

As a part of a range of works for production of grinding powders from compacts produced by physical-chemical synthesis at low pressures the studies of thermal stability and abrasivity of new composite material have been carried out. It has been ascertained that produced powders have high thermal stability as well as high abrasive ability.

Key words: *cubonit (cBN), composite material, compacts, grinding powders, physical-chemical synthesis, thermal stability, abrasive properties.*

Литература

1. Структурно-морфологические характеристики строения и элементный состав композиционных компактов кубонита и порошков из них, полученных методом физико-химического синтеза. / Н. В. Новиков, Г. П. Богатырёва, Ю. И. Никитин и др. // 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. 109–114.
2. Спосіб виготовлення інструментального композиційного надтвердого матеріалу / В. Г. Полторацький, Г. П. Богатирьова, Г. С. Грищенко та ін. // Пат. України № 63614. – Опубл. 10.10.2011; Бюл. № 2.
3. Абразивна паста / М. В. Новіков, Г. П. Богатирьова, В. Г. Полторацький та ін. // Патент України № 4940. – Опубл. 10.02.2005; Бюл. № 2.

Поступила 08.05.13

УДК 621.921.343

Л. П. Стасюк, канд. техн. наук; **В. М. Ткач**, д-р. фіз-мат. наук

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

ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРИ АЛМАЗНО-ТВЕРДОСПЛАВНИХ ПЛАСТИН З ПІДВИЩЕНОЮ ВИСОТОЮ АЛМАЗНОГО ШАРУ

Методами растрової електронної мікроскопії та рентгеноспектрального аналізу досліджено структуру розроблених в ІНМ НАН України АТП з висотою алмазного шару 1,7 мкм. Показано роль евтектики Co–WC в формуванні алмазовмісного шару.

Ключові слова: *алмазно-твердосплавні пластини; високі тиски – високі температури; структура; евтектика Co–WC.*

Алмазно-твердосплавні пластини (АТП) широкого використовують у нафтовидобувній, гірничовидобувній, металообробній, деревообробній та інших галузях. Одним з перших дослідників, які описали процеси, що протікають при виготовленні PCD (закордонний аналог АТП), були науковці з фірми «General Electric Company» R.H. Wentorf, R.C. DeVries, F.P. Bundy [1]. Представниками фірми «De Beers» (на даний час «Element Six»), які займаються розробкою PCD типу «Syndrill» є Р. А. Vex, L. R. Shafto [2, 3]. Відомі роботи японських вчених Akaishi M., Kanda H.[4], Uechara K., Yamaya S. [5], які привели до створення PCD «Sumidia» фірми «Sumitomo Електрик». Теоретичні основи створення вітчизняних АТП, описані в роботі О. О. Шульженко, В. Г. Гаргіна та інших [6], а технічні вимоги до серійних АТП виробництва ІНМ НАНУ, викладені в ТУ88 України 90.1244-91 «Пластини алмазно-твердосплавні для режущего інструмента». Всі дослідники позитивно описують роль кобальта в формуванні спеченого алмазовмісного шару, називаючи його розчинником вуглецю, що сприяє утворенню міжзеренних зв'язків алмаз-алмаз і каталізує

утворення суцільного полікристалічного шару АТП. В багатьох патентах [7–11] описано спосіб отримання PCD шляхом спікання алмазних кристалів на твердосплавній підкладці в умовах високих тисків і температур. В деяких роботах [12; 13] пропонується додатково вводити кобальт в алмазний порошок перед спіканням.

