

**НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ім. В. М. БАКУЛЯ**

Шмегера Роман Сергійович



УДК 620.22-419:621.762.53

**ЗАКОНОМІРНОСТІ ФОРМУВАННЯ СТРУКТУРИ І ВЛАСТИВОСТЕЙ
АЛМАЗОВМІСНИХ КОМПОЗИТІВ З БАГАТОКОМПОНЕНТНОЮ
ЗВ'ЯЗКОЮ НА ОСНОВІ Ni–Sn ПРИ ІНТЕНСИВНОМУ ЕЛЕКТРОСПІКАННІ**

05.02.01 – Матеріалознавство

АВТОРЕФЕРАТ
дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук

Київ – 2016

Дисертація є рукопис.

Робота виконана в Інституті надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля
НАН України, м. Київ

Науковий керівник: доктор фізико-математичних наук, старший
науковий співробітник
Куш Володимир Іванович
Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля
НАН України, м. Київ
провідний науковий співробітник

Офіційні опоненти: доктор технічних наук, професор
Вишняков Леон Романович,
Інститут проблем матеріалознавства
ім. І. М. Францевича НАН України, м. Київ
завідувач відділу композиційних матеріалів

доктор технічних наук, професор
Ляшенко Борис Артемович,
Інститут проблем міцності ім. Г. С. Писаренка
НАН України, м. Київ
завідувач лабораторії зміцнення поверхні
елементів конструкцій

Захист відбудеться 20 жовтня 2016 р. о 13.30 на засіданні спеціалізованої вченої
ради Д26.230.01 при Інституті надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України
за адресою: 04074, м. Київ, вул. Автозаводська, 2

З дисертацією можна ознайомитись в бібліотеці в Інституті надтвердих матеріалів
ім. В. М. Бакуля НАН України за адресою: 04074, м. Київ, вул. Автозаводська, 2 та
на сайті інституту у розділі Спецрада Д 26.230.01.

Автореферат розісланий 16 вересня 2016 р.

Вчений секретар
спеціалізованої вченої ради
доктор технічних наук, професор



В. І. Лавріненко

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Для виробництва композиційних алмазовмісних матеріалів (КАМ) інструментального призначення, як правило, використовують методи порошкової металургії – вакуумне спікання, інфільтрація та гаряче пресування. Притаманна цим технологіям тривала витримка при високій температурі може призводити до розтріскування та графітизації алмазів уже на етапі виготовлення КАМ, що негативно впливає на їхні фізико-механічні та експлуатаційні властивості. Підвищення якості КАМ вимагає суттєвого зниження температури та скорочення часу спікання, а також забезпечення надійного хімічного/адгезійного зв'язку алмаз-матриця.

Перспективною технологією виготовлення КАМ є розвинутий в ІНМ НАН України метод інтенсивного електроспікання (ІЕС), pT -параметри якого дозволяють уникнути деградації властивостей алмазу, а обмеженість зони нагрівання і швидкоплинність процесу знижують енерговитрати на порядок у порівнянні з традиційними технологіями. Втім, на даний час практичне застосування ІЕС обмежене композитами з однокомпонентною (як правило, кобальтовою) зв'язкою, межа міцності та в'язкість руйнування якої є недостатніми для використання в буровому інструменті. Підвищення експлуатаційних характеристик електроспечених КАМ вимагає розробки нових матеріалів, оптимізованих під технологію ІЕС. Серед них, ймовірно, найбільш перспективними є зв'язки на основі Ni, легування якого іншими металами забезпечує поєднання високої міцності та пластичності. Використання Sn як основного легуючого компонента суттєво знижує температуру, скорочує час спікання та підвищує експлуатаційні якості зв'язки за рахунок формування інтерметалідних сполук. Доцільним є також введення в зв'язку інших легуючих елементів (Cu, Cr) та наповнювачів (BK8, $(CrTi)_2B$ та інші) з метою покращення алмазоутримання і підвищення зносостійкості КАМ.

Встановлення закономірностей формування структури і властивостей вказаних багатокомпонентних систем є актуальною задачею матеріалознавства, розв'язання якої відкриває шлях до оптимізації параметрів технологічного процесу, складу і структури КАМ і, як наслідок, одержання алмазовмісних матеріалів з покращеними фізико-механічними та експлуатаційними характеристиками. Практичне значення результатів такого дослідження полягає у створенні наукових основ нового покоління високопродуктивних енергоощадних технологій електроспікання алмазного бурового інструменту.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами та темами. Дисертаційна робота виконана в Інституті надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України в рамках відомчих НДР III-90-09 «Розробка науково-технологічних основ формування структури алмазних гранул і технології їх нанесення на робочі поверхні породоруйнівних інструментів у якості зносостійких ріжучих та відновлюючих елементів; розробка різців обертального типу здатних ефективно руйнувати гірські породи міцністю 100–120 МПа; створення нових модифікацій алмазно-твердосплавних різців (АТР) з підвищеною висотою алмазного шару», № держреєстрації 0109U000583; III-114-12 «Дослідження та комп'ютерне моделювання закономірностей формування структури, фізико-механічних і експлуатаційних властивостей композиційних алмазовмісних матеріалів (КАМ) для бурових інструментів на основі багатокомпонент-

них систем при інтенсивному електроспінанні», № держреєстрації 0112U000737; III-6-15 «Дослідження та комп'ютерне моделювання закономірностей впливу властивостей міжфазних границь алмаз-зв'язка на фізико-механічні властивості алмазовмісних композитів за критеріями працездатності та ресурсозберігання у породоруйнуючих інструментах»; наукового проекту 7-ї Рамкової Програми ЄС «Materials containing inhomogeneities of diverse physical properties, shapes and orientations», грант PIRSES-GA-2013-610547 – TAMER.

Мета дослідження полягає у встановленні закономірностей формування структури, фізико-механічних і експлуатаційних властивостей КАМ з багатокомпонентною зв'язкою на основі Ni-Sn при інтенсивному електроспінанні.

Задачі дослідження. Досягнення сформульованої мети передбачає:

- дослідження впливу параметрів ІЕС на фізико-хімічну взаємодію та ущільнення багатокомпонентних порошкових сумішей за наявності обмеженої долі рідкої фази та визначення основних механізмів ущільнення;
- дослідження впливу складу порошкової суміші, адгезійно-активних сполук та режимів ІЕС на формування мікроструктури та фізико-механічних властивостей зв'язки і КАМ на її основі;
- проведення лабораторних експериментів з метою вибору складу зв'язки і режимів ІЕС, які забезпечують належну для бурового інструменту якість КАМ;
- розробку високопродуктивного енергоощадного способу виготовлення бурових коронок за технологією інтенсивного електроспінання;
- визначення продуктивності та зносостійкості електроспечених бурових коронок, оснащених розробленим КАМ.

Об'єктом дослідження є процес спікання алмазовмісних композитів з багатокомпонентною зв'язкою прямим пропусканням струму при підвищених тисках за наявності обмеженої долі рідкої фази.

Предметом дослідження є закономірності формування структури, фізико-механічних і експлуатаційних властивостей КАМ зі зв'язкою на основі Ni-Sn при ІЕС.

Методи дослідження. Для одержання зразків методом ІЕС при тиску до 300 МПа та температурі до 900 °С використовувалась спеціально розроблена технологічна комірка. Змінні в часі параметри процесу (напруга, сила струму, температура, усадка) фіксувались з використанням системи комп'ютерного моніторингу. Дослідження структури одержаних зразків виконано методами оптичної та електронної мікроскопії. Елементний та фазовий склад визначали методами рентгенофазового та мікрорентгеноспектрального аналізу. Макро-, мікро- та нанотвердість одержаних зразків визначали методом індентування. Теплопровідність вимірювали методом еталона, питомий електроопір вимірювали чотиризондовим методом. Продуктивність роботи та зносостійкість визначали з використанням лабораторного стенду на базі радіально-свердлильного верстата. Моделювання процесів усадки, тепло- та електропровідності проведено з використанням методів обчислювальної мікромеханіки, обробка дослідних даних – методами математичної статистики.

Наукова новизна отриманих результатів:

1. Встановлено, що електронагрів під тиском 150 МПа порошкової суміші Ni+12%Sn+алмаз до 900 °С за 10 секунд з наступною витримкою протягом 30 секунд забезпечує одержання КАМ з практично безпористою зв'язкою, яка

- складається лише з нікелю та інтерметаліду Ni_3Sn , при збереженні вихідної якості алмазів.
2. Результати розрахунку тривалості хімічних реакцій при швидкому нагріві порошкової суміші Ni-Sn по розробленій на базі рівнянь балансу мас, закону Ареніуса та закону діючих мас макрокінетичній моделі процесу формування інтерметалідів в неізотермічних умовах якісно і кількісно (з похибкою 10–20 %) узгоджуються з дослідними даними.
 3. Встановлено, що межа плинності і твердість одержаних інтенсивним електроспінанням сплавів на основі Ni-Sn зростають зі збільшенням масового вмісту олова від 2% до 16% і є значно (в два рази для $\text{Ni+16\%Sn}$) вищими у порівнянні з чистим нікелем внаслідок формування гетерогенної мікроструктури з включеннями інтерметалідних сполук у якості армуючої фази.
 4. Вперше встановлено, що модифікація міжфазної границі алмаз – зв'язка $\text{Ni+6\%Sn}$ шляхом механічного нанесення (накатки) шару порошку хрому товщиною 3–5 мкм на поверхню алмазів підвищує її контактну теплопровідність на порядок, від $2,1 \cdot 10^6$ до $2,3 \cdot 10^7$ Вт/(м²·К), внаслідок чого об'ємна теплопровідність КАМ зростає на 15–25%.
 5. З використанням розвинутої методики множинного індентування досліджено агрегатну та фазову твердість структурованої зв'язки на основі Ni-Sn , зокрема вперше визначено твердість інтерметаліду Ni_3Sn , яка становить 2,4 ГПа, 3,7–3,9 ГПа і 8,4–9,2 ГПа при навантаженні відповідно 2 Н, 200 мН і 5 мН.

