

Подсекция «ОБЩЕТЕХНИЧЕСКАЯ»

УДК 621.921.34

И.Е. Григорьев, асп.,
Н.А. Свидунович, проф., д-р техн. наук (БГТУ, г. Минск);
В.Т. Сеньюць, вед. науч. сотр., доц., канд. техн. наук
(ОИМ НАН Беларуси, г. Минск)

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МОДИФИЦИРУЮЩЕЙ ДОБАВКИ ДЕТОНАЦИОННЫХ НАНОАЛМАЗОВ НА СВОЙСТВА КОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ ВОЛЬФРАМА

Вольфрам и его соединения занимают важное место в современных высокотехнологичных отраслях благодаря уникальному сочетанию физико-механических свойств: высокая твердость, плотность, износостойкость, устойчивость к экстремальным температурам и теплопроводность. Эти характеристики делают вольфрам незаменимым материалом в авиа- и машиностроении, инструментальном производстве, а также в военной промышленности. Среди всех чистых элементов вольфрам обладает самой высокой температурой плавления (3422 °С), что открывает широкие возможности для его использования в условиях высоких температур. Однако существенным ограничением его применения является высокая хрупкость, которая снижает надежность изделий на его основе в процессе эксплуатации.

Одним из перспективных подходов к улучшению механических свойств вольфрама является управление его микроструктурой, в частности, уменьшение размеров зерен. Исследования показали, что мелкозернистая структура вольфрама способствует повышению пластичности, обрабатываемости и устойчивости к абляции. Для предотвращения рекристаллизации и роста зерен вольфрама при высоких температурах используются дисперсные частицы оксидов (La_2O_3 , Y_2O_3 , CeO_2) и карбидов (TiC , ZrC , HfC), которые стабилизируют структуру материала [1]. В связи с этим актуальной задачей является поиск новых модифицирующих добавок, способных сохранить мелкозернистую структуру вольфрама и улучшить физико-механические характеристики материалов на его основе. В данной работе в качестве такой добавки был использован детонационный наноалмаз (ДНА), который широко применяется в качестве структурообразователя при получении объемных материалов и покрытий [2]. Настоящее исследование направлено на изучение влияния ДНА на микроструктуру и свойства спеченного материала на основе вольфрама, что может открыть новые возможности для создания высокопрочных и устойчивых к экстремальным условиям материалов [2, 3].

При выполнении работы применялись следующие материалы:

1. Микropopoшok вольфрама марки ППВ, изготовленный в соответствии с ТУ 48-19-72-92 «Порошок вольфрамовый» дисперсностью в рамках 0,8–1,7 мкм.

2. Синтезированный из тетрила ДНА [2], который соответствует ТУ 3974-456-05121441-2008 «Детонационные наноалмазы» (производитель и фирма-разработчик данного ТУ – ФГУП «СКТБ «Технолог», г. Санкт-Петербург, РФ). Дисперсность ДНА составляет 3,5–6,5 нм, а удельная поверхность находится в пределах 310 ± 10 м²/г. Использовали ДНА двух видов:

2.1. ДНА после глубокой очистки от примесей и неалмазного углерода с содержанием несгораемого остатка порядка 0,6–1,5 мас. %.

2.2. ДНА, очищенный от примесей и неалмазного углерода и легированный аморфным бором в количестве 2 мас. %.

В работе изучали образцы, полученные на основе следующих составов:

1. Эталонный образец, состоящий только из только из микropopoшka вольфрама.

2. Образец с добавкой 0,3% ДНА.

3. Образец с добавкой 0.3% ДНА, легированного бором.

Составы для изготовления образцов №2 и №3 подвергались механической активации, которая заключалась в их интенсивном помоле в атриторе стальными шарами диаметром 5 мм. Затем из активированных порошков методом прессования в стальной прессформе получали цилиндрические заготовки диаметром 4,5 мм и высотой 5–6 мм, которые спекали в аппарате высокого давления (АВД) при давлении 4,5 ГПа. Температура спекания в ячейке АВД варьировалась диапазоне 1200–1500 °С (температурный шаг – 100 °С) при выдержке в 10 с.

Для измерения микротвёрдости полученных композитов применялся микротвердомер модели ПМТ-3. Метод измерения – метод Виккерса при нагрузке 1,96 Н. Результаты исследования представлены ниже в табл.

Таблица – Результаты исследования

Состав композита, мас. %	Давление спекания P , ГПа	Температура спекания T , °С	Время спекания, с	Микротвёрдость H_{μ} , ГПа
1	2	3	4	5
100% W	4,5	1300	10 с	3,3
		1400		3,8
		1500		5,5–5,7
99,7% W + 0,3% ДНА	4,5	1200	10 с	6,0–7,0
		1300		9,0–11,0
		1400		8–9,7
		1500		6,5–7,5

Продолжение таблицы

1	2	3	4	5
99,7% W + 0,3% ДНА (легирован бором)	4,5	1200	10 с	7,0–8,0
		1300		11,5–15,5
		1400		11,5–12,7
		1500		8,5–10,0

По предоставленным результатам видно, что микротвёрдость образца из композиционного материала с добавкой 0,3 мас. % ДНА превышает микротвёрдость эталонного образца из микропорошка исходного вольфрама в 2,5–3 раза. Также можно увидеть уменьшение микротвёрдости при увеличении температуры спекания, что связано с ростом зерна вольфрама [3].