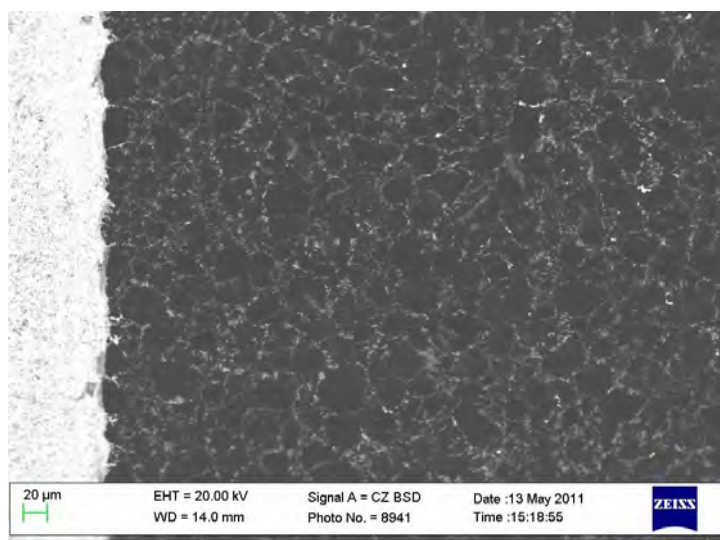
Основою методу отримання АТП прямим просочуванням з твердосплавної підкладки є те, що згідно з даними роботи [14] в системі Co-WC при температурі плавлення евтектики 1320 °С при атмосферному тиску утворюється рідка фаза, яка має склад: 64 мас.% Co і 36 мас.% WC. При нагріванні спеченого твердого сплаву марки ВК-15 до 1370 °С в ньому утворюється 31,1% по об'єму рідкої фази.

Рушійними силами для протікання процесу просочування алмазного порошку евтектичним розплавом являються як капілярні сили, які діють в пористій алмазній пресовці, так і різниця тисків в стисненому спеченому твердому сплаві і атмосферному тиску в порах алмазної засипки. Згідно з роботами [1; 5; 6] рідкий кобальт, який інфільтрує в алмазний порошок нагрітий до високої температури розчиняє в собі вуглець, який утворюється на поверхнях алмазних зерен в порах пресовки, а також вуглець, що міститься в твердому сплаві. При умовах створення достатнього тиску і пересичення розчину кобальту вуглецем, останній кристалізується в алмазній градці на алмазних зернах пресовки, що сприяє утворенню суцільного алмазного полікристала.

В останній час основною тенденцією в розвитку алмазно-твердосплавних пластин є збільшення висоти алмазовмісного шару, що дає можливість покращити ресурс роботи бурового інструменту. Так, Британська фірма «Element Six» пропонує PCD «Syndrill» з висотою шару від 0,7 до 3 мм. Китайська фірма JFZ виготовляє PCD з висотою алмазного шару до 2,5 мм.

В ІНМ НАН України розроблено технологію виготовлення алмазно-твердосплавних пластин з підвищеною висотою алмазного шару 1,7 мм марки АТПБ R1304-17. Спікання проводили в апараті високого тиску «Тороїд-30» під тиском 7,7 ГПа і температурі 1800 °С. Для отримання таких АТП розроблена спеціальна комірка апарату високого тиску, яка дозволяє збільшити висоту алмазного шару при збереженні рівномірного теплового поля.

Методом мікрорентгеноспектрального аналізу на растровому електронному мікроскопі



ZEISS-EV050, оснащеному енергодисперсійним аналізатором INCA Penta FETx3, виконано дослідження структури АТПБ R1304-17 з висотою алмазного шару висотою 1.7 мм. З цією метою спеціальним методом в робочій зоні АТП на боковій поверхні пластини виготовлено полірований металографічний шліф шириною близько 3 мм. Мікроструктура АТП зображена в фазовому контрасті показана на рис. 1.