Практичне значення одержаних результатів. Отримано комплекс нових даних щодо впливу кінетики технологічних параметрів ІЕС на фізико-механічні та експлуатаційні властивості КАМ. Розвинуті методики вимірювання теплопровідності і множинного індентування та розроблені теоретичні моделі можуть бути застосовані до широкого кола багатофазних матеріалів, а одержана з їх використанням інформація є важливою при прогнозуванні працездатності, зношування та оброблюваності структурно-неоднорідних матеріалів. Визначено оптимальні технологічні параметри ІЕС, розроблено технологічні інструкції та практичні рекомендації щодо вибору багатокомпонентних порошкових сумішей для виробництва КАМ методом інтенсивного електроспінання. Розроблений високоефективний енергоощадний спосіб інтенсивного електроспінання бурових коронок є потенційною основою промислової технології виготовлення алмазного інструменту. Дослідно-промислова перевірка у виробничих умовах Державного підприємства АЛКОН-ДІАМАНТ НТАК «Алкон» (Київ) показала, що виготовлені за технологією ІЕС бурові коронки, оснащені розробленим КАМ, по механічній швидкості буріння на 25%, а за проходкою на 18% перевищують виготовлені методом просочування серійні зразки бурових коронок зі зв'язкою ВК8-мідь.

Особистий внесок автора. В дисертаційній роботі наведено результати досліджень, проведено автором самостійно або за його безпосередньої участі. Спільно з науковим керівником д.ф.-м.н. В. І. Кущем сформульовано мету та задачі дослідження, в ході якого проводилось обговорення методик проведення дослідів, отриманих результатів та висновків по роботі.

Автору належить ідея використання методу інтенсивного електроспінання для консолідації багатокомпонентних систем в присутності рідкої фази. Особистий

внесок здобувача полягає у вдосконаленні установки для ІЕС, розробці багатокомпонентної зв'язки на основі Ni–Sn, оптимізованої під технологію інтенсивного електроспикання. Проведено систематичне дослідження кінетики параметрів процесу електроспикання зразків КАМ, ідентифіковано основні механізми спікання, вивчено закономірності формування мікроструктури та фізико-механічних властивостей КАМ. Досліджено вплив складу, структури та режиму спікання на теплофізичні і механічні властивості зв'язок і КАМ на їх основі. Розроблено та практично реалізовано спосіб інтенсивного електроспикання бурових коронок без попереднього спікання робочих елементів.

Дослідження мікроструктури методом електронної мікроскопії проведено спільно з д.ф.м.н. В. М. Ткачом, проф. Ф. Стаховичем і проф. К. Куб'яком. Рентгенофазовий аналіз спільно з к.т.н. Є. В. Солодким. Макрокінетичну модель процесу формування інтерметалідів розроблено спільно з проф. А. Г. Князевою. Роботи з комп'ютерного моделювання виконано спільно з д.ф.-м.н. В. І. Кущем. Прилад для вимірювання теплопровідності розроблено спільно з к.т.н. Я. О. Подобою. Наноіндентування проводилось спільно з д.т.н. С. М. Дубом. Дослідження експлуатаційних характеристик одержаних зразків КАМ та виготовлення дослідної партії бурових коронок проведено спільно з к.т.н. В. М. Сердюком, к.т.н. В. П. Переясловим. Випробування бурових коронок проведено спільно з к.т.н. А. П. Загорою.

Апробація результатів дисертації. Основні результати і положення дисертаційної роботи доповідались на II міжнародній Самсонівській конференції «Материаловедение тугоплавких соединений» (Київ, 2010 р.); на XIV, XVI та XVIII міжнародних конференціях «Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения» (Морське, 2011 р., 2013 р.; Трускавець, 2015 р.); на міжнародній конференції «Micromech2014: Advances in micromechanics of materials» (Жешув, Польща, 2014 р.); на 1-й міжнародній літній школі по мікромеханіці (Жешув, Польща, 2015 р.); на IX міжнародній конференції молодих вчених «Перспективні технології на основі новітніх фізико-матеріалознавчих досліджень та комп'ютерного конструювання матеріалів» (Київ, 2016 р.), на міжнародній конференції «Реологічні моделі і процеси деформування структурно-неоднорідних матеріалів» (Світязь, 2016 р.); на міжнародній конференції «Progressive technologies and materials in mechanical engineering» (Жешув, Польща, 2016 р.).

Дисертаційна робота в повному обсязі доповідалась на семінарі кафедри фізики металів фізичного факультету Київського національного університету ім.Т. Шевченка (Київ, 2016 р.) та на семінарі відділу зносостійких і корозійно-стійких порошкових конструкційних матеріалів Інституту проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України (Київ, 2016 р.).

Публікації. За темою дисертаційної роботи опубліковано 11 наукових праць, з них 7 статей у фахових виданнях, з яких 3 входять до міжнародних наукометричних баз Web of Science та SCOPUS, і 4 публікації в збірниках матеріалів науково-технічних конференцій.

Структура та обсяг дисертації. Дисертація складається зі вступу, п'яти розділів, загальних висновків та списку літератури з 111 найменувань. Робота містить 74 рисунки і 15 таблиць, загальний обсяг роботи 140 сторінок.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У вступі подано загальну характеристику та аналіз стану задачі, обґрунтовано актуальність теми дисертаційної роботи, сформульовано мету і задачі досліджень, висвітлено наукову новизну і практичну цінність одержаних результатів.

В першому розділі проведено порівняльний аналіз КАМ для бурового і породоруйнівного інструменту та промислових технологій спікання КАМ з металевою матрицею з точки зору ефективності та енергоємності технологічного процесу та експлуатаційних якостей одержаного композиту інструментального призначення. Розробці конструкцій, технології виробництва і оптимізації режимів експлуатації алмазних інструментів для буріння, обробки природного каменю та штучних будівельних матеріалів присвячені роботи В. М. Бакуля, М. В. Новікова, Ю. В. Найдича, В. А. Александрова, А. Ю. Шила, Н. В. Ципіна, А. Л. Майстренка та багатьох інших. На структурному рівні висока якість алмазовмісного композиту означає щільну й повністю консолідовану матрицю, міцні міжфазні границі і неушкоджені алмазні зерна. В термінах обумовлених структурою фізико-механічних властивостей це виражається у високих тепло- і електропровідності, пружних характеристиках, міцності і, як наслідок, експлуатаційних властивостях: довговічності, зносостійкості, продуктивності. На підставі порівняльного аналізу відомих технологій КАМ обґрунтовано перспективність інтенсивного електроспікання як альтернативного методу виготовлення високоякісних КАМ.

Проведено огляд літературних джерел з проблеми електроспікання. В останні 15–20 років спостерігається значний розвиток методів електроспікання, про що свідчить стрімке зростання кількості публікацій та патентів. Це пов'язано з високою ефективністю процесу та унікальністю структури і властивостей матеріалів, що можуть бути отримані даними методами. Значний внесок в теорію і практику електроспікання внесли О. І. Райченко, М. С. Ковальченко, А. Г. Касторнов, Н. А. Андрущук, А. Л. Майстренко, В. П. Переяслов, С. А. Іванов, J. E. Garay, E. Olevsky, U. Anselmi-Tamburini, W. Chen, J. R. Groza, Z. A. Munir, A. Zavaliangos, M. Ohyanagi та інші. Втім, наявні в літературі теоретичні моделі і дослідні дані стосуються переважно однофазних матеріалів і твердофазного спікання. Відзначено його недоліки та окреслено можливості розвитку технології ІЕС у напрямку реалізації потенціалу технології електроспікання для створення КАМ нового покоління.

Подано обґрунтування складу сумішей порошків та легуючих добавок, перспективних для електроспікання зв'язки КАМ для бурового інструменту. На підставі аналізу літератури з проблеми фізико-хімічної взаємодії в системах нікель-олово та нікель-алмаз встановлено доцільність використання в якості зв'язки КАМ сплавів на основі Ni–Sn та обґрунтовано вибір легуючих елементів. За результатами критичного аналізу літературних джерел та патентного пошуку визначено основні задачі досліджень.

