

4. Мечник В. А. Энергетические аспекты эффекта улучшения структуры сверхтвердых материалов. Система алмаз – (Fe+Cu+Ni+Sn+CrB₂) // Пробл. машиностроения. – 2007. – Т. 10. – № 4. – С.92–98.
5. Структуроутворення в системі алмаз – Fe–Cu–Ni–Sn–CrB₂ в умовах вільного спікання / М. О. Бондаренко, В. А. Мечник, В. М. Ткач, О. В. Панов // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. 12. – С. 10–16.
6. Вплив тиску на структуру і властивості композитів Алмаз – Fe–Cu–Ni–Sn–CrB₂, отриманих гарячим пресуванням / М. О. Бондаренко, В. А. Мечник, С. В. та ін. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. 12. – С. 16–23.
7. Вплив тривалості гарячого пресування на кінетику усадки і структуру алмазовмісних композитів на основі металевих матриць / М. О. Бондаренко, В. А. Мечник, М.В. Супрун, Д. Л. Коростишевський // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. 12. – С. 23–30.
8. Бондаренко М. О., Мечник В. А., Супрун М. В. Особливості усадки і її швидкості в системі С_{алмаз} – Fe–Cu–Ni–Sn–CrB₂ при гарячому пресуванні зразків, попередньо отриманих вільним спіканням // Сверхтвердые матер. – 2009. – № 4. – С. 29–39.

Поступила 07. 06. 11

УДК 621.385:621.921

В. Н. Ткач, д-р физ.-мат. наук, **С. В. Ткач**, канд. техн. наук, **Е. Ф. Кузьменко**,
Т. Н. Беляева, **Т. А. Сороченко**

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЕОМЕТРИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ШЛИФ-, МИКРО- И СУБМИКРОПОРОШКОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СКАНИРУЮЩЕГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Установлены критерии и определены возможности использования современной цифровой сканирующей электронной микроскопии при анализе гранулометрического и морфологического состава порошков алмаза, кубического нитрида бора, абразивных частичек других материалов для эффективного их использования в промышленности.

Ключевые слова: сканирующий электронный микроскоп, алмаз, порошки, гранулометрический анализ.

Для эффективного использования порошков алмаза, кубического нитрида бора, карбидных WC- и TiC-зерен, других абразивных зерен в технике и промышленности необходимо достоверное определение их геометрических и морфологических характеристик (максимального, минимального и среднего размера частичек, их периметра, площади, фактора формы и прочее), распределения зерен по размеру.

Различают прямые и косвенные методы определения указанных параметров частичек/зерен. К наиболее употребляемым косвенным методам анализа морфологических характеристик порошков можно отнести метод ситового анализа [1, 2]. Морфологические характеристики частичек, полученные с использованием лазерной гранулометрии [3], оптической [4], проекционной и просвечивающей электронной микроскопии [5] имеют свои положительные и отрицательные стороны. Кроме геометрических размеров частичек важно также иметь данные по качественному и количественному анализу содержимого примесей, как на поверхности, так и в их объеме. В связи с этим наиболее эффективным методом определения размеров и элементного состава частичек/зерен можно считать (методы сканирующей электронной микроскопии - СЭМ) и рентгеноспектрального анализа [6]. Использование компьютерной техники значительно упростило указанные исследования [7]. В работе [8],

как дополнение к методике [5] и расширения возможностей гранулометрического анализа порошков алмаза различной зернистости, предложено использовать методы современной цифровой сканирующей электронной микроскопии.

По сравнению с оптической микроскопией [4], метод позволяет, благодаря большому фокусному расстоянию, анализировать частички, которые за размером превышают несколько миллиметров. Высокая разрешающая способность современных сканирующих электронных микроскопов, которая приближается к характеристикам трансмиссионных микроскопов [5], удачно объединяет преимущества методов традиционной оптической микроскопии - минимальные затраты при препарировании образцов [4] и высокую разрешающую способность при анализе не только субмикропорошков, а также наноразмерных объектов.

Нужно, однако, указать, что погрешность определения размеров частиц при использовании данного метода в значительной степени зависит от качества приготовления препарата и возможности программного обеспечения, которое используется при анализе пробы [7]. Для автоматизированного анализа желательнее готовить пробу, чтобы зерна разделялись между собой, или чтобы программное обеспечение позволяло выделять отдельные частицы на изображении. При невозможности обеспечить указанные условия, целесообразнее использовать «ручные» измерения размеров частичек, что увеличивает время набора статистики.

