і висотою  $h$ , рівній товщині покриття, буде становити  $Sh$ . Складаючи рівняння балансу об'ємів  $V_{\text{м}}$  та  $Sh$  знаходимо  $h = V_{\text{м}}/S$ .

Методи, що засновано на питомо-поверхневому підході, слід визнати найбільш досконалими в порівнянні з методами, які базуються на двох перших підходах. Такої досконалості цим методам надають дві позитивні сприятливі

обставини. По-перше створюється можливість взагалі відійти від 3D-моделі зерна, оскільки зовнішню питому поверхню можна визначити відомими експериментальними методами. По-друге, є можливість використовувати більш оригінальні, в сенсі наближення до фактичної просторової форми зерна, 3D-моделі у порівнянні з відомими просторово-класичними тілами на зразок кулі чи куба.

### ВІДОМІ РОЗРАХУНКОВІ ЗАЛЕЖНОСТІ ОПОСЕРЕДКОВАНО-АНАЛІТИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ТОВЩИНИ ПОКРИВУ ЗЕРЕН

Із літературних джерел відомі опосередковано-аналітичні методи визначення товщини покриття зерен металізованих шліфпорошків НТМ, засновані на використанні описаних вище методичних схем. Так, в [17] подається розрахункова залежність для визначення товщини покриття зерен металізованих порошків КНБ у вигляді

$$h = \frac{1}{6} \left( \frac{P_{\text{общ}} \gamma_a}{P_a \gamma_{\text{общ}}} - 1 \right) \sqrt[3]{\frac{P_a}{NK \gamma_a}}, \quad (5)$$

де  $h$  – товщина покриття;  $\gamma_a$  – питома вага матеріалу абразиву;  $\gamma_{\text{общ}}$  – питома вага композиційного матеріалу абразив–покриття;  $P_a$  – маса абразивного порошку;  $P_{\text{общ}}$  – маса порошку після металізації;  $N$  – загальне число зерен в одиниці маси початкового алмазного порошку (назва і позначення за термінологією [17]);  $K$  – коефіцієнт, що залежить від геометрії зерен і характеризує відхилення їх об’єму від об’єму кулі з діаметром, рівним середньому розміру зерен. Наявність у формулі (5) коефіцієнта  $K$  (емпіричного за своєю суттю) значно ускладнює практичне її застосування. Крім того, ця формула може бути застосована лише до визначення товщини тонкошарових покриттів (формула (5) тут подається з виправленням помилки, допущеної в оригіналі). Метод засновано на 3D-моделі зерна у формі куба, хоча в [17] це явно не обумовлюється, і це також обмежує сферу його використання.

В [18] формулу (5) застосовували до визначення товщини покриття зерен металізованих шліфпорошків СА марок АС6–АС32 всього діапазону передбачених стандартом їх зернистостей. До речі, у [18], на відміну від [17], подається зрозуміле в методичному плані тлумачення коефіцієнта  $K$  як коефіцієнта заповнення об’єму зерна з посиланням на літературне джерело, де його було введено.

В [20] отримано залежність для визначення товщини покриття гранульованих кобальтом зерен попередньо металізованих хромом шліфпорошків СА у вигляді

$$l = \left( \frac{3P_{\text{Co}}}{4\pi\rho_{\text{Co}}g} + r_{\text{зерн}}^3 \right)^{\frac{1}{3}} - r_{\text{зерн}}, \quad (6)$$

де  $P_{\text{Co}} = P_{\text{гран}} - P_{\text{зерн}}$ ;  $\rho_{\text{Co}} = 8,9 \text{ г/см}^3$  – густина кобальту;  $g \approx 9,8 \text{ м/с}^2$ ;  $r_{\text{зерн}}$  – радіус алмазного зерна (середній для фракції),  $P_{\text{гран}}$  – маса попередньо гранульованого зерна,  $P_{\text{зерн}}$  – маса металізованого зерна шліфпорошка СА (назва і позначення за термінологією [20]). Зазначимо, що формула (6) тут також подається з виправленням помилок, які було допущено в оригіналі.