В другому розділі викладено інформацію про основні методики, використані в процесі дослідження. Лабораторні зразки матеріалів зв'язки та КАМ циліндричної форми діаметром 10 мм та висотою 10–12 мм одержували прямим пропусканням струму промислової частоти через технологічну комірку (рис. 1), яка містить спресовані порошкові брикети. Для реєстрації в режимі реального часу технологічних параметрів ІЕС (напруги, сили струму, потужності, температури, усадки) використано

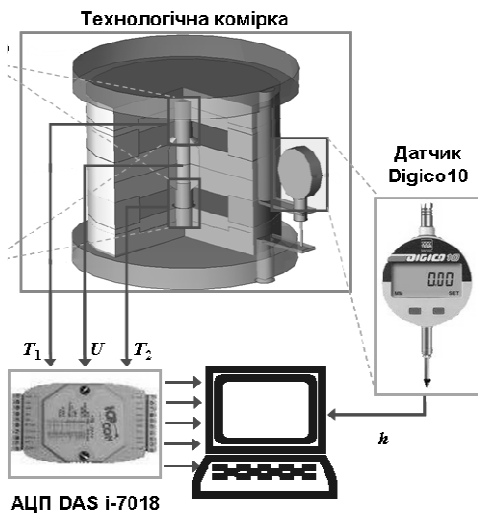


Рис. 1 – Технологічна комірка для ІЕС та система моніторингу

чотиризондовим методом. Для вимірювання теплопровідності розроблено комп'ютеризований пристрій, схема вимірювання якого використовує метод еталону з симетричним, соосним відносно зразка розташуванням еталонів. В роботі також розвинуто методику множинного індентування як спосіб дослідження структурно-неоднорідних матеріалів. Вона забезпечує оцінку середніх значень твердості окремих фаз і композиту в цілому, а також ступеню її неоднорідності на різних масштабних рівнях, що є важливим при прогнозуванні зносостійкості чи оброблюваності гетерогенних матеріалів. Продуктивність роботи та зносостійкість коронок визначали з використанням лабораторного стенду на базі радіально-свердлильного верстата 2Н58.

В третьому розділі викладено результати дослідження закономірностей інтенсивного електроспікання багатокомпонентних сумішей порошків на основі нікелю за наявності обмеженої долі рідкої фази та структури одержаних гетерогенних матеріалів. Процес електроспікання багатокомпонентної системи є складною задачею з огляду на швидкоплинність та суттєву неізотермічність ІЕС, наявність додаткових чинників – тиску та електричного струму, а також складну вихідну морфологію суміші порошків різного розміру і форми. На даний час неможливо створити загальну теоретичну модель даного процесу, яка би дала вичерпну відповідь щодо оптимального вибору параметрів. Це обумовлює необхідність комплексного дослідження, в якому моделювання окремих елементів процесу дозволяє суттєво скоротити коло пошуків в рамках емпіричного підходу.

Одержані з використанням системи комп'ютерного моніторингу часові залежності параметрів інтенсивного електроспікання, зокрема сили струму (рис. 2) та усадки (рис. 3) свідчать про суттєву відмінність спікання за присутності обмеженої долі рідкої фази (Ni+6%Sn, крива 2) від твердофазного спікання (Ni, крива 1). Наведені дані відповідають тиску спікання 150 МПа. Наявність олова в суміші забезпечує появу рідкої фази уже на початкових стадіях процесу спікання, що приводить до значного підвищення провідності зразка. В свою чергу, це спричиняє зростання сили струму в 1,5 рази та швидкості усадки – в два рази, а також активує

комп'ютерну систему моніторингу, блок-схему якої показано на рис. 1. Густина та пористість зразків визначали методом гідростатичного зважування згідно ГОСТ 20018-74 та ГОСТ 18898-89. Дослідження мікроструктури виконано методом електронної мікроскопії на приладах «ZEISS EVO 50 XVP» та «NORAN System SIX X-ray Microanalysis». Фазовий склад визначали методами рентгенофазового аналізу на рентгенівському дифрактометрі «RIGAKU ULTIMA 4». Деформаційні криві зразків одержано на випробувальній машині «Instron 1126». Мікротвердість вимірювали згідно ГОСТ 9450-76 на приладі ПМТ-3, Наноіндентування проводилось на приладі Nano Indenter G200. Питомий електроопір визначали

хімічні реакції, в яких формується інтерметалідна фаза. Звертає на себе увагу також той факт, що усадка заготовки починається з певним запізненням (3 с для нікелю та 6 с для суміші, рис. 3). Це обумовлено тим, що осьовий тиск холодного пресування (300 МПа) є вищим за тиск при спіканні, тому пластична течія як основний механізм ущільнення активується лише коли макроскопічна межа плинності пористого тіла під дією температури знизиться до необхідного рівня. Серед можливих причин більшої часової затримки початку усадки у випадку суміші порошків є локальне ущільнення матеріалу з одночасним утворенням крупних пор, характерне для початкової стадії спікання в присутності рідкої фази, а також перехід одного з компонентів у рідку фазу, який поглинає певну кількість теплової енергії і тим самим сповільнює нагрів порошкової пресовки.

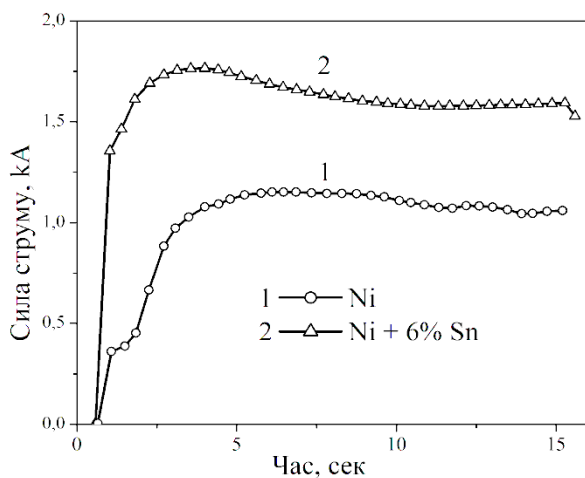


Рис. 2 – Залежність сили струму від часу

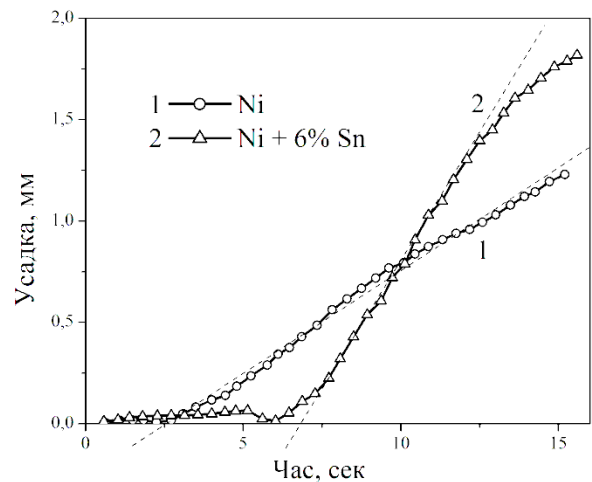


Рис. 3 – Залежність усадки від часу

Принципово важливим параметром є час спікання. З міркувань збереження якості алмазів він має бути мінімально можливим, але при цьому достатнім для формування гетерогенної мікроструктури внаслідок протікання хімічних реакцій. Згідно фазової діаграми двокомпонентної системи Ni–Sn, в ході спікання слід очікувати утворення інтерметалідів Ni_3Sn_4 , Ni_3Sn_2 та Ni_3Sn . Для прогнозування процесу їх формування з порошкової суміші Ni–Sn при швидкому нагріві сформульовано макрокінетичну модель в припущенні, що швидкість кожної реакції залежить від температури за законом Ареніуса, від концентрацій – за законом діючих мас. Для врахування дифузійної природи усіх стадій та «гальмування» швидкості реакції наростаючим шаром продукту введено відповідні параметри гальмування.

