

## Impact Factor:

ISRA (India) = 1.344	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
ISI (Dubai, UAE) = 0.829	PIHII (Russia) = 0.234	PIF (India) = 1.940
GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 1.042	IBI (India) = 4.260
JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 2.031	

SOI: [1.1/TAS](#) DOI: [10.15863/TAS](#)

## International Scientific Journal Theoretical & Applied Science

p-ISSN: 2308-4944 (print) e-ISSN: 2409-0085 (online)

Year: 2017 Issue: 02 Volume: 46

Published: 28.02.2017 <http://T-Science.org>

**E.S. Belyaev**

Candidate of technical Sciences, associate professor of «Materials science, technology of materials and heat treatment of metals»  
Nizhny Novgorod State Technical University  
n.a. R.E. Alekseev

**V.K. Sorokin**

Doctor of Technical Sciences, Professor of «Materials science, technology of materials and heat treatment of metals»  
Nizhny Novgorod State Technical University  
n.a. R.E. Alekseev

**N.V. Makarov**

Postgraduate student of the Department «Materials science, technology of materials and heat treatment of metals»  
Nizhny Novgorod State Technical University  
n.a. R.E. Alekseev

**M.A. Kravchenko**

Master student of the Department «Materials science, technology of materials and heat treatment of metals»  
Nizhny Novgorod State Technical University  
n.a. R.E. Alekseev

### SECTION 6. Metallurgy and energy.

## THE INFLUENCE OF MICRO - AND NANO-SIZED DIAMOND FILLERS ON POWDER ROLLING PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES

**Abstract:** It is analyzed the influence of micro- and nano-sized diamond filler on the physico-mechanical properties of diamond-containing powder rolling. It was established a strong softening effect of nanodiamond filler on the basis of the softening coefficient  $k_p = \sigma_c / \sigma_{ac}$  with relatively low concentration of conventional  $K = 40\%$ . Nanodiamond filler strong softening effect conditioned by its metal bond allocation. Limited conditional concentration of nanodiamond filler  $K = 3,96\%$  in rolling on the basis of copper powder ПМС-1 is installed by calculation method. Given recommendations about using polycrystalline diamond brand RDDM 0-0,5.

**Key words:** the powder metallurgy, the diamond-containing rolling, the tensile strength, the softening coefficient, the microstructure of diamond-containing rolling.

**Language:** Russian

**Citation:** Belyaev ES, Sorokin VK, Makarov NV, Kravchenko MA(2017) THE INFLUENCE OF MICRO - AND NANO-SIZED DIAMOND FILLERS ON POWDER ROLLING PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES. ISJ Theoretical & Applied Science, 02 (46): 155-162.

**Soi:** <http://s-o-i.org/1.1/TAS-02-46-27> **Doi:**  <https://dx.doi.org/10.15863/TAS.2017.02.46.27>

### ВЛИЯНИЕ МИКРО - И НАНОРАЗМЕРНОГО АЛМАЗНОГО НАПОЛНИТЕЛЯ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОРОШКОВОГО ПРОКАТА

**Аннотация:** Выполнен анализ влияния микро- и наноразмерного алмазного наполнителя на физико-механические свойства порошкового алмазосодержащего проката. Установлено сильное разупрочняющее действие наноалмазного наполнителя при относительно малой условной концентрации  $K=40\%$  на основании коэффициента разупрочнения  $k_p = \sigma_c / \sigma_{ac}$ . Сильное разупрочняющее действие наноалмазного наполнителя обусловлено его распределением в металлической связке. Расчетным способом установлена предельная условная концентрация наноалмазного наполнителя  $K=3,96\%$  в прокате на основе порошка меди ПМС-1. Даны рекомендации по применению поликристаллических алмазов марки RDDM 0-0,5.

**Ключевые слова:** порошковая металлургия, алмазосодержащий прокат, предел прочности, коэффициент разупрочнения, микроструктура алмазосодержащего проката.

## Impact Factor:

ISRA (India) = 1.344	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
ISI (Dubai, UAE) = 0.829	ПИИЦ (Russia) = 0.234	PIF (India) = 1.940
GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 1.042	IBI (India) = 4.260
JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 2.031	

### Введение

Развитие промышленности требует разработки новых и совершенствования ранее разработанных материалов. Постоянно возрастают требования к эксплуатационным и технологическим характеристикам материалов. Композиты во многом соответствуют сложившейся тенденции повышения требований к материалам. Свойства композитов формируются по принципу аддитивности в соответствии с долями входящих в состав компонентов, тем самым обеспечивая требуемые свойства. Производство композиционных материалов на металлической матрице обеспечивается технологиями порошковой металлургии [1-6].