Рис. 1. Мікроструктура АТПБ R1304-17 зображена в фазовому контрасті

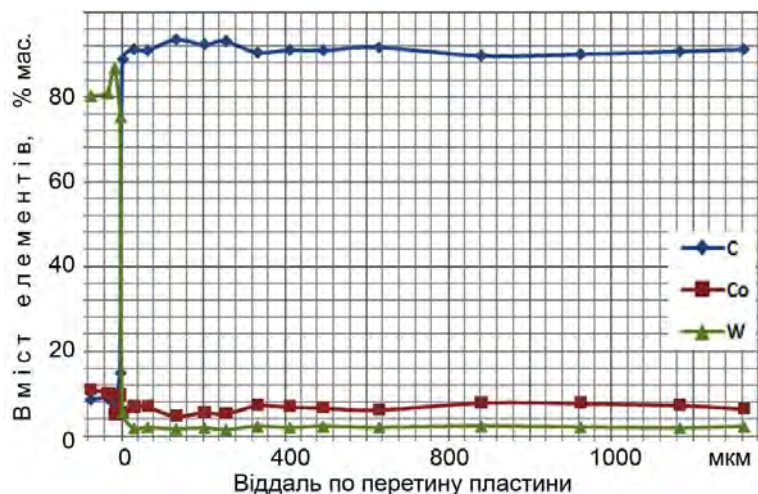


Рис. 2. Розподілення елементів в алмазовмісному шарі АТП

(рис. 2) показав, що він складається з вуглецю – в середньому 92 мас %; кобальту – 6 мас.%; вольфраму – 2 мас.%. Видно, що основу алмазовмісного шару складають кристали розміром 40–20 мкм, більш дрібні зерна розміщені в проміжках між ними. Характерним для цієї структури є наявність значної кількості прямих міжзеренних контактів. Тобто можна стверджувати, що алмазовмісний шар пластини представляє собою суцільний полікристалічний скелет з тонкими прожилками металічної фази. Виконаний аналіз елементного складу алмазовмісного шару АТП

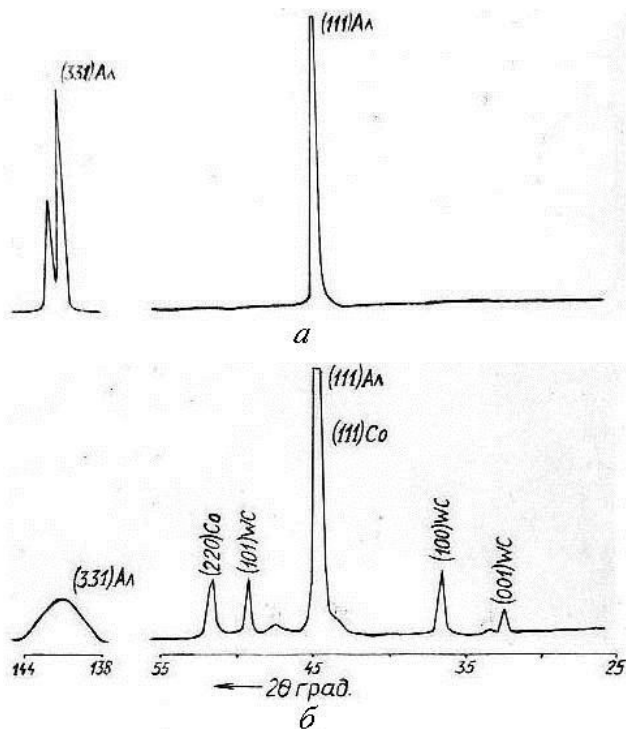


Рис. 3. Фрагменти дифрактограмми: а – вихідного порошку АСМ 60/40; б – спеченого алмазовмісного шару АТП

Рентгенофазовий аналіз свідчить (рис. 3, б), що вуглець має кристалічну ґратку алмазу, а вольфрам знаходиться в кристалах WC, вуглецю в формі графіту не виявлено. Співвідношення вмісту Co і W в металічній зв'язці близьке до їх вмісту в евтектиці Co–WC (64 мас.% – 36 мас.%) яка утворюється при 1320 °С в твердому сплаві [14]. Розподілення металічної зв'язки вздовж алмазовмісного шару достатньо рівномірне, що свідчить про протікання процесу просочування алмазного порошку евтектичним розплавом з підкладки в процесі спікання АТП.

