

УДК 546.261; 549.211

В. Г. Полторацький, канд. техн. наук¹; **Н. Т. Картель**, академік НАНУ²;
Т. В. Кулик, канд. хім. наук²; **О. О. Бочечка**, **В. І. Лавриненко**, доктора технічних наук¹;
В. В. Смоквина, **А. М. Панова**, кандидати технічних наук¹; **В. П. Білоченко**,
О. В. Лещенко, **Г. С. Грищенко**¹

¹Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ

²Інститут хімії поверхні ім. О. О. Чуйка НАН України, м. Київ

ВЛАСТИВОСТІ ПОВЕРХНІ КОМПОЗИЦІЙНИХ КОМПАКТІВ НА ОСНОВІ АЛМАЗІВ АС 6 З ВУГЛЕЦЕВИМ ЗВ'ЯЗУЮЧИМ

Наведено результати досліджень методом термопрограмованої десорбційної мас-спектрометрії композиційного матеріалу на основі синтетичного алмазу з вуглецевим зв'язуючим, створеного фізико-хімічним синтезом за низького тиску.

***Ключові слова:** термопрограмована десорбційна мас-спектрометрія, синтез, композиційний матеріал, вуглецеве зв'язуюче.*

Вступ

У результаті термообробки алмазних порошків АС6 їх магнітна сприйнятливість істотно не змінюється, тобто не змінюється загальний вміст металевих домішок [1; 2]. Водночас термообробка впливає на розподіл домішок у кристалі та як наслідок підвищується міцність зерен і поліпшуються експлуатаційні властивості алмазного інструменту. Мета цієї роботи – дослідити вплив термообробки в інертному середовищі на стан поверхні, а саме складу функціональних груп, алмазних порошків, їх вплив на отримання відповідних композиційних компактів та працездатність у шліфувальному інструменті.

Матеріали і методи дослідження

Досліджувані матеріали: порошки алмазу АС6 до та після термообробки при 900°C в аргоні та композиційні компакти на їх основі, отримані фізико-хімічним синтезом у газотермічному реакторі при тиску нижче атмосферного, температурі до 1523 К, у середовищі вуглецевовмісного газу [3].

Досліджували методом термопрограмованої десорбційної мас-спектрометрії (ТПД МС) за допомогою переобладнаного для термодесорбційних вимірювань монопольного мас-спектрометра «МХ-7304А» (м. Суми, Україна) з іонізацією електронами за тиску $\sim 5 \cdot 10^{-5}$ Па та температури 20–750 °С. Леткі продукти термолізу через високовакуумний вентиль безпосередньо подавали до іонізаційної камери мас-спектрометра, де під дією електронів піддавали іонізації і фрагментації. Після поділу за масами в мас-аналізаторі інтенсивність іонного струму продуктів десорбції і термолізу реєстрували вторинним електронним помножувачем «ВЕУ-6» [4–7].

Результати дослідження та їх обговорення

Як засвідчили результати аналізу термодесорбційних мас-спектрів поверхні вихідного зразка АС6 125/100, отриманих в температурному інтервалі 20–900°C, основними продуктами, що десорбуються, є вода ($m/z = 18, 17$) та монооксид вуглецю СО ($m/z = 28$). Криві термодесорбції для іонів з $m/z = 28$ та 18 відповідно показано на рис. 1. Як бачимо, з поверхні даного зразка десорбується незначна кількість діоксиду вуглецю (СО₂) з максимумами при температурі 200 та 620°C.

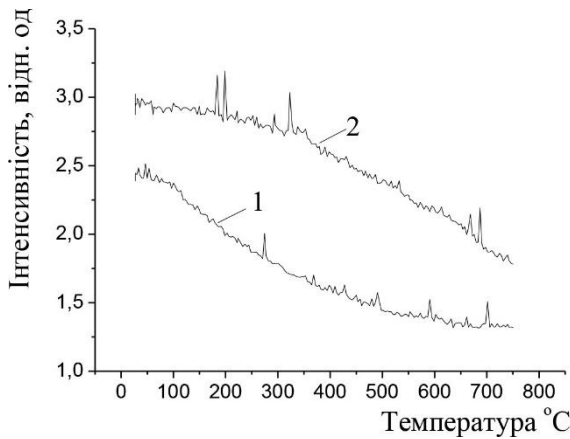


Рис. 1. Криві термодесорбції з поверхні зразка АС6 125/100 іонів: 1 – $m/z = 18$; 2 – $m/z = 28$

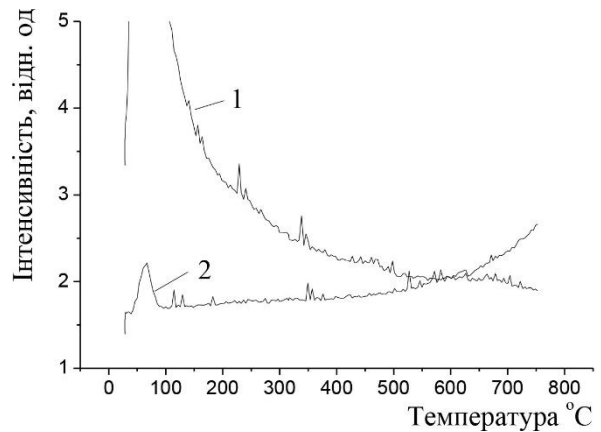


Рис. 2. Криві термодесорбції з поверхні зразка АС6 125/100 після термообробки іонів: 1 – $m/z = 18$; 2 – $m/z = 28$

Для зразка АС6 125/100 після термічної обробки характерно, що вода та незначна кількість алкілпохідних (m/z становить 28, 27, 26) містяться на поверхні зразка лише у фізсорбованому стані, а отже вони десорбуються за температури нижче 100°C (рис. 2).