Данная работа посвящена изучению порошковых двух объемных композитов с микро- и наноразмерным алмазным наполнителем. Ранее выполнены обширные, всесторонние исследования порошковых, листовых, абразивных материалов с микрометрическим алмазным наполнителем для нужд электронной промышленности [1-3]. Алмазные наполнители обладают абразивной способностью и с успехом применяются при изготовлении инструментальных металлоалмазных композиций [1-3, 6, 7].

Нанометрические алмазы имеют округлую форму частиц, что существенно влияет на их свойства. Синтетические наноразмерные алмазы не обладают режущей способностью и являются твердой смазкой, наличие твердой смазки в порошковом листовом абразивном алмазосодержащем материале позволяет повысить качество разделения компонентов электронной техники, т.е. уменьшить количество сколов и износ инструмента.

В работе проведено обобщение влияния алмазного наполнителя микро- и наноразмерности на прочность листового алмазосодержащего материала на основе оловянно-никелевой бронзы и меди.

### Материалы и оборудование

Алмазосодержащие материалы изготавливались методом порошковой металлургии (прокатка + спекание + уплотняющая прокатка) [1, 2]. Прокатка порошковой шихты осуществлялась в прокатном стане дуо с горизонтально расположенными валками. Образцы после прокатки имели пористость ~35% и различную толщину. После спекания проката его подвергали четырем циклам механо-термической обработке с промежуточными отжигами. Толщина неспеченного порошкового проката выбрана таким образом, чтобы после механо-термической

обработки со степенью обжатия  $\varepsilon = 30\%$ , получить необходимую толщину готового алмазосодержащего проката.

На основе оловянно-никелевой бронзы изготавливались материалы с микрометрическим наполнителем, а на основе порошка меди с нанометрическим. Шихта оловянно-никелевой бронзы содержит 6,5 масс. % олова и 4,0 масс. % никеля. При составлении шихты использовались следующие порошки:

- порошок меди ПМС-1, ГОСТ 4960-2009;
- порошок никеля ПНК-УТЗ, ГОСТ 9722-97;
- порошок олова ПО-1, ГОСТ 9723-73;
- порошок синтетических алмазов, ГОСТ 9206-80;
- порошок поликристаллических алмазов, RDDM 0-0,5.

Смешивание шихты на основе оловянно-никелевой бронзы и микрометрического алмазного наполнителя проводили в лабораторном баночном смесителе в течение 120 минут. Смешивание шихты, состоящей из порошка меди ПМС-1 и наноалмазного наполнителя марки RUDDM 0-0,5, проводили в шаровой мельнице в течение 10 часов. Частицы наноалмазов в шихте за счет довольно длительного вращения равномерно распределяются по поверхности частиц порошка ПМС-1 (рисунок 1).

В опытах варьировали величиной средней зернистости, условной концентрацией алмазного наполнителя и толщиной проката после всех циклов механо-термической обработки. В таблице 1 приведены уровни варьирования факторами, а также прочность алмазосодержащего проката, прочность связки полученной методом порошковой металлургии и коэффициент разупрочнения. Коэффициент разупрочнения, представленный в таблице 1, вычисляли по формуле:

$$k_p = \frac{\sigma_c}{\sigma_{ac}} \quad (1)$$

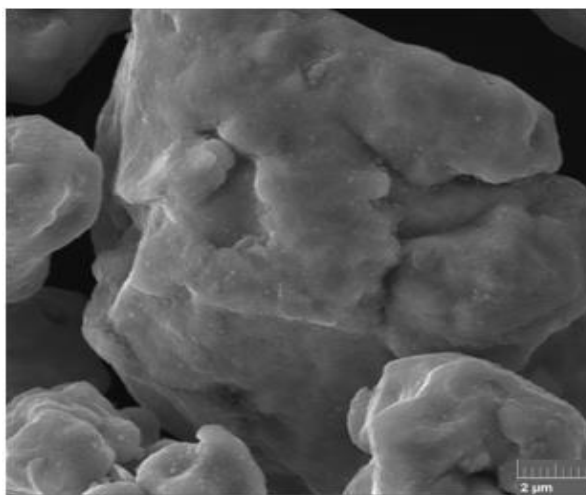
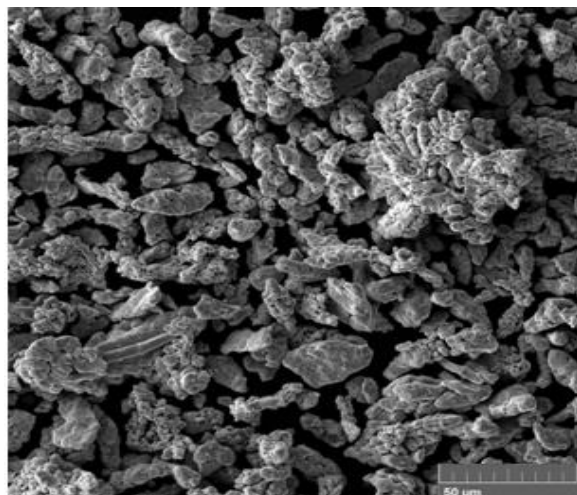
где  $\sigma_c$  - предел прочности металлической связки (безалмазного порошкового проката);

$\sigma_{ac}$  - предел прочности алмазосодержащего порошкового проката на металлической связке с пределом прочности  $\sigma_c$ .

В общем случае введение неметаллического наполнителя в металлическую связку приводит к снижению прочности материала по сравнению с исходной металлической связкой [1, 9-10]. Коэффициент разупрочнения принят за меру влияния алмазного наполнителя на предел прочности металлической связки.

## Impact Factor:

ISRA (India) = 1.344	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
ISI (Dubai, UAE) = 0.829	ПИИЦ (Russia) = 0.234	PIF (India) = 1.940
GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 1.042	IBI (India) = 4.260
JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 2.031	



а б

а - разрешение 50 мкм, б - разрешение 2 мкм.

Рисунок 1 - Снимки РЭМ шихты с концентрацией 0,8% нанодiamondов.

Таблица 1

Уровни варьирования факторами в натуральном масштабе и результаты экспериментов

№ опыта	Средняя величина зерна алмазного порошка, мкм	Условная концентрация алмазного порошка $K$ , %	Толщина ленты, мкм	Предел прочности $\sigma_{ac}$ , МПа	Предел прочности $\sigma_c$ , МПа	Коэффициент разупрочнения $k_p$
	$x_1$	$x_2$	$x_3$	-	-	$y$
1	8	50	40	322,6	735,5	2,3
2	16	50	40	264,8		2,8
3	8	100	40	239,3		3,1
4	16	100	40	161,8		4,5
5	8	50	80	449,1		1,6
6	16	50	80	353,0		2,1
7	8	100	80	246,1		3
8	16	100	80	259,9		2,8
9	12	75	60	259,9		2,8
10	12	75	60	274,6		2,7
11	12	75	60	262,8		2,8
12	12	75	60	260,9		2,8
13	0,25	40	600	15,50	352,4	22,7
14	0,25	24	600	29,20		12,1
15	0,25	8	600	125,9		2,8

Примечание: Опыты №№1-12 - связка оловянно-никелевая бронза 6,5 масс. % олова и 4,0 масс. % никеля; Опыты №№13-15 связка - медь

В таблице 1 нетрудно заметить, что опыты 1-12 представляют собой полный факторный эксперимент по плану  $2^3$  с четырьмя параллельными опытами на основном уровне. № 13-15 представляют собой одномерные опыты с изменением только концентрации порошка RUDDM 0-0,5 в медной матрице.

