

УДК 621.921.34-492.2:536.421.5:539.89:681.51:539.67

**С. Н. Назарчук**<sup>1</sup>, канд. техн. наук; **Л. Н. Девин**<sup>1</sup>, д-р техн. наук; **А. А. Осадчий**<sup>1</sup>;  
**А. Е. Перекос**<sup>2</sup>, канд. физ.-мат. наук; **В. С. Гаврилова**<sup>1</sup>; **Н. Ф. Гадзыра**<sup>3</sup>, д-р техн. наук;  
**Л. А. Романко**<sup>1</sup>, **Л. И. Александрова**<sup>1</sup>, кандидаты технических наук;  
**А. А. Бочечка**<sup>1</sup>, д-р техн. наук

<sup>1</sup>Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев

<sup>2</sup>Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины, г. Киев

<sup>3</sup>Институт проблем материаловедения им. И. М. Францевича НАН Украины, г. Киев

## КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА АЛМАЗНОГО НАНОКОМПОЗИТА С ДОБАВКАМИ ВОЛЬФРАМА РАЗЛИЧНОГО ГЕНЕЗИСА ПУТЕМ ИЗМЕРЕНИЯ ДЕМПФИРУЮЩИХ ХАРАКТЕРИСТИК

*Исследовано влияние температуры спекания нанокompозитов алмаз – карбид вольфрама с добавками вольфрама различного генезиса на физико-механические свойства и демпфирующие характеристики. Установлена корреляция между логарифмическим декрементом затухания колебаний, трещиностойкостью и твердостью образцов для алмазного нанокompозита с добавками W, W<sub>2</sub>C, WC.*

**Ключевые слова:** алмазный композит, спекание, высокое давление, алмазный нанопорошок, вольфрам, внутреннее трение, логарифмический декремент затухания колебаний.

### Введение

Композиционный материал на основе алмазных нанопорошков с высокой твердостью и трещиностойкостью перспективен для применения в качестве рабочих элементов инструмента при чистовой обработке широкого класса материалов. Поэтому повышение качества контроля процесса спекания алмазных нанопорошков для получения таких материалов является актуальной задачей.

Одна из проблем при воздействии высокой температуры и высокого давления на порошки алмаза – графитизация алмазных частиц в процессе спекания. Графитизация препятствует прочной взаимосвязи алмазных частиц и формированию прочного и твердого поликристалла [1]. При этом следует заметить, что с уменьшением размеров зерен алмазных порошков графитизация происходит интенсивней в процессе спекания при одинаковых термодинамических параметрах. Так, для нанопорошка алмаза детонационного синтеза интенсивная графитизация начинается при температуре 1200 °С в основном через газовую фазу при взаимодействии алмаза с кислородом или кислородсодержащими соединениями [2].

Исходя из изложенного перед спеканием алмазных нанопорошков целесообразно подвергать их дегазации с герметизацией рабочего объема аппарата высокого давления (АВД) [2], а также вводить в рабочий объем добавку которая препятствует графитизации композитов [3] и способствует образованию сплошных границ путем реакционного спекания алмазной матрицы и активирующей добавки. Применение в качестве добавки карбида вольфрама повышает физико-механические характеристики композитов [4]. Проблема гомогенности структуры спеченных композитов, равномерного распределения добавки по объему решается при введении в алмазные порошки добавки химическим путем [5].

Одним из способов улучшения спекания алмазных порошков является введение в них добавок, которые при спекании образуют химические соединения с углеродом и таким образом связывают алмазные частицы.

Во время спекания смеси порошков алмаза и вольфрама вследствие их реакционного взаимодействия между алмазными частицами образуется карбид вольфрама WC [5].

Цель настоящей работы – определить связь демпфирующих характеристик с физико-механическими свойствами образцов композита, спеченных при различной температуре на основе алмазного нанопорошка с введенной добавкой нанопорошка вольфрама различного генезиса.

#### Методика исследования

Для приготовления образцов использовали алмазный нанопорошок статического синтеза марки АСМ5 0,1/0 в состоянии поставки. В порошок вводили вольфрамсодержащие добавки различного генезиса. Добавки I и II получили электроискровым методом из проволоки вольфрама соответственно в дистиллированной воде и этиловом спирте. В добавке I частицы содержат различные оксиды вольфрама. В добавке II частицы представляют собой ядро из чистого вольфрама, окруженное карбидами вольфрама  $W_2C$  и  $WC$ . Добавкой III является порошок вольфрама W. Металл из оксида восстанавливали отжигом приготовленных смесей в среде водорода. При получении частиц методом электроискрового диспергирования они имеют сферическую форму с широким распределением по размерам 0,5–5 мкм.

