

2. Разработана технология прессования втулок с «тонкой» стенкой из порошка нитрида бора с добавкой оксида магния.

Авторы выражают благодарность доц., к.т.н. Н. И. Борисенко (ЭПИ филиал МИСиС) за помощь, оказанную при проведении ряда экспериментов.

Работа выполнена при поддержке РФФИ с грант 07-08-00035.

Литература

1. Гёринг Х. Полупроводниковые соединения $A^{III}B^V$. – М. Металлургия, 1967. – 728 с.
2. Нанотехнология в ближайшем десятилетии. Прогноз направления исследований. / Под ред. М. К. Роко, Р. С. Уильямса и П. Аливисатоса. Пер. с англ. – М.: Мир, 2002. – 292 с.
3. Борисенко Н. И., Петросян Г. Р. Формирование наноструктурной переуплотняемой композиции на основе нитрида бора // Конструкции из композиционных материалов. – 2007. – № 3. – С. 33–37.
4. Спечённые материалы для электротехники и электроники. Справочник / Г. Г. Гнесин, В. А. Дубок, Г. Н. Братерская и др. – М.: Металлургия, 1981. – 344 с.
5. Никитина М. В., Петруша И. А. Холодное уплотнение микропорошков кубического нитрида бора без применения пластификатора // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр.– Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – Вып. 11. – С. 212–218.
6. Либенсон Г. А., Лопатин В. Ю., Комарницкий Г. В. Процессы порошковой металлургии: В 2 т. Т. 2. Формование и спекание: Учебник для вузов. – М.: МИСИС, 2002. – 320 с.
7. Вайнштейн Б. К. Современная кристаллография: В 4 т. Т. 4. Физические свойства кристаллов. – М.: Наука, 1979. – 384 с.
8. Моделирование структуры функционального твёрдого сплава с наноструктурными составляющими. / А. А. Афанасьев, Н. И. Борисенко, О. Н. Борисенко, П. А. Лисин // Конструкции из композиционных материалов. – 2007. – № 3. – С. 25–30.

Поступила 06.04.09

УДК 621.922.079:678

А. А. Шульженко, член-кор. НАН Украины, **О. А. Розенберг**, д-р техн. наук,
А. Н. Соколов, канд. техн. наук

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

ВЛИЯНИЕ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ И ТЕМПЕРАТУР НА СТРУКТУРУ МОНОКРИСТАЛЛА САПФИРА

The impact of thermal processing under high pressures has been studied, in different environments on the structure and properties of monocrystal sapphire.

Научно-технический прогресс ставит перед материаловедами задачи, которые невозможно решить общепринятыми технологическими приемами. Одним из путей выхода из соз-

давшейся – поиск новых технических решений в области применения и обработки материалов.

Примером подобных решений является применение сапфира при эндопротезировании.

Эндопротезирование суставов – высокоточное хирургическое вмешательство с целью вернуть человеку подвижный безболезненный сустав.

Идеальный эндопротез должен иметь те же свойства, что и настоящее суставное сочленение. При этом должна быть решена проблема, связанная с достижением точного контакта между материалом и живой костью, что влияет на устойчивость и долговечность эндопротеза. Также требует решения проблема переносимости имплантатов, функционирование которых связано с возникновением механических напряжений и износом. Отсюда вытекают повышенные требования к качеству эндопротеза, ответственные элементы которого должны обеспечивать требуемую точность формы в различных условиях эксплуатации при продолжительной работе. Удовлетворение указанных требований возможно в результате применения нетрадиционных материалов, в том числе неметаллических, для изготовления искусственных суставов. Одним из таких материалов является сапфир.

Сапфир обладает уникальными свойствами, позволяющими изготавливать элементы сустава с высокой точностью и качеством рабочих поверхностей, не теряющих свойств при различных физических и химических воздействиях [1].

Однако при формировании рабочих поверхностей прецизионных деталей необходимо учитывать, что сапфир как монокристалл имеет ярко выраженные анизотропные свойства, которые, в частности, влияют на прочностные характеристики материала. В этой связи актуальной является разработка специальных методов воздействия в целях улучшения эксплуатационных свойств изделий из сапфира, в частности, повышения их прочности и износостойкости.

Одним из таких методов воздействия является термообработка при высоких давлениях. Обработка высоким давлением открывает большие возможности направленного изменения структуры и свойств материалов в процессе их деформации [2]. Это связано с тем, что при высоком давлении у кристаллических тел повышается пластичность: при одноосном растяжении (сжатии) разрушение наступает, как правило, после большей деформации, чем при атмосферном давлении. Положительное влияние давления на пластичность материалов связано с особенностями механизма пластической деформации под высоким давлением, формированием более совершенной субструктуры, задержкой развития до критического состояния и «залечиванием» дефектов строения (микротрещин и пр.), имеющихся в исходном материале и возникающих в процессе деформации, особенностями протекания под давлением физико-химических процессов, фазовых и структурных превращений [3].