### Разработка регрессионной модели

Данные (таблица 1) можно обобщить с помощью полиномиальной квадратичной модели. После выполнения соответствующих расчетов имеем уравнение регрессии:

## Impact Factor:

ISRA (India) = 1.344	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
ISI (Dubai, UAE) = 0.829	ПИИЦ (Russia) = 0.234	PIF (India) = 1.940
GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 1.042	IBI (India) = 4.260
JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 2.031	

$$y = -3,409 - 4,684x_1 + 0,882x_2 + 0,199x_1^2 - 0,0057x_2^2 \quad (2)$$

Все коэффициенты, вошедшие в уравнение регрессии, имеют уровень значимости  $p$ , вычисленный по критерию Фишера, менее 0,05. Скорректированный коэффициент детерминации модели  $R^2 = 0,98$ . Значение остатков по модулю не более 1,452. Остатки хорошо описываются теоретической кривой нормального распределения Гаусса. Нормально-вероятностный график остатков и ожидаемых нормальных значений не имеет существенных систематических отклонений от теоретической прямой. Остатки и предсказанные моделью

значения распределены бессистемно. Дисперсионный анализ полученного уравнения регрессии в целом показывает уровень значимости  $p$  менее 0,05. Выполненный комплексный статистический анализ свидетельствует о пригодности полученной модели.

На рисунке 2 представлена карта стандартизированных эффектов Парето, наглядно демонстрирующая влияние линейных и квадратичных членов уравнения 1 на значения коэффициента разупрочнения.

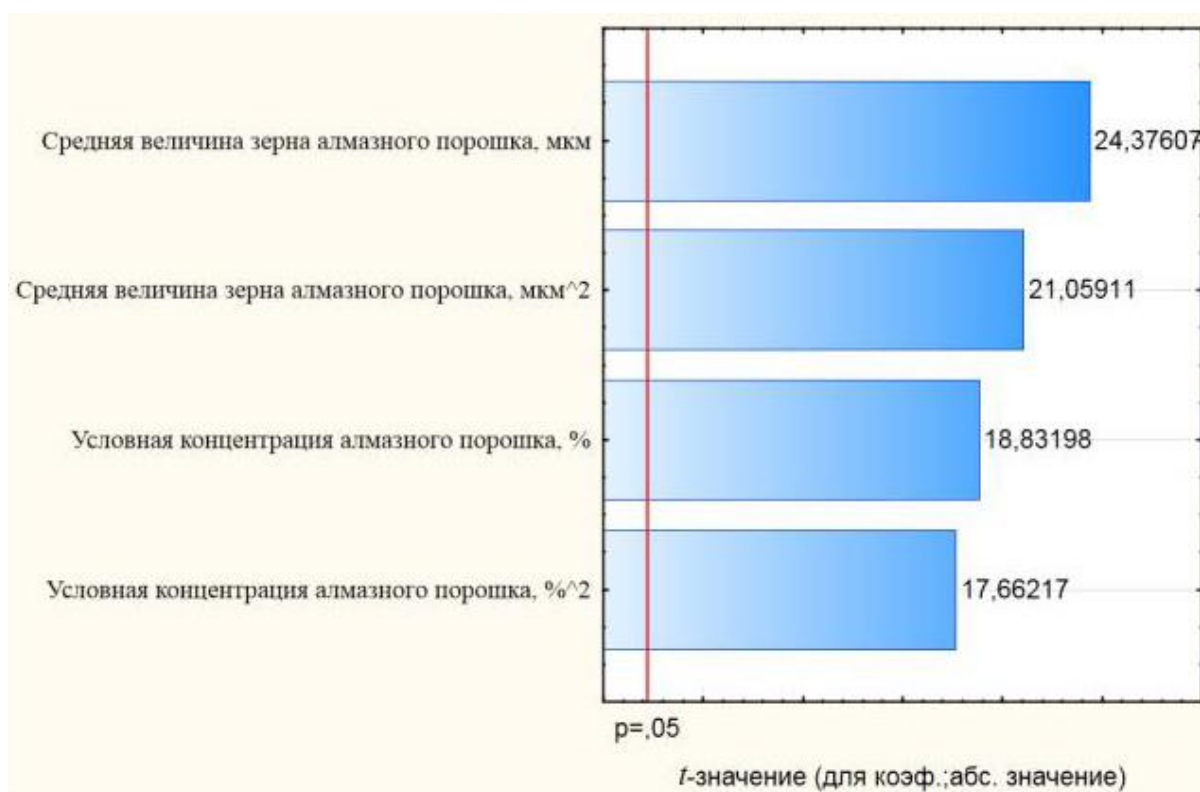


Рисунок 2 - Карта Парето стандартизированных эффектов.