В [6] для визначення товщини покриття частинок дещо іншої, відмінної від абразивних порошків, природи пропонується наступна формула:

$$d_c = \left[ \left( \left( \frac{\rho_p}{\rho_c} \right) \left( \frac{W_p + W_c}{W_p} - 1 \right) + 1 \right)^{1/3} - 1 \right] \left( \frac{D_p}{2} \right), \quad (7)$$

де  $d_c$  – товщина покриття, мкм;  $D_p$  – діаметр частинок основного матеріалу;  $W_c$  – маса матеріалу покриття, г;  $W_p$  – маса основного матеріалу, г;  $\rho_p$  – густина основного матеріалу,  $\rho_c$  – густина матеріалу покриття (назва і позначення за термінологією [6]). Рівняння (7) засновано на припущенні про кулеподібну форму частинок та на інших припущеннях, які обумовлювалися вище.

Суттєвий недолік цього методу полягає в тому, що відповідна йому формули (7) базується на 3D-моделі зерна у формі кулі. Стосовно шліфпорошків НТМ такий аналог форми зерна далекий від реальної просторово-геометричної його форми і це вносить суттєву похибку в кінцевий результат. Кількісний аналіз такої похибки проводили в [24, 25] на прикладі зовнішньої питомої поверхні та числа зерен в одному караті. Встановлено, що, наприклад, для числа зерен в одному караті відносна похибка визначення складає від 19,9 до 35,6 %. Для зовнішньої питомої поверхні вона ще більша і становить 64–63 %.

В [19] на основі питомо-поверхневого підходу для визначення товщина покриття зерен було запропоновано наступну формулу:

$$h = \frac{\mu}{\rho_m F_{з.п.п}}, \quad (8)$$

де  $\rho_m$  – густина матеріалу (металу) покриття;  $\mu = m_m/m_a$  – ступінь металізації;  $m_m$  – маса металу, витраченого на покриття алмазного порошку масою  $m_a$ ;  $F_{з.п.п}$  – зовнішня питома поверхня.

### **ПИТОМО-ПОВЕРХНЕВИЙ МЕТОД НА ОСНОВІ ЕКСТРАПОЛЯЦІЙНО-АФІННОЇ 3D-МОДЕЛІ ЗЕРНА**

В [19] формула (8) конкретизована на випадок 3D-моделі зерна у формі кулі. У зв'язку з цим зауважимо, що таке допущення вносить значну похибку у визначення зовнішньої питомої поверхні алмазних порошків [24]. Відповідно вноситься похибка і в результат визначення товщини покриття зерен металізованих порошків.

Більш точно товщину покриття металізованих алмазних порошків, просторово-геометрична форма зерен яких априорі відмінна від кулі, можна розрахувати, якщо виходити з екстраполяційно-афінної 3D-моделі зерна абразивних порошків [26]. Методику обчислення за цією моделлю об'єму та площі поверхні зерна, а через них і зовнішньої питомої поверхні абразивних порошків описано в [27]. При цьому всі зазначені величини можуть бути вираховані на підставі даних DiaInspect-діагностування морфометричних характеристик порошку, що підлягає металізації. На таких методичних засадах в [28] пропонується користуватися формулою (8), а зовнішню питому поверхню визначати за екстраполяційно-афінною 3D-моделлю зерна. Таке нововведення значно розширює межі практичного застосування формули (8). Це досягається завдяки тому, що екстраполяційно-афінна 3D-модель зерна абразивних порошків успадковує від реального зерна п'ять параметрів: максимальний і мінімальний діаметри Feret проекції зерна, його висоту, периметр і площу проекції. За цим головним показником нова 3D-модель суттєво переважає відомі 3D-моделі. Завдяки цьому збільшується точність розрахункового визначення об'єму і площі поверхні зерна, а, відповідно, і його зовнішньої питомої поверхні.