В структурі твердосплавної підкладки в зоні, яка прилягає до алмазовмісного шару (рис. 4) можна виділити три різних ділянки. Перша – це структура твердого сплаву багатого кобальтом, друга – структура ВК збіднена Co і третя – темні ділянки на кристалах алмазів.

Мікрорентгеноспектральний аналіз перехідної зони (рис. 5) підтвердив наявність цих ділянок в підкладці. На глибині більше 70 мкм від перетину пластини склад твердого сплаву відповідає марці ВК15, на відстані 70–10 мкм сплав збіднений кобальтом і в зоні 10 мкм спостерігається значне збільшення кількості Co при одночасному зменшенні вмісту W.

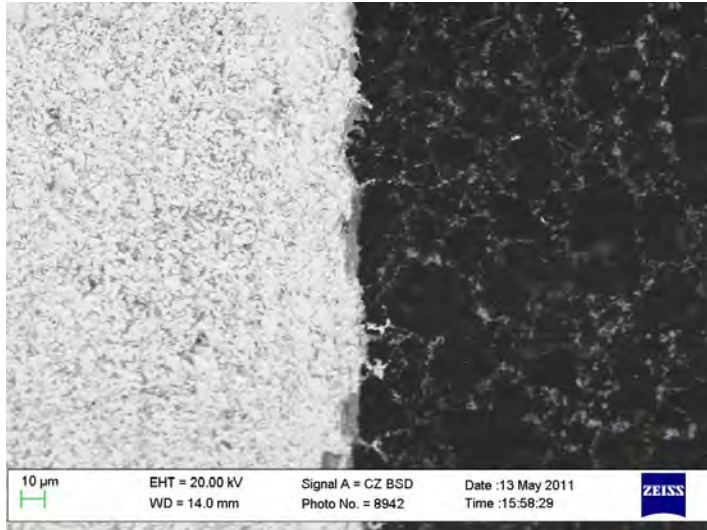


Рис. 4. Мікроструктура АТП в зоні контакту алмазовмісного шару з твердосплавною підкладкою

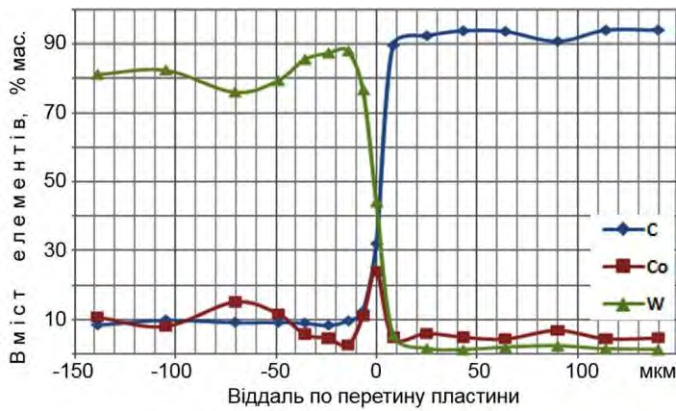
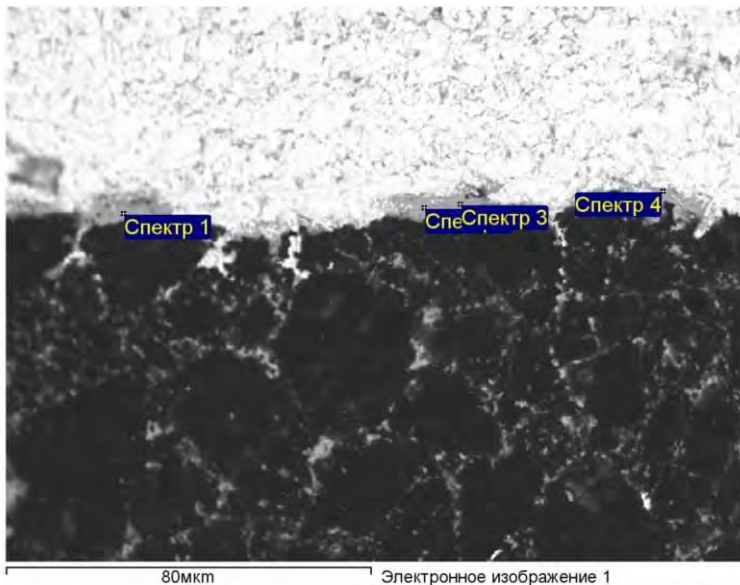