Целью данной работы являлось установить критерии и определить возможности использования современной цифровой сканирующей электронной микроскопии при анализе гранулометрического и морфологического состава порошков алмаза, кубического нитрида бора, абразивных частичек других материалов для эффективного их использования в промышленности.

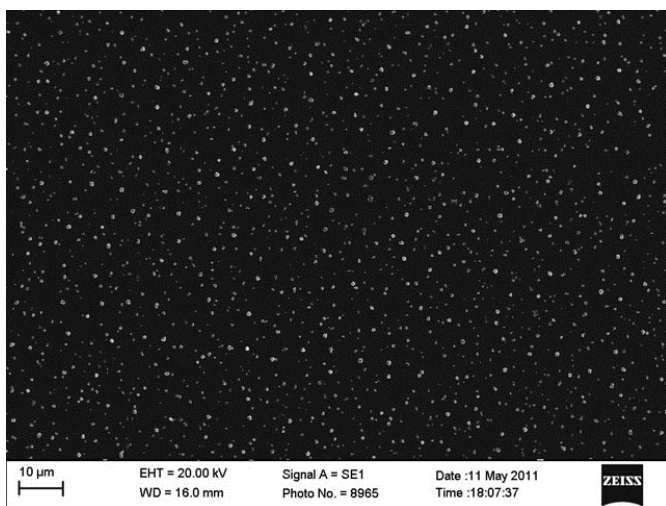


Рис. 1. Вид диспергированных частичек микропорошка алмаза

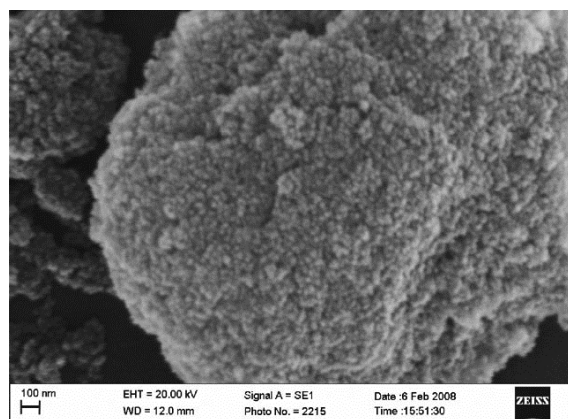


Рис. 2. Вид наночастичек алмаза в агломерате

электронной микроскопии позволяет оператору визуально контролировать верхнюю и нижнюю

Наиболее сложным является приготовить препарат микро- и субмикропорошка из-за возможности их агломерации. Для примера препарат микропорошка алмаза рис. 1 получали с применением ультразвукового диспергатора УЗДН-А при средней мощности устройства на резонансной частоте в растворе спирта (ГОСТ 6709). Время диспергирования составляло 20 минут. Капли суспензии испарялись на полированной кремниевой подложке. Предварительно, для лучшего растекания капли, поверхность кремния обезжиривалась спиртом, подвергалась ионной очистке от загрязнений и оксидного поверхностного слоя в течение 5 мин при напряжении 400 В, поверхность в этом случае активизировалась [9]. Для хорошего растекания суспензии можно с успехом также использовать свежие сколы на слюде, где образуются разорванные ионные связи, при этом капля равномерно растекается.

Следует отметить, что при использовании методов оптической и трансмиссионной микроскопии, гранулометрического лазерного анализа также не удастся избежать образования агломератов (рис. 2), что приводит к искажению полученных данных. Использование метода сканирующей

границу размеров частичек, таким образом, на программном уровне существенно уменьшить погрешности измерений в сравнении с другими методиками [1–5].

Оптимальное увеличение сканирующего микроскопа при измерении выбирается из условия, чтобы на минимальный анализируемый объект/частичку приходилось минимум 3-5 пикселя информации. Выбор максимального размера частичек на программном уровне ограничивает искажение анализов за счет агломератов, которые можно исключить из расчета на программном уровне. Количество исследуемых полей (снимков) определяется из условия, чтобы в статистическом анализе учитывалось не менее 2000 частиц/зерен.

При помощи оригинальной программы [10], возможно также использование других программных продуктов, например программы бесплатного использования Scion [11] определяем: площадь зерен, их периметр, максимальный и минимальный размеры. С помощью программы-макроса (созданной для определения дополнительных геометрических параметров порошка)

рассчитываем фактор формы зерен ($F = \frac{4\pi S}{P^2}$), отношение минимального размера зерна к

максимальному ($\frac{min}{max}$) и среднее значение размера зерен ($\frac{max+min}{2}$) табл. 1.

