

УДК 539.89:539.893

В.Д. Грицук, В.Т. Сенють, С.А. Ковалева, С.В. Гладких

ОПТИМИЗАЦИЯ ГЕОМЕТРИЧЕСКОЙ ФОРМЫ ПОЛОСТИ
ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ АВД «НАКОВАЛЬНЯ С УГЛУБЛЕНИЕМ»
ДЛЯ СПЕКАНИЯ ПОРОШКОВ НАНОДИСПЕРСНОГО АЛМАЗА

Институт механики и надежности машин НАН Беларуси
ул. Академическая, 12, г. Минск, 220072, Республика Беларусь

Статья поступила в редакцию 10 марта 2004 года

Рассматривается оптимизация геометрических параметров углубления матрицы аппарата высокого давления (АВД), предназначенной для спекания композиционных материалов на основе порошков сверхтвердых материалов. Методика расчета геометрии основана на принципе «золотого сечения». В результате оптимизации значительно снижена разница давлений в центре и на периферии полости матрицы, а также по поверхности лунки. Это позволило улучшить структуру компактов на основе порошков нанодисперсных алмазов и за счет этого повысить их микротвердость по сравнению с образцами, спеченными на стандартной аппаратуре при одних и тех же режимах. Можно утверждать, что свойства компактов на основе наноалмазов наряду с режимами спекания определяются условиями холдного нагружения, зависящими от конфигурации матрицы АВД.

Геометрическая форма углубления матрицы АВД оказывает существенное влияние на распределение давления в полости ячейки, на характер деформации контейнера, формирование запирающего заусенца и, как следствие, на стойкость АВД.

На рис. 1 показаны эпюры распределения давлений, полученные по результатам тензометрических напряжений. Как видим, полости имеют форму конуса, сопряженного со сферой [1] в плоскости разъема блок-матриц (эпюра 1). Характер распределения давления достаточно неоднороден. Наиболее низкое значение зафиксировано по оси полости. По мере удаления от оси давление растет и достигает максимума вблизи острых кромок (на расстоянии 1–2.5 мм от кромки в зависимости от объема камеры). Разница в значениях величины давления в центре и на периферии достигает 1.5 kbar. Аналогичный характер имеет распределение давления и по поверхности лунки. Для процесса спекания композиционных материалов неоднородность распределения давления в объеме реакционной ячейки (на рис. 1 d – диаметр ячейки) – крайне негативное явление с точки зрения качества производимого изделия. Разница между значениями давления в центре реакционного

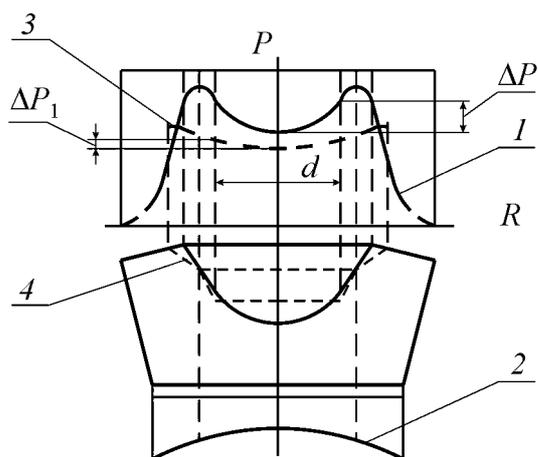


Рис. 1. Распределение давления в полости и по опорному торцу матрицы АД

объема и на его периферии определяет значения градиента давления ΔP . Для процесса спекания сверхтвердых режущих пластин идеально использование безградиентной аппаратуры, что на практике является весьма сложной задачей. Поэтому одним из возможных решений проблемы есть оптимизация геометрических параметров углубления матрицы с целью обеспечения более равномерного распределения давления в реакционном объеме камеры.

Теоретически максимум давления должен находиться на границе рабочего объема и запирающего заусенца, т.е. по острым кромкам. Однако фактически он несколько сдвинут внутрь рабочего объема. Данный факт, по-видимому, можно объяснить характером поведения материала контейнера в процессе нагружения. В момент возникновения нагружающего усилия происходит разрушение и измельчение материала по острым кромкам и прилегающей к ним небольшой области пространства. Это приводит к смещению максимума давления внутрь полости камеры.