### Полученные результаты и обсуждение

Влияние алмазного наполнителя микро- и наноразмерности на коэффициент разупрочнения имеет существенные различия. Так рост средней величины зерна микрометрического алмазного наполнителя от 8 до 16 мкм разупрочняет исходную металлическую связку в 2,8...4,5 раза при условной концентрации  $K=100\%$ . Нанометрический алмазный наполнитель при условной концентрации  $K=40\%$  разупрочняет исходную медную связку в 22,7 раза. На рисунке 3 показано изменение коэффициента разупрочнения от средней величины алмазного порошка и его условной концентрации.

Такое сильное влияние наноразмерного алмазного наполнителя по сравнению с

микрометрическим объясняется отличиями их распределения в металлической связке (рисунок 4). Микрометрический алмазный наполнитель распределен в связке равномерно, размер зерен наполнителя соизмерим с размером частиц порошка металлической связки (рисунок 3, а). Нанометрический алмазный наполнитель распределяется по границам исходных частиц порошка (агрегатная структура дисперсноупрочненного материала), что изолирует частицы порошка металлической связки во время спекания [8].

Расчетным методом можно оценить изолирующее действие наноалмазного наполнителя на частицы медной металлической связки, сравнивая средние размеры зерна

## Impact Factor:

ISRA (India) = 1.344	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
ISI (Dubai, UAE) = 0.829	РИИЦ (Russia) = 0.234	PIF (India) = 1.940
GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 1.042	IBI (India) = 4.260
JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 2.031	

порошка меди и наноалмазов. Для реализации расчета были приняты допущения: частицы в порошковой системе имеют идеальную сферическую форму; частицы порошков,

входящих в смесь, имеют соответствующие одинаковые средние размеры; частицы наноалмазного наполнителя равномерно распределяются по поверхности частиц меди.