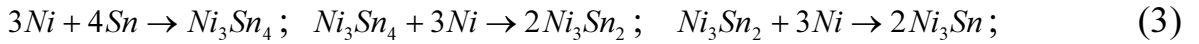
Формально-кінетичні рівняння записано на основі рівнянь балансу мас:

$$\begin{aligned} \rho \frac{dy_1}{dt} &= -3m_1[\Phi_1 + \Phi_2 + \Phi_3]; \quad \rho \frac{dy_2}{dt} = -4m_2\Phi_1; \\ \rho \frac{dy_3}{dt} &= m_3[\Phi_1 - \Phi_2]; \quad \rho \frac{dy_4}{dt} = m_4[2\Phi_2 - \Phi_3]; \quad \rho \frac{dy_5}{dt} = 2m_5\Phi_3. \end{aligned} \quad (1)$$

Тут y_i – масові концентрації реагентів і продуктів:

$$y_1 = [Ni]; \quad y_2 = [Sn]; \quad y_3 = [Ni_3Sn_4]; \quad y_4 = [Ni_3Sn_2]; \quad y_5 = [Ni_3Sn]; \quad (2)$$

Φ_i – швидкості реакцій



Залежність Φ_i від концентрації компонентів та температури має вигляд

$$\Phi_1 = z_1 y_1^3 y_2^4; \quad \Phi_2 = z_2 y_3 y_1^3; \quad \Phi_3 = z_3 y_4 y_1^3, \quad (4)$$

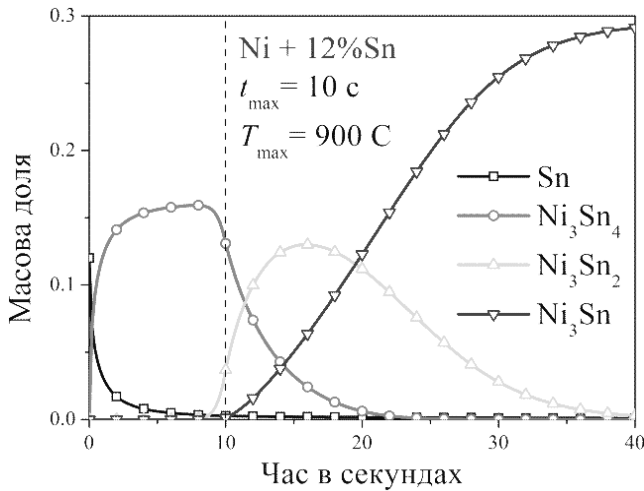


Рис. 4 – Утворення інтерметалідів в системі Ni–12%Sn при її нагріві до 900 °C за 10 секунд з наступною витримкою протягом 30 секунд

змінній в часі температури

$$T(t) = \begin{cases} (T' t - T_0) / (T_{\max} - T_0) & t \leq t_{\max} \\ T = T_{\max}, & t > t_{\max} \end{cases} \quad (7)$$

Згідно наведених на рис. 4 розрахункових даних, варто очікувати завершення хімічних перетворень в системі Ni–Sn уже після 30 секунд витримки при 900 °C.

На рис. 5 (а) показано мікроструктуру частково спеченої двокомпонентної зв'язки Ni+12%Sn: темний колір – нікель, світлий – олово, сірий – шар інтерметаліду Ni₃Sn₄, чорний – пори. За даними рентгенофазового аналізу, зв'язка містить також 4% інтерметаліду Ni₃Sn. Спікання було навмисно перервано після 12 секунд, щоб зафіксувати еволюцію структури, зокрема, товщину реакційного шару. Структура тієї ж зв'язки,

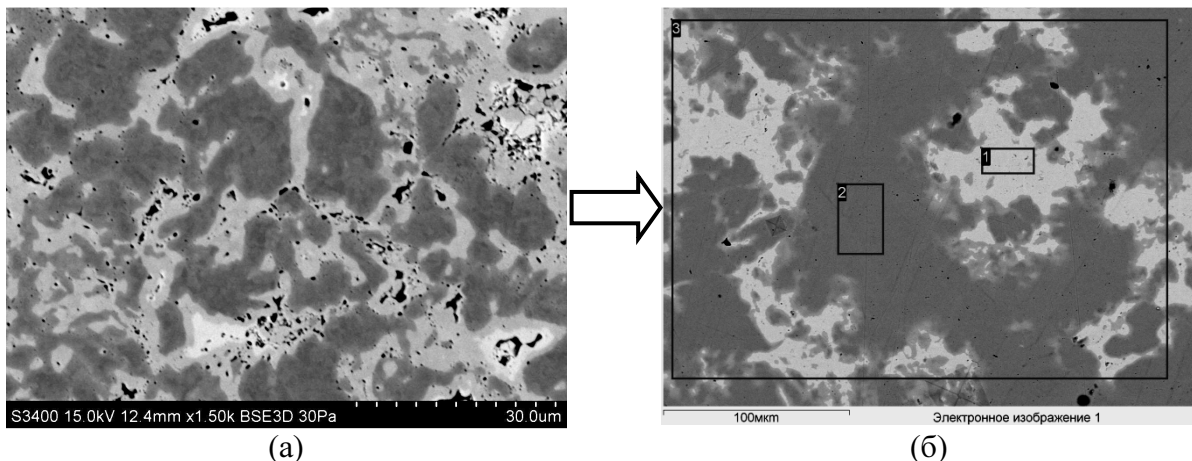


Рис. 5 – Мікроструктура частково (після 12 секунд) і повністю (після 30 секунд) спеченої двокомпонентної зв'язки Ni + 12%Sn

спеченої протягом 30 секунд, є однорідною і практично безпористою (рис. 5 (б)), а рентгено-спектральний мікроаналіз елементного складу (табл. 1) підтверджує, що армуюча фаза практично повністю складається з інтерметаліду Ni_3Sn . Це говорить про завершення, попри короткий час спікання, хімічних реакцій в даній системі. Про це свідчить і подана на рис. 6 рентгенограма зразка $\text{Ni}+12\%\text{Sn}$, спеченого протягом 30 с. На ній, крім ліній нікеля, присутні лінії інтерметаліду Ni_3Sn . Відсутність ліній Sn свідчить про повне розчинення олова в нікелі з утворенням інтерметаліду Ni_3Sn та твердого розчину олова в нікелі. Наведені дослідні дані цілком узгоджуються з результатами моделювання (див. рис. 4).

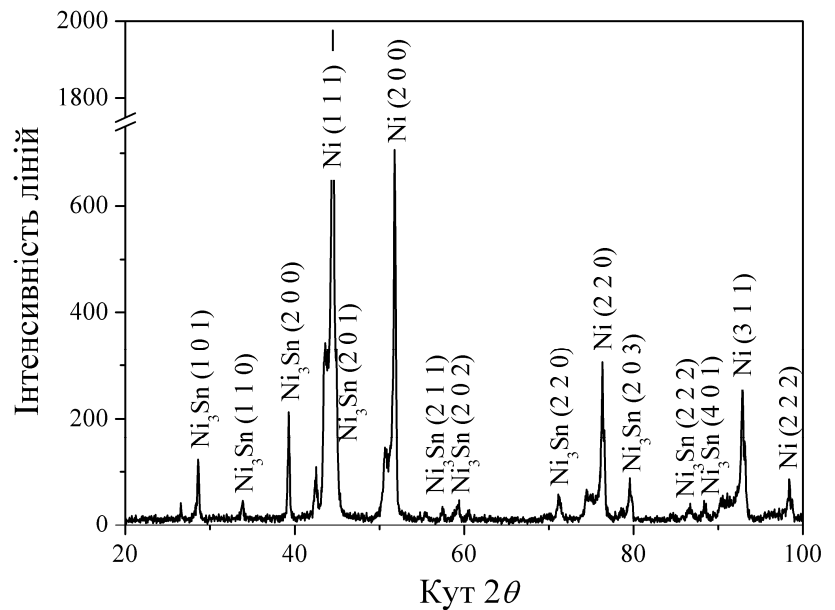


Рис. 6 – Рентгенограма зразка $\text{Ni}+12\%\text{Sn}$, спеченого протягом 30 секунд

Таблиця 1 – Елементний склад в точках зондування (в масових %)

Спектр	C	Ni	Sn	сполука
1	3,91	57,56	38,54	Ni_3Sn
2	5,21	94,79	—	Ni
3	5,60	83,60	10,79	Ni–Sn

Структура зв'язки, одержаної інтенсивним електроспіканням трикомпонентної системи Ni–Sn–Cu, є більш складною. Крім нікелю і Ni_3Sn , вона містить незначну долю твердого розчину Ni–Cu, ряд потрійних інтерметалідів, переважно $\text{Ni}_{3-x}\text{Cu}_x\text{Sn}$, та більш складні сполуки. Результати дослідження розподілу елементів в об'ємі трикомпонентної зв'язки методом електронно-зондового мікроаналізу в табл. 2.

Таблиця 2 – Елементний склад трикомпонентної зв'язки (в вагових %)

Спектр	C	Ni	Cu	Sn	сполука
1	—	52,77	8,40	38,84	$\text{Ni}_{3-x}\text{Cu}_x\text{Sn}$
2	—	52,21	7,54	40,26	$\text{Ni}_{3-x}\text{Cu}_x\text{Sn}$
3	—	52,68	6,54	40,77	$\text{Ni}_{3-x}\text{Cu}_x\text{Sn}$
4	2,17	97,83	—	—	Ni
5	2,37	97,63	—	—	Ni
6	1,43	98,57	—	—	Ni
7	2,47	24,05	61,01	12,47	Складні
8	2,57	24,84	58,77	13,81	сполуки
9	3,02	18,39	77,73	0,87	Ni–Cu

Нижче наведено деякі результати дослідження методом растрової електронної мікроскопії КАМ на основі багатокомпонентної зв'язки, одержаного методом інтенсивного електроспикання. На рис. 7–8 показано фрактограму електроспеченого КАМ (алмази АСТ160 400/315, зв'язка Ni+10%Sn). Той факт, що макротріщина пройшла через частину алмазних кристалів (рис. 7) свідчить про те, що міцність контакту алмаз-зв'язка перевищує міцність на розтяг алмазу в площині (111). На інших алмазах наявні залишки зв'язки (переважно на гранях (100)). Це цілком узгоджується з наявними літературними даними про контактну взаємодію нікелю з алмазом з утворенням, при 700 °С і вище, адгезійного зв'язку міцністю до 300 МПа. Що стосується зв'язки КАМ, то характер її руйнування є змішаним – в'язким в нікелевій фазі і крихким в інтерметалідних включеннях, див. рис. 8.