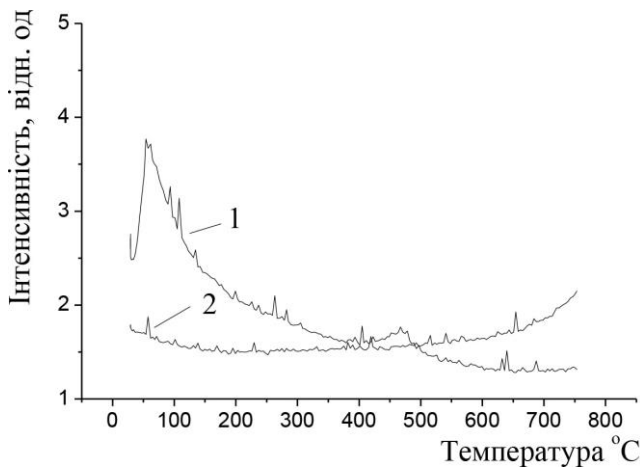


Рис. 3. Криві термодесорбції з поверхні зразка композиційного компакту зернистістю 250/200, отриманого з вихідного АС6 125/100 після термообробки при температурі 900 °C, іонів: 1 – $m/z = 18$; 2 – $m/z = 28$

При температурі 300°C спостерігається низькоінтенсивний максимум на термодесорбційній кривій для йону з $m/z = 44$, що може зумовлюватись розкладанням і десорбцією карбоксильних груп з утворенням CO_2 . Після термічної обробки зразка АС6 125/100 при температурі понад 700°C посилюється інтенсивність ліній іонів з $m/z=28$ (CO) (рис. 2), що свідчить про наявність на поверхні хемосорбованих сильнозв'язаних карбонільних груп.

Для порошку композиту отриманого спіканням вихідного зразка АС6, характерний великий вміст води. Вода десорбується в широкому температурному діапазоні (20–500°C) (рис. 3). Такий високий пік десорбції свідчить не лише про десорбцію фізсорбованої води, а й дегідратацію та дегідроксилювання, що відбуваються за високої температури. На термодесорбційній кривій йону з $m/z = 28$ (CO) з поверхні композиту, отриманого з вихідного АС6, максимумів десорбції не спостерігалось (рис. 3).

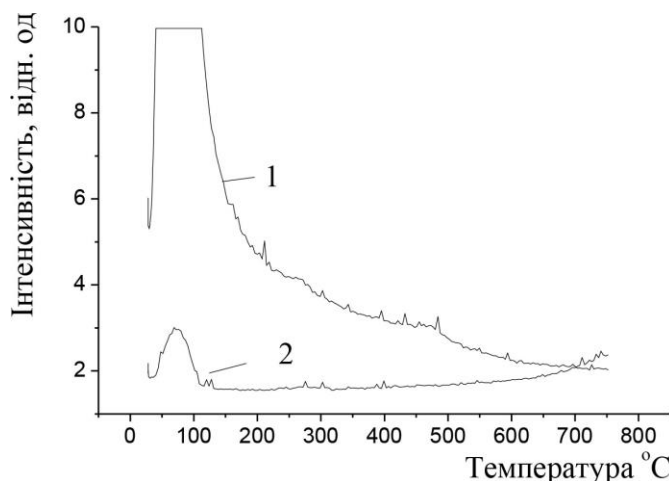


Рис. 4. Криві термодесорбції з поверхні зразка композиційного компакту зернистістю 250/200, отриманого з АС6125/100 після термообробки при 900°C, іонів: 1 – $m/z = 18$, 2 – $m/z = 28$.

Аналіз термодесорбційних спектрів іонів з $m/z = 18(\text{H}_2\text{O})$, $28(\text{CO})$, $44(\text{CO}_2)$ з поверхні порошку композиційного компакта, отриманого з АС6 125/100 після термообробки при 900°C (рис. 4), засвідчив, що для даного композиційного матеріалу спостерігається більша інтенсивність десорбції води, а також в 1,5–2 рази більша інтенсивність піків CO, ніж для вихідного порошку. Це може свідчити про те, що отримані порошки композиційного компакту після термообробки вихідного АС6 мають більш дефектну та розвинену структуру поверхні у порівнянні з АС6 125/100 (до та після

термообробки) і порошку композиційних компактів, отриманого із вихідного порошку АС6. Це в свою чергу приводить до міцнішого утримання шліфпорошків з компактів у зв'язці шліфувального інструменту.