Десорбцию газов из компактов, спрессованных из смесей, осуществляли путем термообработки в вакууме при температуре 500 °С до давления остаточных газов  $10^{-3}$  Па. Герметизировали рабочий объем АД типа «тороид» механически. Спекание проводили в АД типа «тороид» с диаметром центрального углубления 20 мм [1] при давлении 8 ГПа в течение 20 с. Плотность спеченных поликристаллов определяли гидростатическим взвешиванием в дистиллированной воде [6]. Массу измеряли с помощью аналитических весов с точностью 0,005 мг. Погрешность определения плотности составила  $\pm 0,01$  г/см<sup>3</sup> при надежности 0,95. Твердость измеряли методом индентирования при нагрузке на индентор Кнупа 10 Н и на индентор Виккерса 48 Н [7]. Погрешность определения твердости при надежности 0,95 составила  $\pm 4$  ГПа по Кнупу и  $\pm 1$  ГПа по Виккерсу. Методом индентирования определили также трещиностойкость полученных образцов [8].

Для исследования демпфирующих свойств материалов в лаборатории 18/1 ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины разработали установку на базе измерительной стойки прибора «Звук-107» (рис. 1), которая состоит из анализатора спектра СК4-59, широкополосного усилителя УЗ-32, согласующего усилителя сигнала, аналого-цифрового преобразователя ADA 1406 и персонального компьютера (ПК) [9].



Рис. 1. Схема системы контроля демпфирующих свойств

Экспериментальные данные предварительно обработали с помощью программного пакета PowerGraph 3.3 Professional.

Демпфирующие характеристики исследуемых материалов рассчитывали методом резонансных кривых. В качестве показателя оценки демпфирующих свойств материала использовали логарифмический декремент затухания колебаний  $\delta$ .

Логарифмический декремент затухания колебаний определяли по формуле [10]

$$\delta = \frac{\pi}{Q},$$

где  $Q$  – добротность, энергетическая характеристика затухания колебаний, характеризующая скорость потери энергии.

Добротность связана с шириной пика резонансной кривой (рис. 2). Измеряя ширину полосы резонансного максимума  $B$  на уровне 70% (точнее, при  $1/\sqrt{2} = 0,707$ )

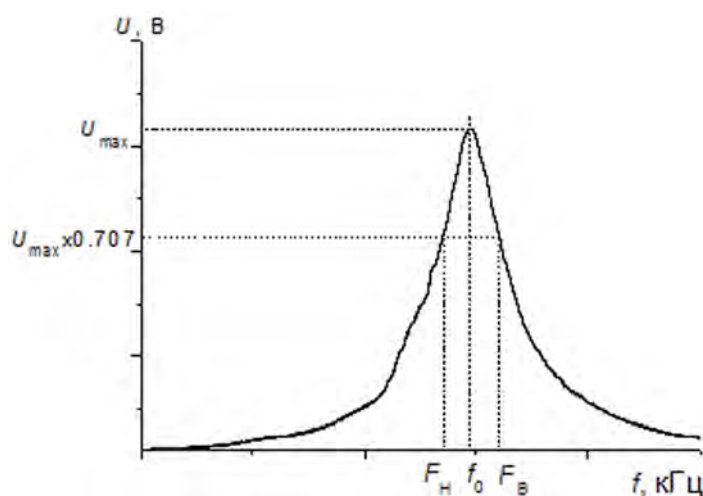


Рис. 2. Резонансный пик

максимального значения, получаем формулу для определения добротности:

$$Q = \frac{f_0}{B},$$

где  $f_0$  – частота, соответствующая максимальной амплитуде сигнала (резонансная частота);  $B = F_B - F_H$ .

Разработанная конфигурация системы (ее аппаратная и программная реализация) позволила решать все практические задачи по сбору, анализу и представлению в удобной форме результатов по изучению демпфирующих характеристик материалов.

### Результаты исследования и их обсуждение

Для определения корреляции между демпфирующими характеристиками и физико-механическими свойствами композиционного материала на основе алмазного порошка марки АСМ 0,1/0 с добавкой вольфрама различного генезиса сначала исследовали характер изменения плотности, твердости и трещиностойкость композита в зависимости от температуры спекания в АД. Согласно результатам анализа зависимости физико-механических свойств материалов от температуры спекания (рис. 3) образцы, спеченные с добавкой П (W, W<sub>2</sub>C, WC) имеют наилучшие свойства.

