

УДК 621. 921:661.65

Н. О. Олійник, Г. Д. Ільницька, О. І Боримський, В. Г. Сороченко, В. В. Шадохін,
кандидати технічних наук¹, **Г. А. Петасюк¹, О. М. Сизоненко²,** доктори технічних наук,
Г. А. Базалій¹, В. В. Тімошенко¹, Г. Г. Пюра¹

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

²Інститут імпульсних процесів і технологій НАН України, м. Миколаїв, Україна

ПЕРЕРОБКА ТОНКОВКРАПЛЕНОГО ПРОДУКТУ СИНТЕЗУ АЛМАЗУ З УЛЬТРАЗВУКОВОЮ ДЕЗІНТЕГРАЦІЄЮ

Наведено новий спосіб перероблення тонковкрапленого продукту синтезу алмазів, який базується на застосуванні ультразвукової дезінтеграції та імпульсного оброблення алмазної сировини високовольтними електричними розрядами в рідині. У разі застосування пропонованого способу знижуються витрати хімічних реагентів I–III класів небезпеки, необхідних для видалення графіту та металів, і внаслідок цього зменшується навантаження на навколишнє середовище.

Ключові слова: продукт синтезу, порошок алмазний синтетичний, характеристика крупності дисперсних систем, ступінь розкриття.

Вступ

У результаті синтезу алмазу, що базується на спонтанній кристалізації, отримують продукт синтезу (ПС) алмазу – композиційний матеріал технологічного призначення, який містить алмаз, металеву та графітову складові, домішки. На розмір та якість кристалів алмазу впливають *p, T*-умови синтезу. Один з видів ПС, який у роботі названо тонковкрапленим, містить кристали алмазу розміром 60–250 мкм.

Перероблення ПС алмазу із вмістом кристалів 100–500 мкм за зниженого впливу на навколишнє середовище, що включає постадійне руйнування ПС алмазу з проміжним розчиненням металевої складової, гравітаційний або флотаційний розподіл алмазу та графіту, хімічне вилучення сировини алмазу та виготовлення з неї порошоків алмазу за допомогою селективного подрібнення зростків кристалів [1], застосовують доволі широко, проте ця технологія для перероблення тонковкрапленого ПС виявлялась недостатньо ефективною.

Як відомо, особливість руйнування тонковкрапленого ПС після розчинення металевої складової (дезінтеграції) полягає в тому, що однорідної за розмірами та з максимальним ступенем розкриття дисперсної системи можна досягти комбінуванням хімічної та механічної дезінтеграції, застосуванням ультразвукової (УЗ) дезінтеграції, або імпульсного оброблення високовольтними електричними розрядами (ВЕР) [2; 3].

Техніко-екологічні показники перероблення залежать від багатьох чинників: однорідності за розмірами фрагментів ПС після його руйнування та ступеня розкриття алмазу, що впливають на розподіл алмазу та графіту, витрати реагентів на очищення алмазної сировини, якість вилученої сировини та виготовлених порошоків.

У разі застосування хімічної дезінтеграції погіршуються екологічні показники перероблення, для дезінтеграції фізичними методами, наприклад, ВЕР оброблення, необхідне складне апаратурне оснащення.

З огляду на зазначене, розроблення способу перероблення тонковкрапленого ПС із застосуванням екологічно безпечного методу дезінтеграції алмазографітового матеріалу є актуальним завданням.

Мета даної роботи – розробити екологічно безпечний спосіб перероблення тонковкрапленого ПС алмазу.

Методика дослідження

Досліджували вплив УЗ оброблення на технологічні характеристики ПС (сумарні характеристики крупності та ступінь розкриття) та ВЕР оброблення на селективне руйнування слабоміцних частинок алмазів в алмазній сировині та фізико-хімічні, фізико-механічні та морфометричні характеристики шліфпорошку алмазу. За результатами дослідження розробили нову технологію перероблення тонковкрапленого ПС алмазу та випробували виготовлений порошок у шліфувальному інструменті.