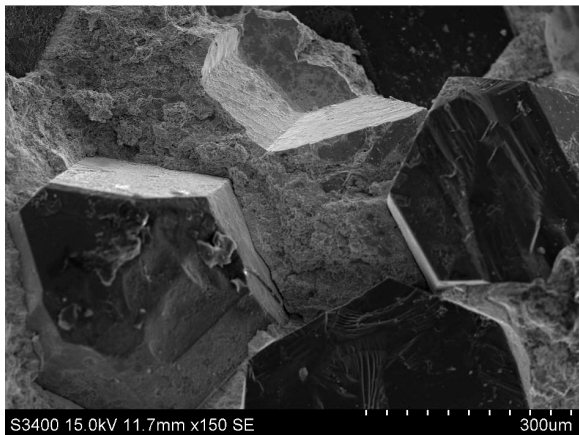


Рис. 7 – Структура поверхні злому електроспеченого КАМ



Рис. 8 – Фрактограма зв'язки КАМ

Також було досліджено зразки КАМ з алмазами марки АС160Т, гранульовані хромом та твердим сплавом ВК8. Для підвищення зносостійкості в зв'язку під час розмелу добавлений $(\text{CrTi})_2\text{B}$ в кількості 2% по масі. На рис. 9 зображено знімок шліфа КАМ з 250-кратним збільшенням.

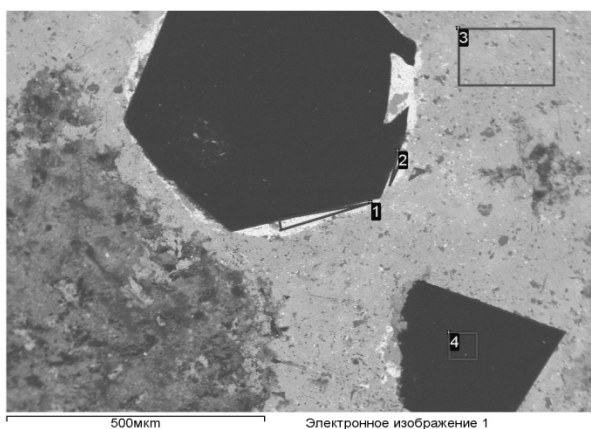


Рис. 9 – Поверхня шліфа КАМ з гранульованими алмазами

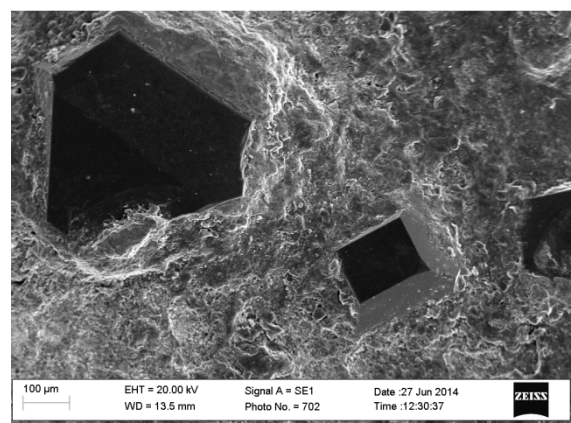


Рис. 10 – Поверхня злому КАМ з гранульованими алмазами

Зерно алмаза (чорне) оточене гранулою з порошку твердого сплаву (світлий колір), гранула оточена зв'язкою Ni–Cu–Sn (сірий колір). Збереження форми гранули

дозволяє проводити локальне легування шляхом механічного нанесення легуючих домішок в необхідну область. Наявність елементів зв'язки в об'ємі гранули свідчить про часткове розплавлення зв'язки і можливу взаємодію з поверхнею кристалу алмазу. Проведений металографічний аналіз поверхні шліфа показує, що зв'язка досить однорідна за розподілом включень і практично безпориستا. Дослідження поверхні злому, отриманої шляхом механічного розколювання зразка, охолодженого до температури рідкого азоту (рис. 10) вказує що руйнування відбулось по матеріалу зв'язки та гранули. Відсутність випадання алмазних зерен свідчить про значну адгезію зв'язки, ознак хімічної взаємодії алмазу з матеріалом гранули не виявлено.

Перспективність використання одержаних методом інтенсивного електроспінання сплавів системи Ni–Sn–Cu у якості зв'язки КАМ обумовлена такими чинниками. По-перше, консолідація порошкової заготовки завершується за короткий час (одиниці чи десятки секунд) при температурі спікання до 900 °С, що, на відміну від традиційних технологій порошкової металургії, убезпечує алмази у складі КАМ від деградації. По-друге, спікання не потребує відновлювальної чи захисної атмосфери, що значно спрощує технологічний процес. По-третє, обмеженість зони нагрівання лише матеріалом пресовки і швидкоплинність процесу знижують енерговитрати на порядок у порівнянні з традиційними технологіями.

В четвертому розділі викладено результати систематичного дослідження фізичних (електро- і теплопровідність) та механічних (крива деформування, межа плинності та твердість) властивостей зв'язки Ni–Sn–Cu та алмазовмісного композиту на її основі. Для КАМ інструментального призначення надійний адгезійний/хімічний зв'язок алмазу з матрицею є особливо важливим, оскільки саме він визначає надійність алмазоутримання при роботі інструмента, а, отже, його працездатність. Відсутність такого зв'язку погіршує температурний режим роботи алмазного зерна і призводить до його передчасної втрати внаслідок випадання з робочого шару композита. Має місце пряма взаємозалежність ступеню теплового і механічного контакту фаз, оскільки обидва визначаються одними і тими ж фізико-хімічними процесами на міжфазній границі. Ця обставина є ключовою у використанні теплопровідності як критерію якості КАМ.

Дослідженнями встановлено, що теплопровідність зв'язки суттєво знижується зі збільшенням об'ємної долі інтерметалідної фази (рис. 11), а теплопровідність КАМ зростає з ростом концентрації алмазів (рис. 12). Для дослідження впливу карбидоутворюючих добавок на теплопровідність КАМ було також виготовлено ряд зразків з попередньо механічно нанесеним на поверхню алмазів шаром порошку хрому товщиною 3–5 мкм. Показано, що використання адгезійно-активних сполук покращує тепловий контакт алмазу зі зв'язкою і, як наслідок, теплофізичні та механічні властивості композиційного матеріалу. Так, нанесення хрому на поверхню алмазів підвищує ефективну теплопровідність композиту на зв'язці Ni+6%Sn на 15–25% (див. рис. 12), що є ймовірним наслідком хімічної взаємодії на міжфазній границі алмаз-зв'язка.

Для інтерпретації одержаних даних розвинуто мікромеханічну модель КАМ з структурованою матрицею і недосконалим контактом алмаз-зв'язка, яка забезпечує прогнозування фізико-механічних властивостей КАМ, а також оцінку контактної провідності міжфазної границі шляхом розв'язання оберненої задачі. Встановлено,

що у випадку додавання хрому значення контактної теплопровідності міжфазної границі зростає на порядок, з $2,1 \cdot 10^6$ до $2,3 \cdot 10^7$ Вт/(м²·К) і сягає рівня, характерного для випадку хімічного зв'язку фаз. Дані моделювання свідчать також про суттєвий вплив контактного опору на температурний режим роботи алмазного зерна.

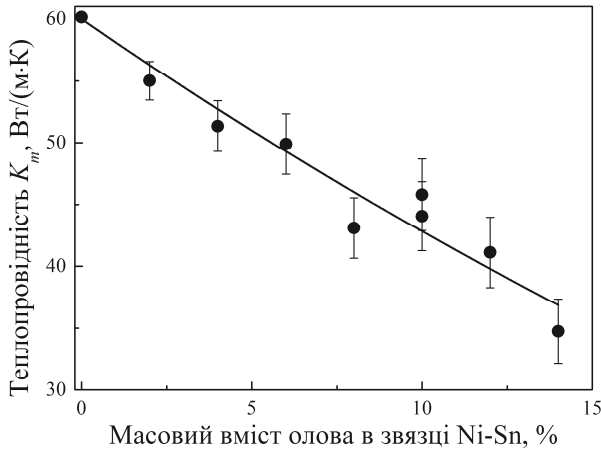


Рис. 11 – Теплопровідність зв'язки Ni-Sn: кружки – дослідні дані, суцільна крива – апроксимація

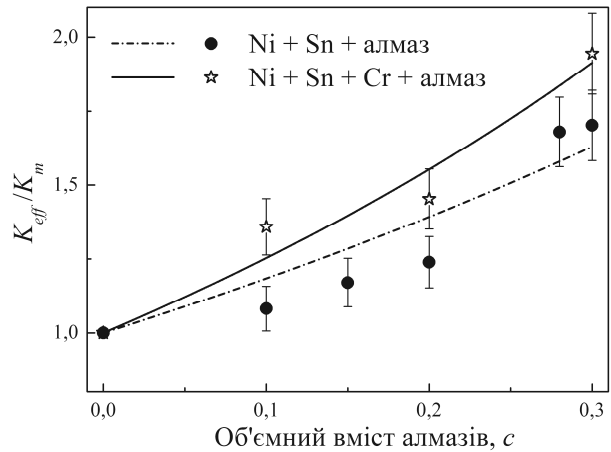


Рис. 12 – Нормована теплопровідність КАМ на основі зв'язки Ni+6%Sn (кружки) та з додаванням хрому (зірочки)

Встановлено значне зростання межі плинності з ростом кількості олова в зв'язці. Це обумовлено формуванням гетерогенної мікроструктури, де інтерметалідні сполуки відіграють роль жорсткої армуючої фази. На відміну від зв'язок, одержаних традиційними методами чи твердофазним електроспінанням, досліджувані зразки не вичерпують ресурсу пластичності навіть при деформації в десятки відсотків. Криві 1–5 на рис. 13 свідчать про значне деформаційне зміцнення матеріалу, а отже відсутність значних залишкових напружень після електроспінання за наявності обмеженої частки рідкої фази. Твердість та межа плинності сплаву Ni-Sn зростають пропорційно вмісту утворених з участю олова інтерметалідних сполук, рис. 14.