Спекание алмазного порошка с добавлением вольфрама приводит к реакционному взаимодействию. Происходит химическая реакция, во время которой вольфрам с углеродом образуют карбид вольфрама, который заполняет промежутки между алмазными частицами, что способствует увеличению прочности и трещиностойкости материала.

По данным фазового анализа в образцах спеченных с добавкой оксидов вольфрама I содержится оксид вольфрама WO<sub>2</sub>. Появление значительного количества остатка WO<sub>2</sub> в композите свидетельствует о неполном восстановлении металла из оксида вольфрама WO<sub>3</sub> в процессе отжига приготовленных смесей (алмазного порошка с добавкой) в среде водорода. Это приводит к уменьшению содержания карбида вольфрама, образующего в процессе реакционного спекания и снижению физико-механических свойств образцов [11].

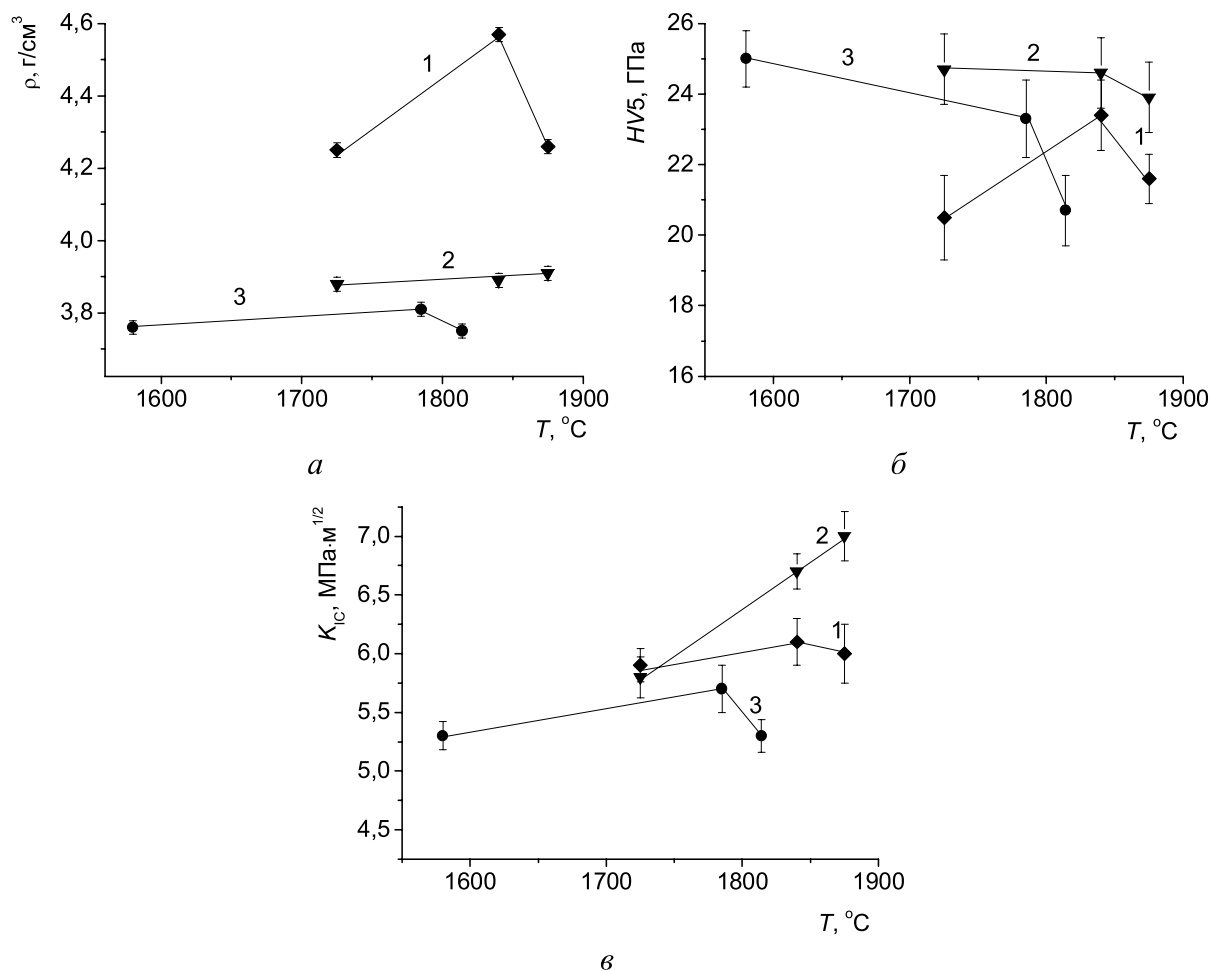


Рис. 3. Зависимости плотности (а), твердости (б) и трещиностойкости (в) образцов, спеченных из алмазного порошка марки АСМ 0,1/0 с добавлением вольфрама различного генезиса от температуры спекания: 1 – добавка I (различные оксиды вольфрама), 2 – II (W, W<sub>2</sub>C, WC), 3 – III (W)

Предположительно образцы, спеченные с добавкой вольфрама III, имеют не лучшие свойства в связи с вводимыми довольно крупными частицами порошка вольфрама в сравнении с наночастицами алмазного порошка в смеси. Крупные