Рис. 5. Розподілення елементів в зоні контакту алмазний шар-підкладка



Параметры обработки: Выполнен анализ всех элементов (Нормализован)

Спектр	В стат.	C	Co	W	Итого
Спектр 1	Да	14.99	78.43	6.58	100.00
Спектр 2	Да	7.64	85.36	7.00	100.00
Спектр 3	Да	8.38	85.14	6.48	100.00
Спектр 4	Да	7.14	84.01	8.85	100.00
Среднее		9.54	83.23	7.23	100.00
Станд. отклонение		3.67	3.26	1.10	
Макс.		14.99	85.36	8.85	
Мин.		7.14	78.43	6.48	

Все результаты в весовых %

Рис. 6. Мікроструктура перехідної зони АТП

Більш детальне вивчення темних ділянок (рис. 6) показує, що вони вміщують в собі Co – в середньому 83 мас %, W ~ 7 мас.% і вуглець ~ 9 мас.%. Таке співвідношення елементів можна трактувати як твердий розчин карбіду вольфраму в кобальті [14]. Характерним є те, що темна кобальтова фаза спостерігається тільки на алмазних кристалах які прилягають до твердого сплаву, в міжзеренних проміжках вона відсутня. Це дає підстави стверджувати, що збагачена кобальтом рідка фаза, яка утворюється в твердосплавній підкладці, швидше всього евтектика Co-WS мігрує з підкладки і проникає в пори алмазної пресовки в процесі спікання алмазно-твердосплавних пластин.

Вивчення міжзеренної структури алмазовмісного шару пластини показує наявність значної кількості границь алмаз-алмаз (рис. 7).