## ТЕСТУВАННЯ ТА АПРОБАЦІЯ МЕТОДІВ ВИЗНАЧЕННЯ ТОВЩИНИ ПОКРИВУ ЗЕРЕН

Тестування проводили з метою порівняльного дослідження похибки визначення товщини покриття зерен відомими та пропонуваними тут методами. Така інформація буде корисною при виборі для застосування того чи іншого методу. Як базу порівняння при дослідженні зазначеної похибки найкраще було б використовувати експериментальні значення товщини фактичного покриття зерен. Однак отримання таких експериментальних даних має значні труднощі. Очевидно, саме цим і пояснюється відсутність достовірних експериментальних даних з визначення товщини покриття зерен у відомих публікаціях. Альтернативою у даному випадку може бути порівняльне тестування відомих методів на зернах певної простої форми. Саме такий підхід і використовується автором. За тестову форму зерен було вибрано октаедр з довжиною ребра  $a$  (фактичний об'єм  $V_{\text{окт}} = \sqrt{2} a^3/3$ , фактична площа поверхні  $S_{\text{окт}} = 2\sqrt{3} a^2$ ). Проекцією такої 3D-фігури на предметне скло мікроскопу буде правильний шестикутник із довжиною сторони  $A = a/\sqrt{3}$ , площею  $S_{\text{пр.окт}} = \sqrt{3} a^2/2$  та периметром  $P_{\text{пр.окт}} = 2\sqrt{3} a$ . Необхідні в подальшому аналоги Dia-Inspect-морфометричних характеристик проекції будуть такими:  $F_{\text{max}} = 2a/\sqrt{3}$ ,  $F_{\text{min}} = a$ ,  $A_t = S_{\text{пр.окт}}$ ,  $P = P_{\text{пр.окт}}$ , а висота зерна  $H = a\sqrt{2/3}$ . При цьому довжина ( $a_{\text{пр}}$ ) проекції зерен точно співпадає з  $F_{\text{max}}$ , а ширину ( $b_{\text{пр}}$ ) проекції ототожнюватимемо з  $F_{\text{min}}$ .

Точне значення товщини  $h$  титанового покриття зерен такого ідеалізованого тестового порошку визначали пікнометрично-адитивним методом. Основне рівняння для такої 3D-форми зерен має вигляд  $\sqrt{2} (a + 2h)^3/3 = (\sqrt{2} a^3/3) + V_m$ . Із цього рівняння, як і в разі рівняння (1), отримуємо розрахункову формулу для визначення  $h$  у вигляді

$$h = \frac{a}{2} \left\{ \sqrt[3]{\frac{\mu \rho_a}{\rho_m} + 1} - 1 \right\}. \quad (9)$$

Формула (8) для визначення товщини титанового покриття зерен такого ідеалізованого тестового порошку питомо-поверхневим методом із врахуванням того, що у випадку октаедра  $F_{\text{з.п.п}} = \frac{3\sqrt{6}}{a\rho_a}$ , набуває вигляду

$$h = a \frac{\rho_a}{\rho_m} \frac{\mu}{3\sqrt{6}}. \quad (10)$$

Середній розмір зерна, який фігурує у відомих формулах, визначатимемо як  $d_c = (a_{\text{пр}} + b_{\text{пр}})/2$  [29]. Для вибраної тестової форми зерна приймалось  $a = 412$  мкм.

У процесі тестування передбачали, що алмазний порошок з такою тестовою 3D-формою зерен був металізований титановим покритвом зі ступенем металізації 5%. ( $\mu = 0,05$ ). При густині алмазу  $\rho_a = 3,51$  г/см<sup>3</sup> і титану  $\rho_m = 4,5$  г/см<sup>3</sup> відношення  $\rho_a/\rho_m$  було рівним 0,78. Значення  $h$ , вираховані при цих початкових даних за залежностями (9) і (10), склали 2,7423 і 2,4446 мкм відповідно. Щодо 3D-моделі зерна, то такою було прийнято кулю з діаметром  $d_c$ , куб з ребром  $l = d_c$  та екстраполяційно-афінна 3D-модель. При побудові екстраполяційно-афінної 3D-моделі зерна використовували зазначені вище мор-



фометричні характеристики проекції октаедра. На базі такої екстрапольованої з проекції октаедра 3D-моделі зерна було вираховано значення зовнішньої питомої поверхні відповідного порошку. Обчислене з врахуванням цього питомо-поверхневим методом за залежністю (8) значення товщини покритву зерна становило 2,671 мкм. Результати тестування подаються в таблиці.

