

УДК 621.921.34:620.179.4:622.24.004.69

**О. С. Осіпов**, канд. техн. наук, **М. О. Бондаренко**, д-р техн. наук,  
**Т. В. Колабиліна**, **Т. А. Сороченко**

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

### **ДОСЛІДЖЕННЯ КІНЕТИКИ ПРОСОЧЕННЯ АЛМАЗНОГО ШАРУ АТП РОЗПЛАВОМ СО–WC–C<sub>алм</sub> ЗА ДОПОМОГОЮ СИСТЕМИ УПРАВЛІННЯ ПРЕСОМ АСУС-4**

*Розроблено методика визначення динаміки зміни сили електричного струму, напруги, потужності нагрівання та опору комірки високого тиску при спіканні зразків композита АТП за допомогою системи управління пресом АСУС-4. Доведено, що аналіз залежності зміни опору комірки високого тиску від тривалості спікання якнайточніше встановлює кінетику просочування розплавом Со–WC–C<sub>алм</sub> шару алмазного мікропорошку при спіканні зразків АТП. Встановлено, що при тиску 8,0 ГПа і швидкості нагрівання 30 °С/с швидкість просочування дорівнює 0,25 мм/с.*

**Ключові слова:** алмаз, високий тиск, спікання, композит АТП, просочування, система керування.

Подальший розвиток техніки високих тисків багато в чому визначається розробленням і оснащенням технологічних установок електронними системами нового покоління, що уможливають використання різних режимів нагрівання у процесі спікання надтвердих матеріалів. Пропонована робота спрямована на встановлення можливостей нової приладової бази управління пресом ДО 043 для дослідження кінетичних особливостей процесу спікання АТП за допомогою апарата високого тиску (АВТ) типу «тороїд» з центральним заглибленням діаметром 30 мм.

Автоматизована система управління технологічним процесом синтезу надтвердих матеріалів (АСУС-4) призначена для управління процесом спікання композитів на основі алмазу і нітриду бору та іншими технологічними процесами, які виконують за різними технологічними схемами на пресовому обладнанні різного типу, а саме: калібрування технологічного обладнання, контроль, оброблення, відображення і зберігання інформації про параметри технологічного процесу [1].

Система АСУС-4 є повнофункціональною інформаційною системою контролю і управління, яка уможливає моніторинг об'єкта управління, візуалізацію параметрів технологічного процесу в режимах on-line і off-line та спрощує аналіз процесів і формування звітів.

Прилад доповнено операторською станцією, до складу якої входять персональний комп'ютер і конвертор інтерфейсу для зв'язку контролера системи АСУС-4 з персональним комп'ютером (RS485\RS232(USB)).

Система реалізована на основі технологічного програмованого контролера МК-51 (виробник – фірма «Мікрол», м. Івано-Франківськ) і персонального комп'ютера що виконує функції операторської станції.

Прилад підключається і функціонує разом з електроавтоматикою технологічної установки для синтезу надтвердих матеріалів.

Структуру системи АСУС-4 і схему її під'єднання до технологічної установки показано на рис. 1.



Рис. 1. Структура автоматизованої системи управління процесом спікання

У процесі роботи сигнали з датчиків тиску, струму нагрівання, напруги нагрівання, температури через блоки нормалізації та гальванічної розв'язки надходять на входи керівного контролера, який опрацьовує їх відповідно до вибраної програми і алгоритму, після чого у вигляді управляючих сигналів надходять з контролера на виконуючі пристрої і пристрої відображення інформації. Одночасно з формуванням управляючих дій контролер через інтерфейсні канали зв'язку передає отриману інформацію на операторську станцію.

Поточна інформація від датчиків відображається на моніторі контролера. При увімкненій операторській станції інформація відображається і на моніторі персонального комп'ютера у вигляді графічного відображення пульта оператора, що дає змогу відображати інформацію про стан датчиків системи, управляти процесом, реєструвати і архівувати отримані дані, будувати графіки зміни в часі поточної та архівної інформації.

Пульт оператора реалізований програмно (програма може функціонувати на персональних комп'ютерах з процесором моделі не нижче IBM486DX2-66 і обсягом оперативної пам'яті не менше 8 Мб під управлінням операційної системи починаючи з Microsoft Windows 95).

Панель інтерфейсу програмного забезпечення, що дає змогу управляти записом діаграм зміни електричних параметрів (струму, напруги, сили струму нагріву) при спіканні композитів показано на рис. 2.

