

IURII TSYBULIA
HUBERT PRZYGUCKI
MAWEJA KASONDE
DAMIAN MĄTEWSKI

DEC – węgliki wzmocnione diamentem: nowy supertwardy materiał o zwiększonej odporności na zużycie

W pracy przedstawiono zastosowanie metody spiekania impulsowo-plazmowego (PPC) w dziedzinie spiekanych kompozytów diamentowych w warunkach termodynamicznej niestabilności diamentu do wytwarzania narzędzi przeznaczonych do cięcia i urabiania różnych kamieni. Węgliki wzmocnione diamentem (DEC – ang. Diamond Enchanced Carbide), w dalszej części tekstu nazywane skrótowo DEC, jako materiał kompozytowy zawierający 30% obj. cząstek diamentu wytworzono, stosując mieszaninę submikro-nową WC₆Co [% wag.]. Dzięki warunkom spiekania PPC uzyskano spieki o wysokiej gęstości z silnym wiązaniem pomiędzy cząstkami diamentu a osnową węglika spiekane-go. Badano wartości energii właściwej skrawania i współczynnika tarcia pozornego frezu DEC w porównaniu z podobnymi narzędziami z PCD i zwykłego węglika wolframu. Wyniki badań materiałów DEC spiekanych przez GeniCore potwierdziły dobre perspektywy rynkowe dla tych materiałów do zastosowań w cięciu i górnictwie.

Słowa kluczowe: kompozyt o osnowie metalicznej, DEC, SPS, spiekanie, diament, węglik spiekany

1. WSTĘP

Węgliki wzmocnione diamentem zostały opracowane na początku XXI wieku [1, 2] jako materiały łączące najlepsze właściwości Polikrystalicznych Diamentów (PCD – ang. *Polycrystalline Diamond*) na bazie kompozytów metalowych (MMC – ang. *Metal Matrix Composite*) i węglików spiekanych znanych jako materiały supertwarde. W produkcji DEC istniał problem technologiczny, ponieważ w temperaturze spiekania węglików (1400–1500°C), diament jest fazą metastabilną i przekształca się w grafit. W warunkach wysokiego podciśnienia (w niskim ciśnieniu cząstkowym tlenu) w temperaturach do 1400°C, grafityzacja przebiega powoli i występuje tylko na powierzchni cząstek diamentowych, natomiast powyżej tej temperatury transformacja przebiega szybko i występuje w całej cząstce. Aby uniknąć grafityzacji, konieczne jest prowadzenie procesu spiekania w podciśnieniu,

krótkim czasie i we względnie niskiej wartości temperatury. Innowacyjna technologia spiekania impulsowo-plazmowego (PPC) spełnia wymienione wymagania przez wykorzystanie impulsów prądu elektrycznego, o amplitudzie rzędu kilkuset kiloamperów, które są generowane w wyniku wyładowania baterii kondensatorów. Opatentowane rozwiązanie elektronicznego przełącznika i transformacji PPC czyni technologię spiekania impulsowo-plazmowego gotową do zastosowania przemysłowego i spiekania kompozytów na bazie DEC o ulepszonych parametrach.

2. CZĘŚĆ EKSPERYMENTALNA

2.1. Materiały

Kompozyty WC-6Co [% wag.] były produkowane z mieszanek sproszkowanego węglika wolframu (94% wag.)

o średniej wielkości ziaren $0,4 \mu\text{m}$ i bardzo drobnoziarnistego sproszkowanego kobaltu (6% wag.). W drugim etapie dodawano 30% objętościowo sproszkowanego diamentu o średnim rozmiarze około $60 \mu\text{m}$ do podstawowej mieszanki węglkowej. Proszki były mieszane na sucho w mieszalniku Turbo Mixer wyprodukowanym w Chinach, pracującym w geometrii Schatza [3] z wykorzystaniem kulek węglkowych w proporcji masy kulek do proszku 1:1. Czas mieszania wynosił 5 godzin.