Досліджували тонковкраплений ПС алмазу, вилучену з нього алмазну сировину та виготовлений порошок зернистістю 63/50. Продукт синтезу алмазу, що призначений для виготовлення порошків марок АС4–АС6, отримали в ростовій системі Ni–Mn–C при гомогенному розташуванні металевої складової.

У роботі використовували комплекс відомих експериментальних методів. Технологічні характеристики ПС алмазу, якості сировини та порошків алмазу визначали хімічними, гравіметричними методами, ситовим аналізом. Ступінь розкриття ПС, що відображає співвідношення вмісту вільних зерен алмазу до їх загального вмісту, визначали за критерієм Фоменко, який розраховували за результатами гравітаційного розподілу [4]. Застосовували методики визначення питомої магнітної сприйнятливості та питомого електроопору [5; 6], передбачені ДСТУ 3292-95 [7]. Експлуатаційні характеристики алмазного порошку встановлювали за результатами працездатності шліфувальних кругів, техніко-екологічні показники перероблення ПС – за витратами хімічних реагентів та тривалістю контакту людини з хімічними речовинами.

Характеристики ПС та продуктів його перероблення за технологією з механічною дезінтеграцією алмазографітового матеріалу взяли як базові.

Механічну дезінтеграцію та УЗ оброблення здійснювали у ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України. Параметри УЗ оброблення в рідині становили: частота ультразвукових хвиль – 18, 30 та 40 кГц; енергія, що передається до магнітостриктора та камери – 50, 60, 415, 770 та 900 кДж/л; співвідношення твердого до рідкого $T : P = 1 : 30$.

Імпульсне ВЕР оброблення виконували на експериментальному стенді в ІПТ НАН України (м. Миколаїв). Параметри оброблення забезпечували тиск в каналі розряду 260–800 МПа, сумарну енергію оброблення 425–1600 кДж.

Результати та їх обговорення

Відомо, що при УЗ обробленні (ультразвукової дезінтеграції) тоновкрапленого ПС оптимальні такі параметри: частота 20–35 кГц за сумарної енергії 60–770 кДж/л. За частоти ультразвукових хвиль 20–35 кГц та підвищенні енергії оброблення з 50 до 900 кДж/л інтенсивно руйнуються частинки матеріалу, він усереднюється за розмірами, концентрується в інтервалі +40–400 мкм і розкривається, що сприяє підвищенню ступеня розкриття до 0,90. Енергія оброблення нижче 60 кДж/л та вище 770 кДж/л за частоти 20–35 кГц у першому випадку спричиняє низький ступінь розкриття (0,80), у другому – руйнування великих частинок алмазу. Підвищення частоти з 18 до 40 кГц за однакової енергії оброблення має таку саму тенденцію впливу на технологічні характеристики матеріалу. За частоти понад 40 кГц великі частинки алмазу руйнуються, їх вміст зменшується, нижче 20 кГц ступінь розкриття становить 0,80 [2; 8].

Результати дослідження впливу ультразвукової дезінтеграції тонковкрапленого ПС (при використанні оптимальних параметрів УЗ оброблення) на технологічні характеристики

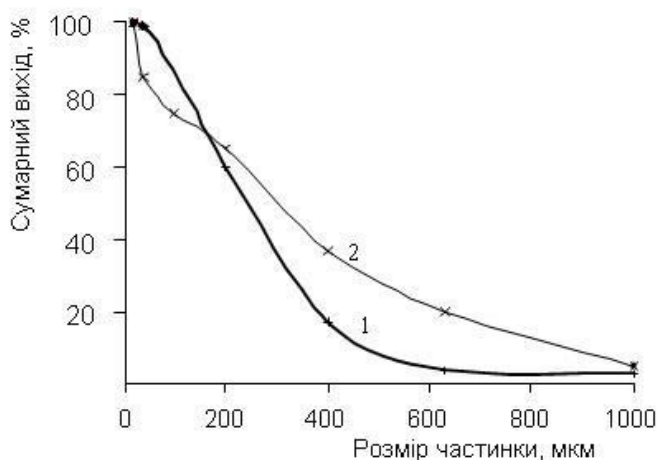


Рис. 1. Сумарні характеристики крупності матеріалу після дезінтеграції: 1– ультразвукової за оптимальних параметрів оброблення; 2– механічної

– сумарні показники крупності продуктів дезінтеграції, ступінь розкриття, вміст кристалів алмазу розміром понад за 250 мкм – порівняно з результатами після механічної дезінтеграції показано на рис. 1.