Квазигидростатический характер поведения материала контейнера под высоким давлением, нагрев реакционного объема и фазовые превращения в литографском камне усиливают градиент давления в полости высокого давления.

Перечисленные выше явления оказывают негативное влияние на процесс формирования структуры и связанные с ней механические свойства композиционных материалов, получаемых спеканием порошков на основе алмаза и кубического нитрида бора (КНБ) в условиях высоких давлений и температур. Наличие концентраторов напряжений приводит к пластической деформации острых кромок матрицы, возникновению трещин на ее рабочей поверхности и, как следствие, к преждевременному разрушению. Кроме того, матрица подвержена значительному кольцевому изгибу. Эпюра 2 характеризует распределение контактных давлений по опорной поверхности матрицы (в плоскости контакта матрицы с опорной плитой). Максимум давления на опорном торце приходится на границу основания матрицы, вследствие чего она испытывает одновременно неравномерное сжатие по боковой поверхности и кольцевой изгиб. Градиент давления по поверхности углубления еще более усиливает изгибающие напряжения. Разница между максимальными значениями давлений по опорному торцу и рабочей поверхности матрицы в конечном счете определяет величину данного изгиба. Чем меньше это значение, тем выше стойкость аппаратуры. Снижение уровня кольцевого изгиба возможно за счет уменьшения концентрации напряжений в окрестности острых кромок рабочей поверхности матрицы, что достигается оптимизацией геометрии углубления.

Разупрочнение материала в области острых кромок приводит к тому, что при разгрузке АД в этой области давление уменьшается быстрее, чем в рабочем объеме. В результате значительно возрастает вероятность разгерметизации камеры с последующим выбросом материалов контейнера и продуктов синтеза, на поверхности матрицы появляются механические дефекты.

Таким образом, возникает необходимость оптимизации геометрических параметров углубления матрицы с целью возможного снижения всего комплекса неблагоприятных факторов. В качестве базовой была принята конструкция камеры, углубление которой выполнено в виде двух сопряженных конических поверхностей (сечение углубления обозначено линией 4 на рис. 1) с последовательно уменьшающимся от периферии к центру углом конусности [2]. Обычно при выборе геометрических параметров углубления матрицы АД используют эмпирические зависимости между диаметром и глубиной лунки, а объем камеры рассчитывают, исходя из максимального усилия пресса. Предлагаемая методика расчета геометрии лунки основывается на принципе так называемого «золотого сечения». Как известно, «золотое сечение» – это пропорциональное деление отрезка на части, при котором длина меньшего отрезка так относится к длине большего, как длина большего ко всему отрезку. В основе расчетов геометрических фигур «золотого» прямоугольника и «золотого» треугольника лежат коэффициенты числовой последовательности Фибоначчи.

На рис. 2 форма сечения углубления матрицы АД представлена как сочетание прямоугольника *C* и двух одинаковых треугольников *A* и *B*. В «золотом» прямоугольнике отношение сторон определяется как:

$$d : h = 1.618.$$

«Золотой» треугольник – это равнобедренный треугольник с отношением длины боковой стороны к длине основания, равным также 1.618, и углом при вершине 36° . Таким образом, задавшись значением какого-либо одного параметра лунки, например глубины, можно легко просчитать все остальные размеры.

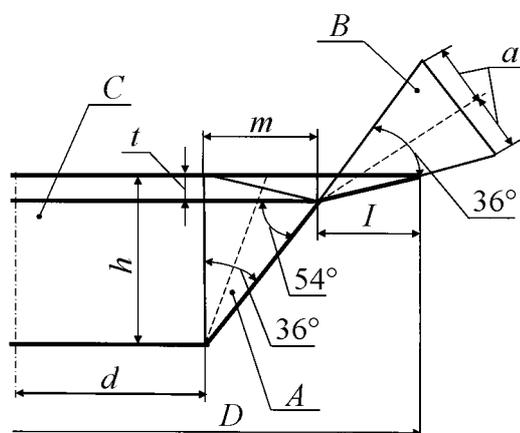


Рис. 2. Форма сечения углубления матрицы АД

Эюра 3 на рис. 1 характеризует распределение давления в оптимизированной камере, при этом градиент давления по сечению реакционного объема $\Delta P_1 \ll \Delta P$. Дополнительно оценку эксплуатационных характеристик камеры производили путем сравнения структуры и физико-механических свойств компактов на основе порошков нанодисперсных алмазов, спеченных при одинаковых режимах с использованием стандартной и разработанной на основе приведенных расчетов камер высокого давления.