частицы вольфрама имеют значительно меньшую удельную поверхность относительно алмазных наночастиц, что также приводит к неравномерному размешиванию смеси. Этот факт не способствует образованию сплошных границ между алмазом и карбидом вольфрама во время реакционного спекания, что и ухудшает свойства материала.

Тем не менее, в образцах не содержится графита. Введение в алмазный порошок достаточного количества добавки вольфрама исключает графитизацию по всему объему образцов, спеченных в температурном диапазоне 1200–2000 °C [11].

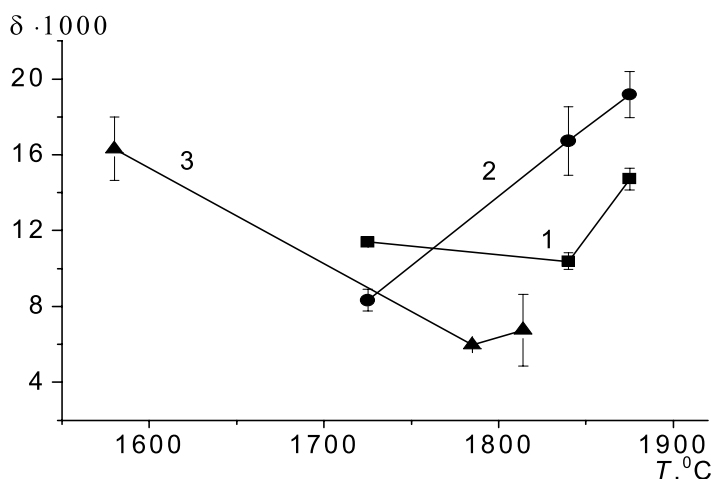


Рис. 4. Зависимости логарифмического декремента затухания колебаний  $\delta$  от температуры спекания образцов: 1 – добавка I (различные оксиды вольфрама), 2 – II ( $W, W_2C, WC$ ), 3 – III ( $W$ )

При дальнейшем повышении температуры до  $1900^\circ\text{C}$  увеличивалось. Минимальные значения демпфирующих характеристик наблюдали при температуре спекания  $1750\text{--}1850^\circ\text{C}$ . Малые значения демпфирующих свойств в этом температурном диапазоне спекания свидетельствуют о том, что полученные образцы имеют низкую пористость и минимальное количество дефектов, что очень важно для режущих материалов.

Зависимости логарифмического декремента колебаний  $\delta$  от трещиностойкости, твердости по Кнупу для нанокompозита с добавкой II ( $W, W_2C, WC$ ) показаны на рис. 5.