Як випливає з даних рис. 1, у результаті дезінтеграції змінюється характеристика крупності ПС. Порівняно з показниками крупності продуктів механічної дезінтеграції матеріал після УЗ дезінтеграції однорідніший за розмірами, про що свідчить збільшення в 1,8 рази маси матеріалу, що концентрується в інтервалі розміру частинок –600+100 мкм.

Внаслідок застосування УЗ дезінтеграції при оптимальних параметрах оброблення ступінь розкриття алмазу становить 0,95–0,97 порівняно з механічною дезінтеграцією (0,90–0,95); вихід кристалів розміром понад 250 мкм становить 30%.

Якість алмазної сировини та порошоків порівнювали за допомогою ситового аналізу, а також за результатами визначення фізико-механічних та морфометричних характеристик на прикладі порошку зернистістю 63/50, отриманого з ПС із застосуванням УЗ дезінтеграції, ВЕР оброблення алмазної сировини з метою руйнування друз, слабких та дефектних кристалів. Результати порівнювали з характеристиками порошку, виготовленого за традиційною технологією з механічною дезінтеграцією.

Встановили, що якість виготовленого порошку алмазу за основними показниками не відрізняється. Розподіл зернового складу порошку, виготовленого з УЗ дезінтеграцією, має широкий діапазон розмірів від 125 до 20 мкм з максимумом (77,69 мас.%) зерен розміром 100–50 мкм, лише 22,42 мас.% зерен відповідає основній фракції зернистістю 63/50.

Фізико-механічні та морфометричні характеристики порошку наведено у табл. 1, 2.

Як випливає з даних табл. 1, характеристики порошку, виготовленого різними способами, різні. Порошок, отриманий за новою схемою, містить значно менше домішок та включень. Його показник міцності вище, ніж порошок марки АС6, та відповідає показнику порошку марки АС15 за ДСТУ 3292-95, але стабільність та однорідність порошку за міцністю значно відрізняються від одиниці і становлять відповідно 0,04580 та 0,3571 (табл. 2).

Таблиця 1. Фізико-механічні характеристики алмазного порошку марки АС6 зернистістю 63/50 виготовленого за традиційною та із застосуванням УЗ дезінтеграції та ВЕР оброблення алмазної сировини

Характеристики	Порошок марки АС6 зернистістю 63/50	
	Традиційна технологія	Схема із застосуванням УЗ дезінтеграції та ВЕР оброблення алмазної сировини
Показник міцності при статичному стиску, Н	4,1	7,61
Масова частка домішок у вигляді розчинних компонентів, мас.%	1,0	0,5
Масова частка домішок у вигляді неспаленого залишку, мас.%	2,0	1,1
Масова частка вологи, %	0,2	0,2
Питома магнітна сприйнятливність, χ , $10^{-8} \cdot \text{м}^3/\text{кг}$	2,6	2,3
Питомий електричний опір, ρ , Ом·м	$4,4 \cdot 10^7$	$2,1 \cdot 10^9$

Таблиця 2. Морфометричні характеристики порошку марки АС6 зернистістю 63/50, виготовленого із застосуванням УЗ дезінтеграції ПС та ВЕР оброблення алмазної сировини