Цель настоящей работы заключалась в изучении влияния термообработки при высоком давлении (p, T -обработки) на свойства монокристаллов сапфира.

Образцы сапфира были изготовлены по технологии, разработанной в НТК «Институт монокристаллов» НАН Украины (г. Харьков).

Термообработку образцов сапфира проводили в аппарате высокого давления типа «тороид» [4] при давлении 6,5–7,7 ГПа в интервале температур 1650–2000 К; продолжительность синтеза составляла 60–300 с. Давление и температуру в реакционном объеме определяли по известным методикам [5, 6]. Образцы в ячейке высокого давления находились в оболочках из пиррофиллита, порошков титана и гидрида титана.

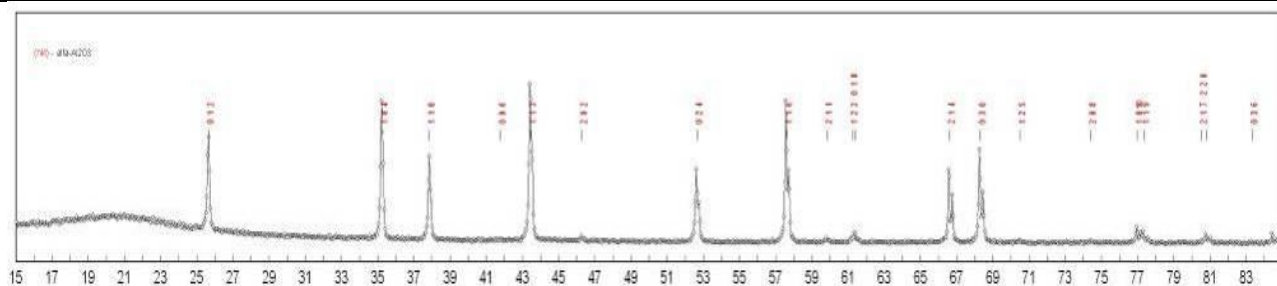
Рентгеновские исследования по определению фазового состава продукта синтеза выполнили на дифрактометре ДРОН-3 в медном фильтрованном излучении. Фазовый анализ проводили с использованием специального комплекса программ, разработанных лабораторией физики металлов физического факультета Киевского национального университета имени Тараса Шевченко.

Элементный анализ продукта синтеза выполнили с помощью растрового электронного микроскопа ZEISS EVO 50XVP фирмы «ZEISS», укомплектованного энергодисперсионным анализатором рентгеновских спектров INCA450 с детектором INCAPentaFETx3 с рабочей площадью Si(Li) детектора 30 мм² и системой HKL CHANNEL-5 для дифракции отраженных электронов фирмы «OXFORD» [7].

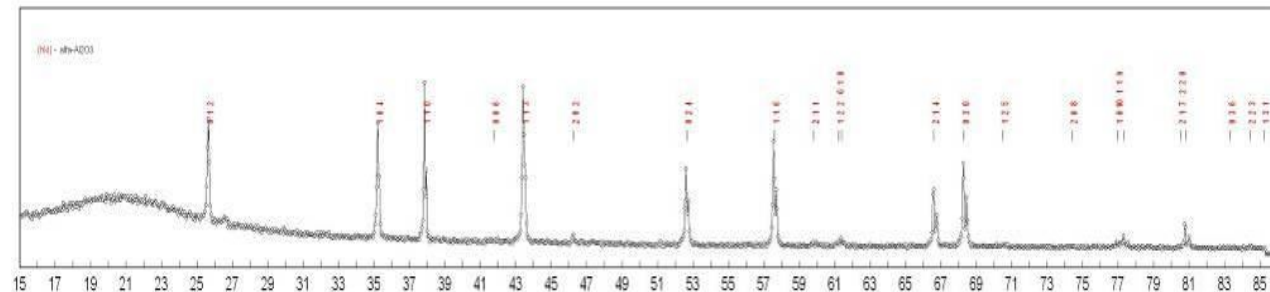
Фрагменты рентгеновских спектров образцов сапфира после *p, T*-обработки в различных средах показаны на рисунке, периоды решетки приведены в табл. 1.

