

Р. А. АЛИХАНОВ, Е. С. ЧЕБОТАРЕВА, С. Г. НУЖДИНА,  
В. П. МОДЕНОВ

### КОМПОЗИЦИЯ АЛМАЗНОГО СПЛАВА

(Представлено академиком Л. Ф. Верещагиным 3 VI 1974)

Задача получения сверхтвердых материалов конструкционного назначения может быть решена, если в качестве основного исходного компонента взять вещество с максимальной твердостью, например алмазный порошок, и ввести в него связку, которая бы лишь незначительно снижала твердость самого композиционного материала. При этом возникают металлургические задачи по подбору таких компонентов связки, которые, с одной стороны, обладают необходимыми физическими свойствами для образования надежных соединений с алмазными зёрнами, а с другой, — высокой собственной механической прочностью при рабочих температурах материала.

В работе (1) показана возможность получения алмазных композиционных материалов с высокой концентрацией алмаза и минимальным содержанием связки при высоких давлениях и температуре.

В настоящей работе исследовался алмазный композиционный материал, полученный путем пропитки (2) мелкокристаллического порошка алмаза связкой сплава 55 вес. % Ti, 45 вес. % Cu. Исходный продукт при этом содержал 75,3 % алмаза, 18,9 % титана и 7,8 % меди.

Алмазный сплав получали при температуре 1200°С и давлении ~40 кбар (3). При указанном режиме обработки связка, находящаяся при этих температурах в жидком состоянии, под действием капиллярных сил и внешнего давления проникала в зазоры между алмазными зёрнами, образуя твердо-жидкий компакт.

Медь, как известно, не образует сплавов с углеродом, а титан является одним из наиболее сильных карбидообразующих металлов. Столь различное сродство компонентов связки к углероду должно вызывать их перераспределение, в связи с чем возникает необходимость установления фактического распределения компонент в композиционном сплаве после его приготовления.

Наиболее эффективный метод определения объема кристаллических компонент в сплаве массивных размеров — дифракционный, причем нейтроннографический: рассеяние нейтронов (за исключением нескольких изотопов) не сопровождается значительным поглощением потока и, таким образом, образец просвечивается нейтронами по всему объему; с другой стороны, амплитуды рассеяния на отдельных ядрах близки, так что каждая компонента сплава вносит относительно равный вклад в картину интерференции.

По указанным причинам различные кристаллические кластеры, разбросанные по объему, в сплаве будут представлены соответствующими рефлексами на нейтронограмме, а общее суммарное количество кластера, причем каждого в отдельности, — интенсивность этих рефлексов.

В настоящих экспериментах поликристаллический образец, состоящий из набора таблеток сплава диаметром 13,0 мм и общей высотой 36 мм, был помещен в тонкостенный алюминиевый цилиндр, установленный на центре нейтронного спектрометра. Образец купался в монохроматическом пуч-

ке с  $\lambda=1,366 \text{ \AA}$ , выделенной свинцовым монохроматором (пл. (111)) из спектра тяжеловодного реактора Института теоретической и экспериментальной физики.

Интенсивность рассеянных нейтронов регистрировалась счетчиком, заполненным газом  $\text{BF}_3$  ( $\varnothing 30 \text{ мм}$ ), автоматически перемещавшимся по дуге со скоростью  $2,8 \text{ град/мин}$ , и была записана посредством интегратора скорости счета самописцем ЭПП-09, а также повторно измерена по точкам.

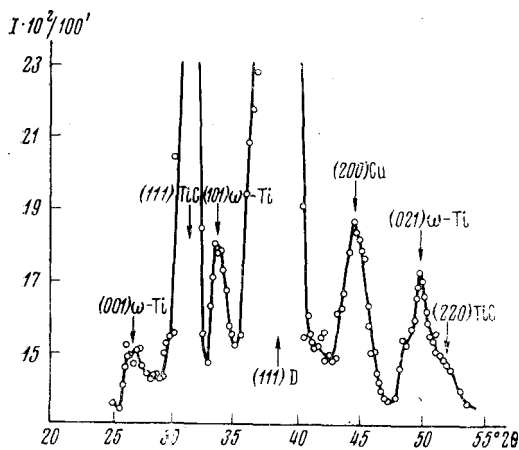


Рис. 1. Нейтронограмма алмазного сплава; участок  $2\theta=25-55^\circ$

титана, как это было показано в ранее опубликованной части работы (4). Наконец, пики при  $2\theta=32^\circ 22'$ ,  $55^\circ 35'$  и  $44^\circ 41'$  соответствуют межплоскостным расстояниям карбида титана  $\text{TiC}$  и меди, для которых индексы  $hkl$  соответственно будут (111), (220) и (200). Указанная идентификация отражений была осуществлена после сравнения совокупности межплоскостных расстояний, полученных в эксперименте с данными для известных интерметаллических соединений  $\text{Ti}$  и  $\text{Cu}$ , а также их карбидов.