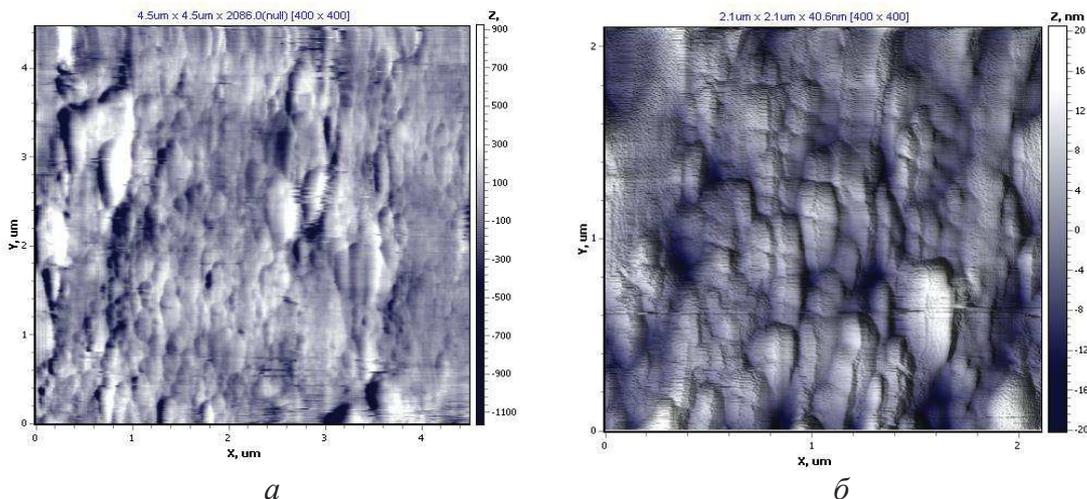
Образцы с добавкой ДНА, легированного бором, имеют более высокий показатель микротвёрдости во всем температурном диапазоне спекания. При этом разброс полученных значений микротвёрдости более широкий, что может быть связано со значительной гетерогенностью структуры полученного композита. При температурах спекания, превышающих 1400 °С, наблюдается резкий рост хрупкости материала, что приводит к образованию трещин при нагрузке 1,96 Н.

Оценка трещиностойкости производилась инденторным методом при сравнении с эталонным образцом. Так, при нагрузке в 1,96 Н на поверхности образцов не наблюдалось образования трещин, что свидетельствует о повышении трещиностойкости композиционного материала.

В результате изучения морфологии поверхности образцов на атомно-силовом микроскопе (модель NT-206, производитель ОДО «Микротестмашины», г. Гомель, Республика Беларусь) в контактном режиме установлено, что зерна вольфрама вытянуты и имеют размер в диапазоне 100–500 нм. На границах зёрен можно увидеть включения размером не более 30 нм (рисунок 1).

Таким образом, в результате проведенной работы был получен материал с ультрамелкозернистой структурой на основе вольфрама с размером зерен 0,1–0,5 мкм. Установлено, что введение малых добавок ДНА в сочетании с режимами термобарического спекания оказывает значительное влияние на микроструктуру и физико-механические свойства полученного материала.

Эксперименты показали, что добавка как нелегированного, так и легированного бором ДНА приводит к существенному увеличению микротвердости образцов. В частности, при использовании нелегированного ДНА их микротвердость возрастает в 2,5–3 раза, а при введении добавки легированного бором ДНА – в 3–4 раза.



a – изображение латерального контраста; *б* – топография субмикроструктуры
Рисунок 1 – Изображения поверхности образца, полученные на атомно-силовом микроскопе

Также было выявлено, что влияние добавки ДНА на механические свойства материала имеет разнонаправленный характер. Нелегированный ДНА способствует повышению трещиностойкости, что делает материал более устойчивым к разрушению. В то же время использование легированного бором ДНА приводит к увеличению хрупкости образцов, что требует дальнейшего изучения и оптимизации условий его применения.

Полученные результаты подчеркивают перспективность использования ДНА в качестве модифицирующей добавки для улучшения свойств вольфрамсодержащих композитов, а также необходимость проведения дальнейших исследований для определения оптимальных параметров легирования и спекания таких материалов.

ЛИТЕРАТУРА

1. SHS Synthesis, SPS Densification and Mechanical Properties of Nanometric Tungsten / S. Dine [et al.] // *Metals*, 2021.-Vol. 11. – №2. – 252 p. DOI: 10.3390/met11020252.
2. Долматов. В. Ю. Детонационные наноалмазы. Получение, свойства, применение / В. Ю. Долматов. СПб: НПО «Профессионал», 2011. – 536 с.
3. Жарченкова, М. И. Исследование физико-механических свойств наноструктурированного вольфрама модифицированного углеродными нанокластерами / М. И. Жарченкова, С. А. Перфилов, Р. Л. Ломакин // *Химия и химическая технология*, 2014. – Т. 57. вып. 5. С. 74-76.