Таблица 1. Периоды решетки исследуемых образцов сапфира

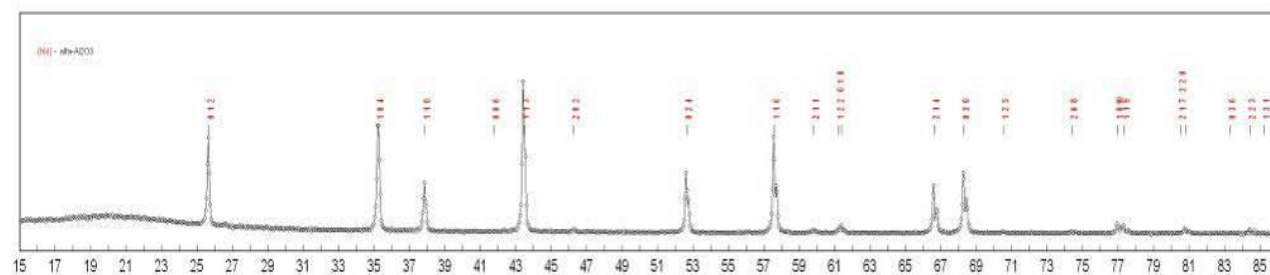
Образец	Среда	Параметры <i>p, T</i> -обработки			Периоды решетки, нм	
		<i>p</i> , ГПа	<i>T</i> , К	τ , с	<i>a</i>	<i>c</i>
исходный	–	–	–	–	0,4780(4)	1,29873(13)
После <i>p, T</i> -обработки	Пирофиллит	7,7	2000	60	0,47579(4)	1,29887(11)
	Пирофиллит	6,5	1750	240	0,47579(3)	1,29879(8)
	Титан	6,5	1650	300	0,47585(8)	1,29888(20)
	Гидрид титана	6,5	1650	300	0,47580(5)	1,29869(14)



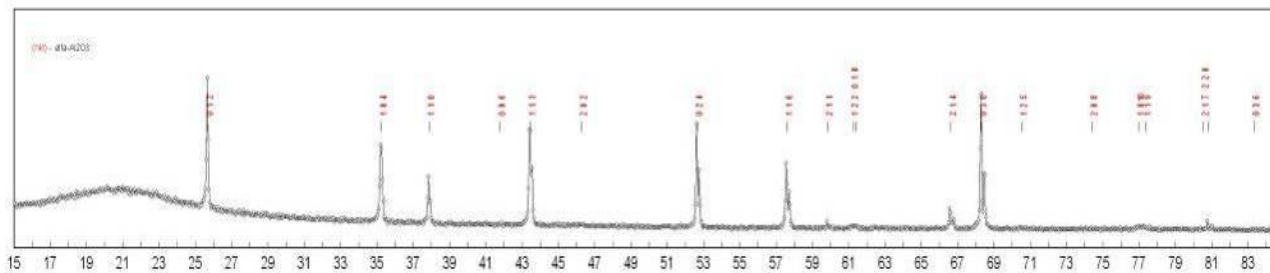
a



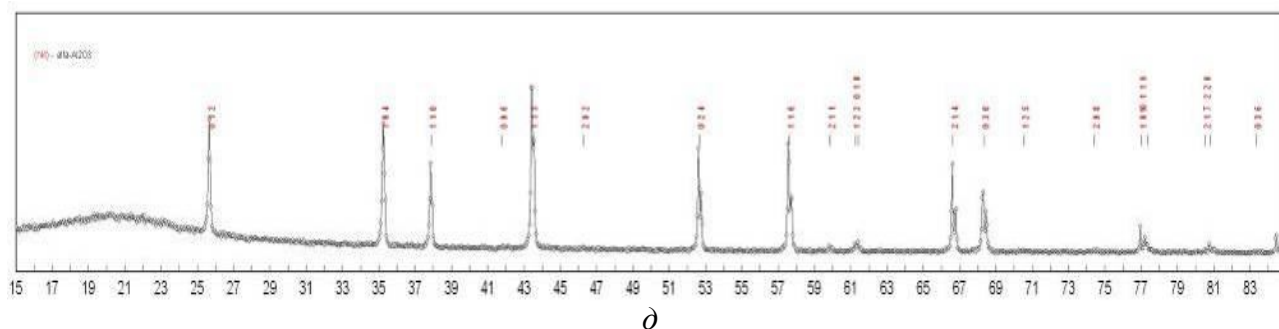
б



в



г



Фрагменты рентгеновских спектров образцов сапфира: а – исходного; после p, T -обработки в оболочке из пирофиллита (б – $T = 2000 \text{ K}$, $p = 7,7 \text{ ГПа}$, время 60 с; в – $T = 1750 \text{ K}$, $p = 6,5 \text{ ГПа}$, время 240 с); г – образец после p, T -обработки в оболочке из титана ($T = 1650 \text{ K}$, $p = 6,5 \text{ ГПа}$, время 300 с); д – после p, T -обработки в оболочке из гидрида титана ($T = 1650 \text{ K}$, $p = 6,5 \text{ ГПа}$, время 300 с)