**Результати тестування і апробації відомих і запропонованого методів визначення товщини покритву зерен із використанням різних 3D-моделей зерна**

| Метод визначення згідно нової класифікації | 3D-модель зерна           | Розрахункова товщина покритву |                     |               |
|--|---------------------------|-------------------------------|---------------------|---------------|
|  |                           | тестування                    |                     | апробація     |
|  |                           | значення, мкм                 | відносна похибка, % | значення, мкм |
| Пікнометрично-адитивний                    | октаедр (база порівняння) | 2,7423                        | 0                   | –             |
|  | октаедр                   | 2,9545                        | 7,74                | 3,0834        |
|  | куля [6, 20]              | 2,9545                        | 7,74                | 3,0834        |
|  | куб [17, 18]              | 2,9940                        | 9,18                | 3,1246        |
| Питомо-поверхневий                         | екстраполяційно-афінна    | 2,6710                        | 2,6                 | 2,5236        |
|  | куля [19]                 | 2,9940                        | 9,18                | 3,1246        |
|  | куб                       | 2,9940                        | 9,18                | 3,1246        |

Примітка. Фактична 3D-форма зерна – октаедр з довжиною ребра 412 мкм, фактична товщина покритву – 2,7423 мкм; діаметр кулі, ребро куба і октаедра приймали рівними середньому розміру зерен  $d_c$ .

Порівняльний аналіз даних таблиці з фактичною товщиною ( $h = 2,7423$  мкм) покритву тестового зерна дозволяє зробити наступні висновки. Найменшу (2,6 %) відносну похибку розрахункового визначення цієї характеристики металізованого порошку надає питомо-поверхневий метод в поєднанні з екстраполяційно-афінною 3D-моделлю зерна. Однакова велика (9,18 %) похибка має місце у випадку того ж питомо-поверхневого методу з використанням кулі і куба як 3D-моделі зерна та у випадку пікнометрично-адитивного методу з використанням куба як 3D-моделі зерна. Деяко меншу (7,74 %) похибку дає пікнометрично-адитивний метод на основі 3D-моделі зерна у формі кулі. Якщо ж проаналізувати загальну картину розрахункових значень товщини покритву зерен прийнятої тестової їх форми, то бачимо, що питомо-поверхневий метод в поєднанні з екстраполяційно-афінною 3D-моделлю зерна надає занижені її значення. Для всіх інших методів характерне завищення розрахункових значень товщини покритву зерен. В кількісному вимірі за відносною похибкою розрахунку завищення відчутно переважає заниження (в 3–3,6 рази). Результати тестування дозволяють також рекомендувати використання найбільш наближених до фактичної просторово-геометричної форми зерна його 3D-моделей як ефективного способу зменшення відносної похибки визначення товщини покритву при металізації. Для октаедра, як однієї із 3D-моделей зерна, незадіяних до сьогодні у сфері діагностування характеристик порошоків СА та інших НТМ, рекомендуються розрахункові залежності визначення товщини покритву пікнометрично-адитивним і питомо-

поверхневим методами. Отримано формули взаємозв'язку основних морфометричних характеристик, які діагностуються приладом DiaInspect.OSM [30], з ребром октаедра як формоутворюючим його параметром. Узагальнюючи, можна констатувати, що найбільш точне значення товщини покритву дає пито-поверхневий метод з використанням екстраполяційно-афінної 3D-моделі зерна. Тому є підстави сподіватись, що цей метод буде найбільш точним і для інших (зокрема, реальних) 3D-форм зерен абразивних порошків.