Характеристики	Середнє значення	Стабільність	Однорідність
Форм-фактор, f_c	1,31	0,40303	0,6700
Еліптичність, El	1,3263	0,23401	0,4610
Шорсткість, Rg	1,0658	0,89540	0,7344
Зовнішня питома поверхня, $F_{уд}$, $\text{м}^2/\text{кг}$	61,21	—	—
Кількість ріжучих кромок, n , шт	9,6	—	—
Кут загострення ріжучих кромок, ϕ , град	101,94	—	—

Порошок зернистістю 63/50, виготовлений із застосуванням УЗ дезінтеграції та ВЕР оброблення алмазної сировини, випробовували в роботі інструменту при шліфуванні твердого сплаву марки ВК6 (7x15 мм²) із застосуванням МОР (3% соди) та режимах $V_{кр} = 20$ м/с, $S_{пр} = 2$ м/хв., $S_{поп} = 0,05$ мм/подвійний хід. (табл. 3). Для цього зразок порошку поділили на дві частини. Частину металізували покриттям NID 57-125.

З наведених у табл. 3 результатів випливає, що працездатність експериментальних кругів із застосуванням металізованого алмазного порошку наближається до працездатності кругів, виготовлених в ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, але нижча, ніж кругів фірми «TOOLGAL» (Ізраїль). Показники випробування кругів із застосуванням порошку без металізації значно нижчі.

Результати дослідження засвідчили, що при застосуванні ультразвукової дезінтеграції за оптимальних умов проведення та ВЕР оброблення алмазної сировини якість отримуваних алмазних порошоків близька якості при переробленні ПС з механічною дезінтеграцією.

Таблиця 3. Результати випробування працездатності шліфувальних кругів форми 6Ф2 з алмазного порошку

Розробник кругів	Характеристика круга	Характеристика порошку алмазу /спосіб виготовлення	Показники працездатності кругів		
			Відносна витрата порошку, q_p мг/г	Питома витрата порошку, q_v , мг/см ³	Ефективна потужність шліфування $P_{\text{еф}}$, кВт
Фірма "TOOLGAL" (Ізраїль)	6A2 100x5x4- D64- C125-СБ4	D 64 (металізовані)	1,98	29,3	0,34
ІНМ НАНУ	6A2 100x5x5- AC15 63/50-NID 56-C2-01-125	AC 15 63/50 -NID 56/ традиційна схема	2,07	30,6	0,34
ІНМ НАНУ	6A2 100x5x4- AC15 63/50-NID 57-C2-01-125	AC 15 63/50 -NID 57-125/ схема із застосуванням УЗ дезінтеграції та ВЕР оброблення алмазної сировини	2,51	37,2	0,40
ІНМ НАНУ	6A2 100x5x4- AC6 63/50-C2-01-125	AC 15 63/50 / схема із застосуванням УЗ дезінтеграції та ВЕР оброблення алмазної сировини	4,01	59,4	0,35



Рис. 2. Принципова схема переробки тонковкрашеного ПС

За результатами досліджень розробили технологію перероблення тонковкрашеного ПС, принципову схему якої показано на рис. 2.

Техніко-екологічні показники перероблення ПС наведено в табл. 4.

Встановлено, що порівняно з технологією перероблення тонковкрашеного ПС з механічною дезінтеграцією нова технологія забезпечує підвищення обсягу видобування алмазу на 0,5%, виведення з технологічного циклу до 30 % матеріалу у вигляді графітового продукту, що становить 70 % вихідного вмісту графіту.

Із застосуванням нової технології витрати речовин I, II та III класів небезпеки зменшуються відповідно на 93,8; 24,8

та 30,2%; на 63,5 мас.% зменшується обсяг відходів, що підлягають захороненню; на 62,5% скорочується тривалість контакту людини зі шкідливими речовинами.

Для застосування нової технології перероблення тонковкрапленого ПС розроблено нормативно-технологічну документацію.