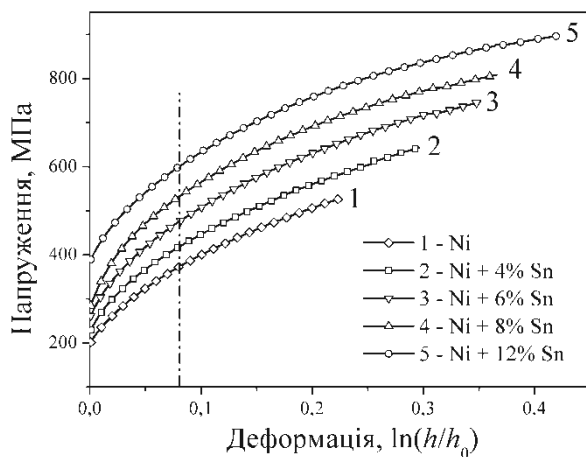


Рис. 13 – Деформаційні криві електроспечених Ni та сплаву Ni-Sn

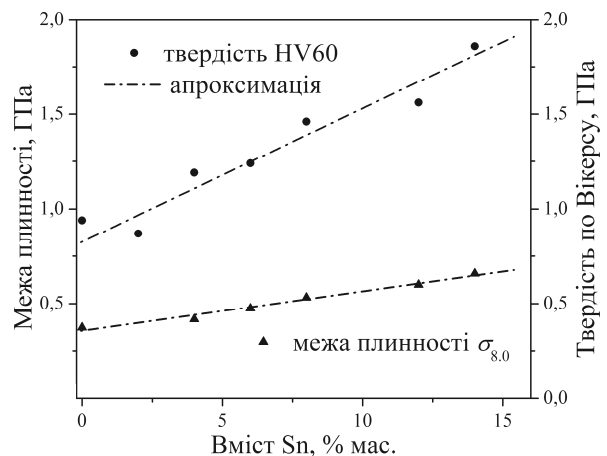


Рис. 14 – Твердість по Вікерсу HV60 та межа плинності сплаву Ni-Sn

Аналіз мікро- і нанотвердості електроспеченої зв'язки КАМ проведено за розвинутою в роботі методикою множинного індентування, яка полягає в проведенні серії випробувань (рис. 15) з наступною статистичною обробкою результатів. Порівняння результатів моделювання з дослідними даними по макротвердості (HV60), мікротвердості (HV20g і HV200g) та нанотвердості при навантаженні 5 мН (рис. 16) доводить працездатність методики, а також суттєву залежність статистичних параметрів твердості від рівня навантаження. Так, визначена за розвинутою методикою твердість інтерметаліду Ni_3Sn складає 2,4 ГПа, 3,7–3,9 ГПа і 8,4–9,2 ГПа при навантаженні 2 Н, 200 мН і 5 мН відповідно.

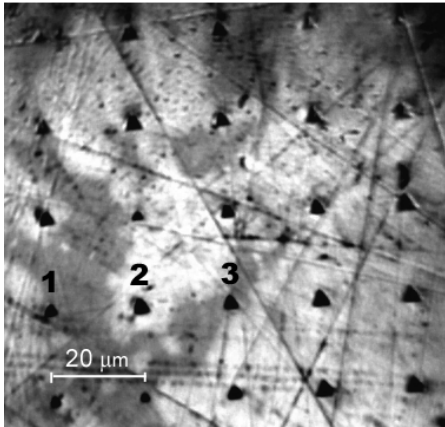


Рис. 15 – Фрагмент структури сплаву Ni–6%Sn

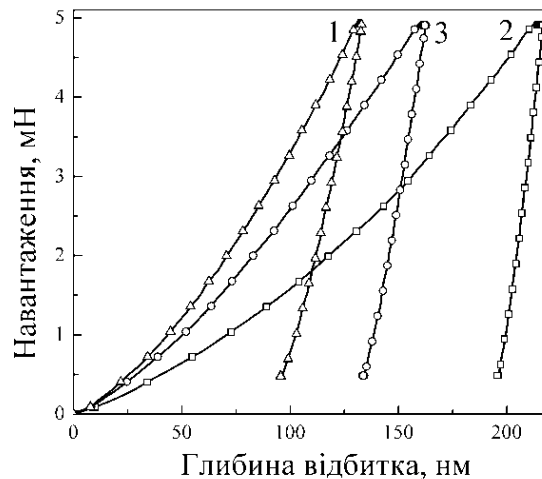


Рис. 16 – Криві навантаження – переміщення наноіндентора

Таким чином, наявність в процесі спікання обмеженої долі рідкої фази призводить до суттєвої зміни фізико-механічних властивостей за рахунок формування специфічної гетерогенної мікроструктури зв'язки. Утворені в процесі інтенсивного електроспікання інтерметалідні сполуки відіграють роль армуючої фази, наявність якої суттєво (в два рази для масової долі олова 16%) підвищує межу плинності та твердість зв'язки. Що важливо, при цьому зберігається макропластичність матеріалу: деформація стиску до 40% не призводить до розтріскування чи руйнування зразків. Про достовірність наведених даних свідчать результати порівняльного аналізу даних, одержаних різними дослідними методами та комп'ютерним моделюванням. Встановлені кореляційні залежності між складом вихідної суміші та фізико-механічними властивостями електроспеченого матеріалу забезпечують цілеспрямоване формування властивостей зв'язки КАМ під конкретне застосування.

В п'ятому розділі наведено результати застосування розробленого КАМ та технології електроспікання до виготовлення інструменту, а саме бурових коронок. Для раціонального вибору геометрії та параметрів силового і електричного навантаження технологічного вузла для інтенсивного електроспікання коронок використано метод комп'ютерного моделювання. Розроблено геометричну та скінчено-елементну модель технологічного вузла (рис. 17), сформульовано початково-крайову задачу електро-теплопровідності, яка моделює процес електронагрівання технологічного вузла та проведено її чисельний аналіз. На підставі даних комп'ютерного моделювання (рис. 18) визначено оптимальний час (5–6 хв.) та потужність струму (~40 кВт).

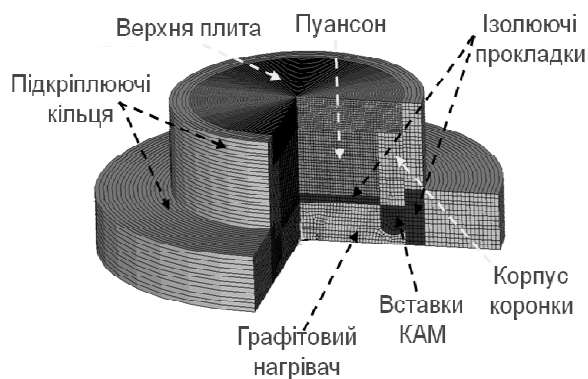


Рис. 17 – Скінченоелементна модель технологічного вузла ІЕС

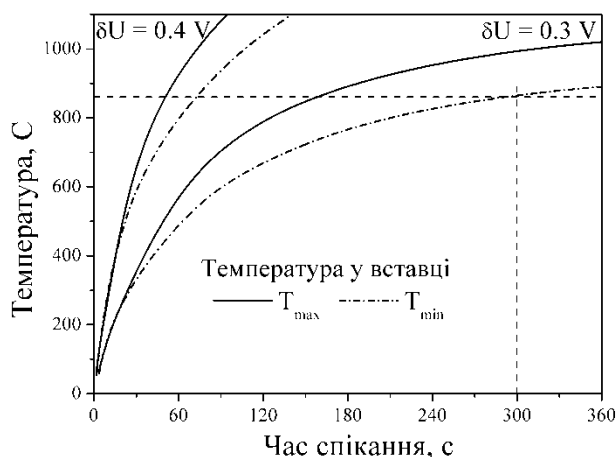


Рис. 18 – Розрахункова температура у вставці КАМ як функція часу

Результати комп'ютерного моделювання використано при розробці способу виготовлення бурового інструменту без повторного нагрівання алмазів.