Апробацію відомих і запропонованого методу розрахункового визначення товщини покритву проводили на металізованому титаном шліфпорошку AC125 400/350 із врахуванням результатів тестування. Саме такий шліфпорошок одночасно з іншими шліфпорошками використовувався при вивченні фізико-хімічних процесів нанесення покриттів на порошки надтвердих матеріалів з метою створення гетерогенних структур метало-алмазних композитів [31]. Зазначений вибір дозволив використовувати для апробації (і при тестуванні) цілком реальні технологічні параметри металізації та фізичні властивості абразиву і металу покритву. Ступінь металізації складала 5 % ( $\mu = 0,05$ ), густина титану дорівнювала  $4,5 \text{ г/см}^3$  ( $\rho_T = 4,5 \text{ г/см}^3$ ). При  $\rho_a = 3,51 \text{ г/см}^3$  відношення  $\rho_a/\rho_m$  було рівним 0,78. Як і при тестуванні, розглядали наступні 3D-моделі зерна: куля, куб і екстраполяційно-афінна 3D-модель. Результати діагностування приладом DiaInspect.OSM необхідних в подальшому морфометричних характеристик початкового його зразка у кількості 2000 зерен були такими:  $F_{\max} = 514,7 \text{ мкм}$ ,  $F_{\min} = 411,8 \text{ мкм}$ ,  $A_t = 158422 \text{ мкм}^2$ ,  $P = 1572 \text{ мкм}$ . Результати апробації подаються в таблиці. Порівняльний аналіз даних таблиці з врахуванням встановленої при тестуванні тенденції відхилення розрахункових значень товщини покритву за кожним із розглядуваних методів показує наступне. Найменшим є значення товщини покритву зерен, розраховане пито-поверхневим методом на базі екстраполяційно-афінної 3D-моделі зерна. Всі інші методи дають значно більші (в 1,15–1,17 рази) його значення. Тому з великою вірогідністю можна очікувати, що і у випадку реального порошку найбільш точним буде саме пито-поверхневий метод на базі екстраполяційно-афінної 3D-моделі зерна.

Орієнтовне значення товщини покритву зерен для даного випадку металізації складає 1–3 мкм [31]. Як бачимо, значення товщини покритву зерен, вираховане за формулами (5), (7), (8) для кулі і куба, як 3D-форми зерен, виходить за межі цього орієнтовного інтервалу можливих її значень. Тому і на рівні апробації можемо зробити висновок про те, що методи, запропоновані в [6, 17–19], дають завищені значення товщини покритву зерен. Для пито-поверхневих методів цей висновок підтверджується і кількісним аналізом із використанням результатів попереднього дослідження впливу 3D-моделей зерна алмазних шліфпорошків на значення їх зовнішньої питомої поверхні [24]. За результатами цього дослідження зовнішня питома поверхня алмазних шліфпорошків аналогічної з даним випадком зернистості, визначена на основі 3D-моделі зерна у формі кулі, в 2,6 рази менша від її значення, отриманого з використанням екстраполяційно-афінної моделі. При цьому екстраполяційно-афінна 3D-модель зерна лише в 1,03 рази занижує розрахункові значення зовнішньої питомої поверхні в порівнянні з експериментальним її значенням ( $9,72$  і  $10,0 \text{ м}^2/\text{кг}$  відповідно), а 3D-модель зерна у формі кулі – в 2,7 рази ( $3,67$  і  $10,0 \text{ м}^2/\text{кг}$  відповідно). Аналіз математичної структури формули (8) показує, що занижені значення зовнішньої питомої поверхні призводять до пропорціонального збільшення товщини покритву зерен металізованих поро-

шків. Такий висновок повністю узгоджується з отриманими тут числовими даними для 3D-моделей зерна, що розглядали.