Как следует из полученных данных, выбранные режимы p, T -обработки образцов существенно влияют на периоды кристаллической решетки образцов сапфира. Отсутствие уширения линий свидетельствует об отсутствии заметной пластической деформации. В то же время анализ рентгеновских спектров позволяет сделать следующие выводы. Во-первых в результате p, T -обработки при максимальных параметрах (б на рисунке), а также в среде титана (г на рисунке) гало на малых углах ($2\theta = 15\text{--}25^\circ$) становится более выраженным, а при увеличении продолжительности p, T -обработки исчезает (в на рисунке). Это может означать, что условия p, T -обработки влияют на формирование дефектной структуры сапфира, а также блочность образца.

Во-вторых, в зависимости от вида p, T -обработки изменяется соотношение интенсивностей наблюдаемых пар пиков (например, пики 104 и 110 или 214 и 030).

Как известно, определение атомной структуры основано на анализе интенсивностей дифракционных максимумов. В общем случае интегральная интенсивность дифракционных отражений является функцией многих переменных [8]

$$I = K \cdot L_p \cdot P \cdot |F(hkl)|^2 \cdot A \cdot \varepsilon \cdot T,$$

где K – коэффициент пропорциональности; L_p – фактор поляризации Лоренца; P – фактор повторяемости; $F(hkl)$ – структурная амплитуда; A – атомный фактор (фактор поглощения); ε – экстинкция; T – фактор текстуры.

Формула для структурной амплитуды содержит фактор атомного рассеяния с учетом тепловых колебаний (температурной поправки).

Таким образом, изменение соотношения пиков может указывать на изменение положения отдельных атомов в структуре монокристалла сапфира, т. е. под воздействием высокого давления и температуры изменяется взаимное расположение атомов в элементарной ячейке монокристалла.

Сравнительные данные элементного анализа исходного образца сапфира и образца, подвергнутого p, T -обработке в среде гидрида титана, приведены в табл. 2.

Таблица 2. Элементный состав исходного образца сапфира и после p, T -обработки

Образец	Элементный состав, %				Итого, %
	С	О	Al	Другие элементы	
исходный	6,02	46,91	47,07	-	100
После p, T -обработки	13,57	49,06	37,26	0,12	100

На отдельных участках поверхности как исходного, так и прошедшего обработку образца зафиксировано наличие следующих элементов: Si, S, Cl, Ca, Zn. Их присутствие является следствием попадания посторонних примесей на поверхность образцов в процессе обработки. Легирования образца титаном или водородом (его соединениями) не зафиксировано. В то же время, по всей вероятности, наблюдается легирование углеродом.

Для оценки влияния p, T -обработки на физико-механические свойства были испытаны на твердость исходный образец сапфира и после p, T -обработки.

Твердость определяли с помощью микротвердомера ПМТ с использованием в качестве индентора алмазной пирамиды Виккерса [9]. Твердость определяли по общепринятой формуле $HV = 1,8544 \cdot \frac{P}{d^2}$, где P – нагрузка на индентор; d – среднее арифметическое двух диагоналей отпечатка. Твердость измеряли при нагрузке на индентор 9,8 Н. Диагонали отпечатка измеряли с помощью оптического микроскопа «Неофот» при увеличении $\times 800$.

Установлено, что твердость исходного образца составляла 22,5–23,2 ГПа, после p, T -обработки – 19,3–21,0 ГПа. Некоторое снижение твердости связано, по-видимому, с тем, что при p, T -обработке не была обеспечена достаточная гидростатичность, что привело к увеличению напряженного состояния образца и образованию в нем трещин. Причина может заключаться также в том, что, как было показано в [10], термообработка сапфира не приводит к увеличению сжимающих и сдвиговых напряжений, но увеличивает максимальные растягивающие напряжения, не благоприятные для хрупких материалов.

Таким образом, установлено, что p, T -обработка монокристалла сапфира влияет на его блочность, структуру дефектов, взаимное расположения атомов в его элементарной ячейке. Указанные режимы обработки недостаточны для обеспечения легирования титаном монокристалла сапфира, но, по всей вероятности, идет легирование углеродом. Для обеспечения направленного изменения структуры и свойств монокристалла сапфира в процессе его деформации под давлением необходимо, во-первых, увеличить продолжительность p, T -обработки, во-вторых, подобрать среду обеспечивающую условие гидростатичности в течение всего цикла обработки.