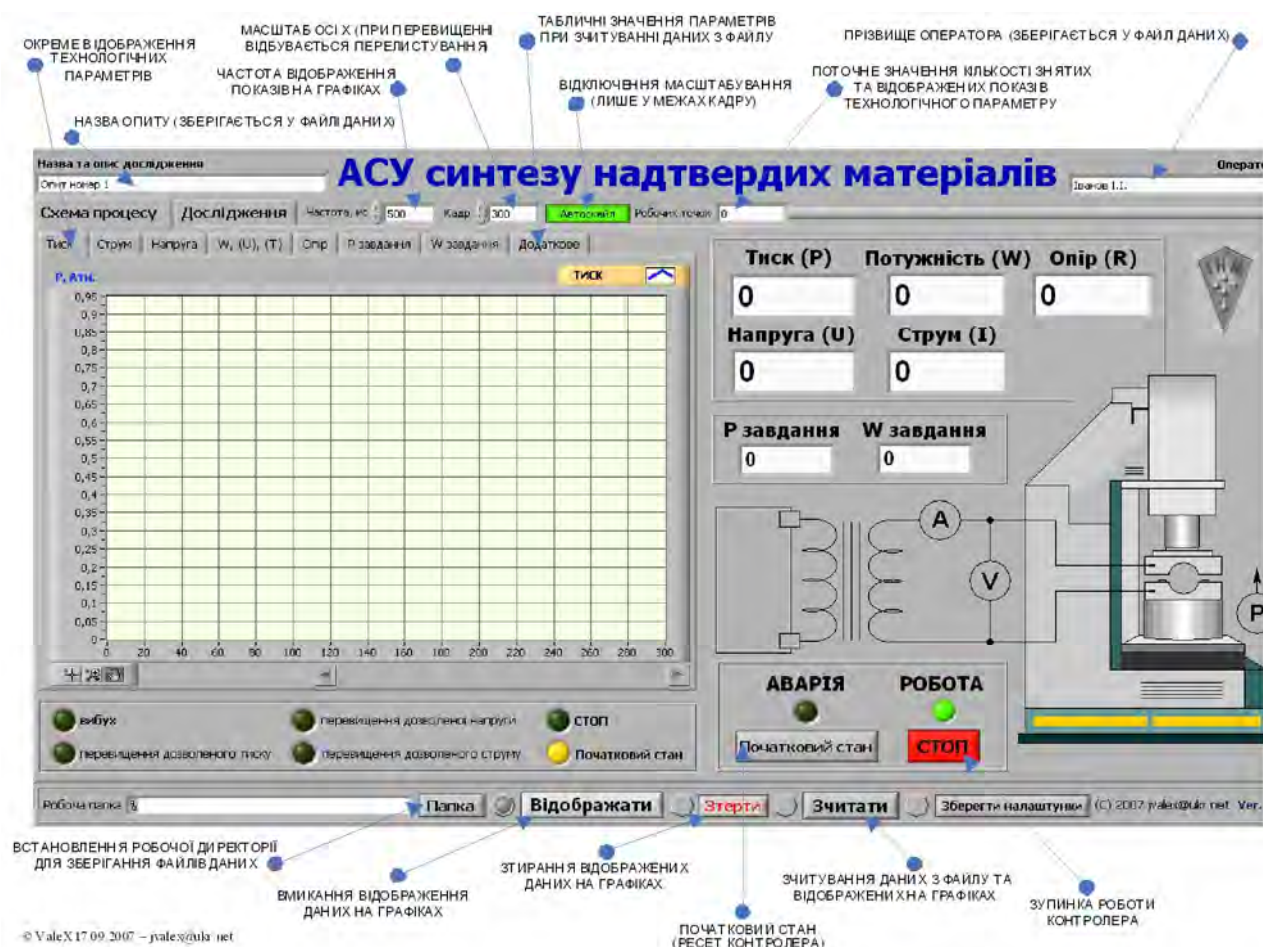


Рис. 2. Панель програмного забезпечення системи АСУС-4 для фіксації зміни електричних параметрів при спіканні композиційних матеріалів

За допомогою системи АСУС можна розв'язувати такі технологічні завдання:

- збирання і обробку інформації, протоколювання і архівацію даних експериментів;
- автоматичне (за заданими програмами) і ручне управління технологічними процесами;
- реалізації енергозберігаючого управління з мінімізацією витрат у системах охолодження і нагрівання технологічних установок.