## ВИСНОВКИ

Встановлено, що основними методичними складовими опосередковано-аналітичних методів визначення товщини покриву зерен металізованих порошків надтвердих матеріалів є 3D-модель зерна, пікнометричне співвідношення між об'ємом, масою і густиною твердого тіла та адитивна властивість його об'єму.

Аналіз цих методичних складових та способів отримання початкових даних дозволив осучаснити класифікацію відомих на сьогодні методів визначення товщини покриву зерен металізованих порошків надтвердих матеріалів. Як один із перспективних напрямків вдосконалення цих методів запропоновано використовувати 3D-моделі зерна, більш близькі до фактичної 3D-форми. На сьогодні найбільш передовою в цьому сенсі є екстраполяційно-афінна 3D-модель зерна.

Тестуванням і апробацією доведено, що питома-поверхневий метод в запропонованому поєднанні з екстраполяційно-афінною 3D-моделлю зерна дозволяє в 3–3,5 рази зменшити відносну похибку розрахункового визначення товщини покриву зерен металізованих порошків надтвердих матеріалів. При цьому знімається вимога щодо кубо- чи кулеподібності форми зерен таких порошків, як умови застосування опосередковано-аналітичних методів до визначення товщини покриву їх зерен при металізації. Крім того, застосування цієї методичної новачії та розробленого на її основі методу усуває необхідність застосування різних поправочних емпіричних коефіцієнтів, які є перешкодою до застосування відомих методів і джерелом похибки визначення за ними товщини покриву.

На прикладі октаедра проілюстровано, що ефективним способом зменшення відносної похибки визначення товщини покриву при металізації може бути використання 3D-моделей зерна, найбільш наближених до фактичної просторово-геометричної його форми. Для октаедра, як однієї з таких можливих 3D-моделей зерна, отримано розрахункові залежності визначення товщини покриву пікнометрично-адитивним і питома-поверхневим методами. Отримано також формули взаємозв'язку основних морфометричних характеристик, які діагностуються приладом DiaInspect.OSM, з ребром октаедра як формоутворюючим його параметром.

Розробка нових і вдосконалення існуючих методів визначення товщини покриву зерен металізованих порошків надтвердих матеріалів є важливою і актуальною науково-прикладною задачею.

*Выполнен обзор публикаций по определению толщины покрытия зерен металлизированных шлифпорошков сверхтвердых материалов. Проанализированы подходы к формулированию данной задачи, изучены методические особенности ее решения. Проведенные исследования показали, что в случае, когда фактическая 3D-форма зерна априори неизвестна, наиболее совершенным есть подход, основанный на применении внешней удельной поверхности. Впервые предложено использовать в этой расчетной схеме экстраполяционно-аффинную 3D-модель зерна. На примере шлифпорошка AC125 400/315 доказано преимущество такой 3D-модели по сравнению с 3D-моделью в форме шара. Использование экстраполяционно-аффинной 3D-модели зерна позволяет находить толщину покрытия зерен металлизированных алмазных порошков без традиционного предположения о шарообразной форме их зерен и с меньшей погрешностью. Предложенный новый метод может быть использован и для порошков других абразивных материалов.*

**Ключевые слова:** металлизация, толщина покрытия, опосредовано-аналитические методы, 3D-модель зерна, внешняя удельная поверхность, пикнометрическое соотношение, аддитивность объема.

*The paper reviews the publications addressing the determination of the coating thickness on metal-coated grits of superhard materials. The available approaches to defining this problem have been analyzed and the methodological features of solving it have been studied. The present investigations have demonstrated that in the case where the actual 3D shape of a grit is a priori unknown the most appropriate approach is that which includes the outer specific surface in the coating thickness calculations. The author has been the first to propose to use an extrapolation-affine 3D model of a grit in such calculations. For synthetic diamond grits AS125 400/315 as an example, this 3D model has been shown to have a definite advantage over a sphere- and cube-shaped 3D model. The application of the extrapolation-affine 3D model of a grit provides a more accurate determination of the coating thickness on metal-coated diamond grits. The proposed method based on this methodological innovation is also suitable for grits of other abrasive materials.*

**Keywords:** metal coating, coating thickness, indirect analytical methods, 3D model of a grit, outer specific surface, pycnometric ratio, volume additivity.