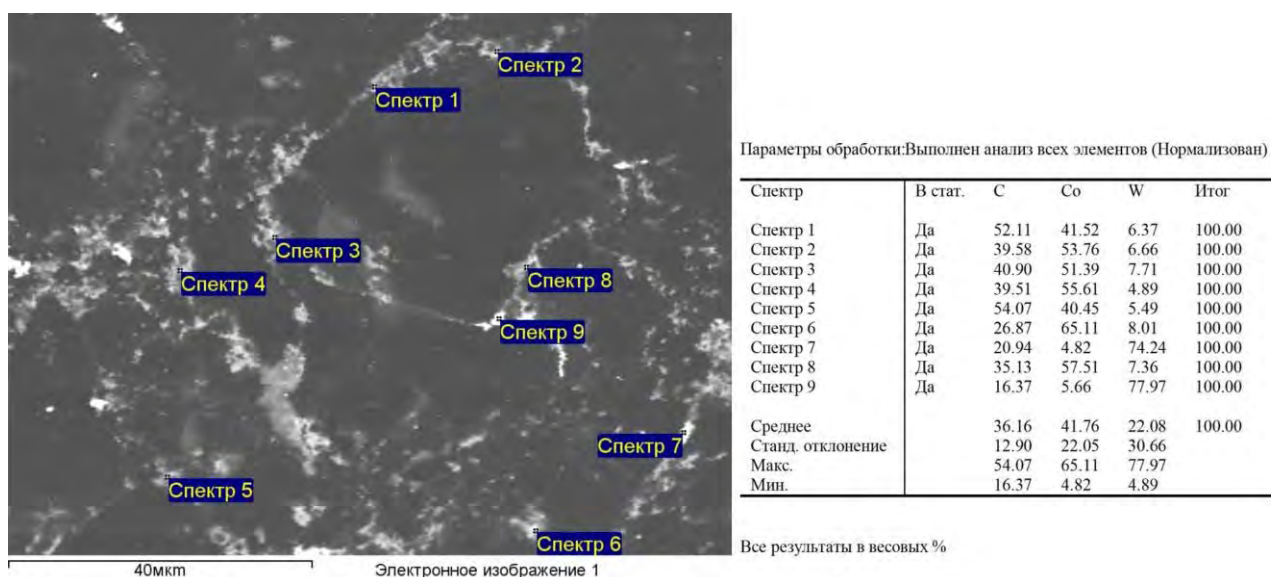


Рис. 7. Міжзеренна структура алмазовмісного шару АТП

Зрощення кристалів може йти шляхом пластичної деформації, так як тиск в точках контакту зерен набагато вищий від прикладеного з зовні і може перевищувати поріг пластичності алмазу, на що вказує збільшення дефектності кристалічної ґратки, яке виражається в уширенні лінії (331) алмазу на дифрактограмі спеченої АТП (рис. 3, б). Ще одним механізмом утворення міжзеренних границь може бути розчинення графіту, який утворюється в порах алмазної пресовки при її нагріванні в процесі спікання в кобальтовій фазі з наступною його кристалізацією в алмазній ґратці в області контакту алмазних зерен. Така роль кобальтової фази як розчинника графіту з подальшою його кристалізацією в вигляді алмазу також співпадає з висновками інших дослідників [1; 6]. В спеченій пластині зв'язуюча фаза знаходиться у вигляді тонких прожилок сірого і світлого кольору. Дослідження складу сірої фази – спектри 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8 (рис. 7) показує, що основу складає Со і її можна трактувати як твердий розчин карбіду вольфраму в кобальті. Світла фаза, в основному, вміщує вольфрам і вуглець (спектри 7, 9), тому її можна характеризувати як зерна WC. Середнє співвідношення Со і W в металічній фазі близьке до складу евтектики 64 мас.% Со – 36 мас.% WC.

Зображення структури ділянки пластини в зоні контакту алмазовмісного шару з твердосплавною підкладкою в характеристичному випромінюванні вуглецю, кобальту і вольфраму представлені на рис. 8. Зображення структури в випромінюванні вуглецю (рис. 8, б) демонструє наявність суцільного алмазного каркасу. Зображення в кобальтовому випромінюванні (рис. 8, в) показує наявність зони збідненої Со в приграничній області твердосплавної підкладки і формування фази багатой Со на поверхні алмазних зерен, а також показує розподілення Со-фази в міжзеренних проміжках. Зображення в вольфрамовому випромінюванні (рис. 8, г) підтверджує наявність карбіду вольфраму по границях алмазних зерен.