2.2. Proces spiekania PPC

Proces spiekania przeprowadzono w urządzeniu wykorzystującym technologię PPC, przedstawionym

na rysunku 1, w następujących warunkach podstawowych. Przed spiekaniem komora była sprowadzana do ciśnienia $1,5 \times 10^{-3} \text{ Pa}$. Następnie, przy zastosowaniu obciążenia 100 kN, próbka była ogrzewana do temperatury 800°C przez 10 min tak, aby usunąć gazy zaadsorbowane na powierzchniach cząstek proszku. Po odgazowaniu próbka była dalej podgrzewana w celu osiągnięcia wymaganej temperatury spiekania 1250°C i była utrzymywana w tej temperaturze przez 3 min. Na początku tego etapu siła obciążenia wzrosła do 212 kN. Końcowy etap obejmował chłodzenie próbki do temperatury pokojowej, nadal pod obciążeniem 212 MPa. Wszystkie operacje były prowadzone w podciśnieniu $1,5 \times 10^{-3} \text{ Pa}$.

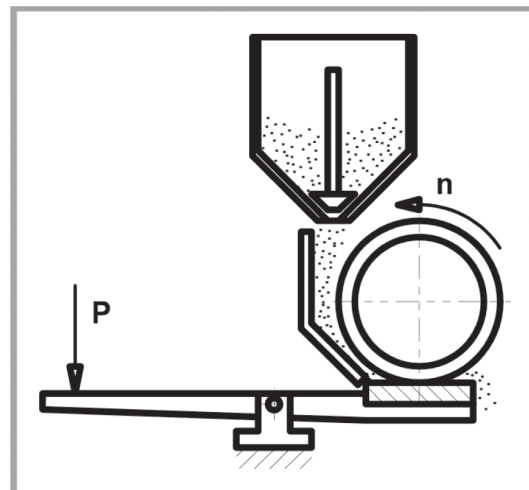


Rys. 1. System produkcyjny do spiekania w technologii PPC wyprodukowany przez GeniCore w Polsce

2.3. Metody testowe

Odporność na zużycie materiałów testowano w warunkach tarcia (oraz mikroskrawania) o luźne ścierniwo w zgodności z GOST 23.208-79 [4], jak przedstawiono na rysunku 2. Główne parametry testowe zamieszczono w tabeli 1.

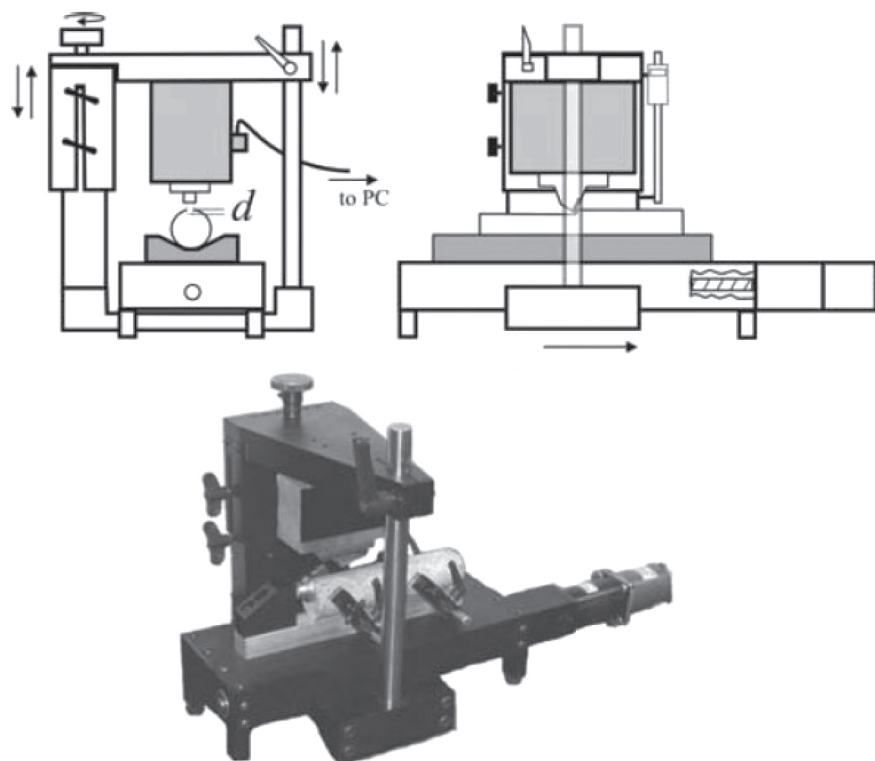
Charakterystyka narzędzia skrawającego została przygotowana we współpracy z Wydziałem Inżynierii Górniczej Uniwersytetu w Mons na podstawie serii standaryzowanych testów cięcia zrealizowanych na testerze do badania tarcia i zużycia RSD opracowanym w Stanach Zjednoczonych Ameryki (RSD – ang. *Rock Strength Device*) [5]. Pokazany na rysunku 3 tester RSD wykorzystano do zrealizowania testów



Rys. 2. Schemat testu zgodnie z GOST 23.208-79

Tabela 1
Główne parametry testu odporności na zużycie zgodnie z GOST 23.208-79

Nazwa parametru	Wartość
Ściemiwo (typ)	SiC 97C 150–180 μm
Nacisk	44 N
Średnica wałka testowego	50 mm
Prędkość obrotowa	60 obr/min
Czas testu	4 godz.