1. Прудников Е.Л., Дуда Т.М., Зарицкий А.С. Абразивосодержащие электрохимические покрытия. Киев: Наук, думка, 1985. 216 с.
2. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: в 6 т. / под общ. ред. Н.В. Новикова. НАН України; Ин-т сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля. Т. 3: Композиционные инструментальные материалы / отв. ред. А. Е. Шило. Киев, 2005. 280 с.
3. Попов А.М. Физико-химические основы технологий полидисперсных гранулированных продуктов питания. Новосибирск: Сибирское университетское изд-во, 2002. 324 с.
4. Витюгин А.В. Исследование процесса гранулирования дисперсных материалов окатыванием в тарельчатых аппаратах. Томск, 1979. 312 с.
5. Perfetti G., Van de Castele E., Rieger B., Wildeboer W.J., Meesters G.M.H. X-ray micro tomography and image analysis as complementary methods for morphological characterization and coating thickness measurement of coated particles. *Advanced Powder Technology*. 2010. Vol. 21. P. 663–675.
6. Dewettinck K., Deroo L., Messens W., Huyghebaert A. Agglomeration tendency during top-spray fluidized bed coating with gums. *Lebensm. Wiss. Technol.* 1998. Vol. 31. S. 576–584.
7. Parfitt A.M, Drezner M.K., Glorieux F.H., Kanis J.A., Malluche H., Meunier P.J., Ott S.M., Recker R.R. Bone histomorphometry: standardization of nomenclature symbols and units. *J. Bone Miner. Res.* 1987. Vol. 2. P. 595–610.
8. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: в 6 т. / под общ. ред. Н.В. Новикова. НАН України; Ин-т сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля. Т. 6. Алмазно-абразивный инструмент в технологиях механообработки / под ред. А. А. Шепелева. Киев, 2007. 339 с.
9. Батурий В.Е., Клебанов Ю.Д., Сумароков В.Н. Измерение толщины металлических покрытий на зернах алмаза и кубического нитрида бора. *Синт. алмазы*. 1973. Вып. 3. С. 13–16.
10. Галицкий В.Н., Муровский В.А., Емельянов Б.М. и др. Влияние металлизированных алмазов на работоспособность инструмента на металлической связке. *Синт. алмазы*. 1971. Вып. 3. С. 24–26.
11. Новиков Н. В., Бондаренко Н. А., Жуковский А. Н., Мечник В. А. Влияние диффузии и химических реакций на структуру и свойства буровых вставок. 1. Кинетическое описание систем  $C_{алмаз}-VK6$  и  $C_{алмаз}-(VK6-CrB_2-W_2B_2)$ . *Физическая мезомеханика*. 2005. Т. 8, № 2. С. 99–106.
12. Бондаренко Н. А., Мечник В. А. Влияние структуры переходной зоны алмаз–матрица на износостойкость и эксплуатационные характеристики бурового инструмента ИСМ. *J. SOCAR Proc.* 2011. N 2. С. 18–24.
13. Бондаренко Н.А., Новиков Н.В., Мечник В.А., Олейник Г.С., Верещака В.М. Структурные особенности сверхтвердых композитов системы алмаз–твердый сплав VK6, отличающихся износостойкостью. *Сверхтв. материалы*. 2004. № 6. С. 3–15.
14. Новіков М.В., Мечник В.А., Бондаренко М.О., Ляшенко Б.А., Кузін М.О. Композиційні матеріали системи алмаз–(Co–Cu–Sn) з полішеними механічними характеристиками.