Известно, что уменьшение зернистости исходной шихты при прочих одинаковых условиях снижает коэффициент изостатичности (отношение бокового давления к осевому) в ячейке высокого давления. Это снижение особенно значительно при использовании субмикронных порошков сверхтвердых материалов. Например, схема нагружения, близкая к изостатичной, при спекании микропорошков КНБ реализуется только на этапе изотермического высокотемпературного спекания [3]. С другой стороны, известно, что уплотнение под высоким давлением и формирование структуры и свойств компактов на основе нанодисперсных порошков алмаза особенно интенсивно протекают на начальном этапе спекания при наличии экстремума плотности компактов между 5-й и 15-й секундами спекания [4]. Поэтому создание оптимальных условий на стадии холодного нагружения является актуальной задачей при спекании нанодисперсных порошков алмаза.

Для спекания использовали нанопорошки алмазов детонационного синтеза производства НПО «Синта» (г. Минск), очищенные от неалмазного углерода и примесей. Порошки характеризуются размером кристаллитов 4–6 нм, удельная площадь поверхности составляет 300 м²/г, количество несгораемых примесей не превышает 1 mass%. Сам порошок находится в виде слабосвязанных агрегатов, размеры которых могут достигать нескольких микрон. Из порошка без использования пластификатора прессовали цилиндрические заготовки диаметром 6 мм и высотой 5 мм. Плотность исходных прессовок не превышала 1.4 г/см³, что соответствует пористости порядка 60%.

Спекание образцов проводили по стандартной методике на прессовой установке ДО-138 при давлении 4.2 ГПа в стандартной камере типа «тороид» и по изложенной выше методике расчетов. Температура спекания составила 1500°C, время спекания – 15 с. На полученных образцах проводили измерения плотности методом гидростатического взвешивания в ССl₄ и микротвердости на приборе ПМТ-3 при нагрузке на индентор Виккерса 100 г. Структуру поверхности образцов исследовали в контактном режиме на атомно-силовом микроскопе (АСМ) НАНОТОП-206 (производства ОДО «МикроТестМашины» г. Гомель). Использовали треугольные кантилеверы NSC11 фирмы MikroMasch. На рентгеновском дифрактометре ДРОН-3 осуществляли рентгеноструктурный анализ в Си K_α-излучении.

Было установлено, что структура и микротвердость образцов, спеченных в разных камерах при одинаковых режимах спекания, различаются весьма значительно. На рис. 3 приведены АСМ-изображения поверхности компактов.

Поверхность образца № 1 (рис. 3,а) имеет преимущественно мелкокристаллическую структуру размером частиц до 300 нм, содержит отдельные крупные частицы и поры с размером до 1100 нм. Структура поверхности образца № 2 (рис. 3,б) крупнозернистая, размер частиц колеблется от 1200 до 2500 нм. По данным рентгеноструктурного анализа, размер областей когерентного рассеяния (ОКР) образцов в обоих случаях составляет 5 нм, количество графита не превышает 5%.