Висновки

У результаті термообробки при температурі 900°C в інертному середовищі з подальшим охолодженням на повітрі алмазних порошоків АС6 збільшується кількість поверхневих дефектів і частково окислюється поверхня з утворенням карбонільних та карбоксильних груп. Внаслідок цього більше алмазів зрощується вуглецевою зв'язкою в компакт із посиленням на 17–25% міцності, що сприяє підвищенню зносостійкості шліфувальних кругів на полімерній В2-08 та металополімерній ВР зв'язках при шліфуванні твердого сплаву; при цьому уабразивна здатність паст підвищується в 1,3–1,5 рази.

Приведены результаты исследований методом термопрограммированной десорбционной масс-спектрометрии композиционного материала на основе синтетического алмаза с углеродным связующим, полученного физико-химическим синтезом при низком давлении.

Ключевые слова: термопрограммированная десорбционная масс-спектрометрия, синтез, композиционный материал, углеродное связующее.

SURFACE PROPERTIES OF COMPOSITE COMPACTS BASED ON DIAMOND OF AC 6 GRADE WITH CARBON BINDER

The results of studies by thermoprogrammed desorption mass spectrometry method of composite material based on the synthetic diamond with carbon binder are presented. The composite material was produced by physical-chemical synthesis under low pressures.

Key words: thermo-programmed desorption mass spectrometry, synthesis, composite material, carbon binder.

Література

1. Влияние физико-механических характеристик синтетических алмазных порошков марки АС6 на износостойкость шлифовального инструмента / В. И. Лавриненко, Г. Д. Ильницкая, Г. А. Петасюк и др. // Сверхтвердые материалы. – 2013. – № 5. – С. 72–81.

2. Смоквина В. В. Підвищення зносостійкості шліфувального інструменту з НТМ спрямованим тепловим впливом на різальні зерна : автореф. дис. ... канд. техн. наук : 05.03.01 / Ін-т надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України. – К., 2013. – 20 с.
3. Полторацький В. Г. Створення абразивних надтвердих матеріалів на основі алмазу та кубічного нітриду бору, структурованих вуглецевою зв'язкою при тисках нижче атмосферного: Автореф. дис. ... канд. техн. наук. – Київ, 2014 р. – 20 с.
4. Nicholl S. I., Talley J. W. Development of thermal programmed desorption mass spectrometry methods for environmental applications // *Chemosphere*. – 2006. –63. – P. 132–141.
5. Redhead P. A. Thermal Desorption of Gases // *Vacuum*. – 1962. –12. – P. 203–211.
6. Kulik T.V. Use of TPD-MS and linear free energy relationships for assessing the reactivity of aliphatic carboxylic acids on a silica surface // *J. Phys. Chem. C*. – 2012. – 116. – P. 570–580.
7. A TPD-MS study of the interaction of coumarins and their heterocyclic derivatives with a surface of fumed silica and nanosized oxides CeO₂/SiO₂, TiO₂/SiO₂, Al₂O₃/SiO₂ / K. S. Kulyk, V. V. Ishchenko, B. B. Palyanytsya et al. // *Journal of Mass Spectrometry*. – 2010. – 45. – P. 750–761.

Надійшла 26.06.17

УДК 004.942:666.233:62-987

В. В. Нагорный; А. А. Лещук, д-р. техн. наук, **А. И. Боримский**, канд. техн. наук

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

ВЛИЯНИЕ ИНТЕНСИВНОСТИ ОТВОДА ТЕПЛОТЫ ОТ БЛОК-МАТРИЦ АППАРАТА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ ТИПА «НАКОВАЛЬНИ С УГЛУБЛЕНИЯМИ» НА РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ В РЕАКЦИОННОЙ ЯЧЕЙКЕ

С использованием компьютерного моделирования изучено влияние интенсивности отвода теплоты от блок-матриц аппарата высокого давления (АВД) типа «тороид» на распределение температуры в ячейке высокого давления при нагревании. Приведены поля температуры и повышения давления за счет нагревания в различных частях АВД.

Ключевые слова: *аппарат высокого давления типа «тороид», ячейка высокого давления, реакционная ячейка, поле температуры, давление, термонапряженное состояние.*

Введение

Высокое давление и высокую температуру широко применяют в различных областях науки и техники. Наиболее высокое давление (до 10 ГПа) и высокую температуру (свыше 2000 °С), которые используют в производстве, создают при использовании АВД различных конструкций [1], среди которых широкоприменяемый «тороид» (АВД-Т) [2] – модификация аппарата одноосного сжатия типа «наковальни с углублениями». Такие аппараты применяют для синтеза сверхтвердых материалов, спекания композиционных материалов на их основе, выращивания монокристаллов алмаза методом *T*-градиента и пр.

Для создания высокого давления и высокой температуры АВД-Т сжимают между опорными и подкладными плитами пресса, создавая в нем высокое давление, после чего нагревают реакционную ячейку аппарата пропусканием через ее токопроводящие элементы электрического тока.

Распределение температуры в реакционной ячейке зависит от множества факторов, среди которых – интенсивность отведения теплоты от верхней и нижней блок-матриц АВД