Таблиця 4. Основні техніко-екологічні показники розробленої технології переробки тонковкрапленого ПС алмазу

Показники (на 1000 карат алмазу)		Технологія	
		Базова (з механічною дезінтеграцією)	Розроблена (із застосуванням УЗ дезінтеграції та ВЕР обробленням алмазної сировини)
Алмазна сировина (видобування), %		96,0 — 96,5	96,5— 97, 5
Графітовий продукт – кількість графіту від вихідного вмісту в ПС % // вміст алмазу, %		76,4 // < 1	80,5 // < 0,9
Витрати хімічних реагентів, кг	Хромовий ангідрид (I кл. небезпеки)	6,5	0,4
	HCl, H ₂ SO ₄ , HNO ₃ (II кл. небезпеки)	2,2	1,2
	Ca(OH) ₂ (III кл. небезпеки)	4,3	3,0
	Залізна стружка	0,2	0,1
Час контакту людини з шкідливими речовинами, год.		4,0	1,5
Відходи, що підлягають захороненню, кг		13,7	5,0

Для застосування нової технології переробки тонковкрапленого ПС розроблено нормативно-технологічну документацію.

Висновки

1. Розроблено новий екологічно безпечний спосіб перероблення тонковкрапленого продукту синтезу алмазів, що базується на ультразвуковій дезінтеграції та імпульсному обробленні алмазної сировини високовольтними електричними розрядами в рідині. При застосуванні цього способу зменшуються витрати хімічних реагентів I–III класів небезпеки, необхідних для видалення графіту та металів, і внаслідок цього зменшується навантаження на навколишнє середовище (патент України на корисну модель № 99217) [8].

2. Встановлено, що порівняно з технологією перероблення тонковкрапленого ПС з механічною дезінтеграцією при використанні нового методу забезпечуються збільшення обсягу видобування алмазу на 0,5%, виведення з технологічного циклу до 30 % матеріалу у вигляді графітового продукту, що становить 70 % вихідного вмісту графіту.

3. У шліфпорошку, виготовленому за новим методом, знижений вміст домішок та включень, підвищена міцність.

4. Результати випробування працездатності шліфувальних кругів форми 6A2, що містять шліфпорошок марки АС6 зернистістю 63/50, виготовлений за новим методом, засвідчили, що при застосуванні металізації порошку покриттям NID 57-125 поліпшуються її показники: відносна та питома витрати алмазного порошку.

Представлен новый способ переработки тонковкрапленного продукта синтеза, который базируется на применении ультразвуковой дезинтеграции и импульсной обработке алмазного сырья высоковольтными электрическими разрядами в жидкости. Способ позволяет снизить расход химических реагентов I–III классов опасности, которые необходимы для удаления графита и металлов, и за счет этого уменьшит загрузку на окружающую среду.

Ключевые слова: продукт синтеза, порошки алмазные синтетические, характеристики крупности дисперсных систем, степень раскрытия

THE DEVELOPMENT OF A METHOD OF PROCESSING FINELY DISSEMINATED SYNTHESIS PRODUCT, WHICH IS BASED ON THE USE OF ULTRASOUND DISINTEGRATION

Results of the development of a new method of processing finely disseminated synthesis product, which is based on the use of ultrasound disintegration and treatment diamond raw material by pulses high voltage electrical discharge in the liquid are presented in the article. The process reduces the consumption of chemicals I-III classes of danger which are necessary for the removal of metals and graphite, and this decreased in numbers due to the load on the environment.

Key words: product synthesis, powders synthetic diamonds, the characteristics of particle size of dispersed systems, degree of opening