- Повідомлення 1. Вплив параметрів гарячої допресовки на структуру і властивості композиту алмаз–(Co–Cu–Sn). *Сверхтв. матеріали*. 2015. № 6. С. 53–69.
15. Мечник В.А., Бондаренко Н.А., Кузин Н.О., Ляшенко Б.А. Роль структурообразования в формировании физико-механических свойств композитов системы алмаз–(Fe–Cu–Ni–Sn). *Трение и износ*. 2016. Т. 37, № 4. С. 482–490.
  16. Созин Ю.И., Крючкова А.Р., Чистяков Е.М. К вопросу об измерении толщины металлических покрытий на зернах алмаза и кубического нитрида бора. *Синт. алмазы*. 1974. Вып. 3. С. 7–9.
  17. Оситинская Т.Д., Чистяков Е.М., Погорельый Б.В. Определение толщины покрытия зерен металлизированного кубонита. *Синт. алмазы*. 1971. Вып. 2. С. 68–70.
  18. Чистяков Е.М., Кухаренко С.А. Определение толщины никелевого покрытия зерен алмаза. *Сверхтв. материалы*. 1983. Вып. 3. С. 48–50.
  19. Абызов А.М. Композиционный материал с высокой теплопроводностью и способ его получения. *Евразийский пат. 014582 В1*. Заявл. 29.12.2009. Опубл. 30.12.2010.
  20. Лучка М.В., Деревянко А.В., Забродский И.М. и др. Метод определения толщины слоя покрытия при получении гранулированных композиционных порошков. Оптимізація виробничих процесів і технічний контроль у машинобудуванні та приладобудуванні. *Вісник Нац. ун-ту "Львівська політехніка"*. 2011. № 713. С. 19–22.
  21. Весна В.Т., Маслов В.П. Методика определения степени металлизации порошков сверхтвердых материалов. *Порошковая металлургия*. 1986. № 3. С. 82–87.
  22. Весна В.Т., Горидько Н.Я., Маслов В.П. и др. Рентгеновский способ определения толщины покрытия металлизированных зерен порошков. *А. с. 1188608. G01N23/06*. Заявл. 24.05.85. Опубл. 30.10.85. Бюл. № 40.
  23. Грег С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость / пер. с англ. под ред. К. В. Чмутова. Москва: Мир, 1970. 407 с.
  24. Сафонова М.Н., Петасюк Г.А. Количественный анализ адекватности 3D-моделей зерна порошков природного алмаза. *Материаловедение*. 2013. № 5. С. 49–56.
  25. Петасюк Г.А., Сирота Ю.В. Аналитическое определение количества зерен в одном карате алмазного порошка на основе экстраполяционно-аффинной 3D модели зерна. *Сверхтв. материалы*. 2012. № 3. С. 70–82.
  26. Петасюк Г.А. Экстраполяционно-аффинная 3D модель зерна порошков сверхтвердых материалов и ее инженерия. *Современные проблемы естественных наук*. 2014. Т. 1(2). С. 57–62.
  27. Петасюк Г.А. Дискретно-геометрический метод определения внешней удельной поверхности порошков сверхтвердых материалов. *Измерительная техника*. 2008. № 1. С. 59–64.
  28. Петасюк Г.А. Наукові основи комплексного оцінювання якості порошків синтетичного алмазу та КНБ для створення абразивного інструменту: автореф. дис. ... д-ра техн. наук. Київ, 2015. 37 с.
  29. Бакуль В.Н. Определение число зерен в одном карате алмазного порошка. Київ: УкрНИИНТИ, 1966. 10 с.
  30. List E., Frenzel J, Vollstadt H. A new system for single particle strength testing of grinding powders. *Ind. Diamond Rev.* 2006. Vol. 1. P. 42–47.
  31. Звіт за науково-дослідною темою "Дослідження фізико-хімічних процесів нанесення покриттів на порошки НТМ з метою створення гетерогенних структур метало-алмазних компози-тів". ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України. Номер держ. реєстрації 0108U000011. 2010. 212 с.

Надійшла до редакції 25.06.18

Після доопрацювання 26.09.18

Прийнята до опублікування 26.09.18