Розроблено технологічні інструкції, спроектовано та виготовлено технологічне оснащення (рис. 19) для інтенсивного електроспінання в одному циклі двох коронок без попереднього спікання робочих елементів. Лабораторні випробування бурових коронок проводились шляхом буріння граніту Х категорії буримості на спеціальній установці, яка являє собою модернізований радіально-свердильний станок моделі 2Н58. Дослідження поверхні сегментів дослідної коронки після буріння показало, що зв'язка КАМ зношувалась рівномірно, зі збереженням значного виступання алмазів з матриці та більшості ріжучих граней (рис. 20).



Рис. 19 – Вузол для електроспінання та спечена коронка діаметром 76 мм

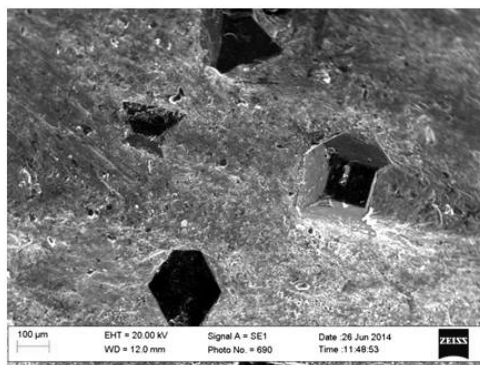
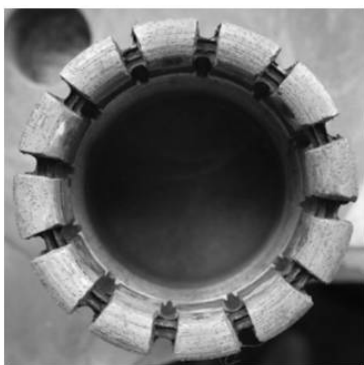


Рис. 20 – Робоча поверхня електроспеченої коронки Ø 76 мм після випробувань

Зафіксовані при роботі коронки по граніту X категорії буримості з охолодженням проточною водою за даними випробувань, складають: середня продуктивність (швидкість проходки) складає 1,37 м/год, середня інтенсивність зношування – 0,12 мм/м. Дослідно-промислова перевірка у виробничих умовах Державного підприємства «АЛКОН-ДІАМАНТ» НТАК «Алкон» (Київ) показала, що виготовлені за технологією ІЕС дослідні бурові коронки, оснащені розробленим КАМ, перевищують серійні коронки БС20 діаметром 76 мм по швидкості буріння в 1,25 рази, за проходкою – в 1,18 рази.

ВИСНОВКИ

В роботі розв'язано важливу науково-технічну задачу, яка полягає у встановленні закономірностей формування структури і властивостей композиційних алмазовмісних матеріалів зі зв'язкою на основі Ni–Sn при інтенсивному електроспіканні, що дозволило за рахунок оптимізації параметрів технологічного процесу, складу і структури КАМ, розробити і реалізувати високоефективну технологію виробництва алмазних бурових коронок.

1. Показано, що інтенсивне електроспікання в присутності рідкої фази є перспективним методом виготовлення КАМ для бурового і породоруйнівного інструменту, який забезпечує повну консолідацію порошкової заготовки за десятки секунд при температурі спікання до 900 °С і збереження вихідної якості алмазів.
2. Вперше досліджено закономірності процесу електроспікання під тиском багатокомпонентних систем в присутності рідкої фази, які полягають в значному підвищенні електропровідності і інтенсивності нагрівання зразка, збільшенні швидкості усадки (в два рази при тиску 150 МПа) та підвищенні фізико-механічних властивостей і зносостійкості спечених зразків у порівнянні з твердофазним спіканням.
3. Встановлено, що провідними механізмами консолідації КАМ системи Ni–Sn при ІЕС є термоактивована пластична деформація частинок порошку нікелю, плавлення олова і його масоперенос в пористій пресовці та хімічна взаємодія компонентів зв'язки з утворенням інтерметалідних сполук (переважно Ni_3Sn_4 і Ni_3Sn).
4. Вперше розроблено макрокінетичну модель процесу формування інтерметалідів системи Ni–Sn в порошковій суміші при неізотермічних умовах, яка забезпечує прогнозування тривалості хімічних реакцій в залежності від складу композиції і температури: зокрема, для Ni+12%Sn модель передбачає завершення реакцій за 30 секунд при 900 °С, тоді як при 800 °С на це потрібно до 5 хвилин.
5. Встановлено, що збільшення вмісту олова підвищує (в два рази для масової долі 16%) межу плинності та макротвердість зв'язки Ni–Sn, що обумовлено формуванням гетерогенної мікроструктури, де інтерметалідні сполуки відіграють роль жорсткої армуючої фази в пластичній нікелевій матриці. Вказана мікроструктура забезпечує високу міцність і пластичність зв'язки, 40% деформація стиску якої не приводить до макроруйнування.
6. Показано, що адгезійно-активні сполуки мають суттєвий вплив на теплофізичні властивості КАМ. Так, нанесення хрому на поверхню алмазів підвищує контактну теплопровідність міжфазної границі на порядок, до значення $2,3 \cdot 10^7$

- Вт/(м²·К), характерного для випадку хімічного зв'язку фаз. Як наслідок, ефективна теплопровідність композиту зі зв'язкою Ni+6%Sn зростає на 15–25%.
7. З використанням розвинутої методики множинного індентування визначено статистичні параметри твердості зв'язки Ni–Sn, а саме середні значення твердості окремих фаз та композиту в цілому, а також ступінь неоднорідності твердості зразка на різних масштабних рівнях. Вперше одержано оцінку твердості армуючої фази зв'язки – інтерметаліду Ni₃Sn, яка становить 2,4 ГПа, 3,7–3,9 ГПа і 8,4–9,2 ГПа при навантаженні 2 Н, 200 мН і 5 мН відповідно.
 8. Запропонована високоефективна енергоощадна технологія електроспінання забезпечує виготовлення в одному циклі двох коронок без попереднього спікання робочих елементів за час 5–6 хв. при потужності нагріву ~40 кВт та енерговитратах до 2 кВт-год на коронку.
 9. Дослідно-промислова перевірка у виробничих умовах Державного підприємства АЛКОН-ДІАМАНТ НТАК «Алкон» (Київ) показала, що виготовлені за технологією ІЕС дослідні бурові коронки, оснащені розробленим КАМ, перевищують серійні коронки БС20 діаметром 76 мм по швидкості буріння в 1,25 рази, за проходкою – в 1,18 рази.

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

Видання, які входять до наукометричних баз:

1. Шмегера Р. С. Металічна зв'язка на основі нікелю для інтенсивного електроспінання алмазовмісних композитів / Р. С. Шмегера, В. І. Куш, А. Л. Майстренко // Сверхтвердые материалы. – 2014. – № 6. – С. 44–53. *Здобувачем запропоновано склад зв'язки, підготовлено і проведено дослід по електроспінанню зразків, досліджено їх пружно-пластичні властивості та твердість.*
2. Куш В. И. Методика множественного индентирования для определения параметров твердости структурно-неоднородных материалов / В. И. Куш, С. Н. Дуб, Р. С. Шмегера, Ю. В. Сирота // Сверхтвердые материалы. – 2015. – № 3. – С. 40–51. *Здобувачем підготовлено і проведено дослід по електроспінанню зразків, проведено вимірювання їх твердості та статистичний аналіз даних.*
3. Шмегера Р. С. Вплив контактної провідності міжфазної границі «алмаз-металева зв'язка» на теплопровідність алмазовмісних композитів / Р. С. Шмегера, Я. О. Подоба, В. І. Куш, А. С. Беляєв // Сверхтвердые материалы. – 2015. – № 4. – С. 39–52. *Здобувачем виготовлено зразки композиту та визначено їх теплопровідність, одержано оцінку контактної провідності міжфазної границі.*

Фахові видання:

1. Шмегера Р. С. Интенсивное электроспекание металлических матриц алмазосодержащих композитов в присутствии жидкой фазы / Р. С. Шмегера // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К.: ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2011. – Вип. 14. – С. 507–510.
2. Куш В. И. Механічні властивості одержаної інтенсивним електроспінанням двокомпонентної металевої зв'язки КАМ на основі нікелю / В. І. Куш, А. Л. Майстренко, Р. С. Шмегера // Породоразрушающий и металлообрабатывающий ин-

струмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2013. – Вип. 16. – С. 513–520. *Здобувачем проведено дослід по електроспінанню зразків, визначено їх механічні властивості та проведено аналіз одержаних даних з метою вибору оптимального режиму електроспінання.*

3. Шмегера Р. С. Інтенсивне електроспінання алмазних бурових коронок та результати їх стендових досліджень / Р. С. Шмегера, В. М. Сердюк, М. В. Супрун // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К.: ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2015. – Вип. 18 – С. 109–113. *Здобувач приймав участь в розробці та реалізації способу виготовлення бурових коронок та їх випробуванні.*
4. Шмегера Р. С. Макрокінетична модель формування інтерметалідів системи Ni–Sn при інтенсивному електроспінанні / Р. С. Шмегера, В. І. Куш, А. Г. Князева // Наукові нотатки: Міжвузівський збірник, Вип. 53. – Луцьк, 2016. – С. 195–199. *Автор методом інтенсивного електроспінання виготовив серію зразків, дослідив еволюцію їх фазового складу, приймав участь в розробці та дослідній перевірці теоретичної моделі.*