Література

1. Извлечение алмазов из продуктов синтеза / Г. П. Богатырева, Н. А. Олейник, Г. А. Базалий и др. // Сверхтвердые материалы. Получение и применение. Монография в 6 томах / Под общей редакцией Н.В.Новикова. Том 1: Синтез алмаза и подобных материалов / Отв. ред. А.А.Шульженко. – К. : ИСМ им. В. Н.Бакуля. ИПЦ «АЛКОН» НАНУ, 2003. – С. 298–309.
2. Вплив ультразвукової дезінтеграції на технологічні характеристики тонковкрапленого продукту синтезу алмазу / Н. О. Олійник, Г. Д. Ільницька, Г. А. Базалій, В. І. Мельник // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – К. : ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2015. – Вып. 18. – С. 288–292.
3. Олійник Н. О. Особливості дезінтеграції алмазографітового матеріалу при переробці тонковкраплених продуктів синтезу // Наукові нотатки, міжвуз. зб. – Луцьк: Луцький національний технічний університет. – 2015. – № 51. – С. 119–123.
4. Богатырева Г. П., Н. А. Олейник Выбор критерия оценки раскрытия продукта синтеза // Сверхтвердые матер. – 1995. – № 1. – С. 65–70.
5. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков сверхтвердых материалов (СТМ). У 90.256-2004. – К. : ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – 9 с.
6. Методика определения удельного электрического сопротивления дисперсных порошков сверхтвердых материалов. М 23.9-303:2014. – К. : ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2014. – 6 с.

7. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. Введ. 01.01.96. – К. : Госстандарт Украины, 1995. – 72 с.
8. Пат. на корисну модель № 99217, Україна, МПК СО1В 31/06 (2006.01). Спосіб видобування синтетичних алмазів / Г. Д. Ільницька, Н. О. Олійник, Г. А. Базалій та ін. – Опубл.25.05.2015; Бюл.№10.

Надійшла 04.07.16

УДК 621.891

М. Н. Сафонова, канд. техн. наук¹; **А. С. Сыромятникова**, канд. физ.-мат. наук²;
А. А. Федотов¹; **В. А. Ким**, докт. техн. наук³; **П. П. Тарасов**, канд. техн. наук¹

¹Северо-Восточный федеральный университет им. М. К. Аммосова, г. Якутск, Россия

²Институт физико-технических проблем Севера им. В.П. Ларионова, г. Якутск, Россия

³Комсомольский-на-Амуре государственный технический университет, Россия

ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО ПОРОШКА ПРИРОДНОГО АЛМАЗА НА МИКРОСТРУКТУРУ МАТРИЦЫ НА ОСНОВЕ ОЛОВЯНИСТОЙ БРОНЗЫ

Исследовано влияние добавок ультрадисперсного порошка природного алмаза на физико-механические, триботехнические свойства и микроструктуру композитов абразивного назначения на металлической основе. При исследовании стандартной связки оловянистой бронзы (20% олова, 80% меди) с добавками 1–4 мас. % природных порошков алмаза размером 3/2; 7/5 мкм и ультрадисперсного порошка алмаза выявлено, что при добавлении 1–3 мас.% ультрадисперсных алмазных частиц в металлическую матрицу значительно повышаются физико-механические и эксплуатационные свойства композиционных материалов.

Ключевые слова: ультрадисперсный природный алмаз, композиционный алмазосодержащий материал, композит, физико-механические свойства, границы зерен, зернограничное упрочнение.

Введение

Несмотря на то что изучен широкий спектр наночастиц, различающихся как природой (металлы, неметаллы, химические соединения) и технологиями получения, так и свойствами частиц, ультрадисперсные алмазы (в том числе наноалмазы) являются, по нашему мнению, наиболее интересным объектом исследования [1, 2]. Важное преимущество использования алмаза в качестве упрочнителя состоит в том, что алмазу присущи высокая адсорбционная способность и наиболее низкая химическая активность из различных форм углерода. Высокая адсорбционная способность алмаза положительно влияет на композиционный материал, получаемый методами порошковой металлургии совместным спеканием с металлом путем поглощения образующихся при этом содержащихся в порошке металла газов. Кроме того, частицы ультрадисперсного и нанодиапазона характеризуются высокой поверхностной активностью, позволяющей осуществлять прочное сцепление с матрицей, а также низкой энергией Гиббса. С введением небольшого количества таких добавок повышаются прочность и износостойкость инструментальных материалов [3–5].

Цель настоящей работы – исследовать влияние добавок дисперсного алмаза на свойства композитов абразивного назначения на основе бронзы, содержащих порошки