Таблица 1. Исходные значения размеров зерен

S, mkm^2 Площадь,	Периметр, P, mkm	Max, мкм	Min, мкм	Min/Max	Max/Min	Средн. размер, (Min+Max)/2
0,020	0,442	0,197	0,127	0,645	1,551	0,162
0,008	0,302	0,141	0,071	0,504	1,986	0,106
0,008	0,302	0,141	0,071	0,504	1,986	0,106
0,168	1,878	0,612	0,349	0,570	1,754	0,481
0,016	0,515	0,199	0,100	0,503	1,990	0,150
0,070	1,170	0,419	0,214	0,511	1,958	0,317
0,012	0,390	0,148	0,101	0,682	1,465	0,125
0,066	1,170	0,390	0,217	0,556	1,797	0,304
и.т.д.	и.т.д.	и.т.д.	и.т.д.	и.т.д.	и.т.д.	и.т.д.

В таблице 2 приведен статистический анализ размеров зерен, а на рис. 3 представлено распределение исследованных частичек алмаза по размеру. Из таблицы вытекает, что для конкретного случая проанализировано 3258 частичек. Средний размер субмикророшка алмаза составляет 0,217 мкм при стандартной погрешности 0,002 мкм. Используя данные таблицы 7 ДСТУ [5] и численные данные распределения зерен по диапазонам (рис.3., таблица в статье не приводится из-за большого объема) можно сделать вывод, что порошок отвечает марке АСМ5 зернистостью 0,5/0.

Таблица 2. Статистический анализ морфологических параметров зерен

Измеряемая величина	Значение
Среднее значение, мкм	0,217
Стандартная погрешность, мкм	0,002
Стандартное отклонение, мкм	0,113
Минимальное значение, мкм	0,101
Максимальное значение, мкм	0,663
Количество зерен, шт.	3258
Уровень надежности при вероятности 95%	0,004

С использованием сканирующего электронного микроскопа аналогичные измерения возможно проводить на порошках различных марок алмаза, определять геометрические параметры

порошков различной зернистости кубического нитрида бора, карбидов вольфрама, титана, абразивных частиц других материалов.

Помимо перечисленных достоинств метода следует также отметить, что по сравнению с лазерной гранулометрией, метод не требует затрат на приобретение специальных кювет, которые выходят из строя при исследовании абразивных частиц/зерен.

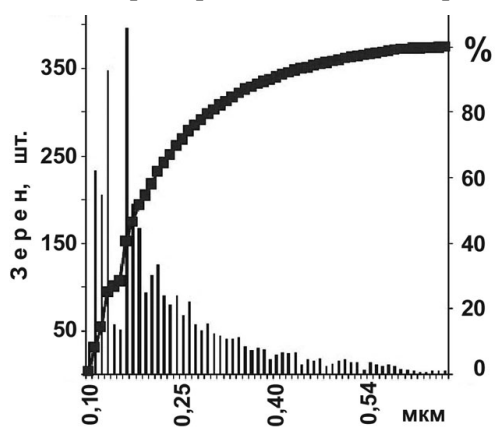


Рис. 3. Гистограмма распределения зерен пробы по размерам

Таким образом, использование современной цифровой сканирующей электронной микроскопии при анализе гранулометрического и морфологического состава порошков алмаза показали, что:

– глубина фокуса и высокое разрешение современных микроскопов позволяют производить замеры размеров частиц в диапазоне увеличений от 5х до 1000000х, т.е. успешно анализировать шлиф-, микро- и субмикророшки;

– помимо достоверного распределения частиц по размеру, также возможно получить дополнительную информацию о других морфологических характеристиках: площади отдельных частиц и их периметра, фактора формы, который характеризует габитус частиц.

– препарирование частиц должно обеспечивать их разделение на изображении, или программное обеспечение позволяет их разделить между собой;

– прямой контроль оператором полученного изображения обеспечивает устранять объекты, которые выходят за верхние и нижние пределы размеров определяемых частиц, что минимизирует влияние агломератов и статистического шума.

Разработанная для алмазов методика может с успехом также использоваться при анализе распределения частиц других материалов (кубического нитрида бора, карбидов, оксидов, боридов).

Встановлено критерії та визначено можливості використання сучасної цифрової скануючої електронної мікроскопії при аналізі гранулометричного і морфологічного складу порошків алмазу, кубічного нітриду бору, абразивних частинок інших матеріалів для ефективного їх використання в промисловості.

Ключові слова: Скануючий електронний мікроскоп, алмаз, порошки, гранулометричний аналіз.

Criteria and the possibilities have been defined to use the modern digital scanning electron microscopy in analyzing granulometric and morphological compositions of diamond and cubic boron nitride powders as well as abrasive particles of other materials with the aim of their efficient industrial applications.