Методика нейтронографических исследований детально описана в монографии (5), где приводится выражение для вычисления интенсивности отдельных отражений, зависящей от объема кристалла.

Для многокомпонентного образца определение объема данной компоненты было произведено нами методом сравнения с основной компонентой — алмазом. В этом случае упрощается расчет, поскольку нет необходимости в вычислении абсолютной интенсивности отражения.

Результаты определения объема компонент по нейтронографическим данным сведены в табл. 1.

Как видно из сопоставления исходного распределения компонент с компонентами в готовом сплаве (табл. 1), содержание алмаза и титана уменьшилось, количество меди осталось практически неизменным. Очень сильный вклад в сплав вносит новая компонента, возникшая в процессе его приготовления, — карбид титана. Исходный титан гексагональной структуры с пространственной группой  $D^46h$  в сплаве представлен его изоструктурой  $\omega$ -модификацией (пространственная группа  $D^46h$ ).

Проведенный расчет суммарной плотности алмазного сплава на основании полученного процентного состава его компонент дает значение  $4,408 \text{ г/см}^3$ . Измеренная величина плотности сплава равна  $3,976 \text{ г/см}^3$ .

Таблица 1

Компонента сплава	Композиция алмазного сплава	
	Содержание, %	
	исходный	в сплаве
Алмаз	73,3	54,3
Титан	18,9	8,1
Карбид титана	—	30,4
Медь	7,8	7,1

Анализ полученных результатов показывает, что основным процессом, сопутствующим пропитке или связыванию алмазных зерен в композиционный материал, является карбидизация титана. Эта реакция приводит к относительно понижению содержания свободного углерода (алмаза) в материале.

Карбидообразование, естественно, приводит к уменьшению объемной доли титана в связке, однако часть его претерпевает переход в химически менее активную  $\omega$ -фазу и стабилизируется в сплаве. Этот избыток титана в 8% не принимает участия в «смачивании» алмазного порошка и в данном случае излишен. Путь дальнейшего уменьшения в сплаве титановой компоненты, содержащейся в карбиде, заключается в выборе оптимального размера зерна алмаза, чтобы ограничить роль карбида смачиванием поверхности зерен, а не заполнением пустот между ними. Решение этой задачи может быть осуществлено путем смешивания двух или более сортов алмазных зерен разного размера для заполнения пустот мелкими алмазными зернами.

Другая компонента сплава — медь — не образует в процессе пропитки заметных по объему (~3%) соединений с другими компонентами. Ее содержание фактически не меняется, что свидетельствует о транспортной роли меди, как менее тугоплавкой среды, в процессе пропитывания алмазного наполнителя титановой связкой.

Последняя — пятая «компонента» сплава — незаполненные связкой пустоты между алмазными зернами. Факт существования этих пустот вытекает из значительного преувеличения плотности, вычисленной по дифракционным данным, над измеренной. Отношение плотностей показывает, что в идеальном случае при достаточно высоких температурах и давлении заполнение сплава компонентами может быть увеличено до ~10%.

Нейтроннографическое исследование композиции алмазного сплава обнаружило пять основных его компонент: три (алмаз, титан и медь) исходные и две технологические фазы, образовавшиеся в процессе изготовления (карбид титана и пустоты); часть титана, претерпевшую фазовый переход, также можно рассматривать как новую компоненту. В процессе пропитки количественные соотношения не изменились только для меди.

Анализ технологических фазовых изменений в объемном составе сплава указывает на следующие методические возможности совершенствования сплава:

- 1) замена титана менее карбидизирующей  $\omega$ -фазой или другим металлом;
- 2) смешивание различных зерен алмаза с соотношением размеров в интервале от 3 до 10;
- 3) повышение давления и температуры пропитки;
- 4) осуществление смачивания без карбидообразования.

Авторы приносят благодарность А. А. Семерчану и Н. Н. Кузину за обсуждение работы и полезные советы.

Институт физики высоких давлений  
Академии наук СССР  
Академгородок Московской обл.

Поступило  
27 V 1974

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- <sup>1</sup> Л. Ф. Верещагин, А. А. Семерчан и др., ДАН, т. 195, 593 (1970). <sup>2</sup> Л. Ф. Верещагин, А. А. Семерчан и др., Авт. свид., № 411724, 1973. <sup>3</sup> Л. Ф. Верещагин, А. А. Семерчан и др., ДАН, т. 186, 1045 (1969). <sup>4</sup> Е. С. Чеботарева, С. Г. Нужицина, Физ. мет. и металловед., т. 36, 205 (1973). <sup>5</sup> В. Е. Вакон, Neutron Diffraction, 2 Ed., Clarendon, Oxford, 1962.