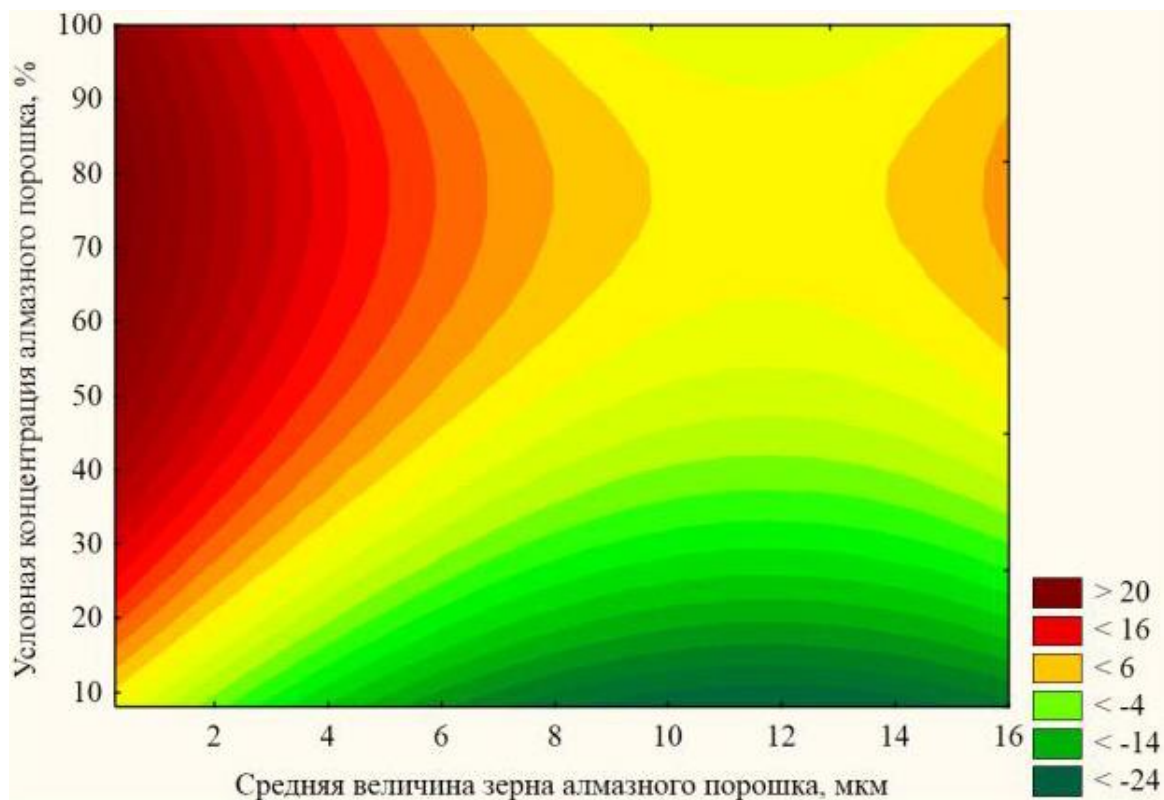
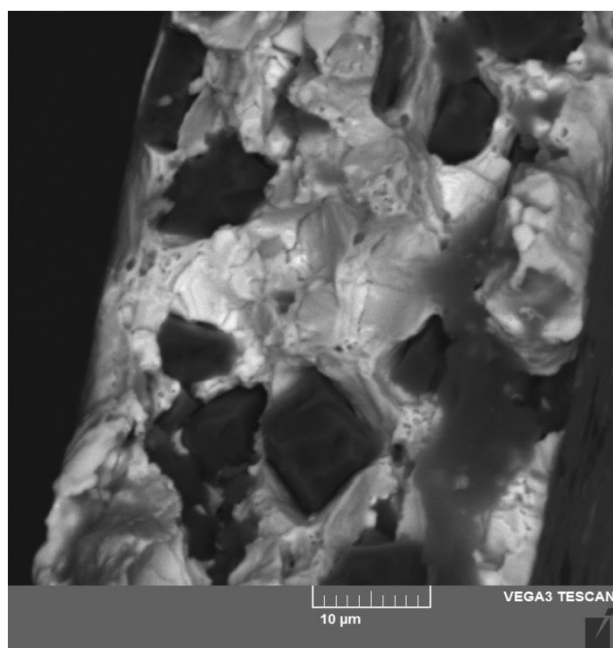
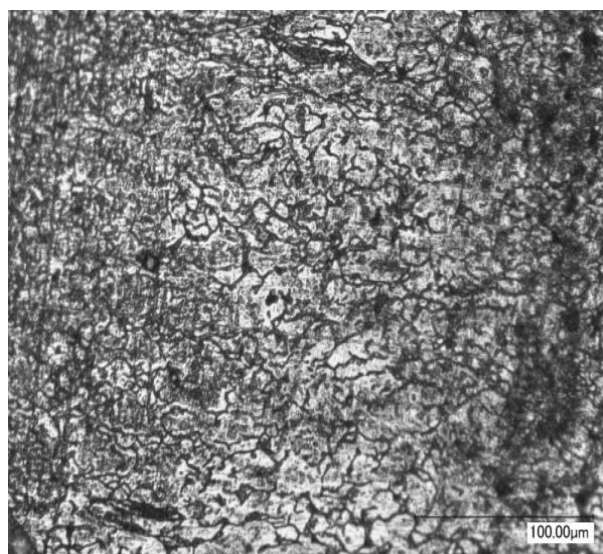


Рисунок 3 - Зависимость коэффициента разупрочнения от условной концентрации и средней величины зерна алмазного порошка.



а)



б)

а - K=100%; б - K=10%

Рисунок 4 - Микроструктура алмазосодержащего материала с микрометрическим (а) и нанометрическим (б) алмазным наполнителем

## Impact Factor:

ISRA (India) = 1.344	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
ISI (Dubai, UAE) = 0.829	ПИИЦ (Russia) = 0.234	PIF (India) = 1.940
GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 1.042	IBI (India) = 4.260
JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 2.031	

Соответственно частица меди - шар  $d=100$  мкм, частица наноалмазного наполнителя - шар  $d=0,25$  мкм. Количество наноразмерных частиц

$$N = \frac{4D_{Cu}^2}{D_{H.A.}^2} \quad (3)$$

где  $D_{Cu}$  - средний диаметр частиц порошка меди, мкм;

$D_{H.A.}$  - средний диаметр частиц алмазного порошка, мкм.

Подставив средний диаметр частиц порошка меди и наноалмазов, получаем значение  $N=640000$ , т.е. на одну частицы порошка меди приходится 640000 частиц порошка наноалмазов при равномерном однослойном покрытии частицы меди наноалмазами. В идеальных

алмазного наполнителя, покрывающие частицу меди равномерно в один слой, можно рассчитать по формуле:

условиях при  $N=640000$  во время спекания образование металлической связи между частицами порошка меди разделенных слоев наноалмазов толщиной  $h=2 \cdot 0,25=0,5$  мкм маловероятно.