Key words: Scanning electron microscope, diamond, powders, granulometric analysis. *гранулометрический анализ.*

Литература

1. Справочник агломератника / А. Г. Астахов и др. – К.: Техника, 1964. – С. 141–142.
2. Годовская К. И., Рябина Л. В., Новик Г. Ю. Технический анализ. – М.: Высшая школа, 1972. – С. 50–52.
3. Лазерные анализаторы размеров частиц // Интернет ресурс – [http:// www.himkontrol.ru/grading-dispersive-devices/laser](http://www.himkontrol.ru/grading-dispersive-devices/laser).
4. Оптические анализаторы размеров частиц // Интернет-ресурс – [http:// www.himkontrol.ru/grading-dispersive-devices/optical](http://www.himkontrol.ru/grading-dispersive-devices/optical).
5. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. – Київ: Держстандарт України, 1995. – 70 с.
6. Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Э.. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ // Пер. с англ. под ред. В. И. Петрова: в 2-х книгах / – М.: Мир, 1984. – 652 с.

7. Ткач С. В., Кузьменко Е. Ф., Ткач В. Н., Гонтарь А. Г., Шульженко А. А. Возможности цифровой растровой микроскопии высокого разрешения при исследовании структуры режущей двухслойной пластины // Сверхтвердые материалы. – 2003. – №5. – С.33–39.
8. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. Зміна №1. Додаток БА. Методика визначення зернистості і зернового складу алмазних мікро- та субмікропорошків за допомогою цифрового растрового електронного мікроскопу. – К.: Держстандарт України, 2006. – 3 с.
9. Surface properties of amorphous carbon film / O. Kutsay, V. Tkach, N. Novikov et al. // Diamond and Related Materials. –2008. – 17. –P. 1689–1691.
10. Ткач С. В. Автореферат дисертації на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук (спец. 05.02.01, матеріалознавство). – К.: 2008, – 21 с.
11. Scion Image // Інтернет ресурс – <http://scion-image.software.informer.com>.

Поступила 15.05.11

УДК 537.528: 621.762.3

Н. А. Олейник, канд. техн. наук

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

ВЛИЯНИЕ СПОСОБОВ ДЕЗИНТЕГРАЦИИ ДИСПЕРСНОГО АЛМАЗНО-ГРАФИТОВОГО МАТЕРИАЛА НА ГРАВИТАЦИОННОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ АЛМАЗА И ГРАФИТА НА КОНЦЕНТРАЦИОННОМ СТОЛЕ

Представлены результаты исследования влияния способов дезинтеграции дисперсного алмазно-графитового материала на гравитационное разделение алмаза и графита на концентрационном столе.

Ключевые слова: алмаз, графит, дезинтеграция, гравитационное разделение, концентрационный стол.

Порошки алмаза являются результатом переработки продукта синтеза (ПС), которая представляет собой последовательность процессов: избирательного разрушения ПС при сохранении крупности синтезированных кристаллов алмаза; разделения составляющих ПС при извлечении сырья алмаза; сортировки и классификации сырья. Эффективность разделения алмаза и графита зависит от полноты раскрытия ПС и работы обогатительного аппарата [1].

Спеки ПС отличаются структурой, которая зависит от термобарических условий синтеза, размером, массовыми долями составляющих (алмаза, графита, металлической составляющей, примесей), а также размерами и качеством синтезированных алмазов.

Повышение эффективности физических методов разделения алмаза и графита связано с совершенствованием методов разрушения взаимосвязей составляющих ПС и оптимизацией гравитационного разделения. К такому выводу мы пришли в результате изучения влияния различных видов подготовки ПС алмаза, предназначенного для изготовления порошков марки АС 15 и выше, на гравитационное разделение алмаза и графита, а также эффективность переработки ПС.

Результаты исследования микроструктуры спеков позволили сформулировать физико-механическую модель структуры элементарного объема гранулы ПС в виде трехслойного шара. Ядро шара – алмаз коаксиально сопряжено с упругой и однородной металлической и последующей графитовой оболочками. В результате растворения металлической составляющей ПС получают алмазно-графитовый материал, представленный псевдополами пористыми гранулами. Гранулы состоят из графитовой оболочки и “алмазного ядра”, причем ядро не контактирует с оболочкой. В результате разрушения псевдополюх гранул получают неповрежденные свободные кристаллы алмаза и осколки графитовой оболочки. Такая модель открыла перспективы для применения физических методов дезинтеграции ПС, так как для достижения высокой степени раскрытия ПС алмаза без разрушения кристаллов алмаза необходимо направленное изменение структурного состояния ПС посредством