Rys. 3. Tester do badania tarcia i zużycia [6]

cięcia ze stałą prędkością i głębokością cięcia. Obejmował dwuczęściową ramę, z jedną częścią stałą i jedną ruchomą, silnik krokowy i dwuosiowy czujnik obciążenia. Całe urządzenie było sterowane przez mikrokomputer kierujący skokiem części ruchomej i przetwarzający dane pochodzące z czujnika obciążenia. Czujnik obciążenia mierzył składowe, poziomą F_h i pionową F_v , siły F działającej na narzędzie.

Standardowa procedura testowa [6] do charakteryzowania narzędzia obejmuje 10 testów cięcia realizowanych na próbnej skale odniesienia (piaskowiec z Wogezów) oraz na dwóch innych skałach (wapień Mocca oraz wapień z Soignies) z głębokością cięcia od 0,1 mm do 1 mm. Aby wykonać te testy, prędkość cięcia ustawiono na 4 mm/s, a kąt natarcia narzędzia θ ustawiono na 15°. Ogólnie testy są przeprowadzane

na długości 4 cm. Po przetestowaniu głębokości wytworzonych bruzd są mierzone sondą w celu uniknięcia błędów spowodowanych mechanicznym odkształceniem eksperymentalnej ramy.

Na podstawie tych testów można ustalić dwa parametry w celu scharakteryzowania narzędzia DEC – energia właściwa cięcia E , która została zdefiniowana jako energia cięcia poziomego konieczna do wycięcia objętości jednostkowej skały (1) [10] i współczynnik tarcia pozornego na powierzchni cięcia ζ , który został obliczony na podstawie schematu zmiany sił poziomych i pionowych względem czynnej powierzchni narzędzia (2) [7–9, 10].

Dzięki podobnej geometrii narzędzi DEC i narzędzi zwykle testowanych na Uniwersytecie w Mons możliwe było porównanie wyników testów na piaskowcu

z Wogezów z narzędziami z PCD lub węgla wolframu z bazy danych Uniwersytetu w Mons.

$$E = \frac{\int_0^2 F_t d\bar{u}}{\int_0^2 S_G d\bar{u}} \quad (1)$$

gdzie:

- E – energia właściwa cięcia,
- F_t – styczna siła skrawania,
- S_G – pionowy przekrój poprzeczny rowka,
- \bar{u} – wektor przemieszczenia narzędzia,
- C – ścieżka narzędzia.

$$\zeta = \frac{S_v}{S_h} \quad (2)$$

gdzie:

- S_v – nachylenie linii regresji pionowej składowej siły działającej na powierzchnię aktywną,
- S_h – nachylenie linii regresji poziomej składowej siły działającej na powierzchnię aktywną.

3. WYNIKI I DYSKUSJA

Porównawcze wyniki testów odporności na zużycie ściernie kompozytów WC-6Co i DEC przez tarcie o luźno związane cząstki ściernie SiC są przedstawione w tabeli 2 i potwierdzają one zalety materiału DEC spiekanej nowoczesną technologią PPC.

Wartości energii właściwej cięcia i współczynnika tarcia pozornego narzędzia DEC ustalone dla różnych skał podano w tabeli 3.

Porównanie zużycia narzędzi DEC na różnych rodzajach skał przedstawiono na rysunkach 4 i 5. Narzędzie DEC przetestowane na piaskowcu z Wogezów zaczęło wykazywać zużycie po dziesięciu testach cięcia (patrz rys. 4 i 5a).

Dla porównania narzędzia przetestowane na wapieniu Mocca (rys. 5b) lub wapieniu z Soignies (rys. 5c) nie wykazywały śladów zużycia. Choć wapień z Soignies to skała o wyższej wytrzymałości na ściskanie niż dwie pozostałe skały, nie zaobserwowano zużycia w postaci wykruszania w przypadku narzędzia DEC przetestowanego na tej skale. Takie wyniki zużycia były zgodne z własnościami ściernymi poszczególnych skał. Jednak, jeśli chodzi o zużycie w postaci wykruszania w wyniku powtarzanych uderzeń, konieczne byłoby zrealizowanie specjalnych testów na ten typ zużycia w celu wyciągnięcia ostatecznych wniosków.