Авторы выражают благодарность к.-ф.м.н. Белявиной Н. Н., к.-ф.м.н. за помощь в проведении рентгеноструктурных исследований, к.-ф.м.н. Ткачу В. Н. за помощь в проведении элементного анализа образцов и к.т.н. Александровой Л. И. за помощь при измерении твердости.

Работа выполнена при финансовой поддержке Украинского научно-технологического центра (проект № 4596).

Литература

1. Литвинов Л. А. Сапфировые медицинские имплантаты // Изв. АН СССР. Сер. физ. – 1988. – 52, № 10. – С. 1911–1913.
2. Твердые тела под высоким давлением / Под ред. В. Пола, Д. Варшауэра. – М.: Мир, 1966. – 524 с.
3. Упрочнение материалов методами гидропрессования / К. В. Волков, А. И. Капустин, В. З. Спусканюк, Ю. Ф. Черный. – К.: Наук. думка, 1991. – 196 с.
4. Khvostantsev L.G., Vereshchagin L.F., Novikov, A.P. Device of toroid type for high pressure generation // High Temp. High Press. – 1977. – 9. – P. 637–639.
5. М88 УССР ИСМ 25-79. Методика определения давления для спекания «карбонита» в камере высокого давления. – К.: Изд-во ИСМ АН УССР, 1979. – 12 с.
6. Методика измерения температуры в камере высокого давления типа «наковален» с углублениями. – К.: Изд-во ИСМ АН УССР, 1974. – 36 с.
7. Центр колективного користування науковими приладами (ЦККП) „Скануюча електронна мікроскопія і мікроаналіз (СЕММА).– <http://www.ism.kiev.ua/site/tools/russ/center2.html>.

8. Порай-Кошиц М.А.. Основы структурного анализа химических соединений. – М.: Высш. шк., 1982. – 151 с.
9. Глазов В. М., Вигдорович В. Н. Микротвердость металлов и полупроводников. – М.: Металлургия, 1969. – 248 с.
10. The effect of thermal shocks on the stress in a sapphire wafer / T. Vodenitcharova, L. C. Zhang, I. Zarudi et al. // IEEE Transactions on semiconductor manufacturing. – 2006. – 19, N 4. – P. 449–454.

Поступила 06.06.09

УДК 621.891

М. Н. Сафонова¹, Е. Ю. Шиц³, кандидаты технических наук,
А. С. Сыромятникова², канд. физ.-мат. наук

¹Якутский государственный университет им. М. К. Амосова, Россия

²Институт проблем нефти и газа СО РАН, г. Якутск

³Институт физико-технических проблем Севера СО РАН, г. Якутск

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ РАБОЧЕЙ ПОВЕРХНОСТИ АБРАЗИВНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ПУТЕМ РАЗРАБОТКИ МЕТОДА РАСЧЕТА КОЛИЧЕСТВА АКТИВНЫХ КОМПОНЕНТОВ

A calculation-experimental methods for evaluation of active abrasive grain number with statistically uniform distribution in composition material was developed. The method was used to study the change of active grains concentration of natural and synthetical diamond grinding powders with various dispersions in PTFE-based composite under friction and wear.

В настоящее время разработка качественного отечественного алмазного инструмента является актуальной проблемой материаловедения и машиностроения в связи с повышением спроса на качественный и дешевый инструмент активно развивающихся потребителей – отраслей строительства, разработки недр и переработки природного сырья. Теоретические и экспериментальные исследования эксплуатационных свойств алмазного инструмента – неотъемлемая составляющая проектирования инструмента. Также актуальны исследования и контроль структуры рабочей поверхности абразивных композиционных материалов путем разработки универсальных методов прогнозирования свойств и ресурса абразивных инструментов. Производительность шлифования и качество обработки существенно зависят от стабильности режущих свойств инструмента, в частности от изменения количества активных абразивных зерен (АЗ) в процессе эксплуатации инструмента. В этой связи при разработке композиционных материалов абразивного назначения особенно важно определять изменения количества активных АЗ при трении и изнашивании.

Разработанные ранее методы расчета позволяют рассчитывать исходную объемную концентрацию АЗ в связке, однако при этом невозможно определить изменение концентрации в процессе работы инструмента [1–3].

В работе будем использовать разработанный ранее метод расчета количества активных компонентов со статистически равномерным распределением их в объеме композиционного материала при установленных закономерностях изменения активности абразивных зерен в процессе изнашивания инструмента [4].

При разработке метода исходили из предположения, что абразивные зерна представляют собой совокупность частиц произвольной формы и различной дисперсности, распреде-