Рассчитаем объемное процентное содержание наноалмазов в медной связке при соотношении частиц меди и наноалмазного порошка 1:640000:

$$\text{об.}\% H.A. = \frac{640000 \cdot D_{H.A.}^3 \cdot 100\%}{D_{Cu}^3 + 640000 \cdot D_{H.A.}^3} = 0,99\% \quad (4)$$

Объемное содержание наноалмазного порошка можно перевести в условную

концентрацию  $K_p$  ( $K=100\%$  соответствует 25 об. %) в соответствии с пропорцией:

$$K_p = \frac{\text{об.}\% H.A. \cdot 100\%}{25\%} = 3,96\% \quad (5)$$

Объемное содержание наноалмазного порошка также можно перевести в массовое:

$$\text{масс.}\% H.A. = \frac{\text{об.}\% H.A. \cdot \rho_{H.A.} \cdot 100\%}{\text{об.}\% H.A. \cdot \rho_{H.A.} + (100 - \text{об.}\% H.A.) \cdot \rho_{Cu}} = 0,39\% \quad (6)$$

где  $D_{Cu}$  - средний диаметр частиц порошка меди, мкм;

$D_{H.A.}$  - средний диаметр частиц алмазного порошка, мкм.

В таблице 2 приведены данные, связывающие условную концентрацию наноалмазного наполнителя в порошковом

прокате на основе меди, расчетную условную концентрацию, при которой образование металлической связи при спекании между частицами медного порошка маловероятно, и предел прочности.

Таблица 2

### Условная концентрация наноалмазного наполнителя и предел прочности проката

Условная концентрация наноалмазного наполнителя $K$ , %	Расчетная концентрация наноалмазного наполнителя $K_p$ , %	$K/K_p$	Предел прочности проката с наноалмазным наполнителем $\sigma_B$ , МПа
8	3,96	2,020	125,9
24		6,061	29,20
40		10,10	15,50

## Impact Factor:

ISRA (India) = 1.344	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
ISI (Dubai, UAE) = 0.829	ПИИЦ (Russia) = 0.234	PIF (India) = 1.940
GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 1.042	IBI (India) = 4.260
JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 2.031	

Отношение  $K/K_p$  (таблица 2) характеризует степень изоляции частиц меди, распределенным по поверхности наноалмазным наполнителем, с ростом отношения степень изолированности повышается, а прочность проката существенно снижается.

Судя по значениям  $K/K_p$  (таблица 2) металлическая связь в прокате всех рассматриваемых условных концентраций образовываться не должна. Однако коэффициент разупрочнения, полученный в опыте №15 (таблица 1) соизмерим с коэффициентом разупрочнения при использовании алмазного наполнителя микрометрического размера с условной концентрации  $K=100\%$ .

Очевидно, в процессе уплотняющей прокатки происходит сдвиг покрытых наноалмазным наполнителем частиц меди относительно друг друга, что приводит к нарушению целостности слоя наноалмазов у соседних частиц меди и образованию в процессе отжига металлической связи.

Также следует учитывать допущения, сделанные при расчете  $K_p$ . Частицы порока меди по своей форме существенно отличаются от идеальной сферической, при смешивании, возможно, не достигнуть равномерности покрытия частиц меди наноалмазами и покрытия всех входящих в порошковую систему частиц меди.

Для сравнения по формулам 3-5 рассчитаем условную концентрацию  $K_p$  для микрометрического алмазного наполнителя с  $d=16$  мкм, имеем  $K_p=156\%$ , т.е. отношение  $K/K_p$  в опытах №1-12 (таблица 1) менее 1 и максимальное значение коэффициента разупрочнения составляет  $k_p = 4,5$  (опыт №4).

### Выводы.

Влияние нано- и микрометрического алмазного наполнителя на прочность металлической матрицы имеет существенные

различия, связанные с распределением частиц наполнителя в матрице.

Предложена методика оценки коэффициента разупрочнения металлической матрицы на основании расчетного значения условной концентрации алмазного наполнителя  $K_p$ . Для получения достаточно высоких прочностных свойств алмазосодержащего проката необходимо, чтобы отношение условной  $K$  и расчетной условной концентрации  $K_p$  алмазного наполнителя было менее 1. В этом случае образование металлической связи между частицами связки в процессе спекания и механо-термической обработки весьма вероятно.