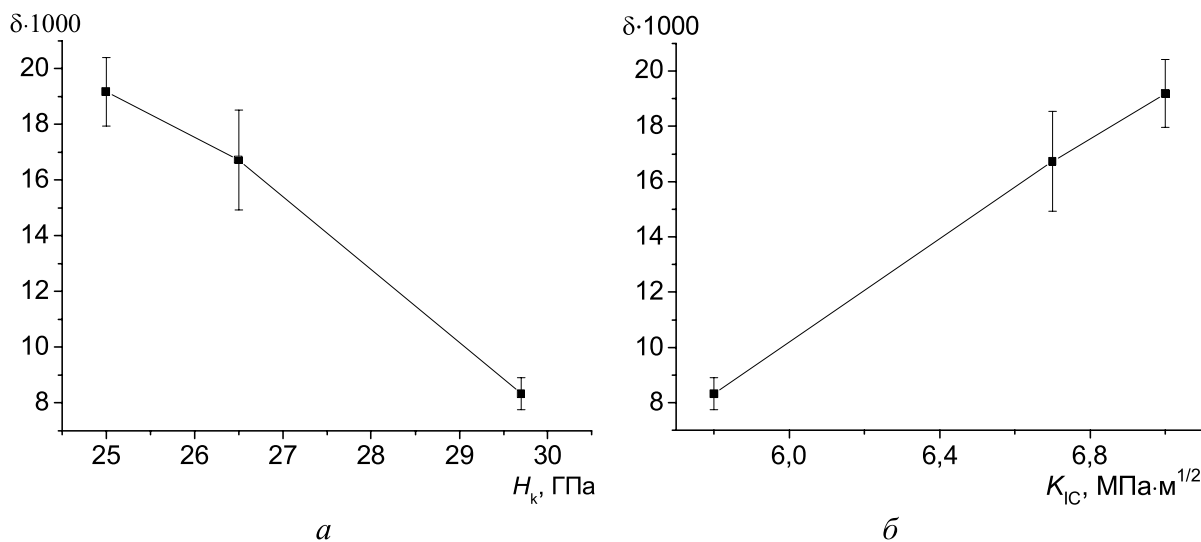


Рис. 5. Зависимости логарифмического декремента затухания колебаний  $\delta$  от твердости по Кнупу (а) и трещиностойкости (б) нанокompозитов с добавкой II ( $W, W_2C, WC$ )

Таким образом для нанокompозитов алмаз – карбид вольфрама с добавкой II ( $W, W_2C, WC$ ) установили корреляцию между логарифмическим декрементом затухания колебаний, трещиностойкостью и твердостью образцов. Более высоким значениям твердости нанокompозитов соответствовали меньшие значения логарифмического декремента затухания колебаний. Увеличение температуры спекания способствовало увеличению

трещиностойкости и логарифмического декремента затухания колебаний нанокompозитов с добавкой II (W, W<sub>2</sub>C, WC).

#### **Выводы**

1. Спекание алмазного нанопорошка с добавлением вольфрама приводит к реакционному взаимодействию между ними, в результате образуется карбид вольфрама, который заполняет промежутки между алмазными частицами, что улучшает свойства материала.

2. Появление остатка WO<sub>2</sub> в композите свидетельствует о неполном восстановлении металла из оксида вольфрама WO<sub>3</sub> в процессе отжига в среде водорода смесей алмазного порошка с добавкой. С увеличением содержания оксида вольфрама WO<sub>2</sub> уменьшается содержание карбида вольфрама, что приводит к снижению твердости образцов.

3. Введение добавки вольфрама к алмазному нанопорошку исключает процесс графитизации по всему объему образцов, спеченных в широком температурном диапазоне.

4. Установлен температурный диапазон спекания (1750–1850 °C), которому соответствуют минимальные значения логарифмического декремента затухания колебаний в образцах, что свидетельствует о получении однородного нанокompозита с минимальным количеством дефектов.

5. Для нанокompозитов алмаз – карбид вольфрама с добавкой II (W, W<sub>2</sub>C, WC) установлена корреляция между логарифмическим декрементом затухания колебаний, трещиностойкостью и твердостью образцов.

*Досліджено вплив температури спікання нанокompозитів алмаз – карбід вольфраму з добавками вольфраму різного генезису на фізико-механічні властивості та демпфуючі характеристики. Встановлено кореляцію між логарифмічним декрементом затухання коливаль, тріщиностійкістю і твердістю зразків для алмазного нанокompозиту з добавками W, W<sub>2</sub>C, WC.*

**Ключові слова:** алмазний композит, спікання, високий тиск, алмазний нанопорошок, вольфрам, внутрішнє тертя, логарифмічний декремент затухання коливаль.

*The effect of sintering temperature of nanocomposite diamond-tungsten carbide with additions of various origins tungsten on the physic – mechanical properties and damping characteristics have been investigated. The correlation between the value of the logarithmic decrement of damping, fracture toughness and hardness of samples for diamond nanocomposites with the addition of W, W<sub>2</sub>S, WC was found.*

**Key words:** diamond composites, sintering, high pressure, diamond nanopowder, tungsten, internal friction, the logarithmic decrement of vibrations.