Розробили експериментальну методику визначення кінетичних параметрів просочення алмазних мікропорошків розплавами в АВТ типу «тороїд» з лункою діаметром 30 мм, в основу якої поклали фіксацію діаграм зміни електричних параметрів у процесі нагрівання з використанням технологічного устаткування контролю системи АСУС-4. За допомогою цієї системи можна отримувати інформацію в електронному вигляді.

Схему спорядження комірки високого тиску (КВТ) для вимірювання кінетики просочення алмазного мікропорошку розплавом  $\text{Co-W-C}_{\text{алм}}$  з твердосплавної підкладки ВК15 при спіканні АТП-заготовок

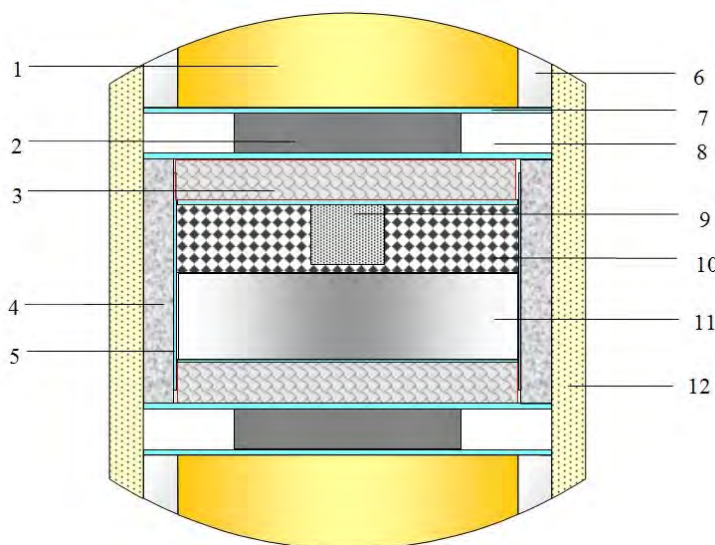


Рис. 3. Схема спорядження КВТ для вимірювання кінетики просочування алмазного мікропорошку розплавом  $\text{Co-W-C}_{\text{алм}}$  з підкладки ВК15: 1 – шайба з пірофіліту; 2 – графітовий диск; 3 – диск з  $\text{BN}_{\text{зр}}$ ; 4 – графітовий нагрівач; 5 – молибденовий екран; 6 – графітовий струмопідвід; 7 – фольга з термографеніту; 8 – кільце з пірофіліту; 9 – диск з молибдену; 10 – алмазний мікропорошок АСМ 40/28; 11 – підкладка з ВК15; 12 – фрагмент контейнеру з літографського каменя

показано на рис. 3. Елементи збірки склали так, щоб і на початку плавлення і наприкінці просочення алмазного мікропорошку різко змінювалися такі електричні параметри нагрівання як напруга, сила електричного струму, електроопір та потужність. Всередині алмазного шару як засіб фіксації моменту плавлення використовували молибденовий диск.

Для встановлення тиску при спіканні зразків АВТ, використали методику визначення фазових поліморфних перетворень у вісмуті та селеніді свинцю при дії на них високого тиску. Фазові поліморфні перетворення фіксували за зміною електроопору в момент перетворення. Зареєстрували різку зміну електроопору у вісмуті що відповідає тиску  $2,55 \pm 0,05$  ГПа (Ві I–II);  $7,67 \pm 0,30$  ГПа (Ві V–VI) і у селеніді свинцю при  $4,32 \pm 0,10$  ГПа [2]. Навантаження нарощували зі

швидкістю 0,5 МН/с, фіксуючи покази манометра щоразу за різкої зміни електроопору реперних датчиків. У подальших дослідженнях тиск у реакційному об'ємі КВТ визначали за допомогою калібрувальної кривої: залежність тиску в КВТ від зусилля пресу. Для встановлення температури спікання композитів використовували методику визначення термо-е.р.с. у термопарі ВР 5/20 (ГОСТ 3044–84), робочий спай якої розміщували в центрі реакційного об'єму АВТ. Як встановлено у [3], під дією високого тиску на матеріал термоелектродів змінюється градування, виконане при атмосферному тиску. Проте такий вплив є чітко визначеним. Наприклад, у результаті досліджень зарубіжних учених Гетінгема і Кеннеді, виявлено, що поправка на тиск при вимірюванні платиново-платинородієвою становить  $\pm 35$  К при тиску 5,0 ГПа [4]. Експериментальних даних про вплив високого тиску на вольфрам-ренієву термопару типу ВР 5/20 немає. Для корегування температури в зоні спікання композитів використовували методику встановлення температури плавлення кремнію, міді та нікелю. Температуру плавлення встановлювали за зміною форми зразка металу, попередньо запресованого в сіль  $\text{CsCl}$ . Силу струму нагрівання, за якої розплавлявся метал, визначали методом послідовних наближень (ітерацій). Центральну частину реакційного об'єму АВТ до і після плавлення плавлення зразка нікелю (за температури понад  $1719$  °С) при тиску 8,0 ГПа зображено на рис. 4.