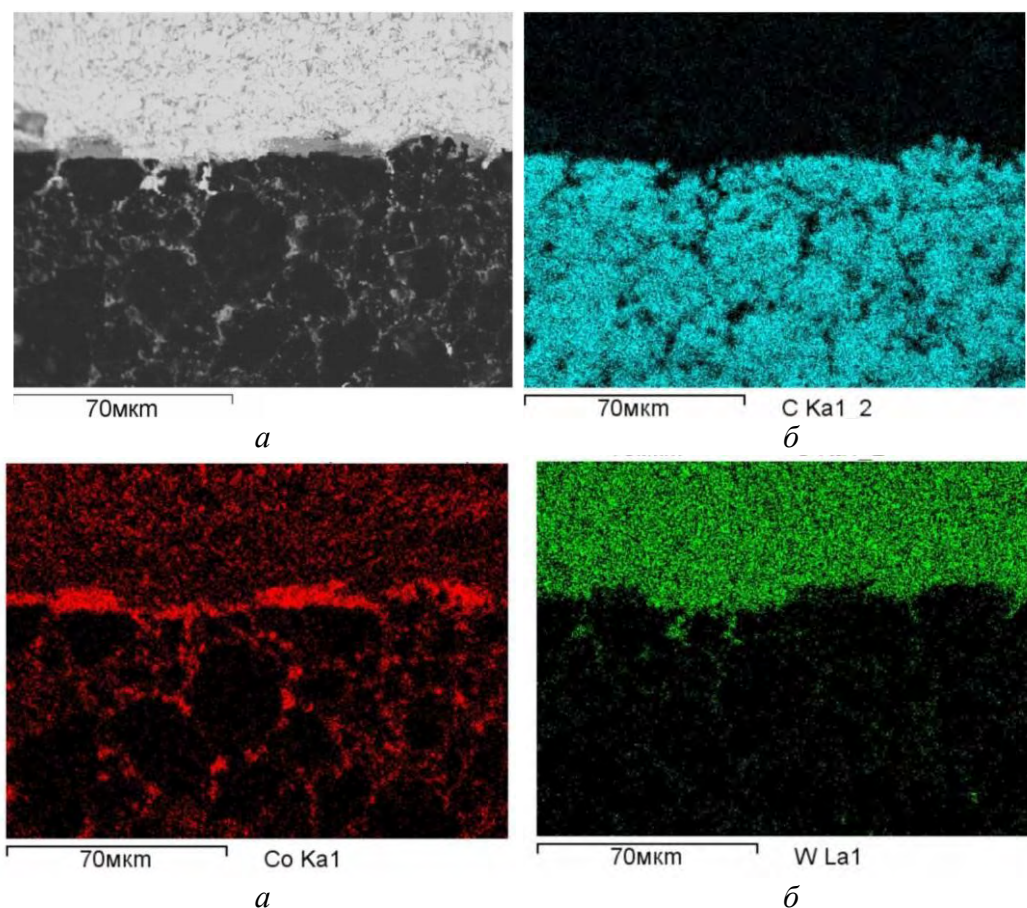
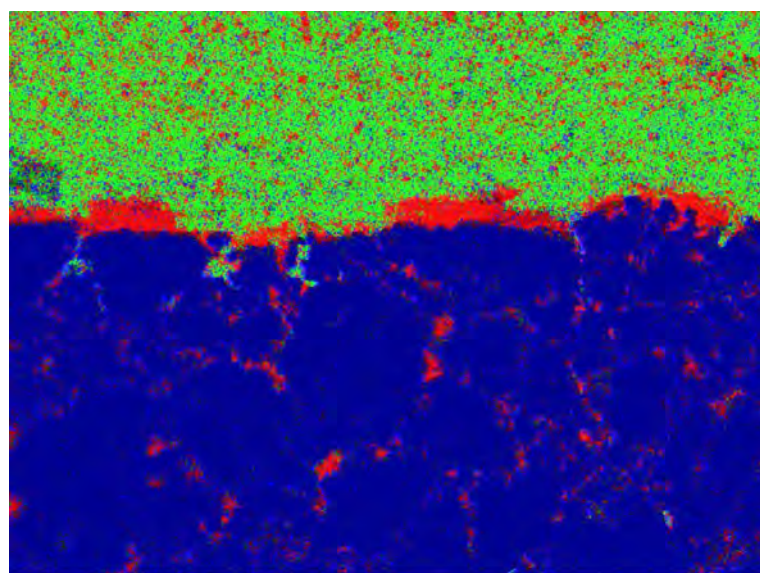


Рис. 8. Зображення структури ділянки АТП в зоні алмазний шар – підкладка:
а – електронне зображення; б – в характерному випромінюванні вуглецю;
в – в характерному випромінюванні кобальту; г – в характерному
випромінюванні вольфраму



R – Co, G – W, B – C.