Матеріали конференцій:

1. Майстренко А. Л. Альтернативная технология спекания алмазных буровых коронок / А. Л. Майстренко, А. П. Загора, Р. К. Богданов, В. М. Сердюк, В. П. Переслов, Р. С. Шмегера, М. В. Супрун // В сб.: Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2011. – Вип. 14. – С. 28–30. *Здобувач приймав участь в розробці технології та електроспінанні бурових коронок.*
2. Kushch V. I. Generalized Maxwell and Rayleigh models of composite with imperfect elliptic interfaces / V. I. Kushch, V. S. Chernobai, S. V. Shmegera, R. S. Shmegera, Y. O. Podoba // Тези міжнародної конференції «Micromech2014: Advances in micromechanics of materials». – 2014. – Жешув, Польща. – С. 30–31. *Здобувач одержав дослідні дані щодо впливу недосконалих границь на провідність композиту та провів порівняння з наявними теоретичними моделями.*
3. Шмегера Р. С. Вплив розмірного фактору на теплопровідність алмазовмісних композитів: моделювання і експеримент / Р. С. Шмегера, А. С. Беляєв // Перспективні технології на основі новітніх фізико-матеріалознавчих досліджень та комп'ютерного конструювання матеріалів: Тези ІХ Міжнарод. конф. молодих вчених. – Київ: НТУУ КПІ, 2016. – С. 6. *Здобувачем виготовлено зразки композиту, визначено їх теплопровідність та проведено аналіз дослідних даних з метою оцінки впливу розмірного фактору.*
4. Shmegera R. S. Intensive electro sintering of diamond composites with multi-component N–Sn based binder / R. S. Shmegera, V. I. Kushch // Scientific Letters of Rzeszow University of Technology – 2016. – Vol. 33, № 2. – P. 153–166. *Здобувачем запропоновано склад зв'язки, підготовлено і проведено дослід по електроспінанню зразків КАМ та досліджено їхні властивості.*

АНОТАЦІЯ

Шмегера Р. С. Закономірності формування структури і властивостей алмазовмісних композитів з багатокомпонентною зв'язкою на основі Ni–Sn при інтенсивному електроспіканні. – Рукопис.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – Матеріалознавство. – Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, Київ, 2016.

Дисертацію присвячено дослідженню закономірностей формування структури і властивостей алмазовмісних композитів (КАМ) з багатокомпонентною зв'язкою на основі Ni–Sn при інтенсивному електроспіканні (ІЕС). Показано, що ІЕС є перспективним методом виготовлення КАМ для бурового і породоруйнівного інструменту, який забезпечує повну консолідацію порошкової заготовки за десятки секунд при збереженні вихідної якості алмазів. Провідними механізмами консолідації КАМ системи Ni–Sn при ІЕС є термоактивована пластична деформація порошку нікелю, плавлення і масоперенос олова в пористій пресовці та хімічна взаємодія компонентів зв'язки з утворенням інтерметалідних сполук. Досліджено закономірності процесу електроспікання під тиском багатокомпонентних систем в присутності рідкої фази. Встановлено, що наявність рідкої фази при ІЕС значно збільшує провідність зразка і інтенсивність нагріву, що суттєво підвищує швидкість усадки та хімічних реакцій. Розвинуто макрокінетичну модель процесу формування інтерметалідів системи Ni–Sn в порошковій суміші при неізотермічних умовах. Досліджено закономірності впливу складу порошкової суміші на формування мікроструктури і фізико-механічні властивості КАМ. Визначено перспективні з точки зору якості КАМ технологічні параметри ІЕС. Запропонований енергоощадний спосіб виготовлення бурових коронок є прототипом нової промислової технології виготовлення алмазного інструменту.

Ключові слова: композиційний алмазовмісний матеріал, інтенсивне електроспікання, багатокомпонентна зв'язка, інтерметалід, теплопровідність, твердість, бурова коронка.

АННОТАЦИЯ

Шмегера Р. С. Закономерности формирования структуры и свойств алмазосодержащих композитов с многокомпонентной связкой на основе Ni–Sn при интенсивном электроспекании. – Рукопись.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.02.01 – Материаловедение. – Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, Киев, 2016.

Диссертация посвящена исследованию закономерностей формирования структуры и свойств алмазосодержащих композитов (КАМ) с многокомпонентной связкой на основе Ni–Sn при интенсивном электроспекании (ИЭС). Показано, что ИЭС является перспективным методом изготовления КАМ для бурового и породоразрушающего инструмента, обеспечивающим полную консолидацию порошковой заготовки за десятки секунд при сохранении исходного качества алмазов. Исследованы закономерности процесса электроспекания под давлением многокомпонентных систем в присутствии жидкой фазы. Ведущими механизмами консолидации КАМ системы Ni–Sn при ИЭС является термоактивная пластическая деформация порошка никеля, плавление и массоперенос олова в пористой пресовке и

химическое взаимодействие компонентов связи с образованием интерметаллидных соединений. Установлено, что наличие жидкой фазы при ИЭС значительно увеличивает проводимость образца и интенсивность нагрева, существенно повышает скорость усадки и химических реакций. Развита макрокинетическая модель процесса формирования интерметаллидов системы Ni–Sn при неизотермических условиях, проведена ее опытная проверка и определены оптимальные температура и время спекания. Исследованы закономерности влияния состава порошковой смеси на формирование микроструктуры и физико-механические свойства КАМ. Показано, что адгезионно-активные соединения имеют существенное влияние на теплофизические свойства КАМ. Нанесение хрома на поверхность алмазов на 15–25% повышает эффективную теплопроводность композита на связке Ni+6%Sn. При этом контактная теплопроводность межфазной границы повышается на порядок, с $2,1 \cdot 10^6$ до $2,3 \cdot 10^7$ Вт/(м²·К) и достигает уровня, типичного для случая химической связи фаз. Установлено, что увеличение содержания олова повышает (в два раза для массовой доли 16%) границу текучести и макротвердость связи Ni–Sn, что обусловлено формированием гетерогенной микроструктуры, где интерметаллидные соединения играют роль жесткой армирующей фазы в пластической никелевой матрице. Такая микроструктура обеспечивает высокую прочность и пластичность связи, 40% деформация сжатия которой не приводит к макроразрушению. С использованием развитой методики множественного индентирования определены статистические параметры твердости связки Ni–Sn, а именно средние значения твердости отдельных фаз и композита в целом, а также степень неоднородности твердости образца на различных масштабных уровнях. Впервые получено оценку твердости интерметаллида Ni₃Sn, которая составляет 2,4 ГПа, 3,7–3,9 ГПа и 8,4–9,2 ГПа при нагрузке 2 Н, 200 мН и 5 мН соответственно. Определены перспективные с точки зрения качества КАМ технологические параметры ИЭС. Предложенный энергосберегающий способ изготовления буровых коронок обеспечивает изготовление в одном цикле двух коронок за время 5–6 мин. при мощности нагрева ~ 40 кВт и энергозатратах до 2 кВт·ч в коронку и является прототипом новой промышленной технологии изготовления алмазного инструмента. Изготовленные по технологии ИЭС опытные буровые коронки, оснащенные разработанным КАМ, превышают серийные коронки БС20 диаметром 76 мм по скорости бурения в 1,25 раза, по проходке в 1,18 раза.

Ключевые слова: композиционный алмазосодержащий материал, интенсивное электроспекание, многокомпонентная связка, интерметаллид, теплопроводность, твердость, буровая коронка.

SUMMARY

Shmehera R. S. Regularities of structure and properties formation of the diamond composites with multicomponent Ni–Sn based binder by intensive electrosintering. – Manuscript.

Dissertation for the candidate of technical sciences degree in speciality 05.02.01 – Materials Science. – V. M. Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, 2016.

The thesis deals with the patterns of structure and properties formation of the diamond composite materials (DCM) with multicomponent Ni–Sn based binder by the intensive electrosintering (IES). It has been shown that IES is a promising method of DCM production which provides full consolidation of green compact in tens of seconds while preserving initial quality of diamonds. The leading mechanisms of DCM densification by IES involve thermally activated plastic deformation of nickel powder particles, tin melting and mass transfer and chemical interaction of the bond components. The regularities of the multicomponent systems IES under pressure in presence of liquid phase have been explored. The presence of a liquid phase during the electrosintering increases conductivity of green compact and intensity of heating which, in turn, significantly increases the shrinkage rate and promotes uniform distribution of components and formation of intermetallic compounds. The macrokinetic model of intermetallic compounds formation in the system Ni–Sn under non-isothermal conditions has been developed. The effect of the powder mixture on the microstructure formation and physical and mechanical properties of DCM has been studied. The promising in terms of DCM quality technological parameters of IES have been established. The proposed energy-efficient method of manufacturing the drilling crowns constitutes a prototype of the new industrial production technology of diamond tools.

Keywords: diamond composite material, intensive electrosintering, multicomponent bond, intermetallic, thermal conductivity, hardness, drilling bit.