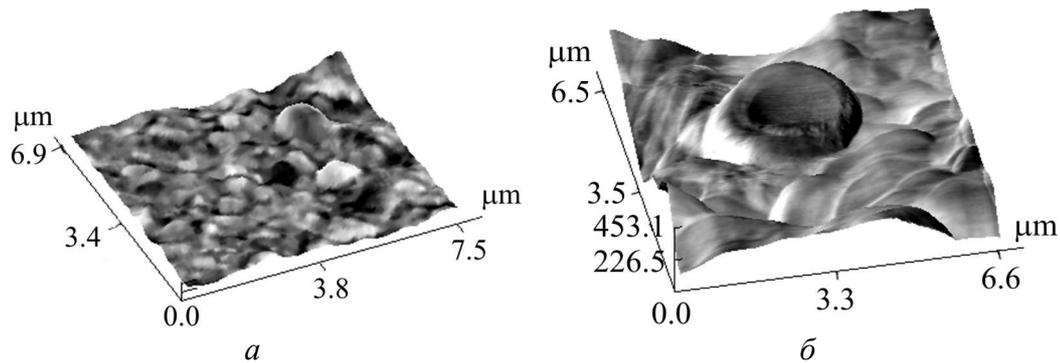


Рис. 3. Структуры поверхности компактов: *a* – образец № 1: $A = 23.4$ nm, $Ra = 2.0$, $Rq = 2.8$; *б* – образец № 2: $A = 453.1$ nm, $Ra = 53.2$, $Rq = 65.2$

В результате измерения плотности и микротвердости установлено, что образцы обладают одинаковой плотностью на уровне 2.6 g/cm^3 . При этом микротвердость образца № 1 составляет 10 GPa, образца № 2 – 30 GPa. Различие микротвердости, на наш взгляд, обусловлено различием в структуре компактов, которая формируется на этапе холодного нагружения и в начальный период спекания, поскольку при длительной изотермической выдержке структура и свойства компактов на основе нанодисперсных алмазов практически не меняются [5].

Таким образом, рассчитанная геометрия углубления матрицы АД позволяет добиться снижения градиента давления в ячейке, улучшить гидростатичность на начальном этапе нагружения и спекания. Это, в свою очередь, позволяет при спекании порошков нанодисперсных алмазов получать компакты с более совершенной структурой.

Количественной оценкой совершенства структуры может являться микротвердость компактов. При одинаковой плотности микротвердость повышается с 10 до 30 GPa с увеличением размеров частиц, составляющих компакт, с 0.2–0.5 до 1.5–2.5 μm . Размеры ОКР при содержании графита в компактах зависят от давления и температуры спекания и не зависят от вида используемой аппаратуры. Это обстоятельство также говорит о том, что на свойства компактов на основе нанодисперсных алмазов наряду с другими факторами влияет их структура, которая закладывается на этапе холодного нагружения материала.

1. *А.И. Прихна, Ю.С. Масленко, Е.П. Мясников*, Синтетические алмазы **6**, 5, (1975).
2. *Устройство для прессования сверхвысоким давлением*, А.с. СССР № 674276.
3. *Н.П. Беженарь, С.А. Божко*, в сб.: Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов, ИСМ НАН Украины, Киев (2000), с. 112.
4. *В.Б. Шитило, Е.В. Звонарев, И.М. Старченко, В.Т. Сенють*, в сб.: Воздействие высоких давлений на вещество, ИПМ НАН Украины, Киев (1995), с. 38.
5. *В.В. Даниленко*, Синтез и спекание алмазов взрывом, Энергоатомиздат, Москва (2003).

V.D. Gritsuk, V.T. Senyut, S.A. Kovaleva, S.V. Gladkikh

OPTIMIZATION OF GEOMETRICAL SHAPE OF THE HIGH-PRESSURE CAVITY AT HIGH-PRESSURE APPARATUS OF THE HOLLOW ANVIL-TYPE FOR THE SINTERING OF NANODISPERSE DIAMOND POWDERS

The optimization of geometrical parameters of the hollow of the die of high-pressure apparatus (HPA) for the sintering of composite materials based on superhard materials powders has been developed. Calculations are based on the golden-section principle. As a result, the difference in pressures in the center and at the periphery of the hollow is considerably reduced and a more uniform distribution of pressure on the hollow's surface has been reached. Thus it is possible to improve the structure of the compacts based on nanodiamond and to increase their microhardness in comparison with the compacts obtained at the same pressure and temperature on the standard HPA. One can state that properties of the compacts based on nanodiamond alongside with the high-pressure sintering parameters are determined by initial loading conditions, which considerably depend of hollow's profile.

Fig. 1. Distribution of pressure in the hollow and on the back of the die of HPA

Fig. 2. Cross-section of the cave of the die of HPA

Fig. 3. Structures of the compact's surface: *a* – sample № 1: $A = 23.4$ nm, $Ra = 2.0$, $Rq = 2.8$; *б* – sample № 2: $A = 453.1$ nm, $Ra = 53.2$, $Rq = 65.2$