Встановлені температури плавлення металів добре узгоджуються з результатами, отриманими шляхом фіксації термо е.р.с. термопарі ВР 5/20.

Калібрувальну залежність температури в центрі реакційної зони спікання зразків АТП від сили струму нагрівання показано на рис. 5.



Рис. 4. Зображення зразків нікелю в середовищі CsCl до плавлення в КВТ (а) та після плавлення (б)

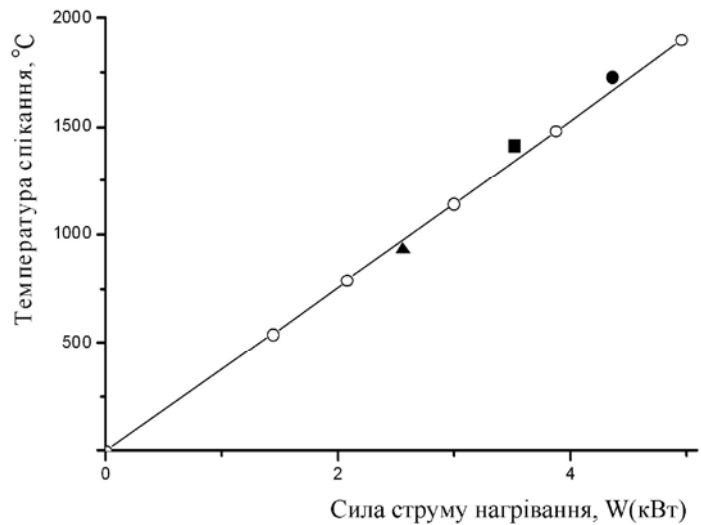


Рис. 5. Залежність температури спікання від сили струму нагріву (при тиску 8,0 ГПа: ▲ – плавлення кремнію; ■ – плавлення міді; ● – плавлення нікелю)

представлені відповідно на рис. 6 та рис. 7.

Діаграми зміни напруги та електроопору КВТ

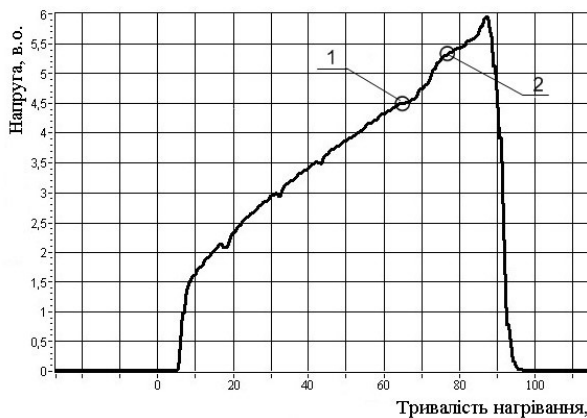


Рис. 6. Діаграма зміни напруги у процесі нагрівання при спіканні системи алмаз–WC/Co: 1 – момент початку плавлення розплаву Co–WC–C<sub>алм</sub>; 2 – момент завершення просочування шару алмазного мікропорошку розплавом Co–WC–C<sub>алм</sub>

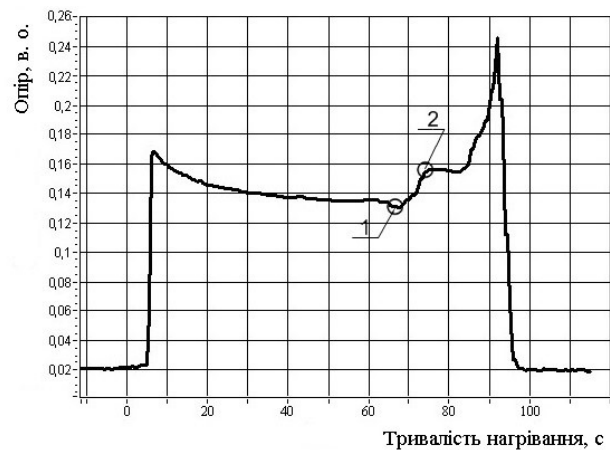


Рис. 7. Діаграма зміни електроопору в процесі нагрівання при спіканні системи алмаз–WC/Co: 1 – момент початку плавлення розплаву Co–WC–C<sub>алм</sub>; 2 – момент завершення просочування шару алмазного мікропорошку розплавом Co–WC–C<sub>алм</sub>