#### **Литература**

1. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза. – К.: Наук. думка, 1989. – 192 с.
2. Особенности спекания алмазных порошков различной дисперсности в условиях высокого давления / А. А. Бочечка, Л. А. Романко, В. С. Гаврилова, и др. // Сверхтвердые матер. – 2007. – № 1. – С. 24–31.
3. Пат. 3145690 ФРН, МКІЗ С 04 В 39/00. Verfahren zum Herstellen von Drahtziehstein – Presskörpern, insbesondere Diamantpress-körpern und das Produkt des Verfahrens / H. S. Cho. – Опубл. 26.08.83.
4. Влияние карбидов переходных металлов на получение композитов на основе алмазного нанопорошка детонационного синтеза / А. А. Бочечка, Л. А. Романко, Д. Ю. Шаповалов, С. Н. Назарчук // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – Вып. 9. – С. 190–196.

5. Поликристаллический композиционный материал «Алмаз–карбид вольфрама» / С. Н. Назарчук, А. А. Бочечка, Г. С. Олейник и др. // Сверхтвердые матер. – 2011. – № 1. – С. 3–17.
6. Кивилис С. С. Плотномеры. – М.: Энергия, 1980. – 280 с.
7. Григорович В. К. Твердость и микротвердость металлов. – М.: Наука, 1976. – 230 с.
8. Дуб С. Н., Мальнев В. И. Особенности испытаний кристаллов алмаза и кубонита на трещиностойкость // Методы исследования свойств сверхтвердых материалов. – К.: ИСМ АН УССР. 1981. – С. 21–25.
9. Application of acoustic methods for the monitoring of products made of hard alloys / L. M. Devin, V. P. Bondarenko, O. A. Osadchyi, T. V. Nimchenko // Mater. Sci. – 2009. – N 45 (3). – P. 392–398.
10. Глаговский Б. А., Ройтштейн Г. Ш., Яшин В. А. Контрольно-измерительные приборы и основы автоматизации производства абразивных инструментов: учеб. пособие для машиностроит. техникумов. – Л.: Машиностроение, Ленинград. отд-ние, 1980. – 278 с.
11. Композит алмаз–карбид вольфрама на основе алмазного порошка АСМ 1/0 / А. А. Бочечка, Н. Ф. Гадзыра, С. Н. Назарчук и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ Алкон НАН Украины, 2009. – С. 244–247.

*Поступила 06.07.12*

УДК 621.921.34-492.2:620.22-419

**Е. М. Луцак, І. А. Свєшніков**, д-р техн. наук, **С. Д Заболотний, С. В. Смекаленков**,  
**О. О. Бочечка**, д-р техн. наук; **В. М. Ткач**, д-р. фіз.-мат. наук; **С. М. Назарчук**, канд. техн. наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України*

### **ВИПРОБУВАННЯ РІЗЦІВ ДЛЯ БУРІННЯ ШПУРІВ ПІД АНКЕРНЕ КРІПЛЕННЯ, ВИГОТОВЛЕНИХ З КОМПОЗИТУ АЛМАЗ – КАРБІД ВОЛЬФРАМУ**

*Описано результати випробування бурового інструменту, робочі елементи якого виготовлені з композиту алмаз – карбід вольфраму. Показано можливість металізації композиту під час його спікання при високому тиску.*

**Ключові слова:** алмазний композит, спікання, високий тиск, алмазні порошки, карбід вольфраму, металізація, буровий інструмент.

#### **Вступ**

Анкерне кріплення гірничих виробок доволі поширене у світовій практиці гірничих робіт. Наприклад, на шахтах Польщі 80% підготовчих виробок закріплені анкерами. Це сприяє значній економії металевого аркового кріплення.

У гірничій промисловості України анкерне кріплення широко впроваджено в об'єднанні «Павлоградвугілля». У такий спосіб там закріплено понад 140 км гірських виробок. Проте для ширшого впровадження цього прогресивного способу кріплення потрібен високопродуктивний і надійний буровий інструмент для малогабаритних бурових машин. У зв'язку із цим розробка пластин алмазного полікристалічного композиційного матеріалу (АПКМ) має велике практичне значення.

Для оцінювання зносостійкості та динамічної міцності елементів з АПКМ розроблено комплексну методику визначення працездатності породоруйнівних елементів з АПКМ на