Ponieważ porównanie narzędzi tnących musi być dokonane w określonych warunkach (takie same badane skały, taka sama geometria narzędzia), tylko wyniki uzyskane dla narzędzia DEC przetestowanego na piaskowcu z Wogezów zostały porównane z wynikami z bazy danych Uniwersytetu w Mons. Tabela 4 zestawia porównanie wyników narzędzia DEC z wynikami dwóch narzędzi skrawających PCD i jednego narzędzia z węgla wolframu. Na podstawie powyższego porównania można stwierdzić, że efektywność narzędzi DEC jest pomiędzy narzędziami tnącymi PCD a tymi z węgla wolframu.

Tabela 2

Porównanie odporności na zużycie kompozytów WC-6Co i DEC

Oznaczenie własne	Gęstość [g/cm ³]	Δm [mg]	Zużycie [cm ³ /obr]
DEC	11,23	52	6×10^{-6}
WC-6Co	14,88	104	$1,2 \times 10^{-5}$

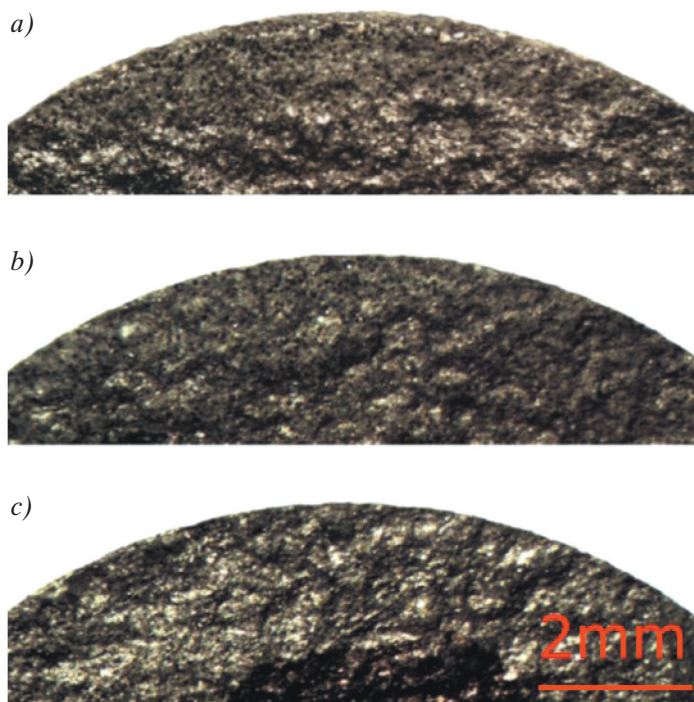
Tabela 3

Wyniki testów wykonanych narzędziami DEC na różnych skałach oraz podstawowe właściwości skał

Testowana skała	Gęstość	Wytrzymałość na ściskanie	E [J/m ³]	ζ
Piaskowiec z Wogezów	2,2–2,8 g/cm ³	95 MPa	$3,75 \times 10^7$	0,90
Wapień Mocca	2,7 g/cm ³	91 MPa	$4,38 \times 10^7$	0,75
Wapień z Soignies	2,7 g/cm ³	159,4 MPa	$8,84 \times 10^7$	0,89



Rys. 4. Zużyta krawędź narzędzia po testach na piaskowcu z Wogezów



Rys. 5. Porównanie krawędzi tnących po testach zrealizowanych na: a) piaskowcu z Wogezów; b) wapieniu Mocca; c) wapieniu z Soignies

Tabela 4

Porównanie narzędzi DEC z narzędziami z PCD i węglika wolframu (WC)

Typ materiału narzędzia	E [MPa]	ζ
PCD typ 1	26,5	0,55
PCD typ 2	20,5	0,57
DEC	37,5	0,90
WC	76	1,00

Wyższa wartość współczynnika tarcia pozornego materiałów DEC niż w przypadku narzędzi tnących z PCD jest głównie wynikiem stanu powierzchni narzędzi DEC. W istocie powierzchnia cięcia jest bardzo szorstka, co na ogół zwiększa ten współczynnik.