На діаграмах добре помітні моменти появи розплаву Co–WC–C<sub>алм</sub> та завершення просочування шару алмазного мікропорошку. За діаграмою зміни електроопору цей часовий інтервал можна визначити точніше, ніж за діаграмою зміни напруги. З аналізу даних, наведених у [5], випливає що температура утворення розплаву Co–WC–C<sub>алм</sub> при тиску 8,0 ГПа, в системі становить  $1650 \pm 50$  °С. Виходячи з цього, а також спираючись на дані діаграм, встановили, що в такій постановці експерименту швидкість нагрівання становить 30 °С/с. Таким чином, встановили, що мігрує розплав Co–WC–C<sub>алм</sub> з твёрдосплавної підкладки BK15 через алмазний шар

завтовшки 3,0 мм протягом 12 с. Ці дані використали для розробки технології вдосконаленого способу спікання зразків АТП з поліпшеними властивостями.

#### **Висновки**

1. Розроблено методику встановлення кінетики просочування розплавом  $\text{Co-WC-C}_{\text{алм}}$  шару алмазного мікропорошку при спіканні зразків АТП за допомогою системи управління пресом АСУС-4.

2. Встановлено, що при спіканні зразків АТП із використанням АВТ типу «тороїд» із центральним заглибленням діаметром 30 мм швидкість просочування розплаву  $\text{Co-WC-C}_{\text{алм}}$  алмазного мікропорошку становить 0,25 мм/с при швидкості нагрівання 30 °С/с.

*Разработана методика определения изменения силы электрического тока, напряжения, мощности нагрева и сопротивления ячейки высокого давления при спекании образцов композита АТП с помощью системы управления прессом АСУС-4. Доказано, что анализ зависимости изменения сопротивления ячейки высокого давления от времени спекания является наиболее точным способом определения кинетики пропитки расплавом  $\text{Co-WC-C}_{\text{алм}}$  слоя алмазного микропорошка при спекании образцов АТП. Установлено, что при давлении 8,0 ГПа и скорости нагрева 30 град/с величина скорости пропитки равна 0,25 мм/с.*

**Ключевые слова:** алмаз, высокое давление, спекание, композит АТП, пропитка, система управления.

*The technique of electrical current detection change, voltage, power of heating and resistance of high-pressure cell during the process of sintering of the ATP composite samples using the press control ASUS-4 system was developed. It is proved that analysis of the resistance variation of the cell pressure dependency from the time of sintering is the most accurate way to determine the kinetics of impregnation by molten  $\text{Co-WC-C}_{\text{diamond}}$  diamond layer during the sintering of ATP specimens. It was found that at a pressure of 8.0 GPa and a heating rate of 30 °C/s the velocity of percolation is 0.25 mm/s.*

**Key words:** diamond, the high pressure, sintering, composite ATP, percolation, control system.

#### **Література**

1. Кравец П. И. Перспективы совершенствования системы управления технологическими процессами производства и обработки сверхтвёрдых материалов // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2007 г. – Вып. 10. – С. 359–363.
2. Тонков Е. Ю. Справочник: в 2 т. – М.: Металлургия, 1988. – Т. 1. – 464 с.; Т.2.–357 с.
3. О влиянии высокого давления на э.д.с. термопар в камерах типа наковален с углублениями / А. И. Прихна, Ю. С. Масленко, Е. П. Мясников и др. // Влияние высоких давлений на вещество. – К.: Наук. Думка, 1978. – С. 103–108.
4. Getting I. C., Kennedy G. C. Effect of the pressure on the emf chromel-alumel and platinum-platinum 10% rhodium thermocouples // J. Appl. Phys. – 1970. – 41. – N 11. – P. 4552–4562.
5. Akaishi M., Ohsawa T., Yamaoka S. Synthesis of fine-grained polycrystalline diamond compact and its microstructure // J. Am. Ceram. Soc. – 1991. – 74. – P. 5–10.

*Надійшла 18.06.12*