В свою очередь  $K_p$  рассчитывается на основании геометрического сравнения частиц металлических и неметаллических порошков, входящих в шихту. При расчете  $K_p$  приняты допущения: частицы в порошковой системе имеют идеальную сферическую форму; частицы порошков, входящих в смесь, имеют соответствующие одинаковые средние размеры; частицы наноалмазного наполнителя равномерно распределяются по поверхности частиц меди.

Проведенные исследования позволяют рекомендовать применение наноалмазного наполнителя в условной концентрации  $K$  менее 8% при использовании порошка меди ПМС-1 ГОСТ 4960-75 в качестве основы шихты и порошка поликристаллических алмазов RUDDM 0-0,5 в качестве наполнителя. При увеличении условной концентрации наноалмазов происходит существенное снижение прочности алмазосодержащего проката.

Путь повышения прочности наноалмазного проката на основе медной металлической связки - снижение дисперсности частиц порошка меди в комплексе с высокоэнергетическим смешиванием шихты. Такой подход позволит уменьшить величину  $K/K_p$  и изменить агрегатную структуру материала на дисперсную.

### References:

1. (2011) Tehnologiya izgotovleniya i oborudovanie po proizvodstvu poroshkovyih i kompozitsionnyih materialov i izdeliy: ucheb. posobie / V.K. Sorokin, L.S. Shmelev - NGTU im. R.E. Alekseeva. Nizhny Novgorod, 2011. - 184 p.
2. (2002) Proizvodstvo poroshkovogo prokata / Pod red. V. K. Sorokina. - M.: ZAO «Metallurgizdat», 2002. - 296 p.
3. Sorokin VK (2001) Osobennostialmazosoderzhaschih smesey poroshkov i spechennyih plastin / V. K. Sorokin, L. S. Shmelev // Metallurgiya. - 2001. - # 11. - p. 53-54.
4. (1980) Kompozitsionnyie spechennyie antifriktsionnyie materialyi / Fedorchenko I.M., Pugina L.I. - Kiev: Nauk. dumka, 1980. - 404 p.
5. (1985) Poroshkovaya metallurgiya. Materialyi, tehnologiya, svoystva, oblasti primeneniya



**Impact Factor:**

<b>ISRA (India) = 1.344</b>	<b>SIS (USA) = 0.912</b>	<b>ICV (Poland) = 6.630</b>
<b>ISI (Dubai, UAE) = 0.829</b>	<b>PIHII (Russia) = 0.234</b>	<b>PIF (India) = 1.940</b>
<b>GIF (Australia) = 0.564</b>	<b>ESJI (KZ) = 1.042</b>	<b>IBI (India) = 4.260</b>
<b>JIF = 1.500</b>	<b>SJIF (Morocco) = 2.031</b>	

- Spravochnik / I.M. Fedorchenko, I.N. Frantsevich, I.D. Radomyiselskiy i dr.; Otv. red. I.M. Fedorchenko. - Kiev: Nauk. dumka, 1985. - 624 p.
- Belyaev ES (2013) Almazosoderzhaschie materialyi dlya otreznogo instrumenta na osnove zheleznogo poroshka /T.M. Kolosova, V.K. Sorokin, S.V. Kostromin // Sovremennyye problemy nauki i obrazovaniya. — 2013. — , #. 2. — p. 209-217.
  - (1990) Almazyi i sverhtverdyie materialyi / V. P. Polyakov, A. V. Nozhkin, N. V. Chirikov: Uchebnoe posobie dlya vuzov. – M.: Metallurgiya, 1990. – 327 p.
  - Libensov GA (1990) Proizvodstvo poroshkovyih izdeliy - M.:Izdatelstvo «Metallurgiya», 1990.- 237 p.
  - Belyaev ES (2015) Struktura i svoystva metallosteklyannyih materialov na osnove poroshka karbonilnogo zheleza / Kolosova T.M., Alekseev V.A., Makarov N.V., Getmanovskij Yu.A.// Fundamentalnyie issledovaniya. – 2015. – # 4. – p. 22-27
  - Belyaev ES (2017) Vliyanie sodержaniya ugleroda i stekla na tverdost metallosteklyannyih materialov / Makarov N.V., Getmanovskij Yu.A.// Theoretical & Applied Science. 2017. # 01 (45). p. 160-166.