Należy także odnotować, że narzędzie z węglika wolframu nie miało tej samej geometrii, w przypadku narzędzi DEC oraz PCD kąt przyłożenia wynosił zero stopni, natomiast w przypadku narzędzia z węglika wolframu kąt ten był niezerowy. Dlatego powyższe

dane porównawcze mogą być tylko wskazaniem i konieczne byłyby bardziej szczegółowe badania w celu ustalenia rzeczywistej różnicy w parametrach narzędzi z DEC i WC dla większej gamy skał.

4. WNIOSKI

DEC ma dużą szansę na znalezienie niszy pomiędzy materiałami PCD i węglkami spiekanyymi dzięki synergii najlepszych właściwości użytkowych obu znanych produktów. Zaawansowane właściwości maszyn pracujących w technologii PPC, które zostały zaprojektowane i wytworzone przez GeniCore, takie jak bardzo duża szybkość nagrzewania (do 1000 K na min) i unikalna forma wysoko energetycznych impulsów, otwierają możliwość spiekania materiałów DEC opartych na polikrystalicznych diamentach o podwyższonej odporności na ścieranie. Wyniki wstępnych testów porównawczych odporności na zużycie materiałów DEC, które zostały poddane spiekaniu przez firmę GeniCore, potwierdziły przydatność kompozytu DEC w zastosowaniach przemysłowych. Dalsze badania powinny wykazać przydatność nowego materiału do zbrojenia narzędzi specjalistycznych do obróbki drewna i kompozytów CFRP z dużymi prędkościami, wiercenia i frezowania w twardych materiałach niemetalowych oraz w narzędziach górniczych.

Podziękowania

Praca powstała przy współfinansowaniu z Narodowego Centrum Badań i Rozwoju w ramach projektu POIR 1.1.1 „Prace B+R nad stworzeniem urządzenia do masowej syntezy przełomowego kompozytu węglików wzbogaconych diamentem” współfinansowanego ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego.

Literatura

- [1] Moriguchi H., Tsuzuki K., Ikegaya A.: *Diamond dispersed cemented carbide produced without using ultrahigh pressure equipment*. W: *15th International Plansee Seminar*, eds. G. Kneringer, P. Rodhammer, H. Wildner, Plansee Holding AG, Reutte 2001, 2: 326–336.
- [2] Moriguchi H., Tsuzuki K.: *Superhard particle-containing composite material*. Japanese patent JP3606311 (2005-01-05).
- [3] Bhoite K., Kakandikar G.M., Nandedkar V.M.: *Schatz mechanism with 3D-motion mixer – A review*. *Materials Today: Proceedings* 2015, 2: 1700–1706.
- [4] GOST 23.208-79: *Ensuring of wear resistance of products. Wear resistance testing of materials by friction against loosely fixed abrasive particles*, Gosstandart of the USSR, 11/29/1979
- [5] Dagrain F., Germy C.: *Field applications for the scratching tests*. Conference Paper, 2006.
- [6] Mitaim S., Dagrain F., Richard T., Detournay E., Drescher A.: *A novel apparatus to determine the rock strength parameters*. Proceedings of the 9th National Convention on Civil Engineering, 2004. Phetburi, Thailand 2004.
- [7] Detournay E., Drescher A., Defourny P., Fourmaintraux D.: *Assessment of rock strength properties from cutting tests: preliminary experimental evidence*. Proceedings of the Colloquium Mundanum on Chalk and Shales, 1995: 1.1.13–1.1.22. Brussels, Groupement Belge de Mécanique des Roches.
- [8] Adachi J., Detournay E., Drescher A.: *Determination of rock strength parameters from cutting tests*. 2nd North American Rock Mechanics Symposium, NARM 1996: 1517–1523.
- [9] Richard T., Detournay E., Drescher A., Nicodeme D., Fourmaintraux D.: *The scratch test as a means to measure strength of sedimentary rocks*. Proceedings of the SPE/ISRM Rock Mechanics in Petroleum Engineering Conference 1998: 15–22.
- [10] Dagrain F., Richard T., Germy C.: *The Rock Strength Device: A scratching apparatus to determine rock properties*. Conference paper: The 7th National Congress on theoretical and applied Mechanics NCTAM 2006.

dr inż. IURII TSYBULIA
mgr inż. HUBERT PRZYGUCKI

dr inż. MAWEJA KASONDE
mgr inż. DAMIAN MĄTEWSKI

GeniCore Sp. z o.o.
ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa
hubert.przygucki@genicore.pl