Рис. 9. Зображення структури АТП в сумісному
характеристичному випромінюванні Co, W, C.

Зображення структури в сумісному випромінюванні кобальту, вольфраму і вуглецю приведено на рис. 9.

Таким чином, проведені дослідження дають підстави стверджувати, що в процесі спікання АТП рідка фаза Co-WC евтектичного складу, яка утворюється в твердосплавній підкладці інфільтрує в пористу алмазну пресовку. В процесі просочування алмазного порошку проходить його ущільнення і формування суцільного алмазного каркасу. Формування границь алмаз-алмаз проходить як за рахунок пластичного течіння, так і шляхом розчинення графіту в

порах пресовки і кристалізації його в виді алмазу на міжзеренних контактах. Структура

алмазовмісного шару представляє собою суцільний алмазний скелет з тонкими прожилками металічної фази, яка складається з твердого розчину карбіду вольфраму в кобальті і зерен WC.

Методами растрової електронної мікроскопії і рентгеноспектрального аналізу досліджена структура розроблених в ІСМ НАН України АТП з висотою алмазного слоя до 1,7 мм. Показана роль евтектики Co–WC в формуванні алмазного слоя.

Ключевые слова: алмазно-твердосплавные пластины; высокие давления – высокие температуры; структура; евтектика Co–WC.

Structure of developed in ISM NAS Ukraine PCD with diamond layer 1,7 mm were investigated using SEM, EDS, XRD methods. The role of Co–WC eutectic in the process of formation diamond layer were estimated.

Key words: PCD; HPHT; structure; Co–WC eutectic.

Література

1. Wentorf R. H., DeVries R. C., Bundy F. P. Sintered Superhard Materials // Science. – 1980. – Vol 208. – P. 873–880.
2. Bex P. A. What is Syndite PCD? Proc. adamant Seminar, Dusseldorf – 1984.
3. Shafto G. R. Syndrill RKD – Bohranwendungen heute und morgen – De Beers: Diamant-Information M42. Dusseldorf-1986. – Firmenschrift.
4. Akaishi M., Kanda H., Sato Y. et al. Sintering behavior of the diamond-cobalt system at high temperature and pressure // J. of materials science. – 1982. – Vol 17. – P 193–198.
5. Uchara K., Yamaya S. High pressure sintering of diamond by cobalt infiltration. – International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. – 1988. – Vol 4. – P. 219–223.
6. Шульженко А. А., Гарчин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза. – К.: Наукова думка, 1989. – 192 с.
7. Pat No 7.575.805 USA. Polycrystalline diamond abrasive element / Achilles, et at. – Publ. Aug 18, 2009.
8. Pat No 7.350.601.B2 USA. Cutting elements formed from ultra hard materials having an enhanced construction / Belnap et al. – Publ. Apr 1, 2008.
9. Pat No 7.874.383 USA. Polycrystalline diamond insert, drill bit including same, and method of operation / Cannon, et al – Publ. Jan 25, 2011
10. Pat No 7.493.973.B2 USA. Polycrystalline diamond materials having improved abrasion resistance, thermal stability and impact resistance / Keshavan, et al. – Publ. Feb 24, 2009.
11. Pat No 7.568.534 USA. Dual edged working surfaces polycrystalline diamond cutting elements / Griffin, et al. – Publ. Aug 4, 2009.
12. WO 2004106004 (A1). Polycrystalline diamond abrasive elements / Lancaster, et al. – Publ. 2004-12-09.
13. WO 2005061181 (A2). Polycrystalline diamond abrasive elements / Lancaster, et al. – Publ. 2005-07-07.
14. Лисовский А. Ф. Миграция расплавов металлов в спеченных композиционных телах – К.: Наукова думка, 1984. – 256 с.

Надійшла 13.05.13